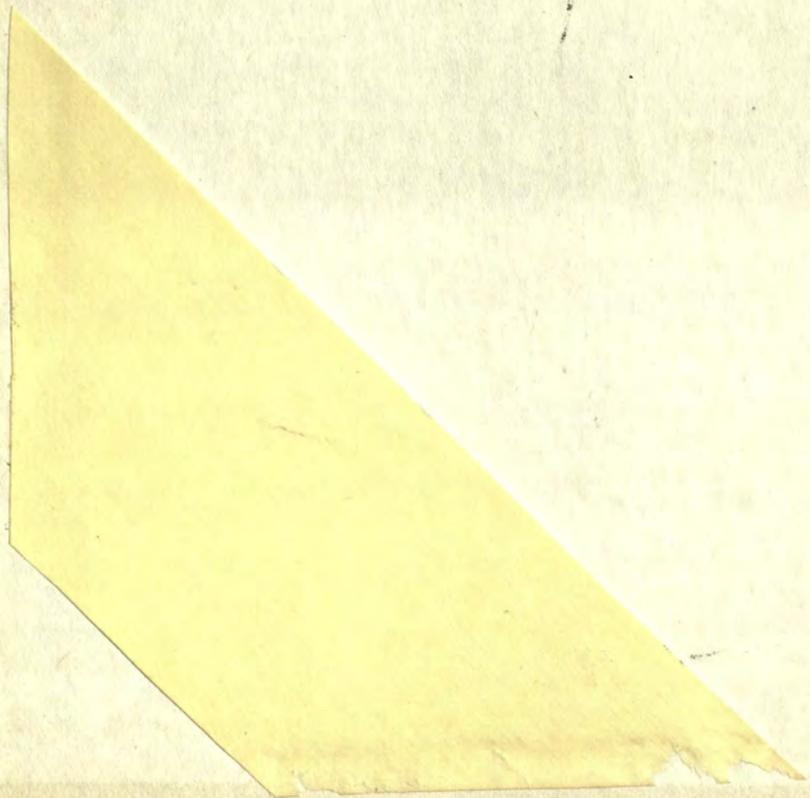


UNAM



20

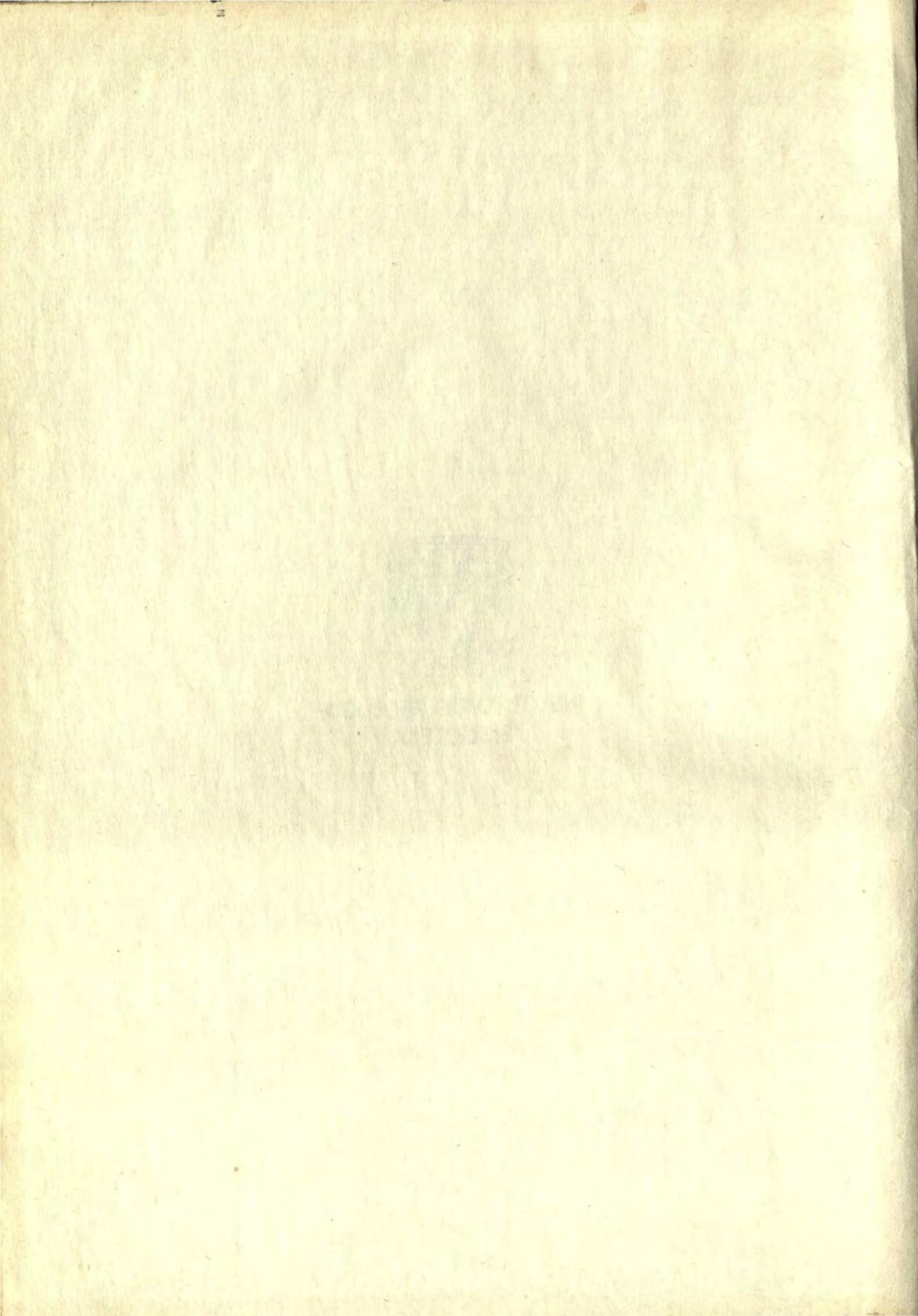
TESIS-BCCT





INSTITUTO DE GEOLOGIA
BIBLIOTECA

I-46 (20)



QUIMICA

2001

ALEJANDRO LANDERO ALAMO

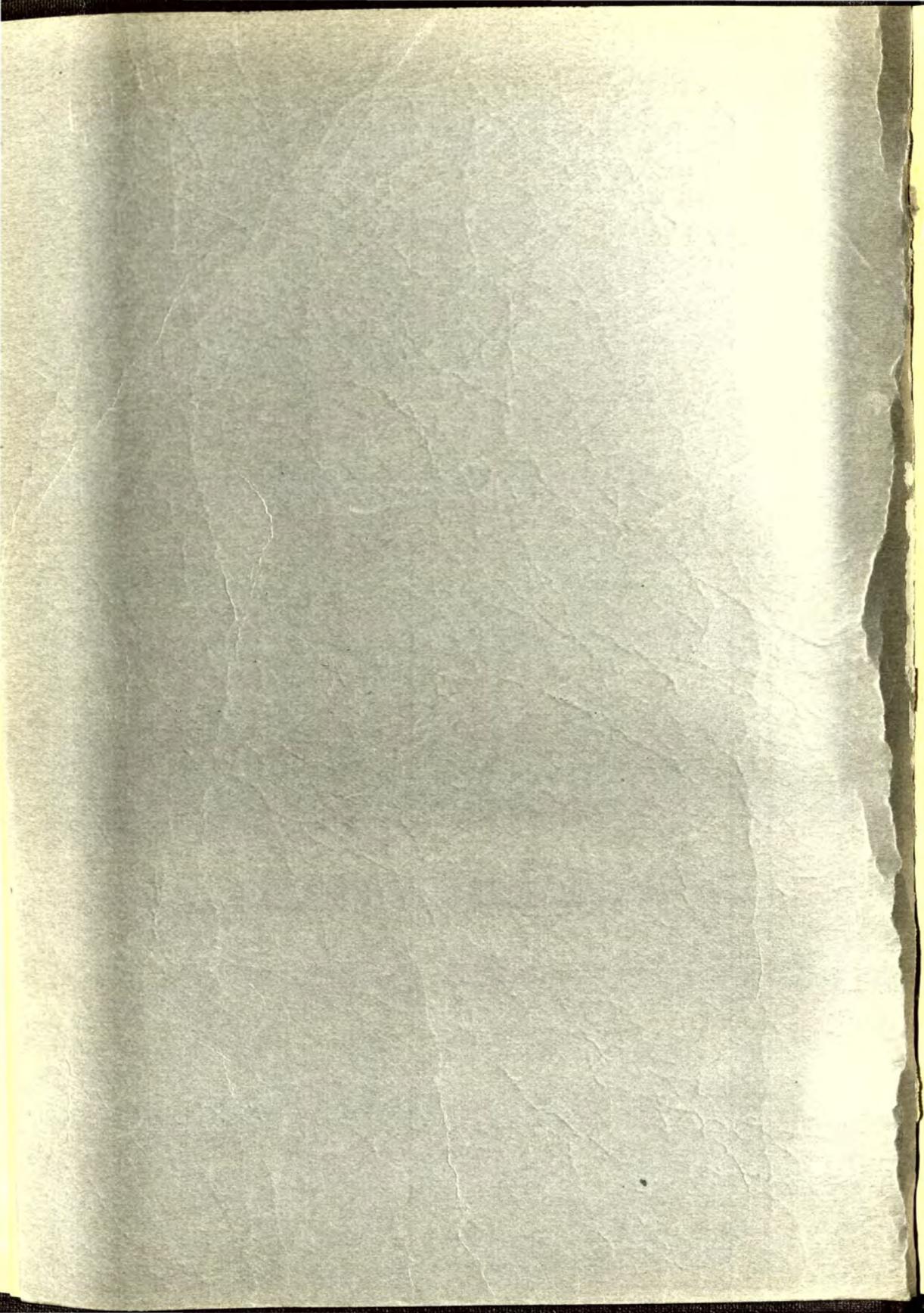
OBTENCION DE ANTIMONIO
como subproducto de una
PLANTA REFINADORA DE PLOMO



137
La60

1 9 3 5

20



117
117
117

LASTE... LAA 1935 I-1
ADQUIS. I-46
FECHA
PROCED
.....



Universidad Nacional Autónoma de México

— FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS —

OBTENCION DE ANTIMONIO
como subproducto de una
PLANTA REFINADORA DE PLOMO

T E S I S

que presenta el alumno

ALEJANDRO LANDERO ALAMO

para su examen profesional de
INGENIERO QUIMICO

MONTERREY, N. L.

1 9 3 5



BIBLIOTECA

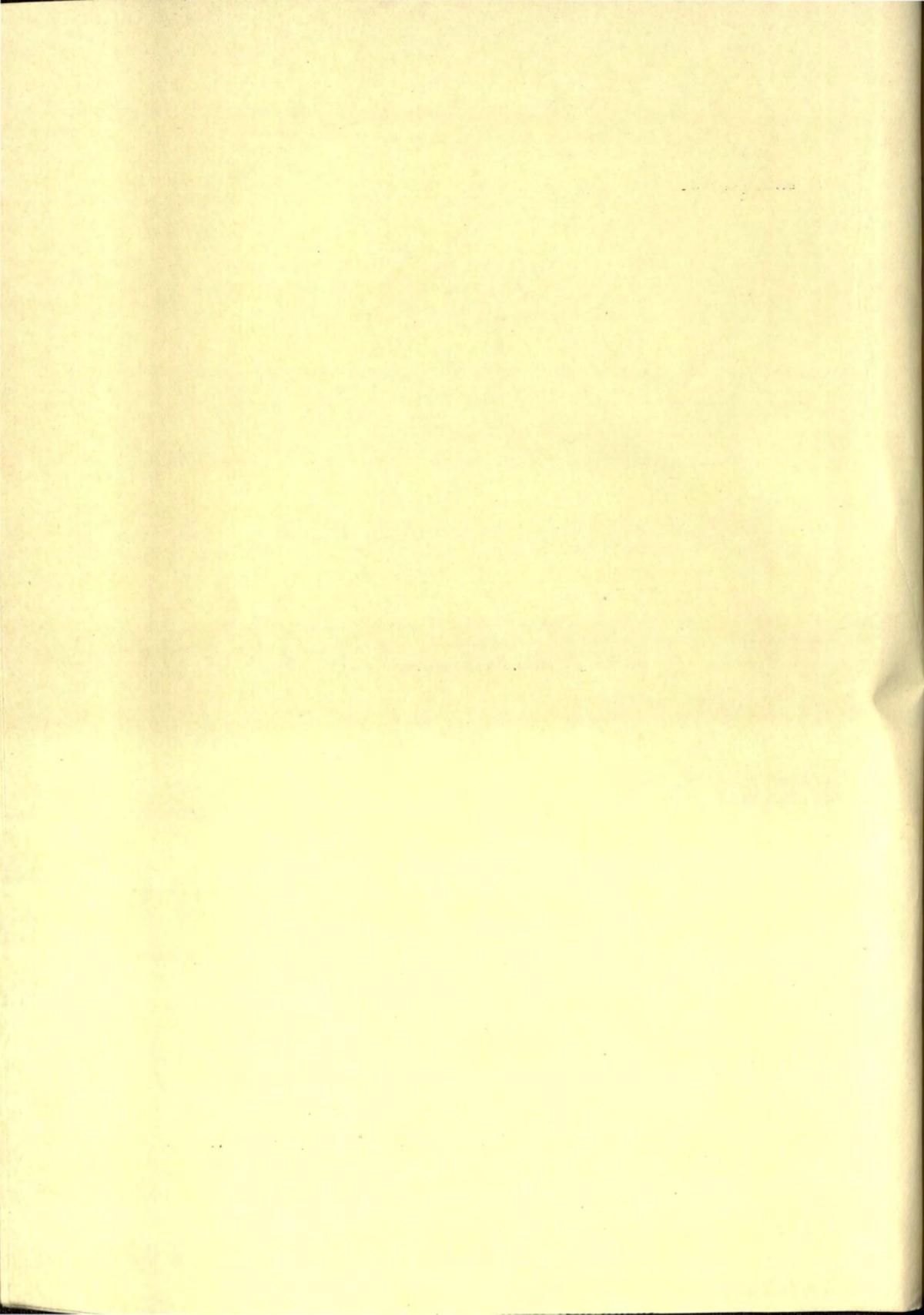
437
La 60

A mis padres.

A mis hermanos.

376

A mis maestros y compañeros.



El trabajo que ahora presento a la consideración del jurado es el fruto de un esfuerzo exclusivamente personal, posterior a mi estancia dentro de las aulas, pero naturalmente basado en los conocimientos y principios que mis maestros me transmitieron. Puede por tanto llevar en sí los errores propios de la inexperiencia que en tales trances tiene quien apenas empieza su vida profesional y cuyo completo dominio sólo se puede adquirir después que ésta ha sido larga y fecunda.

Sin embargo, al cumplir con el requisito de escribir una tesis, he procurado y puesto toda mi atención en que tal trabajo quedara dentro del campo de acción que corresponde exclusivamente a un Ingeniero Químico. Y quiero aprovechar la ocasión para hacer patente mi especial gratitud y estimación a mi maestro el señor Ingeniero Estanislao Ramírez, quien en las cátedras de Matemáticas, Física Industrial y Economía Industrial, luchó y se esforzó tenazmente para darnos un concepto claro y conciso de lo que debe ser un Ingeniero Químico en la vida profesional, de los problemas que a él solo competen y de su resolución única y eficaz.

Hago constar también que este trabajo no fué desarrollado precisamente en las condiciones ideales, pues a raíz de haber terminado mis estudios reglamentarios en la Facultad, principié a prestar mis servicios en la Planta Metalúrgica en que hasta la fecha continúo, quedándome poco o ningún tiempo disponible para realizar esta clase de trabajos y bajo un clima completamente adverso a los mejores deseos de superación. Ha sido, pues, necesario para llevarlo a cabo, haber puesto en ello toda mi voluntad y empeño.

