

Sensibilidad paramétrica en reactores de lixiviación

Parametric Sensibility in Lixiviation Reactors

Dra. Margarita Rivera-Soto, risot@fiq.uo.edu.cu, Dr. Carlos Hernández-Pedraza,
Ing. Mónica Hernández-Rodríguez, Ing. Leonardo Camacho-Ruiz

Facultad de Ingeniería Química, Universidad de Oriente, Santiago de Cuba, Cuba

Este trabajo presenta los resultados obtenidos en un análisis de sensibilidad paramétrica, sobre la base de un modelo matemático que describe el comportamiento de una batería de reactores de lixiviación dentro de los límites del trabajo habitual de la planta industrial, en un proceso concreto y de alta complejidad. El análisis fue llevado a cabo con el propósito de determinar el efecto que producen los cambios en diferentes variables de operación sobre el comportamiento del sistema, y se obtuvo como resultado que las variables más significativas son: la relación de mineral - ácido, la concentración de magnesio y de níquel.

Palabras clave: reactores de lixiviación, sensibilidad paramétrica, sensibilidad.

This work presents the results obtained in an analysis of the parametric sensibility, on the base of a mathematical model, which describes the behavior a lixiviation reactors battery inside the limits of the habitual work of the industrial plant, in a concrete process and of high complexity. The analysis was carried out with the purpose of determining the effect that the changes in different operation variables have on the behavior of the system and it gave as result that the most important variables are: the mineral-acid relationship, the concentration of magnesium and of nickel.

Key words: lixiviation reactors, parametric sensibility, sensibility.

Introducción

El comportamiento de un proceso industrial puede verse afectado por diferentes parámetros: fisicoquímicos y operacionales. No todos los parámetros afectan el sistema en la misma extensión y, aún tratándose del cambio introducido en un mismo parámetro, el efecto que este introducirá en el sistema puede depender del rango en el cual el parámetro es variado.

La sensibilidad paramétrica representa la sensibilidad del comportamiento de un sistema con respecto a los cambios introducidos en los parámetros y, cuando un sistema opera en una región paramétricamente sensible su comportamiento es poco fiable y cambia bruscamente con pequeñas variaciones en sus parámetros /5/.

El objeto de estudio en este análisis, consiste en una secuencia de cuatro reactores continuos con agitación conectados en serie, en los que se desarrolla un sistema reaccionante líquido-sólido no catalítico; donde además, la concentración del reactante de la fase líquida cambia de etapa en etapa.

El análisis de sensibilidad que se presenta forma parte de un estudio preliminar realizado a partir de un modelo tipo "caja negra", desarrollado para describir el comportamiento de los fenómenos elementales presentes en la lixiviación ácida de minerales lateríticos /1/; el mismo permite apreciar preliminarmente las posibilidades de este tipo de modelo, así como de los requerimientos imprescindibles para el desarrollo posterior de otro de naturaleza fenomenológica, el que hará posible una valoración teórica más rigurosa.

La necesidad de un estudio preliminar se comprende por la complejidad del sistema real y lo conveniente que resulta en estos casos disponer de elementos que, en breve tiempo, permitan una apreciación más directa de la magnitud del problema a resolver y de las complicaciones que se puedan presentar /1/.

La finalidad del análisis de sensibilidad desarrollado, es identificar las variables que ejercen los efectos determinantes en los resultados y qué variables deben controlarse de modo regular, si se pretende una caracterización teóricamente más rigurosa de los fenómenos elementales y de acción decisiva en el proceso.

Fundamentación teórica

El proceso de lixiviación ácida de óxidos de níquel y cobalto que se estudia, tiene lugar en una batería de cuatro reactores continuos con agitación conectados en serie. Cada tren consta de un sistema de cuatro reactores que cumplen la función de lixiviar el mineral y están provistos de un tubo central que actúa como agitador bajo la presión del vapor; por la parte superior del primer reactor del sistema se inyecta ácido sulfúrico y vapor de alta presión. Una vez que la pulpa de mineral y el ácido entran al primer reactor (A), la presión del vapor y la pulpa los hace fluir por el tubo central obligándolos a mezclarse hasta que salen por el último reactor (D) del sistema, obteniéndose los sulfatos deseados junto con otros componentes.

