

## RECUPERACIÓN DE NÍQUEL A PARTIR DE RESIDUALES LÍQUIDOS DEL PROCESO CARONATO-AMONIACAL / NICKEL RECOVERY FROM LIQUID RESIDUALS OF THE CARBONATE-AMMONIACAL PROCESS

*Yarisleydis Nicot Rochet<sup>(1)</sup>; Esteban Alfonso Olmos<sup>(1)</sup>; Lidia Calzada<sup>(1)</sup>.*

1 Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica. Carretera de Varona 12028 km 1½ Boyeros, La Habana, Cuba. Teléfono 6439036. [yari@cipimm.minem.cu](mailto:yari@cipimm.minem.cu).

### RESUMEN

El vertimiento de los residuos líquidos industriales de las empresas metalúrgicas del níquel en Cuba constituye un problema de contaminación ambiental, debido fundamentalmente al contenido de metales pesados que en ellas se generan. Tal es el caso del licor residual de la planta de recuperación de amoníaco del proceso CARON, representado hoy en día por la Empresa Ernesto Che Guevara.

En la actualidad el níquel y el cobalto contenidos en este residual son precipitados como sulfuros, utilizando una solución de hidrosulfuro de amonio, cuyo producto es un concentrado de sulfuros mixtos de difícil manejo, dadas sus características gelatinosas, además del aumento inconveniente de compuestos de azufre en el licor tratado.

El presente trabajo estudia una alternativa para recuperar el níquel y el cobalto presente en estos residuos mediante procesos de sorción y desorción en sistema continuo, con el empleo de la resina quelante de intercambio iónico Lewattit TP 207.

Las extracciones del níquel y del cobalto alcanzadas durante el proceso de sorción fueron mayores de 95 y 60% respectivamente en las condiciones establecidas. En el proceso de desorción de metales de la resina cargada con el empleo de una solución de ácido sulfúrico 125 g/L se obtienen eluatos con concentraciones de níquel mayores de 29 g/L y 0,68 g/l de cobalto.

**Palabras claves:** sorción y desorción, níquel, cobalto, resinas de intercambio iónico.

### ABSTRACT

The dumping of industrial liquid waste of nickel metallurgical enterprises in Cuba is a problem of environmental pollution, due mainly to the heavy metals content that are generated in them. Such is the case of liquor residual of the ammonia recovery plant CARON process, represented by the Ernesto Che Guevara Company today.

Currently nickel and cobalt content in this residual are precipitated as sulphides, using a solution of ammonium hydrosulfide, whose product is a concentrate of mixed sulphides difficult to handle due to its gelatinous characteristics, besides the drawback increase of sulfur compounds in the treated liquor.

This paper offers an alternative to recover nickel and cobalt present in these wastes by sorption and desorption processes in continuous system with the use of Lewattit TP 207 chelating ion exchange resin.

The extraction of nickel and cobalt achieved during the sorption process were older than 95 and 60% respectively in the conditions. In the desorption process of the loaded resin metals with the use of a solution of sulfuric acid 125 g/L is obtained eluates with nickel concentrations greater than 29 g/L and 0,68g/L of cobalt.

**Keywords:** sorption and desorption, nickel, cobalt, ion exchange resins.

## INTRODUCCIÓN

Las principales fuentes de emisión de metales a la hidrosfera están relacionadas con la actividad antropogénica industrial, y son originadas fundamentalmente por procesos metalúrgicos que propician que grandes concentraciones de metales pesados potencialmente tóxicos, sean emitidos a la atmósfera y vertidos en ambientes acuáticos y terrestres.

Existen características particulares de los efluentes de cada industria que estimulan la búsqueda de tecnologías alternativas para su tratamiento, con vistas a la mitigación o reducción de impactos ambientales, que sumado la posibilidad de recuperar valores metálicos presentes en estos residuales y la consecuente reutilización de estas aguas tratadas en diferentes etapas del proceso, hacen de estas técnicas, propuestas tecnológica y económicamente atractivas.

Dentro de las técnicas existentes y emergentes para el tratamiento de metales pesados presentes en los efluentes de la industria metalúrgica se encuentran: de uso amplio precipitación como hidróxidos; de uso limitado el intercambio iónico que tienen como desventaja el alto precio de algunos materiales adsorbentes y resinas y la precipitación con sulfuros, que, aunque es barata y relativamente simple, es difícil la separación para altas concentraciones; y de uso potencial la ósmosis inversa que no es un método muy eficiente debido al costo, a menos que el contenido de sal del agua tratada requiera una mayor desmineralización, además tiene el inconveniente de que en condiciones aeróbicas los óxidos metálicos pueden obstruir las membranas. [Amado y Gutierrez, 2006; Deepatana y Valix, 2008; Donia et-al., 2005; Heviánková et-al., 2014; Shah et-al., 2013; Soco y Kalembkiewicz, 2013; Taffarel y Rubio, 2009]. Algunos de estos métodos, como la ósmosis o los tratamientos electroquímicos, pierden efectividad cuando las concentraciones son bajas [Volesky, 2001].

El intercambio iónico, aunque es de uso limitado, esta reportada como una de las técnicas más apropiadas para la recuperación de metales de licores con bajos niveles de concentración, debido, entre otras razones, a los altos índices de extracción y la posibilidad de obtener eluatos de alta concentración de los metales recuperados para la producción de sales, óxidos, etc [Alfonso, 2011]. Este método es tecnológicamente simple y permite la eliminación selectiva de trazas de impurezas de las soluciones.

Esta operación consiste en un intercambio reversible de iones entre una fase sólida iónica y una fase líquida externa, sin un cambio sustancial de la estructura del sólido. La fase sólida consiste usualmente en una matriz polimérica (por lo general una resina) o una red cristalina, insoluble pero permeable, sobre la cual se ubican grupos cargados (grupos funcionales) y fijos y contra-iones móviles de carga opuesta que pueden ser intercambiados por otros iones de la fase líquida externa. [Álvarez, 2008].