Si algunos puntos de la presente tesis se encuentran oscuros o no lo suficientemente explícitos, debo decir que el contrato que tengo con la Compañía para quien trabajo me imposibilita para hablar más extensamente y con más detalle acerca de ellos.

Las observaciones y datos prácticos fueron tomados de la Planta Refinadora de Plomo de Monterrey — Unidad de la American Smelting and Refining Company —, gracias a la gentileza de los señores Carl Gall y Frank Lowry, Gerente y Jefe del Laboratorio, respectivamente, de dicha Planta.

CAPITULO I.

PROCESO DE SEPARACION DEL ANTIMONIO Y OTRAS IMPUREZAS QUE CONTIENE EL BULLION DE PLOMO.

Descripción del proceso. —El que se sigue para refinar Plomo que contiene como principales impurezas Arsénico y Antimonio y que es estrictamente aplicable a esta clase de Plomo es el de Harris. Digo estrictamente aplicable a esta clase de Plomo, porque permite que puedan beneficiarse, el Antimonio en primer lugar, y aprovechar para su venta también o beneficio en forma de compuestos el Arsénico y el Estaño. Tales compuestos son el Arseniato de Calcio y el Estanato de Calcio.

Como el punto que voy a tratar en este trabajo se reduce exclusivamente al beneficio del Antimonio, describiré el proceso de Harris hasta el punto en el cual queda separado el Antimonio en forma de Antimoniato de Sodio, para de ahí seguir con el tratamiento de este compuesto hasta llegar al Antimonio refinado.

El proceso Harris toma su nombre de su inventor Henry Harris, inglés, quien lo patentó por primera vez en Mayo de 1919. Las Plantas que actualmente operan con tal proceso están en E. U. A., México, Inglaterra, Francia, Bélgica, Alemania y España.

Este proceso no solamente tuvo gran ventaja económica sobre procesos anteriores, sino también un gran interés centí-

fico, representando el punto de partida de los métodos adecuados para los hornos de oxidación y la adopción de un proceso cíclico de principios exactos de Ingeniería Química, combinado con el uso de maquinaria completa y automática para el tratamiento del metal.

El proceso es aplicable a la purificación de Plomo Argentífero, por la eliminación de Arsénico, Antimonio y Estaño, anterior a la eliminación de la Plata por el proceso de Parkes y la subsecuente refinación o dezinficación del Plomo desplazado.

El proceso deja también amplio campo al tratamiento de los pedazos de Plomo residuales o secundarios. Por ejemplo, una aleación de Plomo que contiene Antimonio, Arsénico y Estaño, puede ser en algunas ocasiones y excepcionalmente, convertido en Plomo Antimonial puro, por eliminación del Arsénico y el Estaño. Como antes se ha dicho, las impurezas se recuperan, formando esta recuperación, parte integral del proceso. Los productos así obtenidos son de fácil venta en el mercado.

Tales resultados son obtenidos en dos fases. La primera abarca un tratamiento seco en el cual el metal impuro está circulando fundido a través de una mezcla fundida de Hidróxido de Sodio y Cloruro de Sodio. Las impurezas se oxidan y la reacción empieza por la acción del oxígeno atmosférico, acelerada en el caso del Arsénico, Antimonio y Estaño, por la adición gradual de Nitrato de Sodio a la mezcla. El Plomo permanece absolutamente sin afectarse y se recupera directamente al estado puro. En caso de que contenga el Bullion, Plata y Bismuto, éstos pasan también sin afectarse.

La segunda fase comprende un tratamiento húmedo en el cual las impurezas suspendidas en la mezcla de álcali, tales como Arseniato de Sodio, Antimoniato de Sodio y Estanato de Sodio, se separan y recuperan. Sustancialmente todo el álcali usado se recupera por métodos simples y se regresa al ciclo.

El proceso, pues, será descrito de dos maneras: Tratamiento seco y Tratamiento húmedo. La operación de eliminar el Arsénico, Antimonio y Estaño, se denomina **Ablandamiento**

y la eliminación del Zinc del Plomo desplatizado y del Bismuto, **Refinación.**

Únicamente trataré el **Ablandamiento**, puesto que al terminar éste queda separado el Antimonio del Plomo impuro.

ABLANDAMIENTO.

Tratamiento seco.—Eliminación de Arsénico, Antimonio y Estaño. El metal que será tratado se hace circular rápidamente y al estado finamente dividido a través de un reactivo contenido en el cilindro de una máquina movible que des-cansa en el borde de una paila.

La provisión para alimentar de oxidizador seco puede hacerse a cualquier velocidad y cuando se necesita, dentro del cilindro.

La máquina que se usa generalmente comprende un anillo de acero que soporta un cilindro de reacción con su respectivo agitador, un plato alimentador para el oxidizador seco, una bomba con distribución y distribuidor vertical y movido todo por un motor cuya flecha vertical se extiende en ambas direcciones. El cilindro de reacción puede ser movido independientemente de la máquina y se calienta por los gases que provienen del hogar que calienta la paila y a los que se da entrada por un conducto hecho expresamente para el caso. La bomba es de tipo centrífuga y calculada para hacer circular el Plomo con una velocidad de 10 a 12 toneladas por minuto.

Operación.—La máquina se sitúa en el borde de la paila, con el cilindro de reacción sumergido en parte en el metal. El cilindro se carga con reactivo fundido, el cual a causa de que su gravedad específica es menor, flota sobre la superficie del metal en la porción sumergida del cilindro. Entonces la máquina se pone en movimiento y el metal por lo tanto circula de la paila a través del distribuidor, al reactivo fundido y bien agitado para que esté en forma dividida, regresando al cuerpo del metal en la paila por medio de una válvula. El alimentador automático de oxidizador se pone en movimiento por medio de un embrague y la circulación del metal se continúa hasta alcanzar el grado de purificación deseado o que el reactivo en el cilindro se ha agotado por estar ya saturado de impurezas. Si

el metal se ha purificado antes de que el reactivo se agote, la máquina o su cilindro pueden ser traspasados a otra paila que contenga nuevo metal impuro fundido, y el uso del reactivo continúa hasta ser saturado. Algo de natas (dross) que se suben a la superficie del baño, se cargan durante la operación dentro del cilindro, de manera que nada se colecta. Cuando el reactivo está saturado se cierra parcialmente la válvula que está en la puerta de salida; entonces el Plomo que está entrando desplazará al reactivo, el cual fluirá por un tubo, ya sea directamente a la Planta Húmeda o a un cucharón para transportarlo a ella. La circulación del Plomo no debe principiarse antes de que haya alcanzado cuando menos una temperatura de 800° F. Debe tenerse mucho cuidado en esto, pues de lo contrario el metal se solidifica dentro del tubo de la bomba y se tapa, siendo entonces mucho tiempo necesario para destapar.

La eliminación de las impurezas se hace sensiblemente en proporción a la velocidad de adición del Nitrato de Sodio y la cantidad de impurezas eliminadas en cualquier paso del proceso pueden determinarse con bastante exactitud, conociendo la cantidad de oxidizador añadido. Generalmente el Arsénico, Estaño y Antimonio dejan el Plomo separadamente y en el orden mencionado, pero bajo ciertas circunstancias puede haber algún encubrimiento, particularmente entre el Estaño y Antimonio. Con una operación cuidadosa y buena regulación de temperatura, cuando menos, la eliminación es más marcada; así la mayoría del Arsénico puede ser separado casi sin Estaño, y entonces la mayoría del Estaño puede eliminarse sin una cantidad apreciable de Antimonio.

Tratándose de Plomo Argentífero no es necesario eliminar separadamente las impurezas; pero en el tratamiento en que se desee hacer una extracción de preferencia, es importante porque el Arsénico y Estaño son separados primeramente y substancialmente libres de Antimonio, y si éste alcanza un porcentaje alto, queda Plomo Antimonial libre de impurezas, y de esta aleación puede producirse Antimonio puro por un procedimiento aparte sin ninguna dificultad. Esta separación preferencial es sin embargo solamente secundaria, porque todos los metales son probablemente oxidados más o menos si-

multáneamente, formando Plumbato de Sodio, Antimoniato, Estanato y Arseniato álcalis. En virtud de sus diversas afinidades para el oxígeno, esas oxisales entran en acción mutuamente con los constituyentes del metal, con los cuales vienen a estar en contacto. Por ejemplo, el Plumbato de Sodio, por interacción con el Arsénico, Estaño y Antimonio, es convertido nuevamente en Plomo metálico, oxidando esas impurezas para formar oxisales alcalinas. El Antimoniato de Sodio es convertido en Antimonio metálico al estar en contacto con el Arsénico y el Estaño, siendo estos oxidados y el Estanato de Sodio es a su vez reducido a metal oxidando el Arsénico. De manera, que un reactivo ya gastado que contiene Antimoniato de Sodio, puede ser utilizado para eliminar Arsénico y Estaño de Plomo Antimonial que contiene tales impurezas. En tal caso el Arsénico y el Estaño remplazan al Antimonio en el reactivo y éste va a concentrar al que está presente en el Plomo. El Antimoniato de Sodio puede de hecho ser usado para la extracción de Arsénico y Estaño de Plomo que contiene Antimonio; en tal caso se usa como oxidizador seco y se carga en la máquina en lugar de Nitrato de Sodio. Esto tiene mucha importancia, porque permite usar el Antimoniato de Sodio que inevitablemente se pasa en la filtración, que más adelante se tratará, con el Arseniato y Estanato de Sodio que van en solución.

Composición de algunas clases de metal que se tratan en la Planta a que este trabajo se refiere:

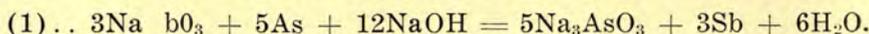
	% <i>Doré</i>	% <i>Pb</i>	% <i>Cu</i>	% <i>As</i>	% <i>Sb</i>	% <i>Sn</i>	% <i>Bi</i>
a) Bullion de Plomo.	.328	98.916	.021	.330	.375	.013	.017
b) " " "	.650	98.581	.023	.350	.296	.030	.070
c) " " "	.637	98.774	.032	.130	.268	.012	.147
d) " " "	.549	96.941	.015	.625	1.06	.185	.625

Química del Proceso.— Durante el paso del Plomo impuro a través de las sales rojas, formadas en operaciones anteriores, como se ha dicho antes, el Arsénico será la primera impureza que se elimina, remplazando al Antimonio en el Anti-

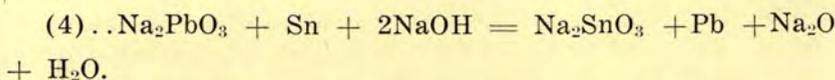
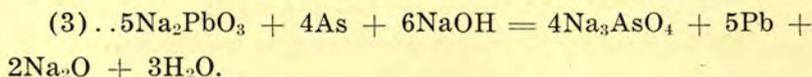
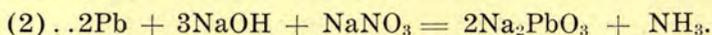
moniato de Sodio y al Plomo en el Plumbato de Sodio. Seguirán después el Estaño y Antimonio, que son las impurezas permanentes en el metal que se trata. La cantidad de Arseniato de Sodio que se forma en la primera cantidad de sales blancas es considerablemente mayor que cualquiera de las oxisales de Estaño o Antimonio, las cuales también se forman en pequeña cantidad. Un análisis común de las primeras sales da el siguiente resultado: Arsénico 12%, Estaño 2% y Antimonio 1%.

Se ha visto que no hay medio para juzgar a simple vista, como en otros casos, cuándo la mayor parte del Arsénico está contenido en las sales gastadas y sólo el análisis lo puede decir; pero es un hecho que todo el Arsénico prácticamente está contenido en las primeras sales blancas que se forman, cuando la cantidad de éste no es excesiva en el Bullion.

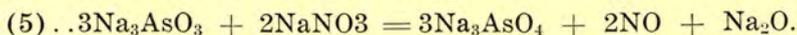
Las siguientes reacciones son las que se llevan a efecto:



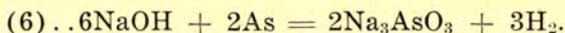
El Nitrato de Sodio no actúa directamente como oxidizador en las impurezas, pero si en el Plomo, con la subsecuente formación de Antimoniato de Sodio, el cual oxida a las impurezas restantes, como la muestra la reacción anterior.



Probablemente hay formación de Oxido Nitroso en presencia de un exceso de Nitrato de Sodio.



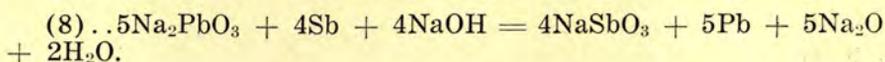
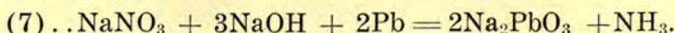
Frecuentemente se forma también Hidrógeno cuando hay un exceso de Sosa Cáustica y las impurezas son altas.



Esta reacción se verifica sin duda siempre, pero en tan

pequeñas proporciones que no es perceptible. El exceso de Arsénico es la causa de que se produzca Hidrógeno en tan alto grado, que hasta llega a haber explosiones.

Después que todo el Arsénico, el Estaño y el Antimonio, prácticamente se han eliminado, viene la formación de las sales rojas.



Cualesquiera que sean las reacciones intermedias, los productos finales son siempre para las sales rojas Plumbato y Antimoniato de Sodio y en las sales gastadas, las oxisales de Arsénico, Estaño y Antimonio.

REACTIVOS.

Hidróxido de Sodio.—La cantidad de NaOH que debe ser cargada al cilindro puede ser calculada por el conocimiento de la naturaleza y cantidad de las impurezas que deberán ser eliminadas. La cantidad de oxidizador suministrado puede servir para tener un criterio aproximado de cuando el reactivo está saturado y listo para quitarlo del cilindro; pero esto depende sólo de la experiencia. Puede ser mejor juzgado observando la naturaleza y número de las partículas metálicas que se adhieren a una varilla de fierro en la grasa recogida por ésta cuando es sumergida en el reactivo fundido. Este estará cerca de la saturación cuando dichas partículas empiecen a adherirse a la varilla. Un reactivo perfectamente saturado contiene de 3 a 5% de metálicos.

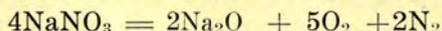
Cloruro de Sodio.—El Hidróxido de Sodio puede ser usado solo, pero los resultados obtenidos son muy inferiores económicamente y el uso del NaCl tiene su objeto determinado en el proceso. Su adición no solamente baja el punto de fusión de la mezcla de álcali y oxisales, sino que también habilita para que sean absorbidas mayor cantidad de impurezas por unidad de reactivo. Su uso tiene también ciertas ventajas en otras direcciones en la parte húmeda del proceso y serán detalladas más tarde. La cantidad que se debe usar se decide, teniendo

en cuenta que ésta deberá producir en las subsecuentes operaciones húmedas una solución cáustica saturada con sal cuando esté fría. Es aproximadamente entre una cuarta y una tercera parte de la cantidad de Hidróxido de Sodio empleado.

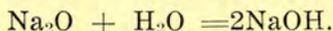
Nitrato de Sodio.—Los siguientes factores se usan para determinar la cantidad que deberá usarse y que han sido determinados necesariamente en la práctica:

Arsénico	x	1.00
Estaño	x	0.52
Antimonio	x	0.62

Esto es alrededor de 17% menos de la cantidad teórica, pero el balance de Oxígeno se completa con el atmosférico que pasa hasta el cilindro de reacción. El Nitrato de Sodio se disocia completamente en Oxido de Sodio, Nitrógeno y Oxígeno, excepto cuando se hayan introducido agua o vapor en el fundido, de acuerdo con la siguiente ecuación:



El Oxido de Sodio, por tanto, se encontrará en el reactivo gastado en una proporción de 36.6% de la cantidad de Nitrato de Sodio empleado y de conformidad con la correspondiente reacción:



producirá para su uso posterior Hidróxido de Sodio en una proporción de 47% del Nitrato de Sodio. Es por esto que en muchos casos se recupera mayor cantidad de Sosa Cáustica que la que se suministró originalmente al cilindro.