Teoría del proceso de lixiviación

La lixiviación /1/ es la extracción selectiva en la que una mezcla o una fase sólida se descompone en sus componentes o en la que un componente valioso se quita y recupera de una masa sólida mediante el tratamiento por un líquido.

El proceso de lixiviación consiste en que al penetrar el líquido en los poros del cuerpo sólido disuelve los componentes a extraer o entra en reacción con ellos; la sustancia, que pasa a la solución (o el producto de la reacción) se difunde hacia la superficie del cuerpo sólido y pasa a la masa fundamental del líquido. A veces, la sustancia que se extrae está disuelta en los poros del material sólido y en tal caso, pasa directamente al disolvente por difusión /1/.

Proceso de lixiviación ácida a presión

Este proceso, de forma general, puede estar controlado por las siguientes etapas:

- Transferencia difusiva del reactivo a la superficie de la fase sólida a través de la capa de líquido.
- La reacción química sobre la superficie del sólido.
- La transferencia difusiva del reactivo a través de la capa de productos sólidos de la reacción.

La velocidad de reacción estará controlada fundamentalmente por el mecanismo que ocurra con mayor lentitud, pero en la práctica es común encontrarse una interacción simultánea de los tres mecanismos.

Para llevar a cabo este proceso resulta imprescindible definir primeramente las condiciones de operación que maximicen la eficiencia del mismo, así como la determinación de las dimensiones del equipo de extracción que se empleará /1, 6/.

Parámetros que influyen en el proceso de lixiviación ácida a presión

Los parámetros más importantes que influyen en este proceso son 1, 2:

- Presión y temperatura óptimas para la extracción de los elementos
- Intensidad de la agitación
- Consumo específico de ácido sulfúrico
- Por ciento de sólidos en la pulpa
- Relación ácido-mineral
- Tiempo de retención
- Granulometría del sólido alimentado
- Composición química de la pulpa alimentada: Mg, Al, Fe, Si, Cr.

Modelos matemáticos para la simulación de los reactores de lixiviación

Para este tipo de sistema se pueden desarrollar diferentes tipos de modelos matemáticos como son los fenomenológicos y los de naturaleza estadística. Los modelos de naturaleza fenomenológica son los que proporcionan el entendimiento más completo sobre la forma en que interactúan entre sí los procesos elementales y las variables que los describen; sin embargo, estos modelos requieren de una información detallada de los valores que toman las variables que determinan su comportamiento; en caso contrario resulta imposible determinar los valores de sus parámetros específicos y sin esto los modelos carecen de valor práctico, es importante resaltar que en los casos con variables que no se miden en alguna de las etapas del proceso, y que resultan parámetros importantes para el desarrollo

de modelos fenomenológicos (como son las concentraciones entre las etapas de la batería de reactores de lixiviación), una buena aproximación para realizar estudios preliminares del proceso es la utilización de modelos estadísticos.

Modelos tipo "caja negra"

Son modelos estadísticos que solo consideran las variables de entrada y salida del sistema, sin tomar en consideración su comportamiento en el interior del mismo. Su gran ventaja es que no precisan de una información detallada de los mecanismos claves en el sistema para llegar a conclusiones de valor práctico y su gran limitación consiste en que algunas variables, que realmente son las causantes de algún efecto, pueden ser omitidas por desconocimiento y se pueden reflejar sus efectos a través de otras que en realidad no ejercen efecto alguno pero que, en el caso de interés, están correlacionadas con ellas. Esta es su mayor limitación, pero cuando esto se conoce y se tiene una percepción clara de este riesgo, la información puede ser utilizada con plena eficiencia /1/. El análisis del comportamiento de un sistema basado en este tipo de modelo se sustenta en la obtención de correlaciones de los datos experimentales.