Los grupos funcionales se alojan en zonas concretas del cambiador y esta estructura física en su conjunto garantiza un equilibrio químico y electroquímico con la disolución acuosa. Para ello, las moléculas y los iones que están en el interior del cambiador se mueven libremente gracias al campo eléctrico o a la difusión [Álvarez, 2008].

Los intercambiadores iónicos se clasifican en dos grupos: por su origen en naturales y sintéticos y por su composición química en intercambiadores orgánicos e inorgánicos [Kunin, 1958]. Los más ampliamente usados son los poliméricos sintéticos, sólidos orgánicos llamados normalmente resinas de intercambio iónico.

Las resinas convencionales (aniónicas base débil/fuerte o catiónicas ácido débil/fuerte) no son selectivas y tienden a cargarse con todas las especies presentes en la solución en mayor o menor grado, dependiendo de sus características químicas, lo cual hace que

metales que se recuperan por vía húmeda no puedan ser tratados con esta técnica.

En estos casos se emplean las resinas catiónicas quelantes, que son polímeros enlazados covalentemente con cadenas laterales que contiene átomos donantes disponibles para formar compuestos de coordinación con un ión metálico, o sea, son resinas altamente selectivas y específicas, cuyo grupo funcional tiene las propiedades de un reactivo específico, ya que forman quelatos selectivamente con algunos iones metálicos. Las mismas, presentan además, carácter ácido débil que facilita su regeneración con un ácido mineral. No obstante son poco utilizadas en la industria por ser más caras que las convencionales y por tener una cinética de absorción más lenta [Ballester y Verdeja, 2002].

El vertimiento de las industrias metalúrgicas del níquel en Cuba son potencialmente contaminantes a nivel de metales pesados o cargas químicas que se emiten a la atmósfera. Tal es el caso del licor residual de la planta de recuperación de amoniaco del proceso CARON, representado hoy en día por la Empresa Ernesto Che Guevara.

En sus inicios el licor filtrado enviado a desecho procedente de esta planta era utilizado parcialmente para diluir las colas destiladas y el sobrante, bombeado al mar, siendo elevadas las pérdidas de níquel por este concepto. Actualmente el níquel y el cobalto contenidos en este residual son precipitados como sulfuros, utilizando una solución de hidrosulfuro de amonio, cuyo producto es un concentrado de sulfuros mixtos de difícil manejo, dadas sus características gelatinosas, además del aumento inconveniente de compuestos de azufre en el licor tratado que se desecha.

Existen varios estudios que sostienen el uso de resinas iminodiacéticas para la remoción y/o recuperación de metales de los efluentes minero metalúrgicos e industriales [Montero, M. y J. Olivares, 2005; Puga, 2011].

Hace unos años Mendes y Martins [Mendes y Martins, 2005] corroboraron que las resinas quelantes de intercambio iónico con grupo funcional iminodiacético son adecuadas para la recuperación de níquel y cobalto a partir de soluciones de lixiviación con ácido sulfúrico de minerales lateríticos, presentando alta selectividad hacia los metales de transición.

Uno de los reportes más recientes [Alfonso, 2011], describe el trabajo realizado por Anaconda Nickel Ltd. Se ha reportado a escala de banco hasta pruebas piloto el desarrollo de un proceso de resina en pulpa, con el empleo de la resina iminodiacética IRC 748. Los resultados de planta piloto mostraron que más del 95% del níquel puede ser recuperado y el 75-80% del cobalto.

El presente trabajo estudia una alternativa a escala de laboratorio para recuperar el níquel y el cobalto presente en licores residuales procedentes de la planta de recuperación de amoniaco de la empresa niquelífera Ernesto Che Guevara mediante procesos de sorción y desorción en sistema continuo, con el empleo de resinas quelantes de intercambio iónico.

## MATERIALES Y MÉTODOS

Para el desarrollo experimental del estudio se utilizaron los equipos, materiales y reactivos que se listan a continuación

### Equipos

- ❑ Zaranda vibratoria (pruebas discontinuas para la selección de la resina)
- ❑ Bomba peristáltica (alimentación y control de la velocidad específica en pruebas dinámicas)

### Materiales y reactivos

- ❑ Muestra de licor residual de la planta de recuperación de amoníaco de la empresa Ernesto Che Guevara
- ❑ Ácido sulfúrico 125 g/l (solución desorbedora para ensayos en condiciones dinámicas)
- ❑ Ácido clorhídrico grado técnico 37% (desorción en condiciones extremas)

Resinas comerciales macroporosas catiónicas débilmente ácidas con la presencia de grupos quelantes iminodacéticos generalmente aplicadas para la remoción de metales pesados en efluentes industriales, ambas tamizadas bajo 0,1 mm.

- ❑ Lewatit TP-207 con una capacidad total en forma [H]<sup>+</sup> de 2,2 eq/L
- ❑ Purolite SST 930 con una capacidad total en forma [Na]<sup>+</sup> de 1,9 eq/L
- ❑ Frascos plásticos (conteniendo las resinas en contacto con la solución residual)
- ❑ Crisol de vidrio con fondo fritado (para la elución de la resina en condiciones extremas)
- ❑ Volumétrico de 100 ml de capacidad
- ❑ Columna de vidrio de 2,6 cm de diámetro interior y una altura de 18 cm (pruebas de intercambio en continuo), se utiliza una altura de la cama de 9 cm y un volumen de resina de 45 ml.
- ❑ Recipiente colector de eluatos

## Métodos

### Caracterización química

Se caracterizaron las soluciones de estudio mediante la determinación de la composición química de las mismas con el empleo de la técnica DCM-PT-07-001 – Procedimiento para la realización de lecturas directas de licores por ICP-AES (ISO/CD122351&).

### Preparación de la resina en forma [NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup>

Para poder usar la resina es preciso que este en una forma iónica adecuada para el

tratamiento que se desea realizar. Es muy común que se comercialicen en forma [Na]<sup>+</sup> o de [H]<sup>+</sup>, por lo que es necesario acondicionarla, o sea, cambiar el contraión que contiene inicialmente, por el ión con que se desea operar.