La velocidad con que las impurezas se eliminan depende de la velocidad de oxidación y rapidez de circulación de tales impurezas. Por tanto, la velocidad de circulación de éstas debe guardar el mismo paso con la velocidad de oxidación. Así, cuando la cantidad de impurezas en el Plomo vaya disminuyendo, la velocidad de circulación de éste debe ser aumentada, para tener una velocidad constante de impurezas, o bien, la velocidad de adición de oxidizador debe ser reducida. En consecuencia, teniendo una velocidad dada de circulación del

metal, la velocidad de adición y con ello la velocidad de eliminación de las impurezas, deberá ser más alta en aquellos metales en los que éstas estén en mayor cantidad, que en aquellos otros en los que existan en pequeña proporción.

La bomba más conveniente para usarse en la máquina debe ser capaz de bombear de 10 a 12 toneladas de metal por minuto. En estas condiciones, en el tratamiento del Plomo Argentífero, se pueden alcanzar altas velocidades de eliminación, cuando la proporción de impurezas es considerable. Sin embargo, la necesidad de trabajar más despacio hacia el fin de la operación, baja notablemente la velocidad media de eliminación. Este procedimiento tiene normalmente para una operación completa una velocidad media de eliminación de 1 tonelada de Antimonio en 10 horas y 1 tonelada de Arsénico y Estaño en 17 horas. Naturalmente que si el Plomo Argentífero contiene mayor cantidad de impurezas será ablandado con mayor rapidez.

Fuerza y Combustible.—Bombeando con la velocidad antes dicha, la Potencia total consumida en la operación de la máquina será alrededor de 16 K.W. Las reacciones que se verifican en la máquina de Harris son exotérmicas, y por tanto, durante la operación de bombeo prácticamente no es necesario combustible; solamente al final de la operación, cuando la reacción es menos enérgica. Esencialmente todo el combustible gastado se utiliza para guardar el metal caliente antes y después de la operación de ablandamiento y durante éste generalmente la temperatura no baja de 775° a 800° F.

Detalles de Operación.—Antes de cargarse el metal en la máquina de Harris se funde previamente en unas pailas (Pre-melter), en las cuales se elimina el Cobre por oxidación, la cual se lleva a efecto simplemente por el calentamiento y oxígeno atmosférico. Cuando la temperatura está arriba de 750° F. se despuman las natas (dross) formadas y en las cuales se encuentra el Cobre que ha sido oxidado. Una vez limpio el Plomo, se enfría hasta 625° F. por medio de aire que se pasa por un tubo; a esta temperatura es nuevamente despumado. Se eleva otra vez la temperatura a 700°F y entonces se limpian los lados de la paila rompiendo las natas que se han adherido; una

vez terminada esta operación, se lleva la temperatura hasta 800° F. y se bombea el metal a la paila de ablandamiento. Cuando el Plomo empieza a circular a través de las sales rojas de operaciones anteriores, se produce una acción violenta debido al desprendimiento de amoniaco, y frecuentemente es tan vigorosa que causa el derramamiento del fundido. Esto puede evitarse hasta cierto grado haciendo circular el Plomo a intervalos de un cuarto de minuto y dejando asentar en ese lapso de tiempo las sales. Después que el Plomo ha circulado por más de treinta minutos, las sales rojas se habrán transformado en negras debido a la formación de óxidos bajos de las impurezas. Entonces se va agregando el Nitrato de Sodio muy despacio, pero siempre habrá desprendimiento de amoniaco que producirá una acción violenta y por esto es necesario hacer la adición intermitente hasta que dicha acción sea menos enérgica. Cuando la ebullición no puede ser controlada y las sales suben en el cilindro hasta derramarse, algunos operadores siguen la práctica de echar un puñado de Nitrato de Sodio en el cilindro para romper la tensión superficial de la espuma. Esta práctica, no obstante que puede dar buenos resultados por cierto tiempo, a la postre la acción será todavía más violenta por la liberación consiguiente de amoniaco. El cloruro de Sodio también se emplea con el mismo objeto. La tensión superficial también puede romperse haciendo circular el Plomo, como antes se ha hecho notar, con intervalos de diez segundos; se obtienen así los mismos resultados que con la adición de Nitrato de Sodio o Cloruro de Sodio, y de hecho es más efectiva tal práctica. Debe tenerse también cuidado de no hacer circular muy rápidamente el Plomo cuando tiene muchas impurezas, y hay un exceso de Hidróxido de Sodio, porque en estas condiciones se desprenderá una gran cantidad de Hidrógeno que puede producir explosiones bastantes fuertes. Durante el decantamiento de las sales blancas que contienen las impurezas, la bomba debe estar trabajando muy despacio, con el objeto de evitar que un poco de Plomo se vaya con las sales. Una buena prueba para determinar en qué condiciones se encuentran las sales, se hace introduciendo una barra en el fundido y después en agua. Si toma un color gris indica sales negras, si blanco

sales blancas y si rosado sales rojas.

El Plomo ablandado así, no contiene arriba de 0.02% de Antimonio y nada de Arsénico y Estaño o en muy pequeños porcentajes. Este Plomo se llama cocido. La más positiva indicación de que una carga está bien cocida es la formación de sales fuertemente rojas. También puede observarse en una muestra tomada en un molde, la que tendrá una coloración azul en los lados y la base.

Tratamiento Húmedo.—Hemos quedado pues, en que las sales fundidas de Sodio (reactivo), NaNO_3 , NaOH y NaCl , se combina con las impurezas del metal formando Antimoniato, Arseniato y Estanato de Sodio. El reactivo saturado con las impurezas se trata para recuperar sus constiuyentes.

El tratamiento Húmedo tiene por objeto la recuperación del álcali empleado en el anterior tratamiento seco y la recuperación del material asociado que tiene valor. El reactivo gastado contiene: Hidróxido de Sodio, Oxido y Cloruros, junto con alguno o todos de los compuestos siguientes: Arseniato de Sodio, Estanato de Sodio, Antimoniato de Sodio, un poco de Carbonato de Sodio y un poco de Plomo en partículas metálicas.

La práctica adoptada consiste fundamentalmente en la separación de las sales metálicas de Sodio por filtración o asentamiento de las soluciones acuosas antes nombradas y cuya concentración se escoge de modo que sea la máxima que asegure la insolubilidad esencial de las sales metálicas. La solución así separada se evapora para la recuperación de las sales cáusticas que son necesarias para el tratamiento seco del metal, mientras que las sales insolubles que han sido filtradas se tratan subsecuentemente por su contenido de metal, con la separación respectiva de álcali combinado, en una solución relativamente diluida, la cual puede usarse como disolvente original de las sales gastadas del reactivo fundido. Por lo tanto, el tratamiento depende exclusivamente de las solubilidades de las oxisales y del reactivo gastado en soluciones de sales cáusticas y en agua.

Tales solubilidades son las siguientes:

(1).—Oxísal de Antimonio y Sodio es prácticamente in-

soluble en solución de Sosa Cáustica de buena concentración, saturada con Cloruro de Sodio y también en agua que con tiene Cloruro de Sodio, tanto en caliente como en frío.

(2).—Oxísal de Arsénico y Sodio es soluble en tales soluciones cuando están calientes; pero es insoluble en soluciones acuosas frías de Sosa Cáustica en un gran margen de concentraciones. Es algo soluble en soluciones frías de muy alta concentración. Es soluble en agua caliente y fría, más en la primera. En presencia de Oxísal de Estaño, se forma un compuesto, el arseno-estanoato, que contiene aproximadamente tres veces más Arsénico, el cual es insoluble en solución de Sosa Cáustica en un gran margen de concentraciones.

(3).—Oxísal de Estaño y Sodio.—Es solo ligeramente soluble en soluciones álcalis calientes de alta concentración y es insoluble en tales soluciones frías. Su solubilidad crece rápidamente con el decrecimiento de concentración de la Sosa Cáustica. Es soluble en agua caliente y fría, pero más en esta última.

Por la razón de que es un factor muy importante en el costo de la operación del proceso la cantidad de agua que debe ser evaporada para la recuperación del álcali fundido, la dilución de las soluciones debe ser guardada hasta un mínimo, que consiste en obtener una solución de tal concentración que las Oxísales de Arsénico y Estaño, sean insolubles en ella cuando esté fría. El Estanoato de Sodio alcanza su punto de máxima insolubilidad en soluciones de Sosa Cáustica saturada con Cloruro de Sodio, que contienen alrededor de 400 gramos de Sosa Cáustica por litro. El Arseniato de Sodio, no obstante que es algo soluble en tal solución, es completamente insoluble en soluciones más débiles. Por esto en la práctica se adoptan soluciones fuertes, que son las que dan mejores resultados. Una buena solución debe contener cuando fría 350 gramos de Hidróxido de Sodio y 85 gramos de Cloruro de Sodio por litro; equivalente a 25.92% de NaOH, 6.30% de NaCl y 67.78% de H₂O, y tiene una gravedad específica de 1.35.

El reactivo gastado se convierte en un atole consistente en una suspensión de Antimonioato de Sodio insoluble y Estanoato (si hay presente en grande cantidad), en una solución

sal-álcali caliente, que contiene en solución Arseniato de Sodio y posiblemente un poco de Estanato. Esto se consigue haciendo fluír al reactivo fundido y caliente en una corriente de agua o álcali débil que está circulando rápidamente. La operación es llamada Granulación, teniendo en cuenta su analogía con un similar tratamiento para grasa de horno. El reactivo fundido se vierte directamente de la máquina o por medio de un cucharón a un plato, el cual sirve para retener algo de Plomo fundido. Este plato está situado a la cabeza de un conducto abierto, al extremo del cual hay un separador de plomo diseñado para eliminar cualquier partícula pequeña de Plomo que pueda estar contenida en el reactivo fundido. El atole o lodo fluye del separador a un tanque que está lleno con agua o con solución resultante de operaciones previas. El tanque está provisto de un agitador para evitar el asentamiento del material pesado e insoluble. Tiene una bomba que hace circular el licor y lodo a la cabeza del conducto abierto. Estando puesta en movimiento la bomba, el agua o licor va del tanque a la cabeza del conducto donde encuentra la corriente de reactivo fundido. Los constituyentes solubles son inmediatamente disueltos acompañados por desprendimiento de vapor, el cual se lleva fuera por medio de una campana. La operación se continúa hasta que todo el reactivo se convierte en un lodo. Los pedazos de Plomo colectados en el separador se regresan a la paila de ablandamiento. El tanque de granulación puede contener el lodo resultante de varias hornadas (batches) de reactivo gastado. Así, estando lleno el tanque con agua o soluciones débiles de operaciones previas, se pueden hacer adiciones sucesivas de reactivo para ser granuladas, hasta que el licor tiene la concentración especificada, es decir, hasta que una muestra enfriada y filtrada tiene una gravedad específica de 1.35. De este modo las soluciones débiles pueden ser concentradas hasta donde se desee, sin necesidad de evaporación preliminar.

Presencia de impurezas que complican el tratamiento.— Es obvio que el tratamiento del lodo debe variar de acuerdo con su composición. Para lodo obtenido de trabajar con Plomo Argentífero de pureza media las etapas del proceso son muy

pocas y de gran simplicidad, como en el caso presente.

En cuanto al tratamiento de lodos que proviene de aleaciones mixtas, debe seguirse un procedimiento más amplio. En resumen, dos clases de metal puede tratarse con este proceso:

(a).—Plomo argentífero que contiene relativamente pequeñas cantidades de Arsénico, Antimonio y Estaño.

(b).—Plomos y aleaciones, altos en Arsénico, Estaño y Antimonio.

Sólo trataré del primero, que es el que se trata comúnmente en esta Planta, según se ve en los análisis dados anteriormente.

El lodo que contiene en suspensión el Antimoniato de Sodio y en solución las oxisales de Arsénico y Estaño, caliente y suavemente agitado, se bombea del tanque de granulación a un tanque de almacenamiento, el cual debe estar a una temperatura superior a 70° C., con el objeto de retener en solución el Arsénico, que de otro modo podría cristalizar. De este tanque se bombea a una prensa de filtración del tipo Kelly. En el filtrado pasan en solución el Arsénico y el Estaño y en la torta (cake) queda el Antimoniato de Sodio. El filtrado fluye a un tanque de almacenamiento, de donde se pasa a un enfriador, para enfriar esta solución cáustica hasta 25° C. A esta temperatura todo el Arseniato de Sodio es insoluble y se separa en Cristales como $\text{Na}_3\text{AsO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, por medio de filtración en filtros continuos del tipo Oliver. El tratamiento se sigue hasta quedar separados el Arsénico y el Estaño, precipitando el primero con Cal apagada fresca y el segundo con Carbonato de Calcio, en forma de Arseniato de Calcio y Estanato de Calcio. No se tratará este punto en detalle por estar fuera del campo a que el presente trabajo se reduce; sólo haré notar que aun la Sosa Cáustica que está en combinación química con el Arsénico y el Estaño se regenera, naturalmente siendo mayor en el caso del primero, puesto que la cantidad de NaOH que se combina con el Arsénico es 1.6 veces el peso de éste y en cambio es sólo 0.674 veces en el caso del Estaño. Las soluciones débiles de Sosa Cáustica, pueden ser empleadas en el tanque de granulación o bien ser evaporadas hasta obtener NaOH fundida, para ser usada nuevamente en la máquina de Harris.

A continuación se dan algunos análisis de las sales que se han usado en la operación de Ablandamiento y que se tratan para recuperar el Hidróxido de Sodio, el Antimonio, Arsénico y Estaño:

	As	Sb	Sn	libre NaOH	total NaOH
Sales gastadas	5.2	18.6	1.9	31.1	40.8
„ „	6.1	13.7	6.2	30.1	43.9
„ „	2.5	19.8	.93	36.7	43.8

Tratamiento de la torta de Antimoniato de Sodio.—Una vez descargada la prensa, se pasa el Antimoniato de Sodio impuro por una canal, y por medio de corriente de agua a un tanque llamado de precipitación (repulping), donde vuelve a ponerse el precipitado en suspensión, formando un lodo. El tanque está provisto de un agitador que está funcionando constantemente. En seguida se bombea la suspensión a un tanque lavador con el objeto de quitarle la Sosa Cáustica y el Estaño que junto con el Antimoniato de Sodio ha permanecido insoluble. Como se ha hecho notar anteriormente, el Estanato de Sodio es insoluble en soluciones cáusticas de alta concentración, y como en el proceso se han adoptado soluciones de alta concentración para retener en solución todo el Arsénico, pasa con éste una pequeña porción del Estaño contenido en las sales que provienen de la máquina de Harris y el resto permanece insoluble junto con el Antimoniato de Sodio. Este es, pues, lavado varias veces con agua, siendo suficientes por regla general tres lavadas. Las primeras aguas de lavado se pasan a un tanque donde se precipita el Estaño por medio de CaO que hay en el tanque y por ebullición, en forma de Estanato de Calcio. Una vez que la solución que contiene en suspensión el Antimoniato de Sodio ya lavado y con una gravedad específica de 1.08, se bombea a un tanque alimentador de la prensa donde se hará la filtración, que ya no ofrece ninguna dificultad. Todos los tanques están provistos de agitadores, y las soluciones que contienen Sosa Cáustica, ya sean las que provienen de lavadas o de las filtraciones, son enviadas a los evaporadores para la recuperación de ésta.

El tiempo de agitación en el tanque lavador y con cada

nueva agua es de dos horas, y el de asentamiento varía entre 16 y 24, de acuerdo con la cantidad de Antimoniato de Sodio que hay presente. Durante el período de agitación la temperatura se mantiene a 80° C. con el objeto de poner en solución toda la Sosa Cáustica que pueda contener la oxisal de Antimonio, así como el Arsénico que pudiera haberse pasado.

