
La conductividad como herramienta para evaluar el funcionamiento del proceso de lavado en cama móvil

Lizet Rodríguez Machín^{1*}, Bernhard Hoffner², Werner Stahl², Oscar Miguel Rivera Borroto³.

¹ Centro de Bioactivos Químicos, Universidad Central «Marta Abreu» de Las Villas, lizetr@uclv.edu.cu ² Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM), Universität Karlsruhe (TH), D-76128 Karlsruhe, Germany.

³ Bioinformatics Group, Center of Studies on Informatics (CEI), Faculty of Mathematics, Physics and Computer Science. Central University of Las Villas, Unit of Computer-Aided Molecular «Biosilico» Discovery and Bioinformatic Research (CAMD-BIR Unit), Faculty of Chemistry-Pharmacy and Department of Drug Design, Chemical Bioactive Center. Cuba.

The conductivity as a tool to evaluate the operation of the washing process in moving bed

La conductivitat com eina per avaluar el funcionament del procés de rentat en llit mòbil

Recibido: 21 de enero de 2008; revisado: 17 de junio de 2008; aceptado: 19 de junio de 2008

RESUMEN

En el presente trabajo se considera la conductividad eléctrica de disoluciones iónicas como una propiedad física adecuada para el monitoreo de impurezas de naturaleza iónica (disolución de NaCl), las cuales son eliminadas en el proceso de lavado en cama móvil de sólidos granulares (arena de cuarzo). Después de un estudio reológico se seleccionó el Polivinilpirrolidón (PVP) como el mejor candidato disponible para aumentar la viscosidad de las disoluciones y se demostró matemáticamente que esta tiene una ligera influencia sobre la magnitud de la conductividad eléctrica medida en el rango de concentración analizado ($0 \text{ g/L} < C_{\text{PVP}} < 35 \text{ g/L}$). También se determinó que las variaciones de temperatura no afectan de modo significativo esta magnitud eléctrica en el rango de temperaturas estudiado ($20^\circ\text{C} < T < 30^\circ\text{C}$). Con los valores experimentales de conductividad para las diferentes concentraciones de PVP, en el rango de temperatura señalado, se calcularon los coeficientes de temperatura y concentración de la conductividad que permitieron corregir la medición de dicha magnitud eléctrica. Finalmente se pudo determinar la concentración de impurezas (NaCl) para dos fracciones granulométricas de arena de cuarzo ($x_{50,3} = 160 \mu\text{m}$ (Geba) y $337 \mu\text{m}$ (Dorsilit 9H)) lavadas con agua desmineralizada. Se utilizaron, además, los datos de proceso tomados en el sedimentador y la ecuación de conductividad modificada teniendo en cuenta las desviaciones en la conductividad debido a las variaciones de temperatura y la adición de PVP.

Palabras clave: Cama móvil. Conductividad. Lavado. Viscosidad.

SUMMARY

In this work, the electric conductivity of ionic dissolutions is considered as an appropriated physical property for monitoring impurities of ionic nature (NaCl dissolution), which are removed in the moving bed washing process of granular solids (quartz sand). After a rheological study, Polyvinylpyrrolidone (PVP) was selected as the best available candidate to increase the dissolutions viscosity, which was mathematically demonstrated to have a slight influence on the electric conductivity magnitude measured in the concentration analyzed range ($0 \text{ g/L} < C_{\text{PVP}} < 35 \text{ g/L}$). It was also determined that temperature variations do not affect significantly this electric magnitude in the studied temperature range ($20^\circ\text{C} < T < 30^\circ\text{C}$). By means of the experimental values of conductivity for different PVP concentrations, in the given temperature range, it was calculated the conductivity temperature and concentration coefficients that allowed to correct the measured electric magnitude. Finally, the concentration of impurities (NaCl) was determined for two granulometric quartz sands fractions ($x_{50,3} = 160 \mu\text{m}$ (Geba) y $337 \mu\text{m}$ (Dorsilit 9H)) washed with demineralised water. The process data taken in the sedimentador and the modified conductivity equation were also used by taking into account conductivity deviations due to the temperature and the addition of PVP.