Para transformar la resina a su forma de trabajo, en este caso [NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup>, se pusieron en contacto iguales volúmenes de resina en forma sódica o de hidrógeno y de solución de agua amoniacal (NH<sub>3</sub> – 5%), en un recipiente de vidrio, se agitó eventualmente la mezcla durante 12 horas, luego se separó la parte líquida de la resina por decantación y se lavó la resina tres veces con agua destilada con la misma relación antes empleada pero con tiempo de contacto de 20 minutos.

### Selección de la resina de intercambio

Para seleccionar la resina de intercambio se realizaron pruebas de sorción en sistema estático con las dos resinas quelantes inminodiacéticas. En las operaciones en discontinuo se mezcla el intercambiador y la solución en un recipiente hasta que el intercambio alcanza el equilibrio. Esta configuración no puede utilizarse para devolver el intercambiador a la forma iónica original. Es necesario recuperar el intercambiador por decantación [Amado y Gutierrez, 2006]. Este método, a pesar de ser muy eficiente, tiene pocas aplicaciones industriales. En este caso se realiza para extraer el Ni en condiciones extremas y que no sea necesario analizar la resina químicamente.

Para ello se tomaron dos frascos plásticos de 1L de capacidad con sus respectivas tapas. En uno se adicionaron 5 ml de resina Lewatit TP-207 y 500 ml de licor residual de la planta de recuperación de amoníaco de la empresa Cde Ernesto Che Guevara, mientras que en el otro frasco se realizó la misma operación con resina Purolite. Ambos recipientes se agitaron en zaranda vibratoria durante 24h.

Una vez transcurrido el tiempo seleccionado, se separaron la fase licor y la fase resina con

ayuda de una tapa con malla. Las resinas fueron desorbidas con una solución de HCl/H<sub>2</sub>O en una relación 1:1 en volumétricos de 100 ml, se homogenizan y se envían a análisis químico.

### Empaquetamiento de la columna

Con el objetivo de estudiar los procesos de sorción y desorción en continuo, se utilizó una columna de vidrio cuyas dimensiones aparecen descritas anteriormente. La misma se empacó con 45 ml del intercambiador seleccionado (resina Lewatit TP 207) y se lavó con agua destilada para eliminar las posibles impurezas y permitir el proceso de hinchamiento de la resina, que se debe principalmente a la presión osmótica o diferencia de presión con la disolución externa, creada por la alta concentración iónica interna. Este proceso es esencial para que ocurra la difusión de los iones y la ionización de los grupos activos.

Es importante resaltar que según McCabe y Smith [McCabe y Smith, 2004] una resina exhibe un alto nivel de expansión cuando se caracteriza por un bajo grado de enlaces entrecruzados, una elevada capacidad de intercambio, se encuentra completamente ionizada y los contraiones se encuentran completamente solvatados.

### Proceso de sorción de metales

Para la remoción de los metales del licor residual se utilizó el proceso de sorción en sistema continuo, donde se pasó continuamente un flujo de licor a través de una cama de la resina que al principio estaba libre de adsorbato [McCabe y Smith, 2004], que fue expresado en volúmenes de solución ( $V_S$ ) por volumen de resina ( $V_R$ ) por hora  $V_S / V_R * h$  (Velocidad específica). La velocidad específica (VE) expresa la carga hidráulica que se pasa a través del lecho, la recomendada por el proveedor de la resina para licores residuales es de 20 – 30, se tomó la velocidad específica de 20.

En este caso el flujo de licor se alimentó por el tope de la columna. La capa superior del sólido en contacto con la solución entrante sorbe al principio los metales rápida y efectivamente, y el poco remanente de estos en la solución queda prácticamente eliminado por las capas de resina en la parte inferior de la columna, la capa superior está prácticamente saturada. Mientras continúa fluyendo la solución, la zona de sorción se mueve hacia abajo hasta que alcanza el fondo del lecho y la concentración de metales en el licor eluido aumenta bruscamente hasta valores apreciables, por primera vez [Treybal, 2004]. Se dice que el sistema ha alcanzado de punto de ruptura

Se tomaron porciones de licor a la salida de la columna cada determinado tiempo, para determinar el contenido de metales en cada una. En la Figura 1 (Anexo 1) se muestra la instalación utilizada para las pruebas de sorción y desorción de metales.

### Determinación del coeficiente de selectividad

Para caracterizar cuantitativamente la afinidad del intercambiador iónico por un ión en particular, se determinó el coeficiente de selectividad, que se define como la relación de equilibrio que se obtiene de la aplicación formal de la ley de acción de masa al proceso de intercambio iónico.

El coeficiente de selectividad no representa las actividades de las especies, no es una constante de equilibrio por lo que depende de las condiciones experimentales concretas [Montero y Olivares, 2005]. El mismo se calculó según la expresión de la Ecuación 1.

$$K^B_A = \frac{\hat{C}_B \cdot C_A}{\hat{C}_A \cdot C_B}$$

**(Ecuación 1)**

Donde  $C$  es la concentración de los iones en fase acuosa y  $\hat{C}$  la concentración en la fase resina. Se tomó como especie B al Ni, y como especie A el Co ó el Mg en dependencia del caso. De esta manera,

valores de K por encima de 1, indican que la resina es más afín al Ni; cuando es inferior a 1 indica que es selectiva a la especie A, mientras que si es igual a la unidad, el intercambiador iónico no muestra preferencia por ninguno de los iones en concreto.

### Determinación de la capacidad de operación de la resina

La capacidad de operación indica la cantidad de iones que una resina puede intercambiar en determinadas condiciones experimentales [Álvarez, 2008]. Depende del tipo de grupo activo y del grado de entrecruzamiento de la matriz y se expresa en equivalentes por litro de resina, o por gramo. Esta suele ser menor que la capacidad teórica de intercambio ya que no todos los sitios activos son accesibles a los iones en disolución.