A continuación se dan algunos análisis de Antimoniato de Sodio obtenido por este proceso y secado a 100° C:

	Pb	As	Sb	Sn	libre NaOH	H ₂ O
Antimoniato de Sodio--	0.35	0.20	46.0	0.20	0.30	12.1
" " "	0.32	0.20	46.8	0.24	0.35	6.0
" " "	0.52	0.28	46.3	0.30	0.32	6.7
" " "	0.34	0.10	46.9	0.15	0.45	13.6

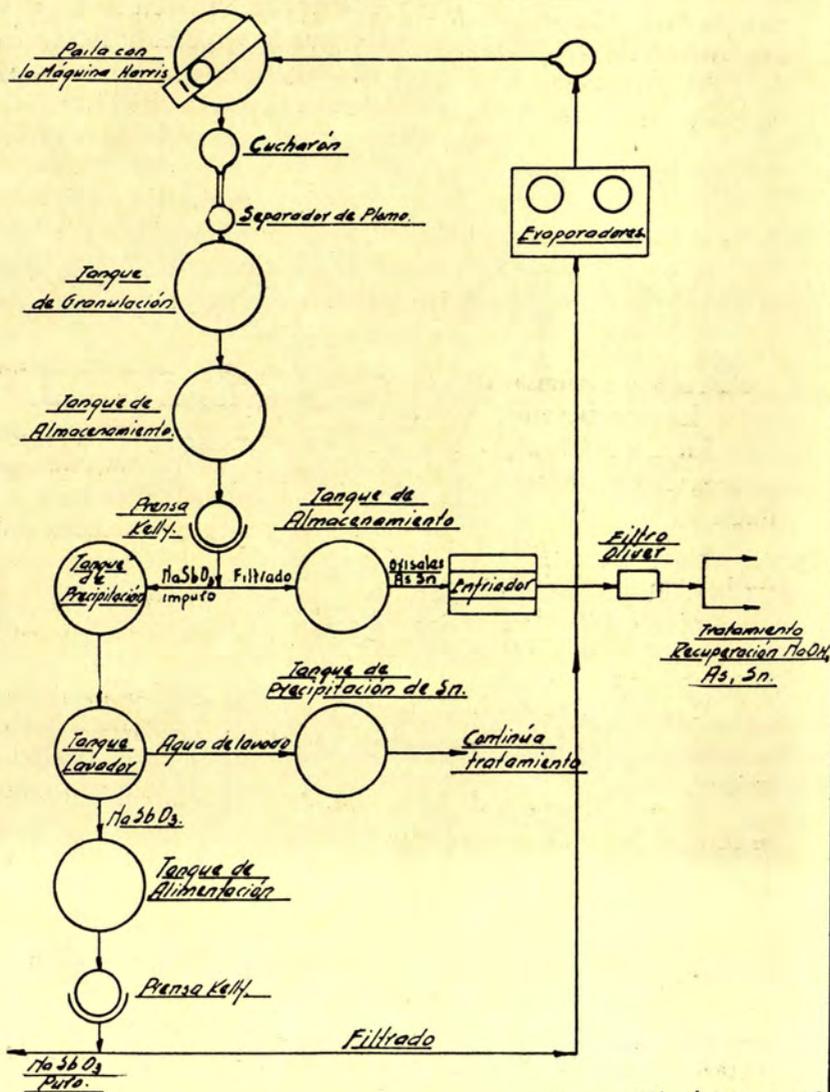
Discusión sistemática que deberá seguirse para determinar las condiciones de trabajo del equipo de filtración.

La dividiremos en los siguientes incisos y de acuerdo con las reglas del método general que se sigue en Ingeniería Química:

- a).—Descripción del aparato de que se dispone, funcionamiento y clasificación.
- b).—Carácter de la solución que va a filtrarse.
- c).—Magnitud que quiere hacerse mínima. Costo unitario de explotación. Definición.
- d).—Variables que intervienen en el fenómeno.
- e).—Clasificación de las variables por orden de importancia.
- f).—Influencia de cada una de las variables sobre la magnitud del fenómeno que se estudia.

a).—El filtro Kelly consiste en un tanque cilíndrico de acero, dentro del cual están colocadas un cierto número de hojas filtros. El eje del tanque es fijo y horizontal. Las hojas están montadas sobre un chasis con ruedas sujeto a la tapa móvil del cilindro. El filtrado descarga a través de la tapa, la

HOJA DEL PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DEL ANTIMONIO.



Dibujó: A. Landara A

cual está cerrada al armazón por medio de un juego de llaves radiales y un mecanismo especial.

Los sólidos forman una torta (cake), en ambos lados de las hojas filtros. Para descargar esta torta, se abre la tapa y se mueve hacia atrás sobre los rieles que la soportan, llevando consigo el chasis que soporta las hojas y que está unido a la tapa, hasta que todo queda completamente fuera del armazón. La torta entonces cae por su propio peso o ayudada, soplando-la con corriente de aire.

Las hojas son rectangulares y están suspendidas verticalmente en el armazón. Son todas de la misma longitud, pero de distintos anchos, siendo naturalmente de mayor ancho la que corresponde a la línea del centro y disminuyendo a medida que van quedando más lejos de tal línea.

Cada hoja consiste en una criba de alambre, circundada en las cuatro aristas por una lámina de acero en forma de canal. La criba forma el elemento de desagüe y la lámina de acero da rigidez, protegiendo al mismo tiempo a la vestidura, de las aristas de la criba, y sirviendo como canal para el filtrado.

Las esquinas superiores de las hojas, junto a la cabeza del cilindro, están conectadas a ésta, por nipples y uniones que forman las salidas para el filtrado.

Las hojas están encerradas en sacos de tela filtrante. Estas telas pueden ser metálicas, como en el presente caso.

Si los líquidos filtrados son ácidos o alcalinos y es justamente el caso, es muy importante evitar la concentración sobre las telas filtrantes, cuando se secan o están en el período de limpieza, o cuando no está en uso el filtro, pues de lo contrario se deterioran seriamente.

Cuando no está en uso la prensa, se deberá conservar llena de agua, no sólo para proteger las telas, sino también porque cualquier corrosión formará óxido inadherente, que puede ser fácilmente eliminado antes de ponerse otra vez en uso.

Cuando el precipitado es fino, se tapan con facilidad las telas y oponen por consiguiente mayor resistencia. La vida de las telas se reduce debido a este efecto, más que a defecto o debilidad en la fabricación.

Las telas de alambre tienen menos tendencia a taparse y

resisten tratamientos de limpieza más enérgicos.

Las vestiduras que se emplean en este trabajo son metálicas y constan de cinco telas de alambre: dos de 16 alambres por pulgada, dos de 10 alambres por pulgada y una de 4 alambres, siendo esta última la que queda en el centro y la de mayor número de alambres en el exterior, en la cual se adherirá la torta.

Los filtros Kelly standard se construyen para operar a presiones superiores a 60 libras por pulgada cuadrada.

Operación.—El material que va a filtrarse se carga a presión dentro del cilindro.

El filtrado es forzado a través de las vestiduras y pasa por las salidas de cada marco a un conducto, mientras que la torta se está formando en ambos lados de las hojas.

La filtración se detiene cuando el espesor de la torta que se desea obtener se ha alcanzado. Se inyecta entonces aire a presión que sostiene a la torta adherida a las hojas y fuerza el exceso de licor que ha sido alimentado, secando la torta.

La presión en el interior del cilindro se controla por medio de una válvula de escape. Así que cuando por cualquier causa la presión tiende a subir, principalmente porque se tapan las telas, para evitar el deterioro de éstas, se abre la válvula de escape, mateniendo la presión constante y a la altura que se desea. Esta presión se registra por medio de un manómetro común.

Como equipo auxiliar se tiene una bomba centrífuga, que manda la solución a presión, del tanque de almacenamiento al filtro. Tiene las siguientes características: 15 HP. 1800 rpm. 60 gal.pm. sp.gr. 1.6, presión - 100 libras por pulgada cuadrada.

Clasificación.—El filtro Kelly, según la clasificación que hacen Walker, Lewis and McAdams en su libro "Principles of Chemical Engineering", está dentro de los filtros que tienen membrana tejida o fieltada. Tal clasificación comprende únicamente a las condiciones y estructura de su medio filtrante.

En el Manual de Ingenieros Químicos de Perry, está clasificado entre los filtros de presión en general.

Este tipo de filtro se denomina comúnmente con el nom-

bre de filtro de hoja, para diferenciarlo del filtro prensa con marcos.

La desventaja de todos los filtros de presión es que su operación es intermitente, pero en cambio tienen la ventaja de que con esta misma presión se puede secar la torta. Los filtros de hoja en particular se usan, como en esta clase de trabajos, para filtrar suspensiones en caliente y que presentan dificultad, necesitando gran presión.

b).—Siendo la primera filtración en el proceso, es decir, aquella en que se separa el Antimonio de Sodio impuro, la que ofrece mayor interés y dificultad de operación, será de la que se tratará, puesto que la segunda filtración no presenta ya ningún obstáculo.

Cuando se trató el proceso en general, se dijo que la solución al salir del tanque de granulación para pasar al tanque de almacenamiento y del cual debía bombearse al filtro Kelly, debería tener una gravedad específica de 1.35. Sin embargo, en la práctica, ésta es en algunas ocasiones mucho mayor y depende de la cantidad de impurezas que contiene el bullión de Plomo que se está tratando, siendo esto sumamente variable. Como dato preciso se sabe que en el tanque de almacenamiento se diluye la solución y nunca se procede a la filtración antes que la solución tenga una gravedad específica máxima de 1.45.

La cantidad de precipitado que contiene la solución nunca puede controlarse exactamente, por ser sumamente variable, y que como antes se ha dicho, dependen del metal de que se trate. Así puede en ocasiones ser muy grande y en ocasiones muy pequeña.

La temperatura a la que se verifica la filtración debe ser siempre superior a 70° C., con el objeto de evitar que el Arsénico que va en solución se precipite. Pero esta temperatura se procura que sea siempre lo más alta posible, teniendo en la práctica como la óptima para llevar a cabo una buena operación la de 100° C.

La temperatura es un factor de gran importancia en la velocidad de la filtración, puesto que ésta aumenta con la dis-

minución de la viscosidad y ésta varía en razón inversa de la temperatura.

c).—En toda operación industrial la magnitud cuyo valor quiere hacerse mínimo es el costo de explotación. En el presente caso se estudiará el costo de explotación del equipo de filtración y tomando esta como una operación individual y aislada del proceso general.

Se llama costo de explotación de un equipo a la suma de erogaciones de dinero hechas para efectuar la operación de que se trata sin incluir el costo de la materia prima ni el dinero que se recibe por la venta de los productos obtenidos. Si se tiene en cuenta el costo de la materia prima, se tendrá entonces el costo de producción.

Los costos parciales que intervienen en el costo de explotación, son: Gastos fijos y Gastos de operación.

Gastos fijos.—Son los que no dependen de la cantidad de producto obtenido, sino que sólo son función del costo de adquisición del equipo. Este comprende:

- Precio del equipo.
- Costo del transporte.
- Costo de instalación.

Los gastos fijos comprenden los siguientes capítulos en función del costo de adquisición o capital invertido:

- a, anualidad.
- tC, impuestos.
- sC, seguros.
- dC, depreciación repentina.

La anualidad, que es la cantidad de dinero que se paga por conceptos de interés y amortización del capital, tiene la siguiente expresión: $a = Ci + \alpha$ siendo i el interés y α la anualidad por amortización, cuya expresión es:

$$\alpha = \frac{(1+i)^n}{(1+i)^n - 1} C$$

Entonces los gastos fijos anuales serán:

$$g^f = \alpha + (i + t + s + d) C \dots\dots\dots(1)$$

Gastos de operación.—Dependen de la cantidad de pro-

ducto manufacturado y comprenden los siguientes capítulos:

- e, energía.
- o, mano de obra.
- h, mantenimiento (limpieza, alumbrado, etc.).
- R, reparaciones.

Cuando se trabaja a velocidad constante durante todos los años que tendrá de vida el equipo, permanecerán constantes los conceptos de energía, mano de obra y mantenimiento.

En cuanto a las reparaciones, son función directa de la cantidad de producto que se fabrica. Sin embargo, su relación exacta sería muy difícil determinarla, y por tanto, considerando la velocidad media de producción constante, los gastos hechos por reparaciones son proporcionales al número de años que ha estado en servicio el equipo.

Llamando r al gasto total por concepto de reparaciones en n años:

$$r = (R_0/2)n (1+n)$$

R_0 , gastos de reparación hechos en el primer año.

Dividiendo r entre el número de años, tendremos el gasto medio anual de reparaciones R :

$$R = R_0/2 (1+n)$$

En general, los gastos hechos por reparaciones varían muy poco con las distintas formas en que se hace trabajar un equipo. Pero aun siendo las variaciones muy grandes, no podrían determinarse exactamente, y lo que debe hacerse es asignarles en los gastos de operación un determinado valor con bastante margen y considerarlo constante.

Siendo el costo de explotación medio anual la suma de los gastos fijos y de operación medios, su expresión será:

$$\begin{aligned} G &= g_f + g_o \\ G &= g_f + e + o + h + R \end{aligned} \quad \dots\dots\dots(2)$$

Se ha considerado que la cantidad de unidades de producto que se obtienen en cualquier año es la misma, pero no que la velocidad de producción en todas las horas de trabajo es

constante, y por lo tanto, siendo **e**, **o** y **h** funciones de la velocidad de producción, en un instante dado tendremos:

$$dG/dH = gf + f(dP/dH) + R \dots\dots\dots(3)$$

Esta última ecuación toma diferentes formas según que la operación sea continua o intermitente. Únicamente se tratará de esta última, pues como se dijo ya al hablar del equipo, todos los filtros que trabajan a presión son intermitentes.

Una operación tiene que ser necesariamente intermitente, cuando desde el momento en que se inicia la operación una o más características sufren una modificación continua e irreversible que tiende a disminuir la velocidad de producción. Si la velocidad de producción va disminuyendo constantemente, llegará el momento en que es tan pequeña que no conviene seguir la operación.

La expresión que da la capacidad de operación, es la siguiente:

$$Y = P/H = f(c, c' \dots e, e', \dots p, t, \dots)$$

En la que

H, tiempo en horas.

c, **c'**, características del equipo.

e, **e'**, características de la substancias.

p, **t**, factores de la energía.

Pero siendo la operación intermitente las características del equipo son función del tiempo y la ecuación queda en la forma siguiente:

$$dP/dH = f(H, e, e', \dots p, t, \dots)\dots\dots\dots(4)$$

La operación se suspenderá en el instante **H** a partir del cual se principian las operaciones necesarias para poner el equipo en las condiciones iniciales.

Llamando H_1, H_2, H_3, \dots los tiempos que se emplean para llevar a cabo esas operaciones, el tiempo total que transcurre entre dos instantes sucesivos de mayor velocidad de producción será:

$$T = H + H_1 + H_2 + H_3 + \dots\dots\dots + H_n$$

Al intervalo de tiempo T , es a lo que se llama ciclo de la operación. La producción durante un ciclo será:

$$q = \int_0^H f(H, e, e', \dots p, t, \dots) dH \dots\dots\dots(5)$$

*

Y la velocidad media de producción:

$$Y = \frac{\int_0^H f(H, e, e', \dots p, t, \dots) dH}{T} \dots\dots\dots(6)$$

capacidad del equipo.

Dividiendo la ecuación (3) entre la (6), tendremos el costo unitario:

$$z = G/P = \frac{gf T + f(dP/dH)H + RT}{\int_0^H f(H, e, e', \dots p, t, \dots) dH} \dots\dots\dots(7)$$

Tomando como variable independiente a H , la condición para que el costo unitario sea mínimo está expresado por la relación:

$$dz/dH = 0 \dots\dots\dots(8)$$

Queda definida de una manera general la magnitud que quiere hacerse mínima, y para definirla en particular para la operación de que se trata habrá que determinar la forma de la ecuación (7).