Identificación de los modelos del sistema

En el caso del sistema que se estudia, se identificaron los modelos con el empleo del programa profesional ESTADÍSTICA, ajustándose para el caso de la eficiencia de lixiviación del níquel (EFINI) /2/, un modelo con un coeficiente de regresión de 97,58 %; mientras que el coeficiente de regresión para el modelo ajustado para la eficiencia de lixiviación del cobalto (EFICO) /2/ fue 95,99 %.

Los dos modelos fueron validados, resultando los errores obtenidos en las pruebas de validación inferiores al cinco por ciento en ambos casos, y sobre esta base, se utilizaron los dos modelos para el análisis de sensibilidad paramétrica en los reactores de lixiviación.

Análisis de sensibilidad paramétrica

El análisis de sensibilidad paramétrica se puede aplicar con diferentes propósitos, entre ellos: la estimación de parámetros, discriminación de modelos, optimización y/o control, entre otros /3/. Este análisis permite analizar sistemáticamente cómo en un mismo proceso puede cambiar el efecto que diferentes parámetros tienen sobre las respuestas del sistema, dependiendo del nivel en que se encuentren los parámetros operacionales en un período determinado.

Sensibilidad objetivo: Por tal se entiende la respuesta específica del sistema, en relación a la cual interesa conocer la sensibilidad que presenta, respecto a los cambios en los parámetros del modelo /4/.

Índices de sensibilidad

La sensibilidad paramétrica de un sistema se estudia a partir de la determinación de los siguientes índices: índice de sensibilidad local, índice referido al intervalo de variación individual que tiene el parámetro debido a su propia dispersión y el índice expresado como un % de la respuesta base, determinados en cada uno de los niveles de operación seleccionados /3, 4/.

En el estudio de los reactores de lixiviación es de interés conocer la sensibilidad de las respuestas de salida del sistema ante cambios en diferentes parámetros; son en este caso, las respuestas de interés la eficiencia de lixiviación del Ni y Co; representadas por EFINI y EFICO, respectivamente.

El análisis de sensibilidad que se presenta, concierne solamente a la operación de los reactores de lixiviación objeto de estudio y tiene como finalidad valorar el efecto que ejercen sobre el comportamiento de ese sistema los cambios introducidos en las variables de operación: temperatura de entrada al reactor A (T_0), presión de operación (P), flujo de vapor de agitación promedio (F), relación ácido mineral (A/M), por ciento de sólidos (pS) y la concentración en la pulpa alimentada de magnesio, hierro, cromo y níquel, definidas en el trabajo como $C(Mg)$, $C(Fe)$, $C(Cr)$ y $C(Ni)$, respectivamente.

Métodos utilizados y condiciones experimentales

Se han utilizado métodos estadísticos para el análisis de procesos, aplicando el programa STATISTIC Y EXCEL y una fuente de datos históricos procedentes de la industria.

Análisis de los resultados

Para el estudio de la sensibilidad paramétrica de los reactores de lixiviación al analizar los datos procedentes de la industria, dentro del período estudiado, se logró identificar tres estratos,

atendiendo al valor de la temperatura de entrada al reactor (T_0), y se agruparon los datos según los diferentes intervalos de variación de las condiciones de trabajo, se identificaron de ese modo tres niveles de operación.

Seguidamente, entre las corridas correspondientes a cada nivel, fue seleccionada una como base, en la cual los valores para cada parámetro de trabajo, coincidieran con el valor medio de todo el intervalo de variación del mismo o fuera un valor muy cercano a este. En la tabla 1 se presentan detalles de las corridas base, seleccionadas en los diferentes niveles analizados, con los correspondientes valores de las variables de operación.

Tabla 1
Niveles de operación para las corridas base utilizadas en el análisis de sensibilidad

Variable (parámetro: x_i)	Corrida base 1 (nivel mínimo)	Corrida base 2 (nivel medio)	Corrida base 3 (nivel máximo)
T_0 , (K)	489,192	493,556	498,453
$P \cdot 10^{-3}$, (Pa)	3 617, 16	3 616, 98	3 617, 12
F , (kg/h)	4 210,45	4 165,82	4 218,08
A/M	0,280	0,280	0,285
pS (%)	44,50	44,25	43,85
$C(Mg)$ (kg/m ³)	1,210	1,240	1,310
$C(Fe)$ (kg/m ³)	43,70	43,60	43,60
$C(M)$ (kg/m ³)	0,76	0,71	0,58
$C(Cr)$ (kg/m ³)	1,199	1,199	1,194

Para determinar los diferentes índices de sensibilidad, se le asignó a cada parámetro un incremento (Δp_i), según el intervalo de variación de cada variable y para cada nivel de operación, como se muestra en la tabla 2.