Key words: Moving bed, conductivity, washing, viscosity.

RESUM

En el present treball, es considera la conductivitat elèctrica de dissolucions iòniques com una propietat física adequada per a monitorar impureses de natura iònica (dissolució de NaCl), que són eliminades en el procés de rentat en llit mòbil de sòlids granulars (sorra de quars). Després d'un estudi reològic, se selecciona el polivinilpirrolidón (PVP) com el millor candidat disponible per augmentar la viscositat de les dissolucions i es demostra matemàticament que aquest producte té una lleugera influència sobre la magnitud de la conductivitat elèctrica mesurada en el marge de concentracions analitzades ($0 \text{ g/L} < C_{\text{PVP}} < 35 \text{ g/L}$). També es determina que les variacions de temperatura no afecten de manera significativa aquesta magnitud elèctrica en el marge de temperatures estudiat ($20 \text{ }^\circ\text{C} < T < 30 \text{ }^\circ\text{C}$). Amb els valors experimentals de conductivitat per a les diferents concentracions de PVP, en el marge de temperatures indicat, es calculen els coeficients de temperatura i concentració de la conductivitat que permeten corregir la mesura de l'esmentada magnitud elèctrica. Finalment, s'ha pogut determinar la concentració d'impureses (NaCl) per a dos fraccions granulomètriques de sorra de quars ($x_{50,3} = 160 \text{ } \mu\text{m}$ (Geba) i $337 \text{ } \mu\text{m}$ (Dorsilit 9H)) rentades amb aigua desmineralitzada. S'empren, a més, les dades de procés agafades en el sedimentador i l'equació de conductivitat modificada tenint en compte les desviacions en la conductivitat degudes a les variacions de temperatura i a l'addició de PVP.

Mots clau: Llit mòbil. Conductivitat. Rentat. Viscositat.

INTRODUCCIÓN

Las operaciones de lavado son de gran importancia en varios procesos de producción industrial y se caracterizan por el reemplazo de líquidos iniciales por otro líquido (el líquido de lavado). Ambos líquidos no tienen que ser necesariamente miscibles; los solutos presentes en el líquido inicial son productos o impurezas que pueden ser separados del sistema poroso.⁽¹⁾

El lavado tiene lugar en dos etapas: primero las aguas madres son desplazadas por el líquido de lavado de la torta filtrante durante el período de lavado por desplazamiento. En esta etapa el efluente consiste básicamente en el filtrado que queda sobre el filtro sin producirse dilución apreciable. De esta manera puede separarse hasta el 90 % del filtrado retenido. Durante la segunda etapa, denominada lavado por difusión, el disolvente llega a los orificios menos accesibles del filtro y la concentración de filtrado en el efluente es muy baja.⁽²⁾

El concepto para un nuevo proceso de lavado apunta hacia la combinación de las características ventajosas de estos procedimientos usando una cama móvil: desplazamiento del licor madre como el mecanismo de transporte dominante que evita las desventajas de una estructura de cama fija, por ejemplo: heterogeneidad de la torta, regiones impermeables, canalizaciones, contracción y la interacción con los límites como mala distribución de la alimentación del líquido de lavado, mala distribución del licor madre debido a que la tela filtrante se puede bloquear.^(3, 4)

La conductividad eléctrica se define como la capacidad que tienen las sales inorgánicas en disolución (electrolitos) para conducir la corriente eléctrica. Este método de prueba es aplicable a la detección de impurezas y en algunos casos a la medición cuantitativa de los constituyentes iónicos disueltos presentes en el agua.⁽⁵⁾

Este trabajo se limita solo a líquidos miscibles. Los objetivos planificados son: determinar si la medición de la conductividad puede emplearse para monitorear el proceso en el rango de temperatura de trabajo, seleccionar la sustancia elevadora de la viscosidad y su influencia sobre la medición de la conductividad, determinar la dependencia de la viscosidad respecto a la temperatura en el rango estudiado, proponer las modificaciones a la ecuación de conductividad para el cálculo de la conductividad real y determinar los niveles de eliminación de impurezas confeccionando las curvas de lavado para las dos fracciones de arena con la utilización del agua desmineralizada como líquido de lavado.