Como la velocidad de producción no es constante, hay que determinar la expresión de z en el instante H a partir del principio de la operación, y suponiendo que en este instante se suspende la filtración y que un tiempo H' se emplea para descargar el cake y volver a poner el equipo en condiciones de empezar un nuevo ciclo. La ecuación (7) quedará entonces en la siguiente forma general:

$$z = \frac{gf(H+H') + f(dP/dH)H + R(H+H')}{\int_0^H f(H, e, e' \dots p, t, \dots) dH} \dots\dots\dots(9)$$

d).—El numerador es función de la velocidad de producción o capacidad del equipo; así es necesario principiar por estudiar la diferencial del denominador.

* S = Signo de integral.

La capacidad de un filtro está dada por la siguiente relación:

$$Y = V/AT \dots\dots\dots(10)$$

En la que:

V, volumen del filtrado obtenido en el tiempo **T**.

A, área total de la superficie de filtración.

T, tiempo total de duración del ciclo.

El área es un dato, puesto que tenemos un aparato dado. La capacidad, por tanto, dependerá de las variables **V** y **T**.

Estudio de V.—La torta puede ser considerada como equivalente a una serie de tubos capilares de diámetro medio definido. El flujo a través de tubos capilares está dado por la ecuación de Poiseuille:

$$P = 32uLv/gD^2 \dots\dots\dots(11)$$

u, viscosidad absoluta del líquido.

P, caída de presión.

L, longitud del tubo.

v, velocidad linear del líquido.

D, diámetro del tubo capilar.

g, aceleración de la gravedad en pies por segundo por segundo.

De la (11):

$$v = PgD^2/32uL \dots\dots\dots(12)$$

Por otra parte:

$$dV/dH = KSAv \dots\dots\dots(13)$$

Sustituyendo:

$$dV/dH = K\pi D^4 P g A /128 u e \dots\dots\dots(14)$$

Siendo:

K, capilaridad.

S, sección de cada tubo capilar.

A, área de la superficie de filtración.

dV/dH , velocidad del flujo en volumen por unidad de tiempo.

e , espesor de la torta.

Esta ecuación no puede aplicarse directamente a la resolución de los problemas de filtración y sólo ayuda a explicar el fenómeno y a determinar las ecuaciones de trabajo.

La ecuación en general indica que la velocidad de filtración es directamente proporcional al área del filtro e inversamente proporcional al espesor de la torta.

La caída de presión a través de la torta es proporcional a la velocidad del flujo; así pues, es preferible considerar la velocidad de filtración igual a la presión dividida por la resistencia. Esta resistencia consta de dos partes: resistencia de la torta R y resistencia de los canales de la prensa y medio filtrante. Para una prensa bien diseñada, la resistencia de los canales es despreciable.

Esta segunda parte de la resistencia total es inversamente proporcional al área:

$$dV/dH = P_t/(R + p/A) \dots\dots\dots(15)$$

P_t , caída de presión a través de la torta, medio filtrante y canales de la prensa.

Generalmente la resistencia de la prensa y medio filtrante es muy pequeña comparada con la de la torta, y por tanto se desprecia, simplificándose la ecuación:

$$dV/dH = P/R \dots\dots\dots(16)$$

La resistencia es directamente proporcional al espesor e inversamente proporcional al área:

$$R = re/A$$

El volumen de la torta es eA , y llamando v el volumen de sólidos que quedan en la torta por unidad de filtrado en volumen, tendremos:

$$eA = vV \quad \text{de donde} \quad e = vV/A \quad , \text{ substituyendo:}$$

$$R = rvV/A^2 \quad \text{pasando a la ecuación (16)}$$

$$dV/dH = PA^2/rvV \dots\dots\dots(17)$$

Y tomando en consideración la resistencia de la prensa:

$$dV/dH = (P + A^2)/(rvV + pA) \dots\dots\dots(18)$$

Estas ecuaciones son satisfactorias si se considera que el material es incomprensible, es decir, que al aumentar la presión en la prensa no decrece el diámetro equivalente de los conductos entre las partículas. En la práctica es muy difícil que existan estos materiales. Consideraremos que el material de que se trata es homogéneo y comprensible. El trabajo experimental con materiales de características fijas es muy difícil, pues éstas varían grandemente. Las propiedades de la suspensión son también muy sensibles a la temperatura y cualquier variación de ésta durante la filtración afecta fuertemente el resultado.

Para los problemas prácticos de ingeniería se acepta que la resistencia específica r , es una función potencia de la presión, y el exponene s es siempre menor que la unidad:

$$r = r' P^s \quad \text{sustituyendo en la (17)}$$

$$dV/dH = P A^2/r' P^s \quad vV = P(1-s) A^2 r' v V \dots\dots\dots(19)$$

Esta es la ecuación general que da la velocidad de la filtración, sin considerar la resistencia de la prensa, y puede integrarse en dos formas, ya sea que se trabaje a presión o a gasto constante.

Los datos experimentales cuando se trabaja a presión constante checan con bastante precisión con los que da la ecuación, es decir, durante un ciclo dado la relación \sqrt{V}/A es proporcional a la raíz cuadrada del tiempo y la constante de proporcionalidad varía como una función potencia de la presión, siendo el exponente $(1 - s)$. El valor de s varía de 0 en el caso de que el material sea incomprensible hasta un máximo aproximadamente de 0.85 para los más comprensibles.

Si se trabaja a gasto constante, al principiar la operación la presión será bastante más alta que la que indica la ecuación, y después permanecerá casi constante, pero finalmente concuerda sensiblemente con la ecuación.

Se ha visto que esta discrepancia en los primeros pasos

de la filtración son causados porque se tapan las telas filtran-tes, y el fenómeno es muy marcado cuando se trata de mate-riales comprensibles en alto grado.

Sin embargo, en los trabajos prácticos tiene poco interés el principio del ciclo, y las ecuaciones pueden ser empleadas con bastante seguridad.

Se ha comprobado también que los coeficientes s y r' che- can bastante bien para presión o gasto constante determina- dos en una de las dos condiciones, pero r' para gasto constante es mayor que el que se obtiene a presión constante. En conse- cuencia, esos coeficientes se deben determinar siempre experi- mentalmente para cada material y en las condiciones en que irá a usarse la ecuación.

Si la planta está trabajando normalmente, las constantes de las ecuaciones pueden ser obtenidas tomando el promedio dado por el equipo de filtración para el material que se produ- ce siempre en condiciones normales.

Tales constantes pueden usarse con seguridad y aun para estimar los resultados que darían algunas modificaciones en las condiciones de operación de la planta.

Para determinar los coeficientes cuando se trabaja a pre- sión constante habrá que trazar una curva V^2 vs H . Por com- paración de dos curvas a diferentes presiones se determinará s , y de éste r' . Si se trabaja a gasto constante, se trazará sobre papel logarítmico P vs. V . La pendiente es $1 - s$ y de cual- quier punto de la curva de un material homogéneo se puede determinar r' .

Tratándose de materiales homogéneos es mejor trabajar a presión constante que a gasto constante. Pero para evitar que se tapan las telas hay que principiar la operación a baja presión y a gasto sensiblemente constante hasta que se haya deposita- do un poco de sólido sobre el medio filtrante.

En la ecuación (19) no se ha tomado en cuenta la resis- tencia de la prensa, y por tanto, a gasto constante el término P será la presión manométrica menos la presión en la prensa al principiar la filtración, y a presión constante hay que añadir el término p/A en el denominador antes de la integración, es decir, tomar como base la ecuación (18). Generalmente la

resistencia de la torta es muy grande, como ya antes se ha dicho, delante de la de la prensa, y por tanto puede usarse la ecuación (19).

Tomando en cuenta la resistencia de la prensa y a presión constante, la ecuación integrada queda en la siguiente forma:

$$r' v P^s t (V/A)^2 = 2P_t H - 2p(V/A) \dots \dots \dots (20)$$

Y despreciando el término p/A :

$$(V/A)^2 = 2P(1-s) H/r' v \dots \dots \dots (21)$$

En general la relación entre el volumen del filtrado en el tiempo H y el área filtrante, trabajando a presión P , es:

$$V^2 = 2K' A^2 P H \dots \dots \dots (22)$$

Siendo la presión P constante:

$$(V/A)^2 = K H \dots \dots \dots (23)$$

Esta es la ecuación que usaremos, puesto que la primera filtración del Antimoniato de Sodio, que es el tema de este trabajo, se verifica a presión sensiblemente constante y es además la más adecuada para esta clase de suspensiones tal condición de operación.

Siendo conocida A , la constante K puede determinarse con una sola observación, es decir, midiendo el volumen de filtrado que pasa en un tiempo dado, con un espesor dado.

Estudio de T.—El tiempo T en la ecuación (10) es la suma de los tiempos parciales siguientes y que abarcan un ciclo completo:

$$T = H + H\lambda + Hs + H^3 \dots \dots \dots (24)$$

H , tiempo de filtración.

$H\lambda$, tiempo de lavado.

Hs , tiempo de secado.

H^3 , tiempo para poner el aparato en las condiciones iniciales.

Para poder determinar las condiciones en que debe efec-

tuarse la filtración para que la capacidad sea máxima, hay que poner ésta en función de una sola variable.

Sabemos que

$$v_0 V = e A, \text{ entonces: } (V/A) = e/v_0 \text{ y } (V/A)_0 = e_0/v_0 \text{ dividiendo:}$$

$$(V/A) = (V/A)_0 (e/e_0) \dots\dots\dots (25)$$

De la ecuación (23) tenemos para el mismo filtro:

$$(V/A)_0^2 = K H_0 \text{ y } (V/A)^2 = K H$$

Dividiendo:

$$H = (V/A)^2 / (V/A)_0^2 \times H_0$$

Sustituyendo (25) en ésta:

$$H = H_0 (e^2/e_0^2) \dots\dots\dots (26)$$

Para un filtro de hoja la velocidad de lavado por unidad de área es igual a la velocidad de filtración en el instante en que ésta se suspende, y por tanto de la ecuación (23) tendremos:

$$d(V/A) / dH = K/2(V/A) \dots\dots\dots (27)$$

El tiempo de lavado será igual al volumen del agua de lavado por unidad de área, dividido entre la velocidad de lavado:

$$H \lambda = 2/K \times (V/A) \lambda (V/A) \dots\dots\dots (28)$$

Si $(V/A) \lambda = 1/m (V/A)$

$$H \lambda = 2/K m \times (V/A)^2 \text{ pero } (V/A)^2 = (V/A)_0^2 e^2/e_0^2 \text{ y}$$

$$(V/A)_0^2 = K H_0 \text{ de donde}$$

$(V/A)^2 = K H_0 e^2/e_0^2$ Sustituyendo:

$$H = 2/m H_0 e^2/e_0^2 \dots\dots\dots (29)$$

H_s y H_3 son constantes, y por tanto podemos poner el tiempo total T del ciclo en función del espesor e , y por consiguiente la capacidad Y :

$$T = H_0 e^2/e_0^2 + 2/m H_0 e^2/e_0^2 + H_4$$

$$T = (1 + 2/m) H_0 e^2/e_0^2 + H_4 \dots\dots\dots (30)$$

Sustituyendo (25) y (30) en (10):

$$Y = \frac{(V/A)_0 e/e_0}{(1 + 2/m) H_0 e^2/e_0^2 + H_4}$$

Estando la capacidad **Y** en función de una sola variable **e**, la condición para que **Y** sea máxima, se expresa por la siguiente relación:

$$dY/de = 0 \dots\dots\dots(32)$$

La ecuación (30) puede ponerse en la forma siguiente:

$$Y = a e / b e^2 + c \quad \text{O sea:}$$

$$Y = a / b e + c/e$$

Tomando la primera derivada con relación a **e** y sustituyendo en (32):

$$dY/de = \frac{a (b - c/e^2)}{(b e + c/e)^2} = 0 \quad \text{De donde:}$$

$$b = c/e^2 \quad Y \text{ por consiguiente: } e = \sqrt{c/b} \dots\dots\dots(34)$$

que nos da el valor de **e** para el cual la capacidad **Y** es máxima.

Pasamos en seguida a estudiar el numerador de la ecuación (9).

Gastos fijos.—Han quedado ya definidos y deben ser proporcionados como datos para los cálculos por el departamento de administración de la planta.

Gastos de operación.—Dependen de la capacidad del aparato y se considerarán según la clasificación que ya se ha hecho.

Energía.—El equipo recibe energía en dos formas:

Energía calorífica.

Energía eléctrica.

La primera se utiliza para calentar la solución antes de filtrarse, de la temperatura a la que llega al tanque de almacenamiento a la temperatura a la cual se lleva a cabo la filtración.

La segunda se utiliza para mover las bombas de soluciones al pasarlas primero del tanque de granulación al tanque de almacenamiento y después de éste al filtro Kelly, y para mover el agitador de la suspensión en el propio tanque.

Energía calorífica.—El calentamiento de la solución se lleva a efecto inyectando vapor que proviene de las calderas en el tanque de almacenamiento.

El calor que se suministra con el vapor se utiliza en los siguiente:

Calor sensible necesario para calentar la solución de la temperatura en que se encuentra a la temperatura de filtración.

Radiación y otras pérdidas de calor.

En general, la ecuación que daría la energía calorífica es:

$$ec = m(C_1 t_1 - C_0 t_0) + R_1 \dots\dots\dots(35)$$

Siendo

m, masa de solución.

C₁, calor específico a la temperatura **t₁**.

C₀, calor específico a la temperatura **t₀**.

t₁, temperatura hasta la cual se lleva la solución para filtrarla.

t₀, temperatura inicial de la solución.

R₁, pérdidas de calor por radiación y otras causas.

Energía eléctrica.—La potencia utilizada por una bomba está dada por la relación:

$$eb = \delta p Q / n$$

Q, gasto en pies cúbicos por segundo.

δp, diferencia de presión estática entre los puntos inicial y final.

n, rendimiento.

δp, para un flujo líquido en una tubería, está dada por la ecuación:

$$\delta p = 4 f r L v^2 / 2 g d + r v^2 / 2g + r d h$$

f, factor de fricción:

$$f = f(Dvs/z)$$

v, velocidad del flujo en pies por segundo.

d, diámetro interior del tubo en pies.

δh , diferencia de altura entre los puntos inicial y final.
 r , densidad del líquido en libras por pie cúbico.
 s , peso específico del líquido (sp. gr.).
 z , viscosidad del líquido en centipoises.

Llamando:

ea energía consumida por el agitador.
cv costo de la energía del vapor por K. W. H.
ce costo de la energía eléctrica por K. W. H.
E, costo de la energía total.

La ecuación que dará **E** es la siguiente:

$$E = ec \text{ cv} + (ea + eb) ce$$

El costo de la energía depende de la producción, y ésta a su vez, como antes se ha visto, del espesor de la torta.

Mano de obra.—Varía en razón directa de la producción. Sin embargo, como la planta está trabajando continuamente, y ya sea mucha o poca la cantidad de material que debe filtrarse, el personal es el mismo, los gastos por mano de obra pueden incluirse entre los gastos fijos.

Mantenimiento.—Comprenden los gastos de limpieza general, alumbrado y lubricantes. Puede considerarse también entre los gastos fijos, pues el único que puede variar con las distintas condiciones de trabajo es el último.

Reparaciones.—Ya se ha dicho antes que se consideran también entre los gastos fijos.

El costo unitario z , por tanto, puede considerarse dependiente únicamente de la variable independiente e , espesor de la torta.

e).—La clasificación de las variables no tendría ninguna razón de ser si se conociera exactamente la influencia de cada una de ellas. Sin embargo, esta clasificación se hace todavía más necesaria por la diferencia que existe entre la Física y la Física industrial y el trabajo en el laboratorio y en el terreno de la escala industrial.

Para lograr una clasificación exacta, el único camino es el experimental. Las experiencias deberán hacerse con el aparato

y material de que se trata y en las condiciones en que la planta está trabajando.