Para la determinación de la capacidad de operación de la resina se tomaron 5,0 mL de la resina cargada, se colocaron en un crisol de cristal fritado, se eluyeron los metales adsorbidos con solución de HCl diluido con agua (1:1) en porciones de 20 mL, 3 veces y con 10,0 mL de agua destilada 2 veces, se recogen los eluatos y los lavados en frasco volumétrico de 100,0 mL, completa el volumen hasta el aforo con agua destilada.

La capacidad de operación de una resina dada se calcula en (g/L de resina) según la Ecuación 2:

$$\frac{(Me_1 + Me_2 + Me_3 + \dots + Me_i) \text{ g/L} * 100}{1000} * 200$$

### Desorción de metales

El proceso de desorción de los metales de la resina cargada sirvió no solo para estudiar la capacidad de la resina para regresar a su estado iónico inicial, sino para evaluar la recuperación de los metales. La desorción se realizó empleando un exceso de determinado electrolito llamado regenerante o eluyente, en este caso un ácido fuerte, por lo que sirvió

para regenerar la resina agotada para poder utilizarla nuevamente, o sea, devolver la resina saturada, a su forma iónica inicial, en este caso [H]<sup>+</sup>, desplazando de esta manera los iones del metal de interés retenidos en ella. Esta etapa es importante en el proceso de intercambio iónico ya que el buen funcionamiento del intercambiador en sucesivos procesos de carga depende de una regeneración eficiente.

Para obtener el máximo rendimiento de esta etapa es importante optimizar parámetros como la concentración y volumen de disolución regenerante así como la velocidad de flujo. En esta investigación se utilizaron parámetros recomendados por los fabricantes.

Se realizó de igual forma en columnas en sistema dinámico utilizando una solución de ácido sulfúrico 125,0 g/L como solución desorbedora según la experiencia de otros autores con una velocidad específica de  $3 V_s/V_R * h$ , como sugieren algunas investigaciones anteriores [Montero y Olivares, 2005]. En los eluatos que salen por la parte inferior de la columna se analizaron los elementos de interés y se conformaron las curvas de elución correspondientes. Finalmente se lava la cama de resina de la solución desorbedora embebida con 2 volúmenes de agua por volumen de resina.

## RESULTADOS (Ecuación 2) JSIÓN

### Selección de la resina

Los resultados de las pruebas estáticas de sorción con el objetivo de seleccionar la resina más adecuada para el tratamiento de los licores residuales aparecen en la Tabla I. Donde no se percibe una marcada diferencia en la capacidad de operación de ambos intercambiadores, las extracciones obtenidas son también similares, aunque ligeramente

superiores para la Lewatit. El coeficiente de selectividad obtenido para ambas, en las condiciones experimentales, sugiere que presentan mayor afinidad por el níquel que por el cobalto, sin embargo la resina Lewatit TP

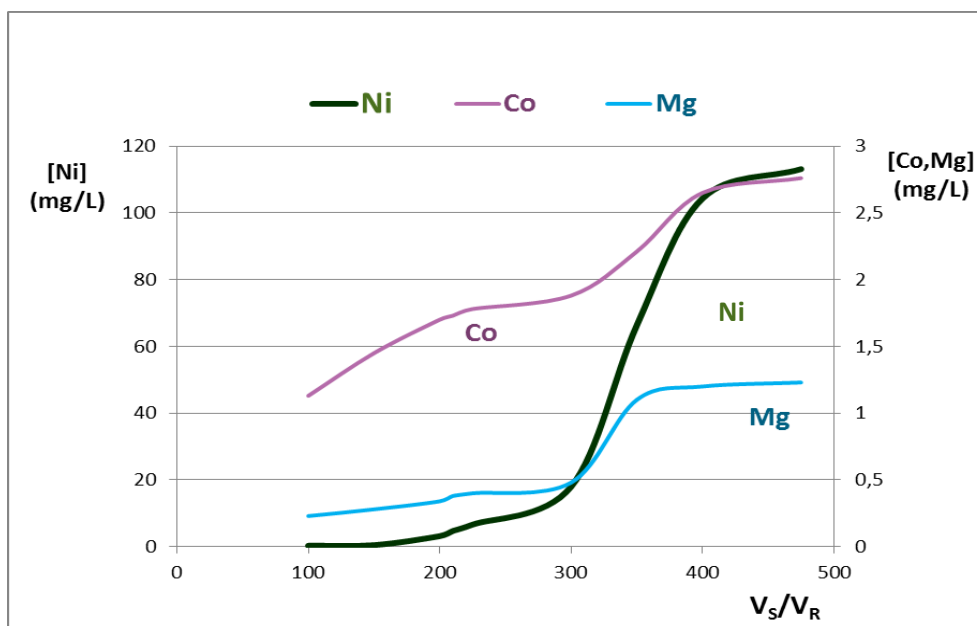
207, presenta valores superiores a la Purolite, por lo que se selecciona para el desarrollo de las pruebas de sorción y desorción en sistema continuo.

**Tabla I. Características de las resinas Purolite y Lewatit**

	Metales en solución		Capacidad de operación (g Ni/L res)		Extracción		Coeficiente selectividad
	Ni	Co			Ni	Co	
Lewatit TP 207	0,0048	0,004	0,108	0,0073	95,75	64,6	12,35
Purolite S930 Plus	0,0094	0,004	0,104	0,0073	91,68	64,6	6,04

**Pruebas de sorción**

En las figuras 1 y 2 se muestran los resultados de la etapa de sorción del Ni, Co y Mg utilizando una velocidad específica del licor residual ( $VE = V_S/V_R * h$ ) de 20.