MATERIALES Y MÉTODOS

• Selección de la sustancia polimérica elevadora de la viscosidad

Se utilizaron los polímeros Polivinilpirrolidón (PVP) y Polietilenglicol (PEG) a concentraciones de 3, 13, 23 y 35 g/L respectivamente. La disolución de cloruro de sodio ($C_{\text{NaCl}} = 12 \text{ g/L}$) se preparó con agua desmineralizada con conductividad de $0,8 \text{ } \mu\text{S/cm}$ a $9 \text{ } \mu\text{S/cm}$ y cloruro de sodio puro. Como equipamiento para la medición de la viscosidad se empleó el viscosímetro de Höppler, que se basa en una modificación del viscosímetro de bola y cuyo objetivo es estimar experimentalmente la viscosidad (Ecuación 1) de un fluido dado y su variación con respecto a la temperatura.⁽⁶⁾ Las variaciones de temperatura en el viscosímetro se realizaron con un termostato de agua entre 20 y $30 \text{ }^\circ\text{C}$.

$$\mu = K (\rho_1 - \rho_2) T \quad (1)$$

K es la constante de la esfera a utilizar, ρ_1 es la densidad de la esfera [g/cm^3], ρ_2 es la densidad del fluido [g/cm^3], T es el tiempo de caída de la esfera y μ es la viscosidad absoluta.

• Efecto de la temperatura sobre la conductividad

Debido al envejecimiento, las propiedades de las células conductimétricas cambian ligeramente. En consecuencia el instrumento indica un valor erróneo, inexacto. Las características originales de la célula se pueden recuperar en la mayoría de los casos con una buena limpieza.

Por medio de la calibración se determinó el valor actual de la constante celular, que se registra y archiva en la memoria del instrumento. La constante celular se determinó con el estándar de control $0,01 \text{ mol/L}$ de KCl. La base para el cálculo de la compensación de temperatura es la temperatura de referencia (Tref) $25 \text{ }^\circ\text{C}$, asignada previamente. Se eligió el método de compensación Linear (Lin) de temperatura con coeficiente ajustable entre $0,001 \text{ } \%/K$ y $3,000 \text{ } \%/K$. Como equipamiento se empleó un termostato de agua y un conductímetro WTW Cond 340i.

En relación con la medición de la conductividad para los rangos de concentración y temperatura ($0 \text{ g/L} < C_{\text{PVP}} < 35 \text{ g/L}$; $20 \text{ }^\circ\text{C} < T < 30 \text{ }^\circ\text{C}$), se utilizó una dependencia lineal con la concentración de PVP, al igual que para la temperatura:

$$\kappa (T=25 \text{ }^\circ\text{C}, C_{\text{PVP}}=0) = \kappa_0 (1 + k_{\text{TL}}(T - T_0)) (1 + k_{\text{KL}} C_{\text{PVP}}) \quad (2)$$

k_{TL} es el coeficiente de temperatura, k_{KL} es el coeficiente de concentración, κ es la conductividad, κ_0 es el valor de la conductividad medido.

• Determinación de las curvas de lavado

Las curvas de lavado se realizaron para dos fracciones

de arena de cuarzo: la de 160 μm (Geba) y la de 337 μm (Dorsilit 9H); la densidad del sólido fue de $\rho_s = 2.650 \text{ kg/m}^3$ y se empleó agua desmineralizada como líquido de lavado. El licor madre se preparó a una concentración de aproximadamente 12 g/L de NaCl y se trabajó a la temperatura ambiente del laboratorio (entre 20 °C y 30 °C). Para los experimentos se utilizó el sedimentador de laboratorio, el cual tiene acoplado dos sondas conductimétricas, una a la salida de la cámara del sedimentador y otra a la salida del líquido de lavado; ambas conectadas on line a una computadora y empleándose el software Lab-View como soporte del programa de medición. Los datos medidos se presentan en el monitor y paralelamente se guardan.