Estas experiencias ocasionan en muchas ocasiones trastornos en la planta y costos muy elevados. Es preferible, pues, si no se tienen los datos necesarios, darles a todas las variables la misma importancia.

Pueden clasificarse las variables desde el punto de vista de su naturaleza en dos clases:

VARIABLES MEDIBLES.

VARIABLES NO MEDIBLES.

A las primeras pertenecen, por ejemplo, temperatura de la solución al filtrarse, densidad, espesor de la torta.

A las segundas pertenecen aquellas para cuya medición no se dispone de unidades; son, v.g., las diferentes maneras de hacer trabajar el equipo, conexiones, etc.

f).—Determinar la influencia de cada una de las variables, es la parte más difícil, y aquí es donde deben efectuarse las experiencias más cuidadosas y precisas. Para efectuar estas experiencias deben tenerse siempre presentes las condiciones del trabajo científico.

Sin embargo, la filtración ha sido desarrollada más como un arte práctico que como una ciencia, y la teoría ha recibido poca atención en la industria.

Underwood, al discutir la teoría matemática de la filtración en 1928, en el número correspondiente a Noviembre de "The Industrial Chemist", y según se asienta en el Manual de Ingenieros Químicos de Perry, establece que hay una considerable incertidumbre acerca de los fundamentos sobre los cuales debe ser construida cualquier teoría matemática de la filtración. La teoría puede ser aplicada sólo en grado limitado y para explicar o predecir los resultados obtenidos, como ya se ha hecho notar antes, puesto que la torta formada en la filtración de un producto industrial no puede decirse que tenga capilares rectos iguales en longitud al espesor de la torta, a causa de que los pasos son irregulares y tortuosos. No obstante esto, por los experimentos que se han hecho se ha comprobado que la filtración está regida por las leyes que se aplican al flujo de líquidos a través de capilares.

Influencia de la presión.—Durante la filtración las partículas se encuentran en movimiento en el líquido y se depositan en el medio filtrante, en tanto que el líquido pasa a través de él. Cuando una partícula llega a éste, penetra en sus poros por la fuerza del impacto o bien ejerce una acción de compresión sobre el depósito que ya se ha formado. El impacto es proporcional al peso de la partícula y al cuadrado de su velocidad; ésta es proporcional a la presión. El flujo inicial cuando la filtración comienza, tiene la máxima velocidad, y la velocidad con que decrece este flujo depende de la clase de material de que se trate. Con materiales de estructura granular y que tienen comparativamente el mismo tamaño sus partículas, la velocidad decrece gradualmente.

Cuando la presión inicial es alta, la velocidad decrece rápidamente para materiales de partículas no uniformes y la baja presión inicial reduce la fuerza del impacto y por consiguiente la compresibilidad de la torta, obteniéndose así una velocidad media más alta.

Si la cantidad de sólidos en suspensión es pequeña, se depositan con mayor fuerza que cuando la cantidad es grande, debido a que el flujo es mayor y por consiguiente la velocidad de los sólidos. Se produce por esto una torta densa, y por esta razón la presión inicial debe ser baja en los filtros de presión, cuando como muy a menudo sucede en esta clase de trabajos, el porcentaje de sólidos es pequeño.

Si se usan "ayudas filtros", puede usarse presión alta, cuando tales ayudas no se destruyen con la presión, aun cuando la cantidad de sólidos sea pequeña, y en tal caso no habrá o será muy pequeña la reducción en la velocidad de filtración.

Las bombas centrífugas son ideales para alimentar los filtros de presión y bajo la mayoría de las condiciones. La presión inicial que dan es baja y crece constantemente a medida que la torta se va formando, pudiendo así, si se quiere, mantener la velocidad de filtración constante.

Si los sólidos son granulares o cristalinos, la velocidad del flujo crecerá con la presión. Esto tiene un cierto límite para todos los materiales, y cuando éstos son muy finos, el flujo crecerá ligeramente al aumentar la presión, y si ésta es muy gran-

de la torta se comprimirá, decreciendo el flujo. Para cada material hay una presión, arriba de la cual la velocidad de filtración disminuirá a medida que la presión aumenta. Esta presión se denomina "Presión Crítica" y es prácticamente imposible determinarla para distintos materiales, por la variación tan grande que hay siempre en las condiciones de filtración. Tratándose de alguno definido, es necesario tener datos de largos períodos de operación.

Influencia del espesor de la torta.—Generalmente es el factor económico que gobierna la capacidad de todos los filtros y del cual depende el ciclo de operación. Esto se ha hecho notar implícitamente al determinar la condición de capacidad máxima para los filtros de hoja, a cuyo tipo corresponde la prensa Kelly.

Si la torta va a ser lavada, hay un espesor definido con el cual la cantidad mínima de agua debe ser empleada y que desplazará mayor cantidad de solución y sales solubles en la torta.

El espacio entre las hojas de los filtros de presión se determina por el espesor de la torta que dé el ciclo económico.

Influencia del tamaño de las partículas.—Las partículas gruesas dan mayor velocidad de filtración que las finas. Pero como la mayoría de los materiales contienen de ambas clases, el detalle principal consiste en mantener una mezcla homogénea, para así obtener también una torta homogénea. El uso de "ayudas filtros" se debe precisamente a la baja velocidad de filtración que dan las partículas muy finas.

Influencia del medio filtrante.—Se ha hecho notar ya anteriormente. La elección de éste depende de las propiedades del material que vaya a trabajarse y del tipo del filtro.

La resistencia que ofrece el medio filtrante crece cuando se deposita cualquier partícula infinitesimal sobre él y no hay ninguna proporción entre ella y el espesor de la torta que se está formando.

El medio filtrante debe ser seleccionado de acuerdo con el tamaño de las partículas de la suspensión y propiedades de la solución, de modo que su fuerza y resistencia mecánica den una buena vida económica.

En este trabajo precisamente se han elegido telas metáli-

cas por su resistencia mecánica y a la corrosión, que si bien es cierto que su costo inicial es alto, está en cambio plenamente justificado por la vida que tienen.

Influencia de la temperatura.—Se ha dicho ya antes que la velocidad de la filtración es inversamente proporcional a la viscosidad del líquido. Esta a su vez varía en razón inversa de la temperatura. Obviamente, la velocidad de la filtración crecerá con la temperatura.

Hay muchos casos en la práctica en los que la capacidad del filtro aumenta considerablemente cuando se calienta la solución.

La viscosidad también podría disminuirse diluyendo con agua la solución, pero cuando por razones del propio trabajo, como en el caso presente, la concentración debe conservarse constante en determinado punto, es ineludible el calentamiento, y en todo caso la influencia de su costo quedará determinada por el balance económico.

En general se ha expuesto la influencia que ejercen las variables en la filtración, pero como ya se ha dicho, habrá que hacer un sinnúmero de experiencias para determinar su influencia exacta.

El método para experimentar sería mantener todas las variables constantes, menos una, y así sucesivamente hasta determinar las condiciones en que el costo unitario fuera mínimo. Naturalmente que esto se haría si se tratase de una solución y material que nos fuera enteramente desconocido y cuyas propiedades y trabajo fuera completamente ignorado.

CAPITULO II.

PRODUCCION DE ANTIMONIO POR REDUCCION DEL ANTIMONIATO DE SODIO Y REFINACION.

El Antimoniato de Sodio obtenido por medio del proceso de Harris, se funde con Carbón para ser reducido a Antimonio metálico, en un horno de reverbero con revestimiento básico. Las paredes están forradas de ladrillo refractario y tienen una capa formada de tres hileras de ladrillo de Magnesita a la altura a la que queda el nivel del metal fundido. El combustible que se usa es gas natural.

La mezcla de Antimoniato de Sodio y Carbón puede hacerse, ya sea en el horno, o bien previamente, antes de la última filtración en el proceso antes descrito. En este último caso en el tanque de alimentación de la prensa Kelly, donde debe filtrarse el Antimoniato de Sodio puro, se carga Carbón, agitando perfectamente para hacer una mezcla homogénea. Una vez conseguido esto, se pasa al filtro Kelly, en el cual se obtendrá una torta que contendrá la cantidad necesaria de Carbón bituminoso para reducir el Antimoniato de Sodio.

La cantidad teórica de Carbón, suficiente para reducir el Antimoniato de Sodio a Antimonio metálico, es 7.78%. Pero el Carbón bituminoso tiene sólo un promedio de Carbón total de 87%; por lo tanto, 7.78% de Carbón total corresponden a 8.94% de Carbón bituminoso:

- 1) $2\text{NaSbO}_3 + \text{C} = \text{Sb}_2\text{O}_3 + \text{CO}_2 + \text{Na}_2\text{O}$
- 2) $2\text{Sb}_2\text{O}_3 + 3\text{C} = 4\text{Sb} + 3\text{CO}_2$
- 3) $4\text{NaSbO}_3 + 5\text{C} = 4\text{Sb} + 5\text{CO}_2 + 2\text{Na}_2\text{O}$

Es decir:

$$4\text{NaSbO}_3 : 5\text{C} :: 771 : 60 :: 100 : x$$

$$x = 7.78$$

$$87 : 100 :: 7.78 : x$$

$$x = 8.94$$

De la fusión de tal mezcla se obtiene un metal impuro, llamado Antimonio crudo, y una grasa que no debe contener más de 2.5% de Antimonio. Más adelante se hablará de cómo puede determinarse la eficiencia de los hornos y teniendo en cuenta la influencia que ésta tiene en el costo unitario de explotación.

REFINACION.

Impurezas que hay que eliminar.—Las que se encuentran en el metal crudo hecho por reducción del Antimoniato de Sodio del Proceso Harris, son: Plomo, Estaño, Arsénico, Azufre, Cobre, Fierro, Sodio, Selenio y Teluro. Las principales y que tienen mayor importancia son: Plomo, Estaño, Azufre y Fierro. Las otras se eliminan completamente, o al menos hasta un por ciento muy bajo. En cambio estas últimas se eliminan sólo hasta cierto grado, en el cual el metal se considera ya refinado.

Reactivos.—En el proceso de refinación se usan los siguientes: Sulfuro de Antimonio, Azufre, Cáustica, Nitrato de Sodio y Cloruro de Sodio.

Grasa de sulfuro cáustico y matte de Antimonio: Elimina el Fierro y el Estaño hasta 0.15% o menos.

Azufre: elimina el Plomo y baja hasta el por ciento deseado el Fierro y Estaño.

Sosa Cáustica y Nitrato de Sodio: eliminan el Azufre.

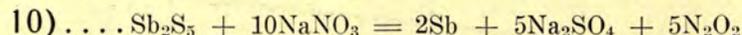
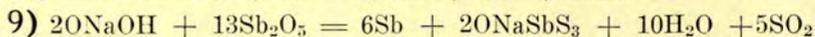
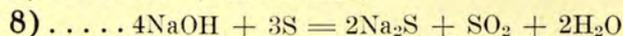
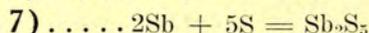
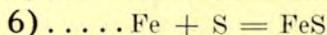
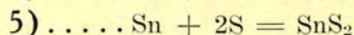
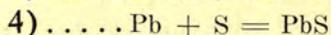
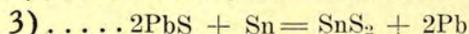
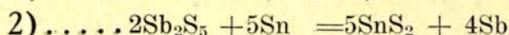
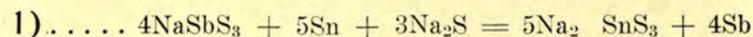
Cloruro de Sodio: forma un baño líquido cuando se añade la Sosa Cáustica y el Nitrato de Sodio. Reduce la pérdida en los gases y por tanto puede tenerse la posibilidad de aprovechar totalmente la NaOH y el NaNO₃.

El tratamiento con Azufre y Sulfuro, tiende también a eliminar algo de Cobre y Sodio que están presentes.

El tratamiento de Sosa Cáustica y Nitrato de Sodio eliminan también, Arsénico, Selenio y Teluro, si los hay.

El Hierro generalmente no se presenta en grandes cantidades y no hay necesidad de aplicar un tratamiento especial para él solo.

Reacciones:



Operación.—El horno de refinación tiene una capacidad aproximada de 6 toneladas. Se carga con el metal crudo y se funde éste. Las natas (dross) que se forman en la superficie del metal fundido se limpian y llevan a un lugar de almacenamiento de subproductos que tendrán tratamiento posterior. Se enfría entonces el horno hasta una temperatura un poco arriba del punto de solidificación del metal (629° C.) P. F. y se conserva a esta temperatura durante toda la operación de refinación.

Las grasas cáusticas de los tres primeros tratamientos para eliminar el Azufre, se usan en este punto, siendo añadidas en batches de 200 libras y se mezclan con el metal por medio de un agitador movido por un motor, hasta que la grasa comienza a secarse arriba; se despuma y añade un nuevo batch, repitiendo la operación y continuando hasta que la grasa cáustica mencionada antes se termina. En seguida se desnata y

limpia.

Se continúa con el matte de Antimonio que proviene del tratamiento de Azufre, agregándolo en batches de 300 lbs., y agitando alrededor de 30 minutos por cada batch. La espuma que se elimina consiste en un matte alto en Estaño. La operación se repite hasta que todo el Estaño y Fierro han sido eliminados a un por ciento menor de 0.15, o bien cuando ya todo el matte de Antimonio ha sido agotado.

Se sigue con el Azufre, el cual se suministra en hornadas (batches) de 150 libras, desnatando después de cada una el matte de Antimonio bajo en Estaño resultante. Este matte es el que se usa, como antes se ha dicho, para eliminar el Estaño y Fierro. El tratamiento de Azufre se continúa hasta que el Estaño, Fierro, Plomo y Cobre, quedan reducidos al por ciento deseado. A consecuencia de tal tratamiento, queda con el metal una cantidad de Azufre que varía de 1.5 a 2.5%. Para eliminarlo se sigue el tratamiento de Sosa Cáustica, Cloruro de Sodio y Nitrato de Sodio.

Los tres primeros batches de este tratamiento se ponen juntos en un lugar aparte, par ser usadas en la próxima carga de metal para la primera eliminación de Fierro y Estaño. El resto de las grasas se usan para la primera eliminación del Azufre.

Al principio de esta eliminación, tales últimas grasas cáusticas se suministran al horno en batches de 200 libras, fundiendo y agitando durante 30 minutos. En seguida se desnata. Una vez que se ha efectuado este tratamiento tres veces, se desnata hasta que queda muy limpio el metal, y el cuarto batch de Nitrato de Sodio se añade muy despacio mientras se está agitando hasta que la mezcla comienza a secarse. Se desnata y añade un nuevo batch, repitiendo la operación hasta que toda la grasa cáustica se ha usado. Luego se hacen batches de 100 lbs. de Sosa Cáustica y 100 lbs. de Cloruro de Sodio, se funden y se sigue el tratamiento descrito. Este se continúa hasta que el contenido de Azufre en el metal es del por ciento requerido.