**Figura 1. Sorción de metales**

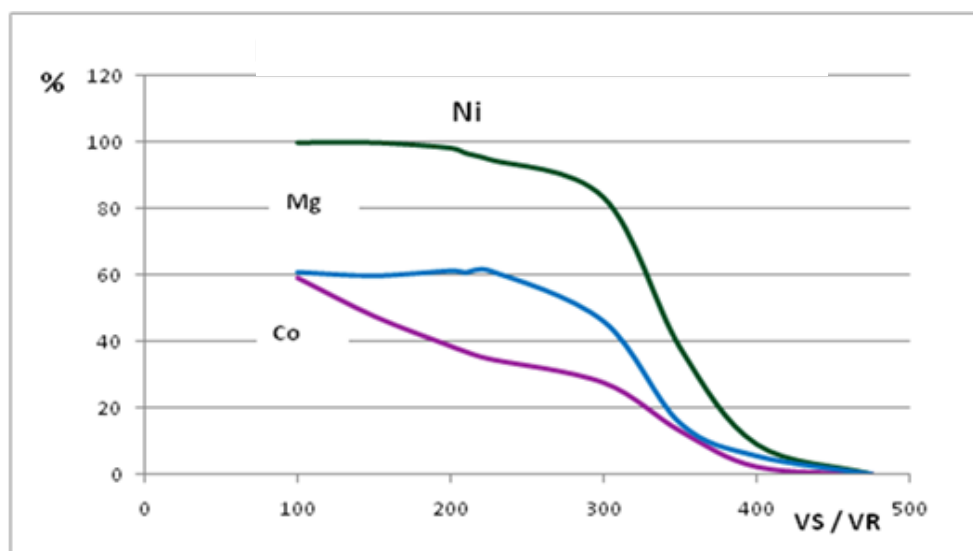
Como se aprecia en la gráfica de la Figura 1, al inicio, la concentración de metales a la salida de la columna es prácticamente cero, o sea que los eluatos obtenidos pueden ser reutilizados como agua de proceso. Cuando la resina comienza a estar saturada se observa un aumento en la concentración de salida de dichos elementos, esta descarga se conoce

como punto de ruptura, que para el níquel y el magnesio solo se alcanza al pasar 300  $V_S/V_R$ , lo que evidencia una alta remoción de metales pesados del licor residual en esta etapa (en el orden de 0,4 mg/L para el Ni, menos de 1,5 mg/L para el Co y menor de 0,6 mg/L para el Mg) y una elevada capacidad de sorción e la resina. Inmediatamente después la

concentración de estos metales en el efluente aumentó con rapidez, lo que muestra que al producirse el intercambio iónico, la capacidad de la resina comienza a decrecer, puesto que posee una capacidad limitada para la remoción de iones de las soluciones. Al pasar cerca de  $400 V_S/V_R$ , las curvas de los tres metales se van haciendo asintóticas, lo que indica que el intercambiador cedió la mayoría de sus iones de sustitución y se produjo un cierto pase de iones no deseados en la solución a la salida de la columna lo que demuestra que ha alcanzado la saturación.

Los resultados de las eficiencias de sorción de cada elemento con relación a la velocidad

específica se presentan en la Figura 2. Resultados que se corresponden con la información ofrecida por la gráfica del punto de ruptura, donde se aprecia que la resina logra una eficiencia del 99% para el Ni y para el Co y el Mg se logra hasta un 60% de extracción al pasar por la columna  $300 V_S/V_R$ . Al continuar la irrigación de la columna, la eficiencia del proceso comienza a decrecer, lo que está dado porque el intercambiador tiene un número finito de iones o sitios intercambiables, los cuales se van agotando en la medida que ocurre la transferencia, de esa forma, la concentración de metales en la salida de la columna es la misma que a la entrada, indicando el agotamiento de la resina.



**Figura 2. Eficiencia de sorción de los metales**

La Figura 3 ofrece una de las características más importantes de las resinas que se puede obtener experimentalmente en las condiciones de trabajo, que es la capacidad operativa o de trabajo. En el caso del Ni, un litro de resina es capaz de retener hasta 43 gramos de este metal en estas condiciones, lo que representa una capacidad de trabajo de  $1,52 \text{ eq/L}$ , el 68%

de la capacidad total de la resina. Sin embargo solo obtiene  $0,48 \text{ g}$  de Co por litro de resina y  $0,20 \text{ g}$  el Mg con  $480 V_S/V_R$ , con una velocidad específica de  $20 V_S/V_R \cdot \text{h}$ . La capacidad de trabajo de la resina fue comprobada por métodos analíticos, la calculada con los efluentes se corresponde con la obtenida en la curva.