• Descripción general del sedimentador

Los resultados experimentales del lavado se obtuvieron en un sedimentador plano a escala de laboratorio (Fig. 1 a y b). El aparato plano permite la observación directa del transporte de sólidos y líquidos contrario a un aparato concéntrico descrito por Hoffner, en el 2001. La Fig. 1 b) muestra la cámara de lavado, la cual consiste en un medio de filtración colocado a la entrada de esta, un tipo de persianas venecianas a la salida del efluente del lavado, una pared posterior y una placa delantera de cristal. Estos límites forman un canal rectangular para la cama móvil. Los sólidos y el licor madre entran por la parte superior, la cama móvil purificada sale a través del tornillo sin fin que transporta la cama móvil lavada al nivel de entrada del sedimentador. El contenido de sal residual se obtiene midiendo la conductividad en la sección de entrada del tornillo sin fin, cuando se encuentra en estado constante. Este acercamiento experimental asegura la determinación directa y exacta del contenido de impurezas restante incluso a bajas concentraciones residuales de sal.⁽⁷⁾

Para la evaluación del proceso de lavado se utilizan los parámetros siguientes:

– Relación de lavado (W), es el cociente del volumen del líquido de lavado y el volumen de los poros; representa

una medida adimensional para el consumo del líquido de lavado.

$$W = \frac{\dot{V}_w}{\dot{V}_l} = \frac{1 - \varepsilon}{\varepsilon} \frac{\dot{V}_w}{m_s/\rho_s}; W \geq 0 \quad (3)$$

\dot{V}_w es el flujo volumétrico del líquido de lavado [m^3s^{-1}], \dot{V}_l el flujo volumétrico del fluido [m^3s^{-1}], ε es la porosidad.

$$\varepsilon = \frac{V_l}{V_{\text{tot}}} = 1 - \frac{V_s}{V_{\text{tot}}} = 1 - \frac{m_s/\rho_s}{m_l/\rho_l + m_s/\rho_s} \quad (4)$$

V_l es el volumen del fluido [m^3], V_{tot} es el volumen total [m^3], V_s es el volumen del sólido [m^3], m_s es la masa del sólido [kg], ρ_s es la densidad del sólido [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$], m_l es la masa del fluido [kg], ρ_l es la densidad del fluido [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$].

– Relación de eliminación de impurezas modificada (X^*_{mod}): constituye un ajuste más específico del líquido de lavado con respecto a la relación de eliminación de impurezas X^*

$$X^*_{\text{mod}} = \frac{c_1 - c_w}{c_0 - c_w} \text{ para } \varepsilon = \text{const}; 1 \geq X^*_{\text{mod}} \geq 0 \quad (5)$$

c_0 es la concentración de sal en la cama móvil entrante [mol/L], c_1 es la concentración de NaCl en la cama móvil saliente [mol/L], c_w es la concentración de NaCl del líquido de lavado [mol/L].

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

• Selección de la sustancia elevadora de la viscosidad

La viscosidad medida para las disoluciones de NaCl (12 g/L)-PVP es mayor que para las disoluciones de NaCl (12 g/L)-PEG a la misma temperatura y concentración, por lo cual se seleccionó el PVP como sustancia ele-