La adición de Nitrato de Sodio debe ser en pequeñas cantidades, porque forma un explosivo con el Azufre contenido

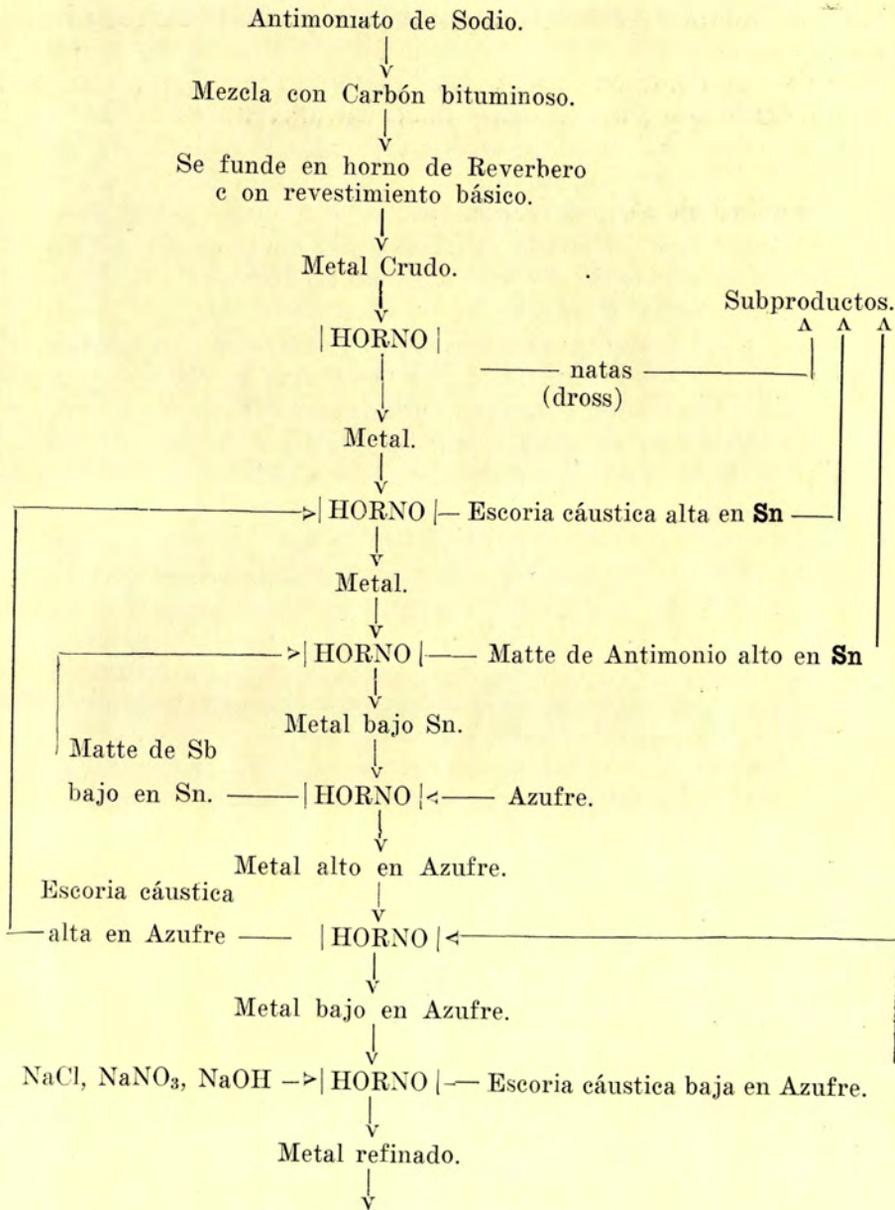
en el metal, y si se añade en grandes cantidades, puede originar una fuerte explosión rompiendo el horno y lesionando a los operarios.

El metal refinado puede ser vendido en barras tal como sale de esta operación, o bien, puede **estrellarse**.

Análisis de algunos productos:

	Sb	Sn	Pb	As	Cu	Fe	S
Metal crudo		3.10	2.0	.10	.05	.14	.08
		2.50	2.1	.08	.04	.20	.12
Metal refinado	99.708	.06	.07	.015	.002	.005	.14
	99.722	.06	.10	.012	.003	.006	.10
Escoria alta en Estaño	20.3	8.1	1.2	.50	t	.50	1.6
Matte alto en Estaño	32.0	9.3	1.7		.22	.60	8.2
Mate bajo Sn.	56.8	.7	5.2		.10	.06	14.0
Escoria cáustica. S alto	18.2	.06	.02	.07			20.0
Escoria S bajo	20.6	t	t	.02			6.3

DIAGRAMA ESQUEMATICO DEL PROCESO.



Antimonio Estrellado.—Su objeto.

En algunos métodos antiguos para producir Antimonio, las grasas fundidas se moldeaban junto con el metal en barras, y si éste no contenía una gran cantidad de Fierro, se formaba una estrella sobre la superficie de la barra. Por esta razón los consumidores del metal llegaron a creer que la estrella era una indicación de que estaba puro. Actualmente existe todavía tal creencia en algunos consumidores y exigen que el metal que compran sea estrellado. Es, pues, por demanda del comercio, que hay necesidad de producirlo en tal forma.

Sin embargo, la estrella en realidad no es ninguna prueba de pureza del metal, pues precisamente mientras más puro se encuentra, más difícilmente puede formarse la estrella y no se produce tan limpia como en algunos metales impuros.

Escorias que se usan.—Son de tres tipos diferentes: escoria de Bórax, escoria cáustica y escoria cáustica de Sulfuro de Antimonio.

La que más comúnmente se usa es la de Bórax, por prepararse más fácilmente, ofrecer mayor seguridad de estrellar y limpiarse más fácilmente de la barra de metal.

Se prepara fundiendo Bórax en un baño de Antimonio, y cuando está bien fundido se agrega un poco de Nitrato de Sodio o de Antimoniato de Sodio y se mezcla perfectamente, junto con un poco de Sosa Cáustica.

Después que se ha usado esta escoria así preparada, se limpia de las barras de Antimonio ya estrellado y puede regenerarse, fundiéndola nuevamente con Bórax. En este caso y si se quiere obtener una escoria que dé buenos resultados, se tomará de 6 a 20 horas. Esta escoria debe permanecer siempre en el horno hasta que la espuma y el burbujeo cesa, mirándose la superficie lisa. En algunas ocasiones es necesario calentar por largo tiempo para obtener tal resultado, pero es indispensable por ser uno de los factores esenciales para producir una buena escoria de este tipo.

A consecuencia de no calentar o cocer bien la escoria, se forman huecos, tanto en el metal como en la misma escoria. A menudo y por la misma causa sucede que la escoria se pega a las barras del metal. Un buen indicio de que la escoria está

casi cocida o lista para ser usada como escoria estrellante, se tiene tomando una barra de muestra, la cual mostrará tendencia a formar estrella en los lados pero no en la superficie.

Escoria Cáustica.—Es la que se forma en la última etapa de refinación del metal. Algunas veces forma la estrella y otras no, pero en el primer caso es muy brillante y caso de no formarla, se limpia bien del metal. El inconveniente de esta escoria es que se solidifica antes que el metal. Sería probablemente la mejor si hubiera algo que bajara su punto de fusión y evitara la decoloración del metal. Para que la estrella se produzca es necesario que el metal se solidifique cuando la escoria está fundida o todavía suave.

Únicamente durante el proceso de refinación puede ser producida esta escoria, pues cualquier otro ensaye que hasta la fecha se ha hecho no ha tenido buen éxito. Un análisis aproximado de ella, es:

NaOH total	65%
NaOH libre	18%
Sb ₂ O ₅	25%

Escoria Cáustica de Sulfuro de Antimonio.—Igual que la anterior, se produce en el proceso de refinación. Esta escoria es la que forma mejores cristales que cualquiera otra. Pero tiene la desventaja de que no se limpia fácilmente de la barra y deja ésta negra. Cualquier metal en el que tal escoria se haya usado resulta alto en Azufre.

No presenta ninguna dificultad para hacerse, y esto se consigue mezclando Sulfuro de Antimonio con Sosa Cáustica sobre un baño de Antimonio y durante dos horas.

Esta escoria permanece líquida por mucho tiempo después que el metal se ha solidificado y casi siempre produce la estrella. Un análisis aproximado de ésta, es:

S	4%
Sb	15%
NaOH libre ..	8%
NaOH total	60%

Método para estrellar.—El metal que se va a estrellar se funde en un horno, cubriendo el metal con la escoria que se ha

preparado para estrellar. Se toma entonces una muestra de la escoria y el metal, poniéndola en un molde y virtiendo primero la escoria. Si la pequeña barra no se estrella, se continúa tratando el metal hasta que una muestra dé resultado positivo. Cuando esto se ha conseguido, se estrella el metal ya en grandes barras. Esta operación se hace "picando" el horno en moldes que tienen una capacidad de 45 libras. Antes de recibir el metal en los moldes, se pone en estos más o menos 1½" de escoria para estrellar, en el fondo; se llena con el metal hasta una ½" abajo del borde y se llena completamente con la escoria. Es necesario tener siempre suficiente escoria en el fondo del molde para tener la seguridad de que el metal está cubierto mientras se está llenando aquél. Una vez que el metal y la escoria han solidificado, se rompe la capa de ésta cuando aún está caliente la barra, pues en general todas las escorias se limpian más fácilmente en caliente. La capa delgada que queda adherida se limpia posteriormente. Cuando se está virtiendo el metal en los moldes, es necesario tener cuidado de que sea en el centro del molde, con el objeto de evitar que la escoria se vaya por los lados. La operación debe hacerse tan rápida como sea posible. Mientras más caliente está el metal, la estrella que se forma es mejor; tal vez se deba esto a la mayor formación de Oxido de Antimonio por la mayor vaporización, el cual sube a la superficie y se combina con la escoria que cubre el metal.

Cuando la cantidad de Hierro en el metal pasa de 0.5%, el estrellado se hace más difícil; en cambio, cuando hay Azufre presente, se facilita más.

Análisis de algunas escorias de Bórax.

	Sb	Fe	CaO	Al ₂ O ₃	SiO ₂
Buena	28.2	6.1	2.1	5.9	7.6
Mediana	18.4	8.3	4.5	18.6	10.0
Mala	7.3	11.0	9.6	22.6	13.4

Cuando se usa un exceso de aceite o combustible en el quemador mientras se está cociendo o en cualquier tiempo de

la operación del estrellado, se forma una película oscura sobre la barra de Antimonio, y ésta interfiere en algunas ocasiones la formación de la estrella.

El Fierro, Cal y Alúmina, son factores de importancia en la escoria para estrellar e interfieren todos el estrellado, haciendo espesa la escoria y que tome un color mate, rompiéndose y dejando la superficie de la barra opaca y sin estrellar, cuando pasan de los siguientes porcentos: Fe 16%, CaO 5%, Al_2O_3 20%.

El Fierro da a la escoria un color rojo oscuro, cerca de la barra, y la Cal y Alúmina generalmente dan un color mate claro.

Cuando hay un exceso de tales impurezas, la escoria en el horno aparecerá completamente flúida en la superficie, pero de un cuarto a media pulgada de profundidad y sobre el metal está espesa y gomosa, conteniendo también pedazos de metal. Esta clase de escoria se descarta y se usa únicamente para limpiar el metal antes de ponerlo en una buena escoria. Para hacer un nuevo batch de escoria de Bórax, se cargan en el horno alrededor de 400 libras de Bórax crudo sobre un baño de metal y se deja cocer hasta hacerlo completamente delgado. Si no forma una buena estrella se añade un poco de Nitrato de Sodio y Sosa Cáustica, 2 y 15 libras respectivamente, y se mezcla por unos 15 minutos, repitiendo la operación si es necesario.

EFICIENCIA DE LOS HORNOS.—La eficiencia térmica de los hornos de reverbero depende principalmente y permaneciendo los demás factores constantes, de la temperatura a la cual pasan al exterior, los productos de la combustión. Si éstos dejan inmediatamente el hogar del horno y no son aprovechados, la eficiencia varía entre 10 y 15 por ciento. En cambio, si el calor de tales productos es aprovechado, haciéndose pasar éstos a generadores o recuperadores, la eficiencia puede hacerse subir hasta 20 ó 30 por ciento.

En general, eficiencia es la relación que existe entre el trabajo utilizado y el trabajo o energía suministrado.

La eficiencia térmica en los hornos puede ser **absoluta** o **relativa**.

Eficiencia térmica absoluta es la relación entre el efecto neto térmico producido y la potencia calorífica del combustible o calor suministrado.

Eficiencia **relativa** es la relación entre el efecto neto producido y el número de calorías realmente utilizadas.

Esta última se determina generalmente por comparación de dos o más hornos y es de poco uso.

La que tiene general aplicación es la eficiencia absoluta, y para su determinación hay que tener en cuenta las reacciones exotérmicas y endotérmicas que se verifican. Es pues necesario hacer siempre un balance de calor.

Los principales factores que intervienen en tal balance, son:

a).—Factores que suministran calor.

b).—Factores que absorben calor.

En general, el balance deberá hacerse en la forma siguiente y teniendo en cuenta que cada factor puede ser la suma de varios otros, y también que para un caso determinado algunos de ellos quedarán suprimidos:

Factores que suministran calor por unidad de área.

- 1).—Calor generado por combustión del combustible.
- 2).—Calor sensible que entra al horno.
- 3).—Reacciones exotérmicas de la carga.

Factores que absorben calor por unidad de área.

- 1).—Calor que llevan los gases y humos.
- 2).—Calor que llevan los productos sólidos y líquidos.
- 3).—Reacciones endotérmicas de la carga.
- 4).—Pérdidas de calor por radiación y conducción.

En virtud de que el material de que trata este trabajo ha sido muy poco estudiado, la determinación de la eficiencia absoluta de los hornos en sus distintas operaciones daría margen a un trabajo especial tanto o mayor que el presente, y sobre todo requeriría un gran número de experiencias que tomarían mucho tiempo y serían a la vez costosas.

La vida de los hornos de reverbero, es decir, del revesti-

miento, es corta, y periódicamente hay necesidad de cambiarlo. Por esto y por tratarse de un detalle de construcción, solamente vamos a dejar establecida la ecuación que da la magnitud que debe tener el espesor del aislamiento para que el costo anual por pie cuadrado de superficie aislada sea mínimo.

El flujo de calor sin aislamiento está dado por la siguiente ecuación:

$$Q/H = A k (t_2 - t_1 / e) \dots\dots\dots (1)$$

y con aislamiento:

$$Q/H = \frac{A (t_2 - t_1)}{e/k + e'/k}, \dots\dots\dots (2)$$

cuando se trata de superficies planas.

En las que:

Q/H, flujo de calor en B.T.U. por hora.

A, área por la cual fluye el calor.

k y k', coeficientes de conductibilidad del calor de los materiales de la pared y aislante.

e y e', espesores de la pared y aislador.

t₀, t₂, t₁, temperaturas de los puntos, hacia el cual fluye el calor, del cual fluye, e intermedio entre la pared y el material aislante.

Los gastos anuales originados por el aislamiento son:

1).—Por el calor disipado:

$$g_1 = aQa \dots\dots\dots (3)$$

a, costo de la unidad de calor.

Qa, calor disipado por año.

2).—Amortización e interés del capital invertido en el aislamiento:

$$g_2 = Ci \dots\dots\dots (4)$$

i, interés.

C, costo del aislamiento por año.

El valor de C consta de dos partes:

a).—Costo del material aislante:

$$b = C_1/Ae'. \quad \text{De donde:} \quad C_1 = bAe'$$

b, costo de la unidad de material.

b).—Costo de instalación.

$$C_2 = b' A$$

b', costo de instalación por unidad.

Entonces tendremos:

$$\begin{aligned} C &= C_1 + C_2 \\ C &= A (b e' + b') \quad \text{Sustituyendo en (4)} \\ g_2 &= A (b e' + b') i \quad \text{.....(5)} \end{aligned}$$

El gasto total será:

$$\begin{aligned} G &= g_1 + g_2 \\ G &= a Qa + C i \quad \text{Sustituyendo valores:} \end{aligned}$$

$$G = a \frac{A (t_2 - t_0) H}{e/k + e'/k'} + A (b e' + b') i$$

El costo anual por pie cuadrado, será:

$$g = a \frac{(t_2 - t_0) H}{e/k + e'/k'} + (b e' + b') i$$

Para saber el valor de e' , que hace mínimo a g , hay que tomar la primera derivada e igualar a 0:

$$dg/de' = - \frac{a (t_2 - t_0) H}{k'} \times \frac{1}{(e/k + e'/k')^2} + b i = 0$$

Y de esta ecuación obtenemos el valor de e' :

$$e' = k' \left[\sqrt{\frac{a (t_2 - t_0) H}{k b i}} - e/k \right]$$

Bibliografía

Apuntes:

De la clase de Física Industrial, a cargo del Sr. Ingeniero Estanislao Ramírez, en los años de 1932 y 1933.

De la clase de Economía Industrial, a cargo del Sr. Ingeniero Estanislao Ramírez, en el año de 1933.