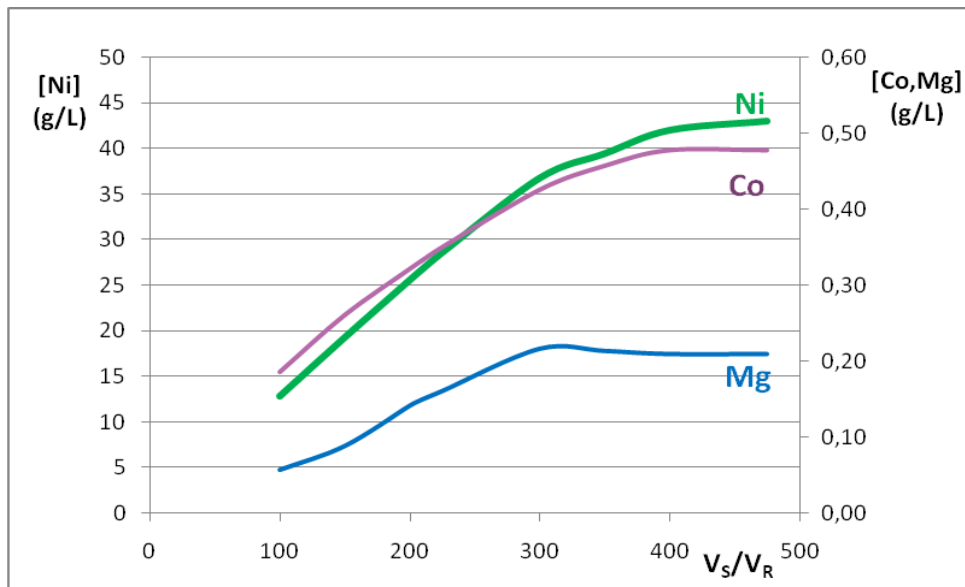


Figura 3. Contenido de metales en la resina

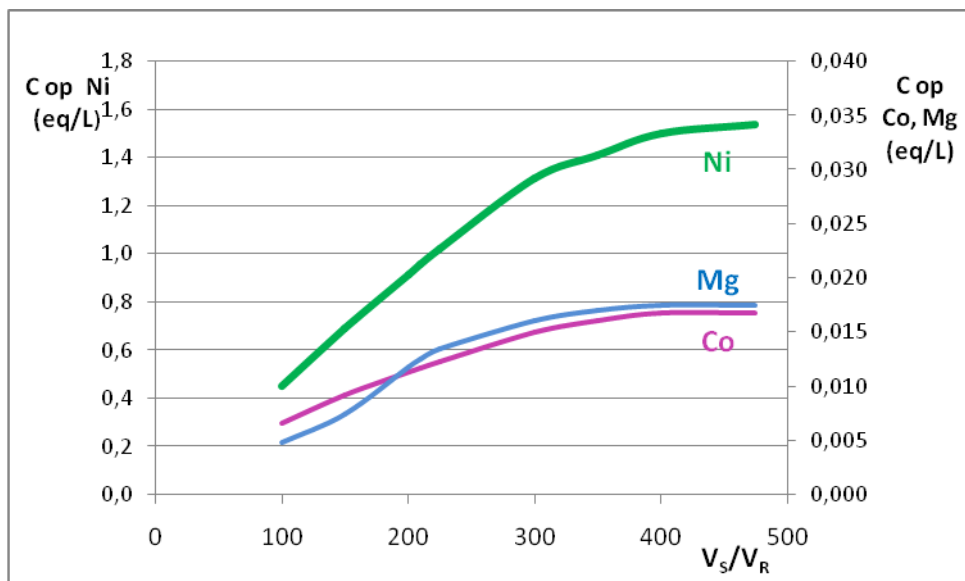
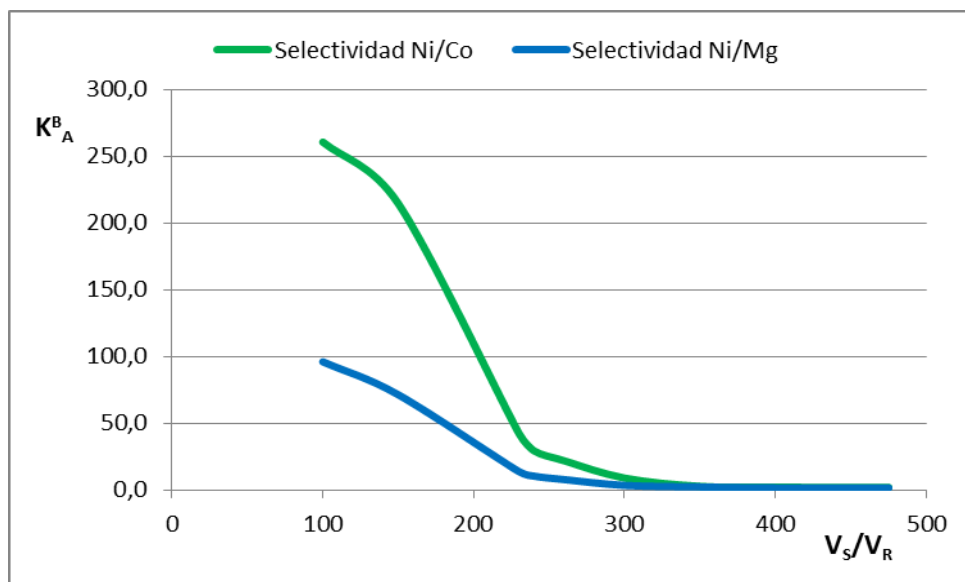


Figura 4. Capacidad de operación en eq/L

El comportamiento de la selectividad del níquel con respecto al cobalto y al magnesio se muestra en la Figura 5.



**Figura 5. Curva de selectividad de la resina Lewatit TP 207 en las condiciones experimentales**

En las se aprecia cuantas veces fueron adsorbidos los iones de níquel con respecto a los iones adsorbidos de cobalto ó magnesio, donde todos los valores del coeficiente están por encima de la unidad, lo que significa que la resina en las condiciones dadas, tiene mayor afinidad por el níquel que por el resto de las especies analizadas. Se observa además, como desde el principio comienza a disminuir rápidamente la capacidad relativa del intercambiador por escoger al Ni de entre los demás iones presentes en la solución, hasta valores cercanos a uno, donde la resina no es afín por ninguno de los tres.

### Desorción de la resina

Una vez cargada la resina se procedió a la desorción de los metales o etapa de regeneración en este caso, que es el proceso inverso del proceso de intercambio iónico y tiene por finalidad devolverle a la resina su capacidad inicial de intercambio. Esto se realizó haciendo pasar soluciones que

contenían el ión móvil original  $[H]^+$ , el cual se deposita en la resina y desaloja los iones captados durante el atrapamiento.

Como se explicó anteriormente, la resina cargada en metales obtenida del proceso de sorción del licor residual es sometida al proceso de desorción, utilizando solución de ácido sulfúrico 125,0 g/L como sustancia desorbedora, con una velocidad específica de  $3 V_S/V_R * h$ .

El gráfico de la Figura 6 expresa estos resultados, mostrando una curva típica de elución para cada metal, donde los metales alcanzan las mayores concentraciones en solución al pasar  $2 V_S/V_R$ . Es importante resaltar que es posible obtener eluatos con contenidos de Ni de 29 g/L, de Co 0,68 g/L y de Mg de 0,24 g/L, que corresponde a las altas eficiencias de desorción reflejadas en la Figura 7, para los tres metales, donde el magnesio se desorbe primero y el níquel y el cobalto tienen un comportamiento similar.