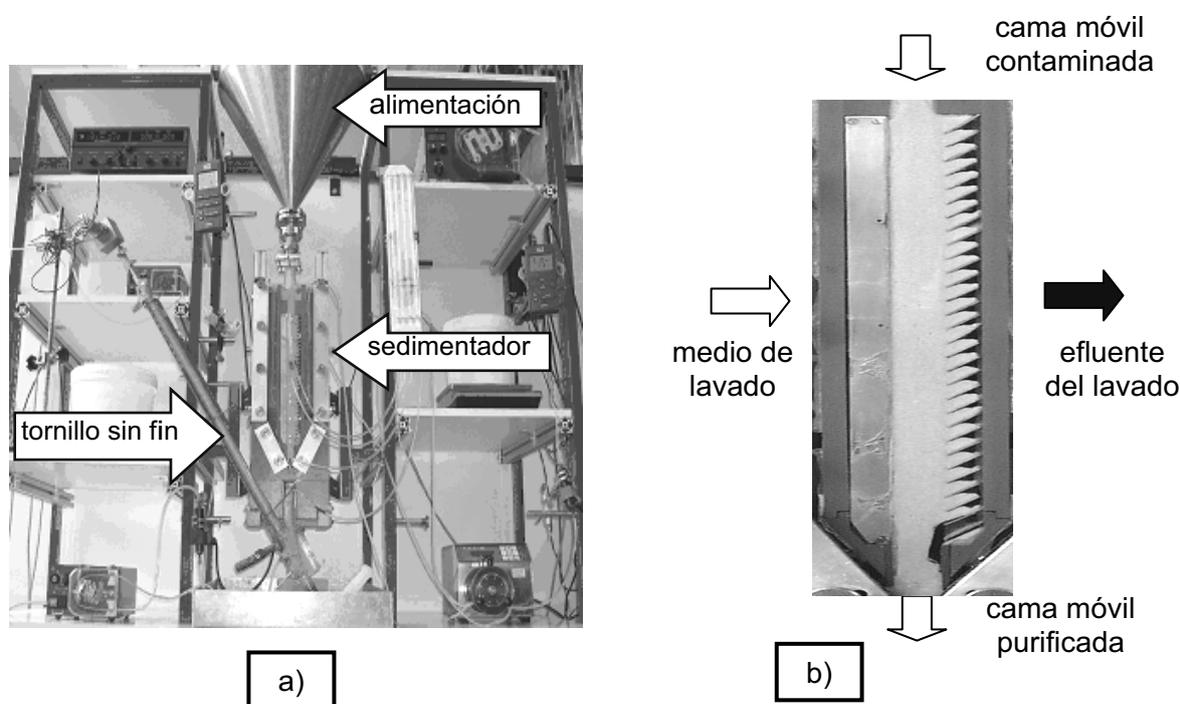


Figura 1. a) Sedimentador a escala de laboratorio con una cámara de lavado, tornillo sin fin y medición de la conductividad. b) Cámara de lavado con persianas venecianas a la derecha y medio filtrante a la izquierda.

TABLA I

Valores de viscosidad medidos con el viscosímetro de Höppler para las disoluciones de NaCl (12 g/L)-PVP y NaCl (12 g/L)-PEG a diferentes temperaturas y concentraciones de PVP y PEG.

C[g/L]	Viscosidad [mPa.s]									
	20°C		23°C		25°C		28°C		30°C	
	PVP	PEG	PVP	PEG	PVP	PEG	PVP	PEG	PVP	PEG
0	0,924	0,924	0,859	0,859	0,82	0,82	0,76	0,76	0,737	0,737
3	1,359	1,033	1,266	0,968	1,205	0,926	1,124	0,865	1,073	0,825
13	3,978	1,484	3,652	1,359	3,432	1,295	3,236	1,199	3,075	1,146
23	8,731	2,184	7,949	1,855	7,436	1,752	6,768	1,619	6,382	1,539
35	15,093	2,986	13,672	2,749	12,813	2,544	11,726	2,392	11,031	2,282

vadora de la viscosidad (Fig. 2). El PVP es un polímero no contaminante, soluble en agua, con una masa molecular media de 1 200-2 000 kDalton (según declaración del fabricante, compañía BASF) esto implica que con pequeñas porciones de sustancia aumenta la viscosidad significativamente. Este comportamiento es semejante para los rangos de temperatura y concentración estudiados.

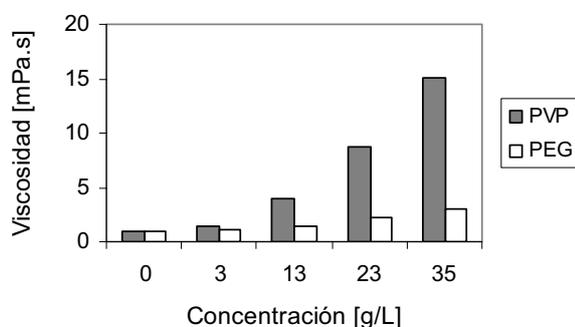


Figura 2. Valores de viscosidad medidos a las disoluciones de NaCl (12 g/L)-PEG y NaCl (12 g/L)-PVP a 20 °C y concentraciones de 0 a 35 g/L de PVP y PEG.