Se determinaron los índices de sensibilidad local (S), para todos los parámetros en cada nivel de operación, a partir de las diferencias entre las

respuestas del sistema y las corridas bases (ΔY_i) según los incrementos seleccionados (ΔX_i), considerando los signos (+) y (-) de los valores obtenidos, como indicadores cualitativos del efecto de las variables de operación en las diferentes respuestas; así el signo positivo significa que un aumento de la variable traerá como consecuencia un aumento en la respuesta considerada y el signo negativo indica un efecto contrario en la respuesta /3, 4/.

Tabla 2
Intervalo de variación de los
parámetros y su correspondiente incremento

Variable (parámetro: X_i)	Incremento (ΔX_i)
$P \cdot 10^{-3}$, (Pa)	5
F , (kg/h)	5
T_0 , (K)	2
$C(Mg)$ (kg/m ³)	1
$C(Cr)$ (kg/m ³)	1
pS (%)	0,01
$C(Fe)$ (kg/m ³)	0,01
$C(Mi)$ (kg/m ³)	0,01
A/M	0,001

Al determinar los índices de sensibilidad se pudo establecer un orden jerárquico como se muestra en la tabla 3, para indicar cualitativamente:

- a) La sensibilidad de cada respuesta ante las diferentes variables de operación.
- b) La sensibilidad de cada respuesta con relación a una misma variable de operación.

Análisis de la sensibilidad de una misma respuesta ante las diferentes variables de operación

Al analizar la sensibilidad de cada respuesta ante las diferentes variables de operación, según los resultados relacionados en la tabla 3, se puede observar que de forma general el orden de las variables más influyentes en el proceso durante el período de estudio, varía en dependencia del nivel de operación de que se trate.

Tabla 3
Orden jerárquico de sensibilidad de la respuesta del sistema ante cada parámetro*

Nivel de operación	Parámetro (X_i)	Sensibilidad de la respuesta del sistema ante cambios en cada parámetro	
		Y_{EFINI}	Y_{EFICO}
Nivel mínimo	pS	(0)	(0)
	$C(Cr)$	(0)	(0)
	T_0	(+) 7	(+) 7
	P	(-) 6	(-) 6
	$C(Fe)$	(+) 5	(+) 5
	F	(+) 4	(+) 4
	A/M	(+) 3	(+) 2
	$C(Mg)$	(-) 2	(-) 1
	$C(Ni)$	(+) 1	(+) 3
Nivel medio	pS	(0)	(0)
	$C(Cr)$	(0)	(0)
	T_0	(+) 7	(+) 7
	F	(+) 6	(+) 6
	P	(-) 5	(-) 5
	$C(Fe)$	(+) 4	(+) 4
	$C(Ni)$	(+) 3	(+) 3
	A/M	(+) 2	(+) 2
	$C(Mg)$	(-) 1	(-) 1
Nivel máximo	pS	(0)	(0)
	$C(Cr)$	(0)	(0)
	P	(-) 7	(-) 7
	T_0	(+) 6	(+) 5
	F	(+) 5	(+) 6
	$C(Fe)$	(+) 4	(+) 4
	$C(Ni)$	(+) 3	(+) 3
	$C(Mg)$	(-) 2	(-) 2
	A/M	(+) 1	(+) 1

* En la tabla, en cada nivel de operación el (1) indica la variable más significativa por tener mayor efecto en cada respuesta y el (0) indica la menos significativa.

El comportamiento observado evidencia que la sensibilidad paramétrica del sistema va a depender del nivel de operación en el cual se encuentren trabajando los reactores. Este aspecto resulta muy importante pues brinda una visión al operario del cuál cambio en la operación sería más favorable en dependencia de las condiciones de trabajo.