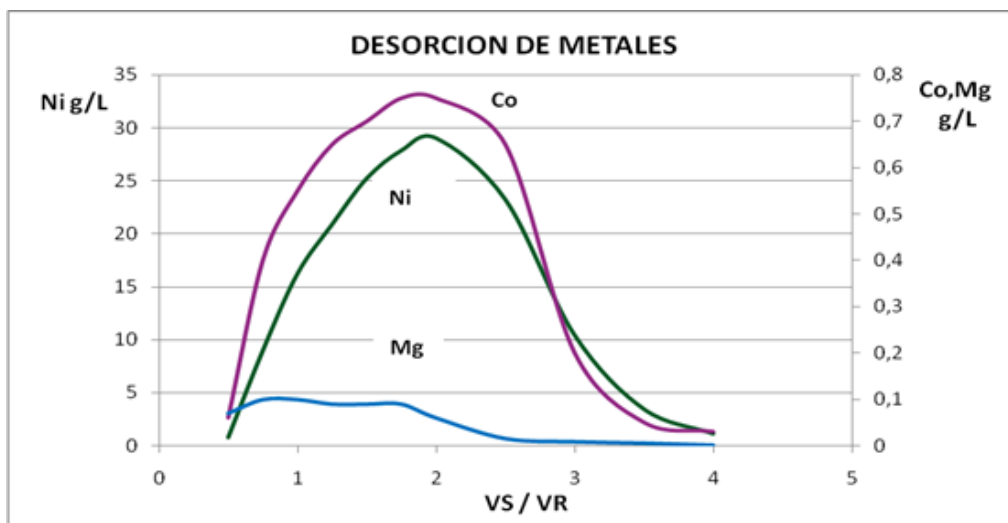


Figura 6. Desorción de metales de la resina cargada con metales

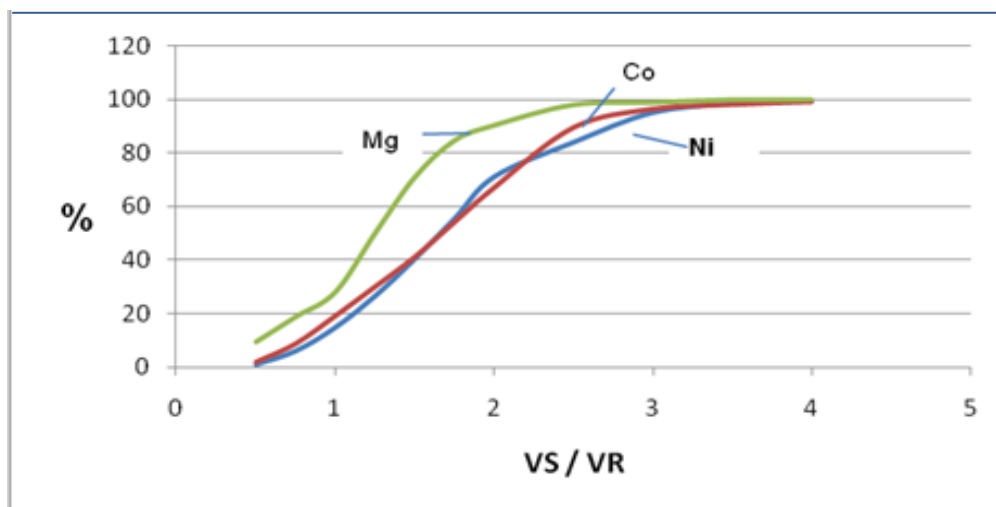


Figura 7. Eficiencia de la desorción de metales

**Consideraciones**

Esta investigación delinea la posibilidad de extraer el níquel y el cobalto presente en los residuales líquidos de la planta de recuperación de amoníaco del proceso carbonato amoniacal; sin embargo es un trabajo en un estadio preliminar de investigación, por lo que primero es necesario estudiar con más profundidad los parámetros que intervienen en los procesos de sorción y desorción de la resina, teniendo en cuenta que en esta investigación se utilizaron los recomendados por los fabricantes y el análisis

de bibliografía, verificar si los resultados se reproducen a mayor escala para luego determinar cuáles son las condiciones más adecuadas para llevar a cabo el procedimiento.

Existen muchos sistemas para el tratamiento de efluentes industriales con resinas de intercambio iónico entre los que se encuentran el lecho fijo en corriente paralela o a contracorriente, que es la técnica más utilizada; lecho fluidizado a contracorriente, donde el regenerante es pasado hacia abajo y el agotamiento se realiza hacia arriba, estando la resina en estado fluidizado y el intercambio

en lecho móvil. Este último consiste, como su nombre lo indica, en un sistema de dos intercambiadores, donde una pequeña porción del lecho ya agotada, se mueve del primer equipo hacia otro donde se regenera y simultáneamente una porción de resina regenerada se mueve hacia el equipo de sorción. El lecho móvil es muy útil si es necesario tratar un flujo alto de residual y presenta las ventajas de menores costos de operación y considerable ahorro de espacio, con respecto a las otras variantes [Arden, 1968; Nikoladze, 1989].

En el caso del tratamiento del efluente estudiado, sería conveniente utilizar una instalación de lecho móvil, incluso para pruebas a mayor escala. Lo que necesitaría solo dos intercambiadores, uno para la sorción, donde el efluente sea alimentado por el fondo y, como se explica anteriormente, las capas de resina ya cargada, una vez alcanzado el punto de ruptura, 300 VS/VR en este caso, sean trasladadas hacia otro intercambiador, donde ocurra la desorción.

Los licores ácidos eluidos con cerca de 28 g/l de Ni, de la desorción del sorbente saturado, pudieran ser enviados a la fábrica Pedro Sotto Alba, lo que acarrearía grandes gastos de transportación y almacenaje, por otra parte, teniendo en cuenta su contenido de iones sulfato, y magnesio no deben ser enviados directamente al proceso de lixiviación de la tecnología carbonato amoniacal puesto que ocasionaría dificultades técnico-económicas; por lo que la propuesta sería (Alfonso, 1985) precipitar los metales como carbonatos con soluciones de carbonato de sodio, lo que deberá ser estudiado profundamente en etapas posteriores de investigación.