Influencia del PVP en la conductividad de la disolución de NaCl - PVP

La conductividad tiene una ligera variación con la temperatura (Fig. 3) y la concentración de PVP en los rangos estudiados.

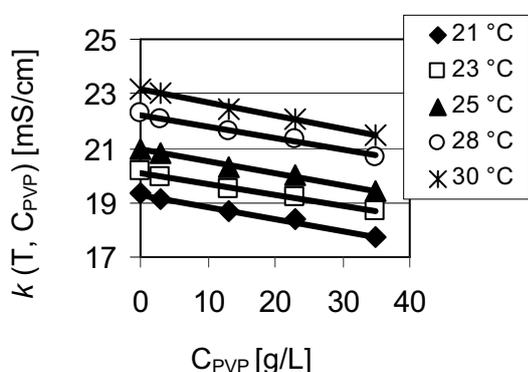


Figura 3. Conductividad de la disolución de NaCl (12 g/L)-PVP a diferentes temperaturas.

El conductímetro tiene un coeficiente de temperatura de 2 %/K para la disolución de NaCl a la temperatura de referencia. El coeficiente de temperatura de 2 %/K es correcto para la disolución pura de NaCl. Queda por comprobar cómo cambia la conductividad de la disolución de NaCl - PVP con la temperatura y si 2 %/K es válido para las disoluciones de NaCl - PVP, especialmente para altas concentraciones de PVP. Por tanto, se calculan los coeficientes de temperatura de la conductividad de las disoluciones de PVP para diferentes concentraciones (0 a 35 g/L).

Las disoluciones de PVP con una concentración constante de NaCl de 12 g/L, tienen un coeficiente de temperatura de la conductividad casi constante; varía entre 2,04 y 2,15 %/K (valor promedio 2,07 %/K) para un rango de concentración de PVP entre 0 y 35 g/L. Solo presentan una pequeña desviación del coeficiente de temperatura de la disolución pura de NaCl (2 %/K).

El cambio de la concentración de PVP tiene así una pequeña influencia sobre el coeficiente de temperatura de la conductividad. El coeficiente k_{KL} se obtiene del valor promedio ($k_{KL, PVP} = - 0,22 \text{ %/g/L}$) de los gradientes ascendentes de la temperatura de 20 a 30 °C. En la figura 4 a) los valores de conductividad se ajustan con el coeficiente de temperatura. Las líneas horizontales son paralelas; su ubicación depende de la concentración de PVP. En la segunda figura (Fig. 4 b) los valores de conductividad se ajustan con los coeficientes de temperatura y concentración.

Dependencia de la viscosidad con la temperatura para las disoluciones de NaCl-PVP

La relación de viscosidad del licor madre y el líquido de lavado (η^*) en el rango de temperatura de trabajo resultó ser casi constante. Esta relación se aproximó a través de una línea recta, con los valores medidos se calcularon los coeficientes de temperatura de la viscosidad para diferentes concentraciones de PVP (Ecuación 6).

$$K_{TV} = \frac{\Delta\eta/\Delta T|_{T_m}}{\eta(25^\circ\text{C})} \quad (6)$$

La viscosidad mostró una débil dependencia de la temperatura para cada concentración de PVP (Fig. 5 a).

Donde: K_{TV} es el coeficiente de temperatura de la viscosidad [%/K].

Los coeficientes de temperatura para diferentes concentraciones de PVP permanecieron igual que para el agua