Libros:

“Determinación de las condiciones óptimas de trabajo de un equipo de Evaporación”.

Tesis del Ingeniero Químico Antonio Guerrero Torres, 1934.

“Principles of Chemical Engineering”.

W. H. Walker, W. K. Lewis and W. H. Mc Adams.

“Chemical Engineers' Handbook”.

John H. Perry.

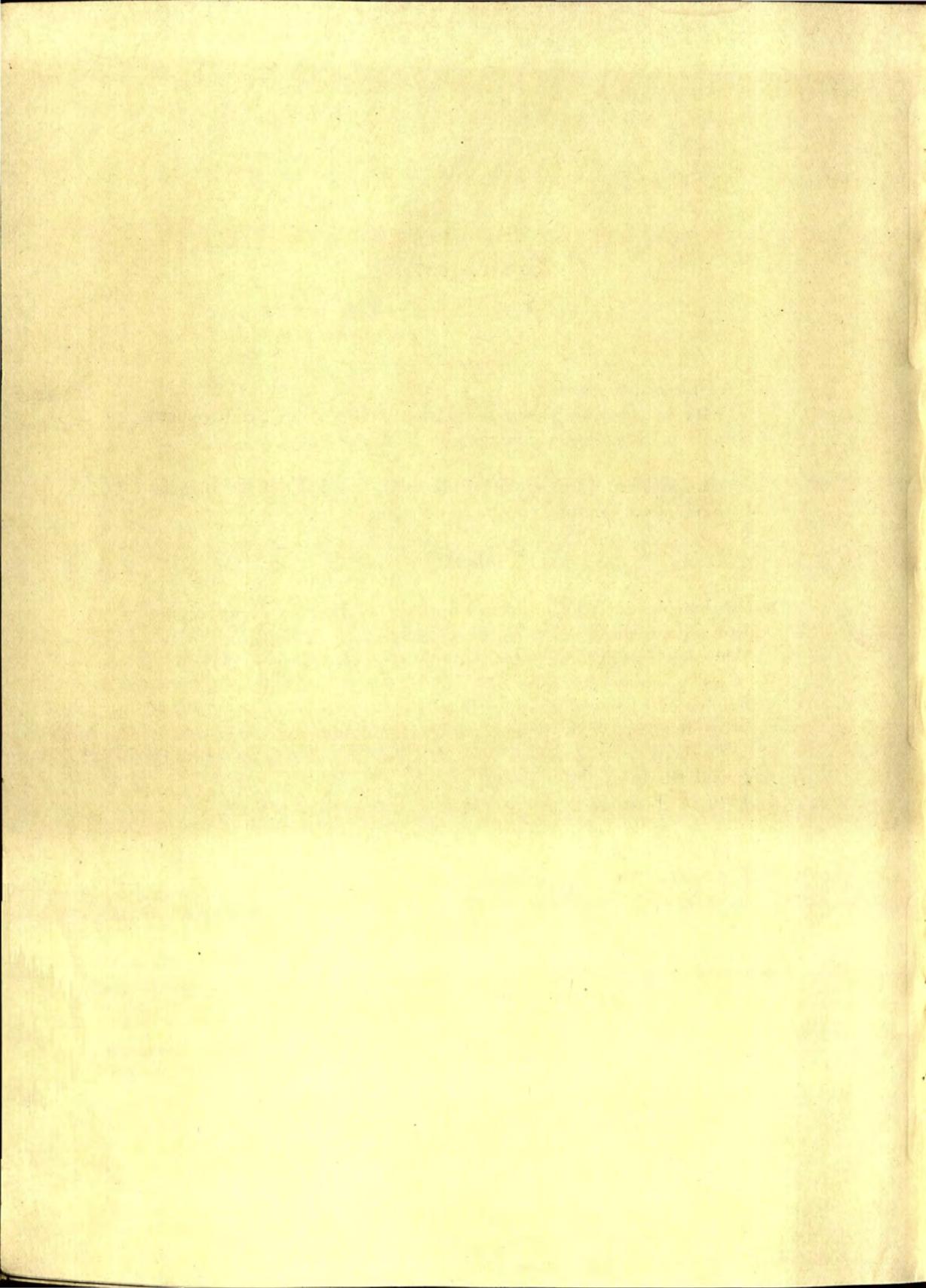
“General Metallurgy”.

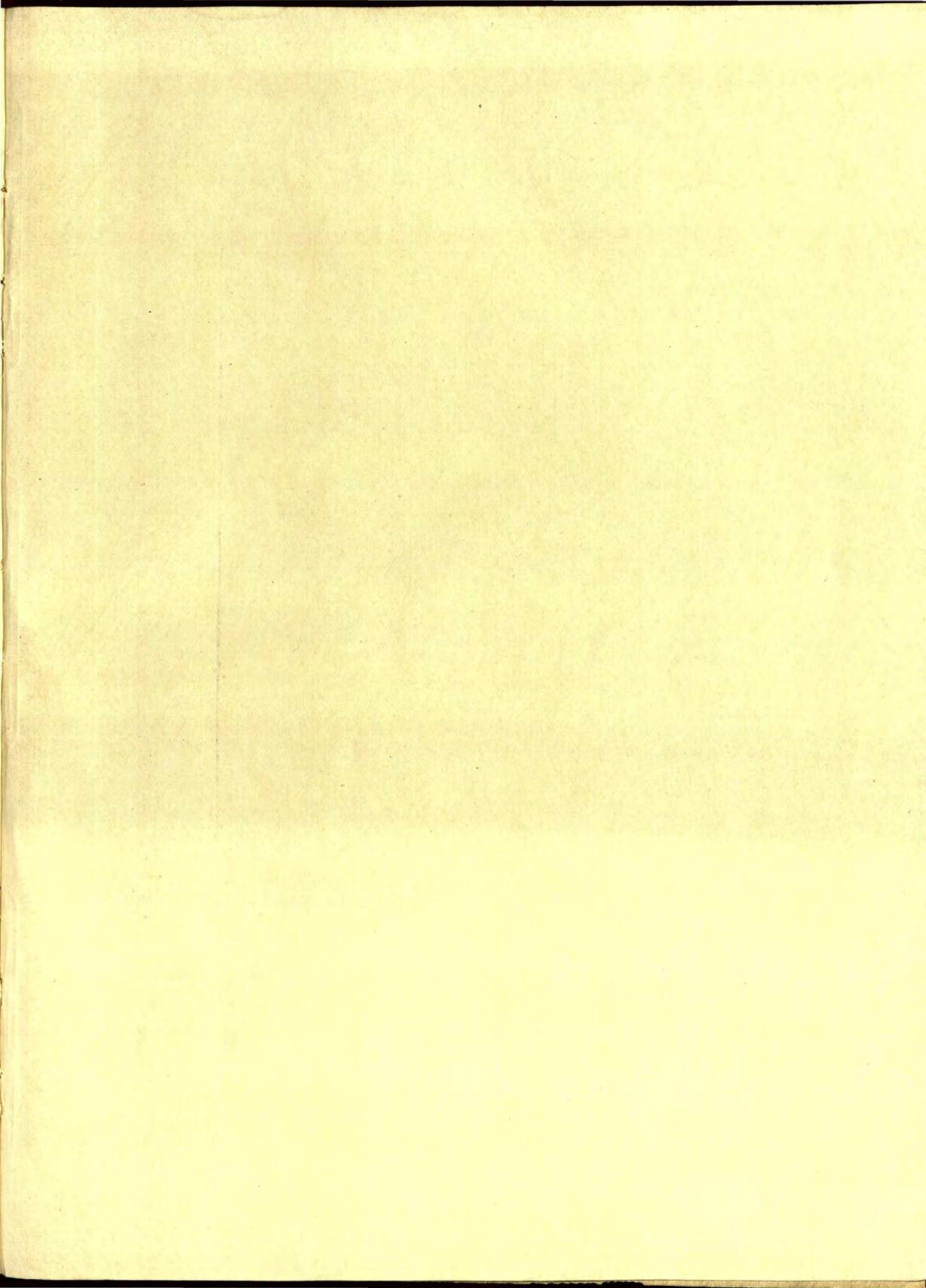
H. O. Hofman.

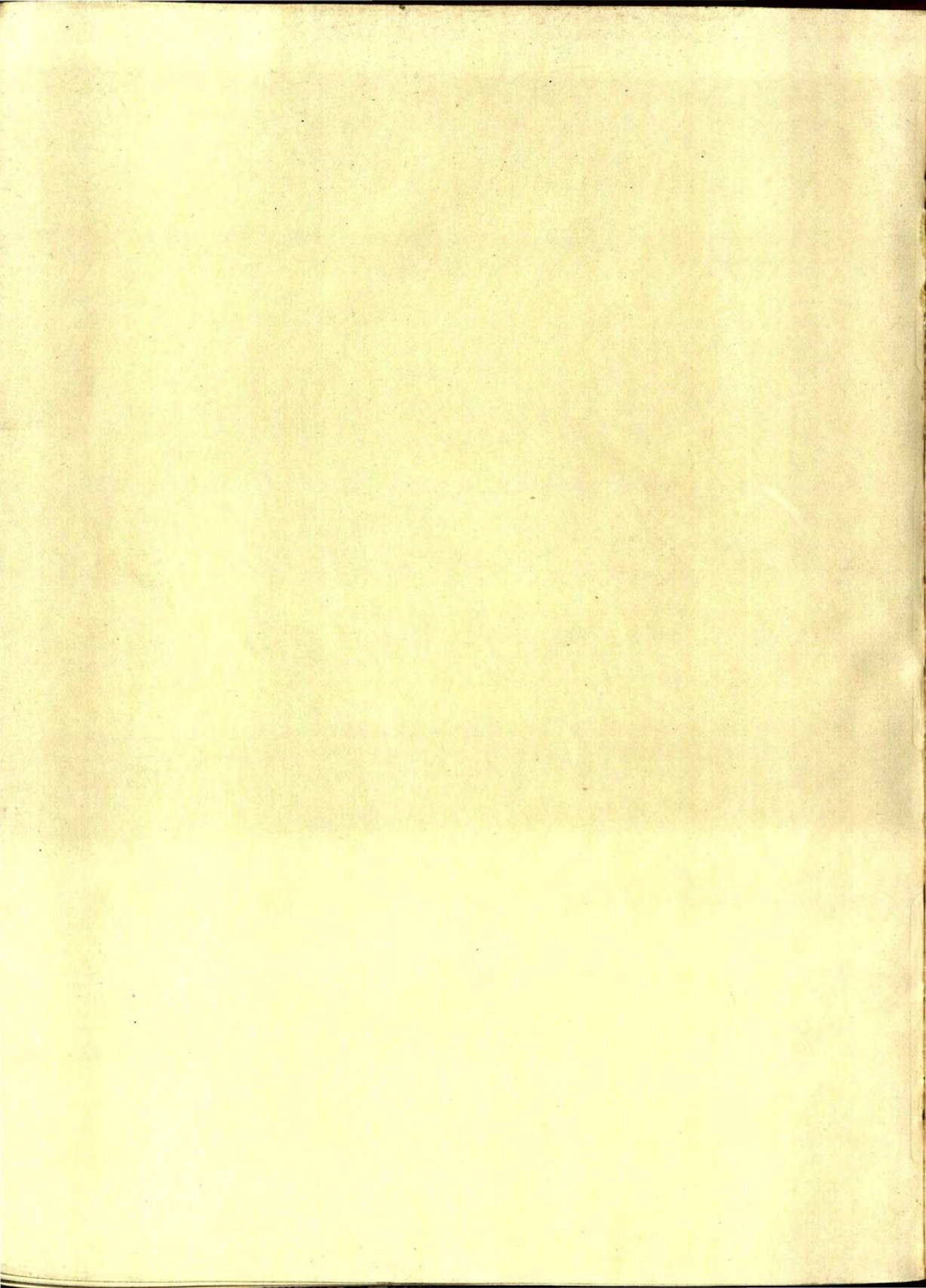
Revistas:

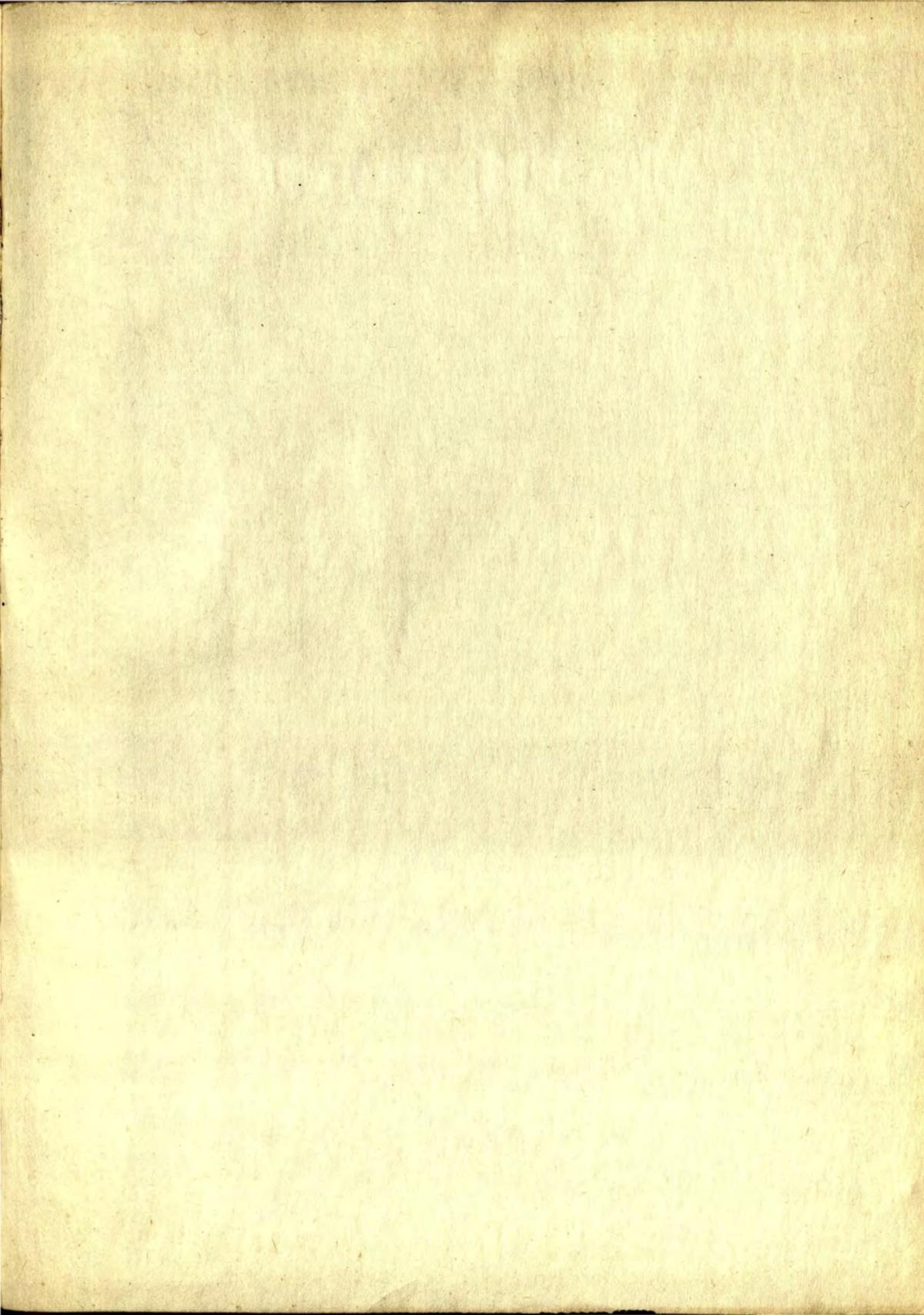
“Engineering and Mining Journal”.

Mes de mayo de 1928.









FECHA DE DEVOLUCION

El lector se obliga a devolver este libro antes del vencimiento de préstamo señalado por el último sello.