## CONCLUSIONES

1. Se selecciona la resina iminodiacética Lewatit TP-207 puesto que presenta mejores resultados teniendo en cuenta mayor porcentaje de extracción y mayor afinidad por el níquel, en comparación

con la resina iminodiacética Purolite S930 Plus.

2. Se comprobó la posibilidad de recuperar el níquel y el cobalto del licor residual de la planta de recuperación de amoniaco de la empresa Ernesto Che Guevara con el empleo de la resina de intercambio iónico quelante Lewatit TP – 207.
3. La remoción del níquel y del cobalto alcanzada fue mayor de 95 y 60% respectivamente en las condiciones establecidas con valores de selectividad por encima de la unidad que muestran mayor afinidad de la resina por el níquel con respecto al cobalto y al magnesio.
4. En el proceso de desorción de metales con solución de ácido sulfúrico 125 g/L de la resina cargada se logran eluatos con concentraciones de níquel mayores de 28 g /L.

## RECOMENDACIONES

1. Considerar en etapas futuras de investigación un análisis profundo para la determinación de los principales parámetros de sorción y desorción a una escala mayor con vistas a obtener indicadores técnico económicos que permitan tomar decisiones sobre la alternativa propuesta.

## BIBLIOGRAFÍA

- Alfonso, E., 2011. Resinas de intercambio iónico: futuro en el procesamiento de minerales lateríticos, IV Convención de ciencias de la tierra, Geociencias. Disponible en: [http://www.redciencia.cu/geobiblio/paper/2011\\_Merida\\_MIN10-P10.pdf](http://www.redciencia.cu/geobiblio/paper/2011_Merida_MIN10-P10.pdf)
- Álvarez F, J, 2008. Recuperación de Fe<sup>3+</sup> mediante resinas de intercambio iónico. Disponible en: [http://bibing.us.es/proyectos/abreproy/5117/fiche\\_ro/PROYECTO+RESINAS.pdf](http://bibing.us.es/proyectos/abreproy/5117/fiche_ro/PROYECTO+RESINAS.pdf)
- Amado, D. C.; Z. T. Gutierrez, 2006. Evaluación técnica para la recuperación y reutilización de las aguas residuales industriales de la empresa fantaxias LTDA por resinas de intercambio iónico. Disponible en:

<http://repositorio.uis.edu.co/jspui/bitstream/123456789/6255/2/121769.pdf>

- Arden T.V., 1968. Water Purification by Ion Exchange, Butter Worths, London.
- Ballester, A.; I. Verdeja; J. Sancho, 2002. Fundamentos de Metalurgia Extractiva. Editorial Síntesis, España, 385 - 396 p, 415 p, 427- 460 p.
- Caviedes, D.; R. A. Muñoz; A. Perdomo; D. Rodríguez; J. Sandoval. 2015. Tratamientos para la remoción de metales pesados comúnmente presentes en aguas residuales industriales. Una revisión. Revista Ingeniería y Región. Vol. 13 (No. 1): 73-90 p.
- Deepatana, A.; A. M. Valix, 2008. Comparative adsorption isotherms and modeling of nickel and cobalt citrate complexes onto chelating resins. Desalination. (No. 218), 334-342 p, 38-45 p.
- Donia A. M., et-al. 2005. Gold (III) recovery using synthetic chelating resins with amine, thio and amine/mercaptan functionalities. Separation and Purification Technology. (No. 42), 111-116 p.
- Heviánková, S.; et-al. 2014, The application of wood ash as a reagent in acid mine drainage treatment. Minerals Engineering. (No. 56), 109-111.
- Kunin, R., 1958. Ion Exchange Resins. Editorial John Wiley & Sons, New York. 466 p.
- McCabe, W. L.; J. Smith; P. Harriot, 2004. Operaciones Unitarias en Ingeniería Química, 7ma Edición.
- Mendes, F. Martins, A. 2005. Selective nickel and cobalt uptake from pressure sulfuric acid leach solutions using column resin sorption. International Journal of Mineral Processing, Vol 77 (No.1), 53-63 p.
- Montero, M. y J. Olivares, 2005. Estudio de la recuperación de Ni y Co de licores ácidos de lixiviación por medio de resinas de intercambio iónico. Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela.
- Nikoladze, G. I., 1989. Water Treatment and industrial supply. Editorial MIR. Publishers Moscow.
- Puga, J. Tratamiento de aguas en la industria minero-metalúrgica. Disponible en: <http://www.monografias.com/trabajos91/tratamiento-aguas-industria-minero-metalurgica/tratamiento-aguas-industria-minero-metalurgica.shtml>.
- Shah B.A., et-al. 2013. Sequestration of Cu(II) and Ni(II) from wastewater by synthesized zeolitic materials: Equilibrium, kinetics and column dynamics. Chemical Engineering Journal. (No. 220), 172-184 p.
- Soco, E. y J. Kalemkiewicz, 2013. Adsorption of nickel(II) and copper (II) ions from aqueous solution by coal fly ash. Journal of Environmental Chemical Engineering. (No. 1), 581-588.
- Taffarel, S.R., J. Rubio, 2009. On the removal of Mn<sup>2+</sup> ions by adsorption onto natural and activated Chilean zeolites. Minerals Engineering. 2009, 22, 336-343.
- Treybal, R. E., 2004. Operaciones de transferencia de masa. Tercera Edición. McGraw Hill, Madrid.
- Volesky, B., 2001. Detoxification of metal-bearing effluents: biosorption for the next century. Hydrometallurgy. (No.59) 203-216 p.

## ANEXOS



Figura 1. Instalación utilizada para el estudio de los procesos de sorción y desorción