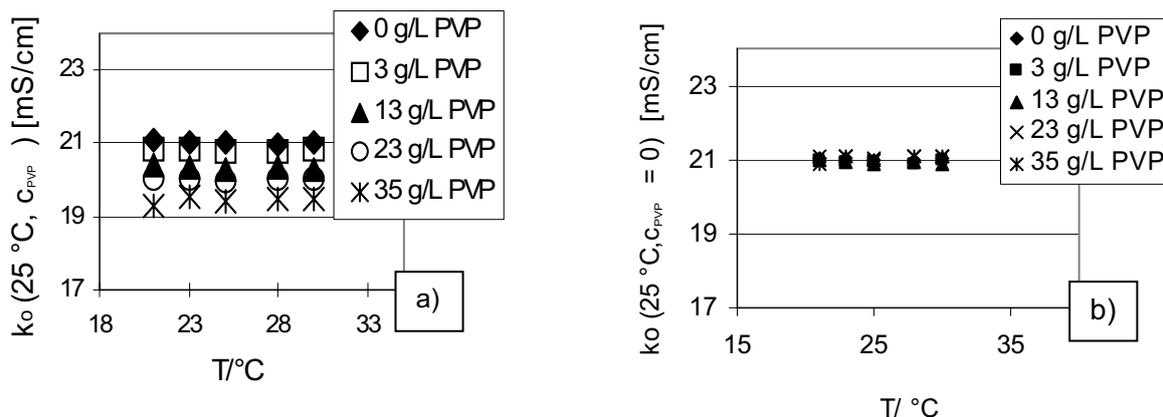


Figura 4. a) Conductividad de la solución de NaCl (12 g/L)-PVP corregida con el coeficiente de temperatura (k_T), b) Conductividad de la solución de NaCl (12 g/L)-PVP corregida con los coeficientes de concentración (k_C) y temperatura (k_T).

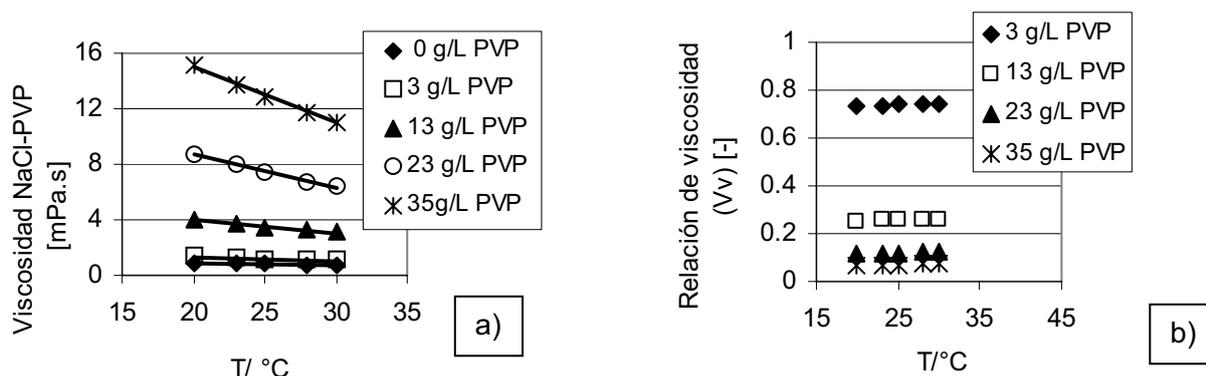


Figura 5. a) Viscosidad de las disoluciones de NaCl-PVP a diferentes temperaturas, b) Relación de viscosidad (V_v) entre las disoluciones de NaCl-PVP y agua como función de la temperatura.

entre -2 y -3 %/K. La viscosidad del agua se calculó con la ecuación siguiente:

$$\log\left(\frac{\eta_{20}}{\eta}\right) = \frac{A}{B} \quad (7)$$

η_{20} es la viscosidad del agua a 20 °C, η es la viscosidad del agua a la temperatura T en °C. La relación de viscosidad es constante en el rango de temperatura de 20 °C a 30 °C (Fig. 5 b). La influencia en la medición de la conductividad por la presencia del PVP pudiera desecharse con respecto a la gran influencia que ejerce el NaCl.