Los parámetros más significativos para los tres niveles de operación resultaron ser: la relación ácido mineral y las concentraciones de magnesio y de níquel alimentados en la pulpa, mientras que el por ciento de sólidos y la concentración de cromo no poseen ningún efecto significativo en el sistema.

Análisis de la sensibilidad de cada respuesta frente a una misma variable de operación

Al comparar en la tabla 3 el comportamiento de cada respuesta ante cada una de las tres variables más significativas, si se analiza por separado la influencia de cada variable en cada respuesta independientemente de las otras dos y en los tres niveles de operación, se aprecia que en general el incremento de la concentración de magnesio repercute de manera negativa en el proceso de lixiviación y la relación ácido mineral lo hace de forma positiva, lo cual coincide con lo reportado en la literatura /1/, y se pueden destacar las siguientes observaciones:

Relación ácido mineral

En el nivel máximo esta variable es la más significativa, porque ejerce mayor efecto en las eficiencias de extracción del níquel y del cobalto, sin embargo en el nivel medio ocupa un segundo lugar en ambas respuestas y ya en el nivel mínimo en el caso de la eficiencia de extracción del níquel pasa a ser la tercera variable significativa, mientras que para la eficiencia de extracción del cobalto se mantiene en el segundo lugar.

Concentración de magnesio alimentado en la pulpa

Esta variable resulta tener la mayor influencia sobre las dos respuestas del sistema cuando se trabaja en un nivel de operación mínimo, ejerciendo un efecto negativo sobre ambas, lo que significa que un aumento en la concentración de magnesio alimentado en la pulpa traerá como consecuencia la disminución en las eficiencias de extracción del níquel y del cobalto. Cuando se opera en el nivel máximo la variable pasa al segundo lugar (con un efecto negativo) y ya en el nivel mínimo tiene la

mayor influencia en la eficiencia de extracción de cobalto, pero no en la del níquel ya que en esta, aunque tiene también efecto negativo, ocupa un segundo lugar.

Concentración de níquel alimentado en la pulpa

Es la variable más influyente en la eficiencia de extracción de níquel cuando se opera en el nivel mínimo y cuando las condiciones de operación se encuentran en los niveles de operación medio y máximo pasa a ocupar el tercer lugar entre las tres variables relevantes, lo mismo para la extracción del níquel que para la de cobalto.

Los resultados evidencian que algunas variables influyen de forma diferente en cada respuesta del sistema (eficiencias de extracción de níquel y cobalto), dependiendo del nivel de operación de los reactores, como se aprecia en las figuras 1 y 2, las cuales ilustran el comportamiento de las respuestas del sistema ante los cambios introducidos en la concentración de níquel alimentado y de la relación ácido mineral (A/M).

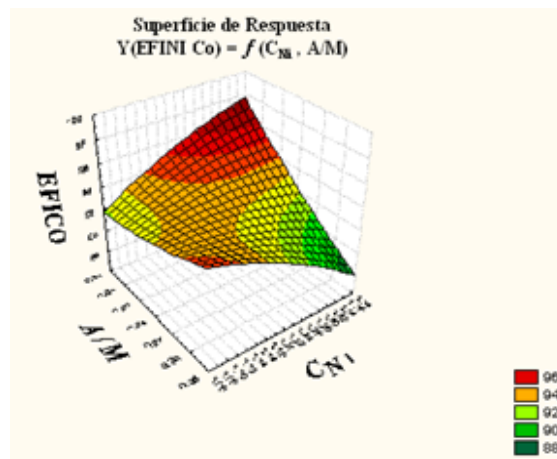


Fig. 1 Comportamiento de la eficiencia de extracción del níquel ante los cambios en la concentración de níquel alimentada y en la relación ácido mineral al (AM).

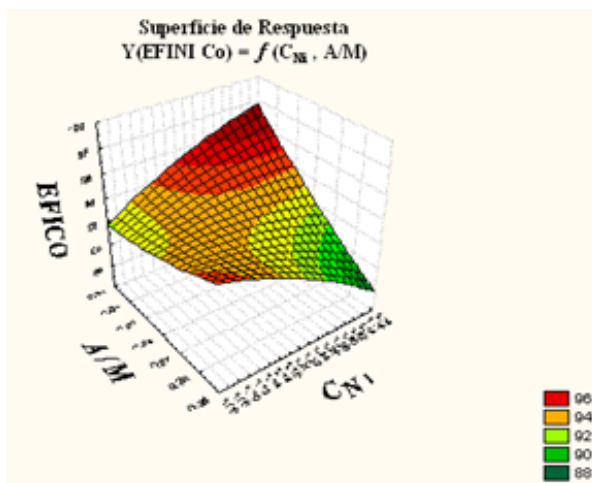


Fig. 2 Comportamiento de la eficiencia de extracción de cobalto ante los cambios en la concentración de níquel alimentada y en la relación ácido mineral al (AM).

La discrepancia observada en el comportamiento de las diferentes variables induce a pensar que pudieran existir interacciones entre ellas, lo que indica que se debe tener precaución ante los cambios introducidos en el sistema.

Conclusiones

- 1 Los parámetros más significativos, por tener mayor efecto sobre el proceso de lixiviación ácida de los óxidos de níquel y de cobalto para todos los niveles de operación son: la relación ácido mineral y las concentraciones de magnesio y de níquel alimentados.
- 2 En dependencia del nivel de operación que se trate algunas variables influyen de forma diferente en cada respuesta del sistema (eficiencias de extracción de níquel y cobalto).
- 3 El análisis de sensibilidad paramétrica puede ser empleado como una herramienta para identificar las variables de operación, cuyos cambios ejercen mayor efecto en el comportamiento del reactor; esta valiosa información permite establecer acciones en el proceso, que conduzcan sin dudas a incrementar la eficiencia del proceso.

Nomenclatura

- A/M : relación ácido mineral
 $C(Mg)$: concentración en la pulpa alimentada de magnesio
 $C(Fe)$: concentración en la pulpa alimentada de hierro
 $C(Cr)$: concentración en la pulpa alimentada de Cr^{+6}
 $C(Ni)$: concentración en la pulpa alimentada de níquel
 $EFICO$: eficiencia de extracción del cobalto
 $EFINI$: eficiencia de extracción del níquel
 F : flujo de vapor de agitación promedio
 P : presión de operación
 pS : por ciento de sólidos
 S : índice de sensibilidad local
 T_0 : temperatura de entrada al reactor A
 X_i : variables o parámetros independientes
 Y : variable dependiente
 Y_i : respuesta del sistema
 Y_{base} : respuesta de la corrida base
 Δx_i : incremento de cada parámetro
 ΔY_i : diferencia entre la respuesta del sistema y la corridas base

Bibliografía

- 1 CAMACHO R. L. "Estudio y modelo preliminar para el proceso de lixiviación ácida de los óxidos de Níquel y Cobalto". Tesis en opción al título de Master en Ingeniería Química Facultad de Ingeniería Química. Universidad de Oriente, 2002.
- 2 HERNÁNDEZ R. M. "Análisis de la influencia de las variables de operación en los reactores del proceso de Lixiviación Ácida a Presión". Trabajo de diploma, Facultad de Ingeniería Química., Universidad de Oriente, 2012.
- 3 RIVERA S. M. y col. "Análisis de sensibilidad paramétrica en reactores de reformación catalítica de LPG". Revista Tecnología Química, 2005. Vol. XXVII^o: 2.
- 4 _____; HERNÁNDEZ P. C.; MATOS D. R.; Viera B. A. R: "Sensibilidad paramétrica relacionada con la operación de reactores de reformación catalítica de LPG". Revista Tecnología Química, Vol.29, No1, 2009.
- 5 VARMA, A.; MORBIDELLI, M. and WU, H. "Parametric Sensitivity in Chemical Systems", Cambridge University Press, New York, 1999.
- 6 VIERA B. RENE: "Diseño y Análisis de Reactores Químicos". Ediciones ENPES. t. 3. 1991.