Curvas de lavado para los dos tipos de arena

El objetivo de estas curvas es determinar la concentración de NaCl durante el proceso de lavado con el fin de evaluar la efectividad de la operación de separación. La medición de la conductividad exhibió una ligera dependencia de la temperatura y de la concentración de PVP. Con la ecuación siguiente y los resultados de las determinaciones preliminares se determinó la conductividad bajo los efectos de la temperatura y la concentración de PVP.

$$\kappa(T, C_{PVP}) = \kappa_0 (1 + 2,07 (T - T_0)) (1 - 0,22 C_{PVP}) \quad (8)$$

Con el empleo de un espectrofotómetro y un cromatógrafo, se demostró que el PVP y el NaCl no son lavados en la

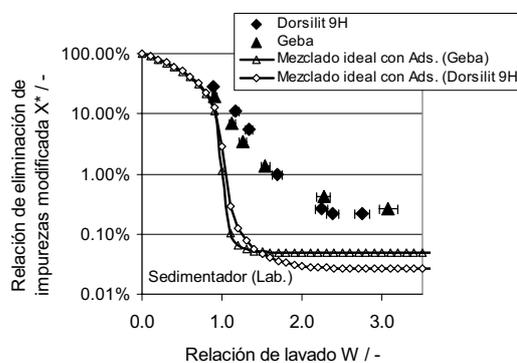


Figura 6. Curvas de lavado para los dos tipos de arena; $\eta^* = 1$.

misma proporción. La sal se retarda con respecto al PVP, lo cual es un indicio de una interacción más marcada con la superficie de las partículas. La máxima diferencia en las concentraciones medidas más pequeñas se eleva aproximadamente hasta un 50 %. La concentración C_{PVP} se conoce y la fracción de eliminación de impurezas se calculará por iteraciones. En comparación con los resultados de otros autores los resultados del lavado con $\eta^* = 1$ son cualitativamente idénticos en el rango de exactitud del método (Fig. 6).

CONCLUSIONES

Es factible el uso del PVP como sustancia seleccionada para el incremento de la viscosidad de la disolución de NaCl. La conductividad medida exhibió, en los rangos empleados, una ligera dependencia de la temperatura y la concentración de PVP expresada en los coeficientes que integran la ecuación 2. Para calcular la concentración de NaCl se utilizaron, además, los datos tomados del proceso de lavado.

Se determinaron los niveles de eliminación de impurezas para las dos fracciones de arena utilizadas. En comparación con los resultados de otros autores los obtenidos en el lavado son cualitativamente idénticos en el rango de exactitud del método, lo cual demuestra que la medición de la conductividad puede emplearse para monitorear el proceso en el rango de temperatura estudiado. En trabajos posteriores se realizarán estudios de lavado para relaciones de viscosidad $\eta^* < 1$ y $\eta^* > 1$.

AGRADECIMIENTOS

Los resultados obtenidos en esta investigación fueron desarrollados en el contexto de la cooperación con el Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Universität Karlsruhe, Alemania. Agradecemos, además, el apoyo financiero del DAAD, Alemania.

BIBLIOGRAFÍA

- ⁽¹⁾. Heuser, J.: Filterkuchenwaschprozesse unter besonderer Berücksichtigung physikalisch-chemischer Einflüsse. Tesis en opción del título de Doctor en Ciencias Químicas, Universität Karlsruhe (TH), 2003.
- ⁽²⁾. Landefeld, D.: Methoden zur Verbesserung der Auswaschung gelöster Verunreinigungen aus Filterkuchen in Verdrängungs- und Übergangsbereich, Tesis en opción del título de Doctor en Ciencias Químicas, Universität Karlsruhe, 1999.
- ⁽³⁾. Rahier, G.; J. Hermia: Influence of Chamber Design and Operating Conditions on the Washing Efficiency of a Filter Press. *Filtration & Separation*, Sept/Oct 1988.
- ⁽⁴⁾. Heuser, J.; W. Stahl: The Influence of Non-Ideal Effects on Cake Washing, *Advances in Filtration and Separation Technology* (12): 555, 1998.
- ⁽⁵⁾. Instrucciones de Operación. Instrumento portátil Cond 330i/340i. http://www.wtw.com/downloads/manuals/ba52302s03_Cond_330i-340i.pdf. Consultado: 15 de enero de 2006.
- ⁽⁶⁾. Viscosímetro Höppler. <http://jforero.docentes.upbbga.edu.co/practica%202/pr%E1ctica%202.html>. Consultado: 3 de febrero de 2006.
- ⁽⁷⁾. Hoffner B.; W. Stahl: The effect of a relative particle motion during the washing process of granular materials, *Transactions of the Filtration Society* (3): 156-161, July 2003.