
Evaluación, modelización y optimización de una columna de intercambio iónico empleada en el tratamiento de aguas de procesos

A. Sánchez Rodríguez^a, Y. Oliver López^b, I. L. Rodríguez Rico^{a*},
R. J. Cabrera Carrazana^a y B. Guerra Valdés^a

^aDepartamento de Ingeniería Química, Universidad Central "Marta Abreu" de Las Villas, Carretera a Camajuaní Km 5'1/2, Santa Clara, Villa Clara, Cuba. ^bDestilería Ronera Central, G. Washington, Santo Domingo, Villa Clara, Cuba.

Evaluation, modeling and optimization of an ion exchange column used in water treatment processes

Avaluació, modelatge i optimització d'una columna d'intercanvi iònic emprada en el tractament d'aigües de processos

Recibido: 6 d'octubre de 2015; revisado: 14 de diciembre de 2015; aceptado: 6 de enero de 2016

RESUMEN

En la presente investigación se evaluó la eficiencia de una columna industrial de intercambio iónico con resina fuertemente ácida de ciclo sódico. Se optimizó la fase de regeneración siguiendo como variable de control la concentración del regenerante en el efluente, expresada en conductividad eléctrica. Se observó que la columna presenta elevados consumos de agua en la fase de regeneración de la resina y bajos rendimientos en la fase de agotamiento o servicio, dado esto por el ineficiente proceso de regeneración, el cual solo cubre el 54% de la resina. Se usó como método de control de la fase de regeneración las mediciones de la conductividad eléctrica del efluente y de la solución regenerante. Se corroboró la importancia del seguimiento a la fase de regeneración de la resina de intercambio iónico de ciclo sódico, avalada por el ahorro considerable de agua el cual asciende a 1 121400 L/año, 1536 kW/año de energía eléctrica, 720 kg/año de cloruro de sodio (NaCl) y 214 h/año de tiempo ahorrado en la regeneración. La modelación del proceso de regeneración de la columna rellena con resina Purolite C100-E de ciclo sódico, se ajustó a un modelo de Factor Multiplicativo Múltiple (MMF) y las Curvas de ruptura fueron ajustadas al modelo de Thomas.

Palabras clave: Modelización; aguas; columna de intercambio iónico.

SUMMARY

In this research the efficiency of an industrial column of strongly acidic ion exchange resin, sodium cycle is evaluated. Following the regeneration phase as a control variable concentration of the regenerant into the effluent, expressed in electrical conductivity, was optimized. It was observed that the column has high water consumption in the regeneration phase of the resin and low yields in the phase of depletion or service, since this inefficient re-

generation process, which only covers 54% of the resin. It was used as a control method of the regeneration phase measurements of the electrical conductivity of the effluent and the regeneration solution. The importance of monitoring the phase of regeneration of ion exchange resin sodium cycle, supported by the considerable saving of water which amounts to 1 121400 L / year, 1536 kW / year of electricity, 720 kg / year confirmed sodium chloride (NaCl) and 214 h / year of time saved in regeneration. The modeling of the regeneration process of the resin column packed with Purolite C100-E sodium cycle, a multiplicative model Multiple Factor (MMF) and breakthrough curves, were adjusted following the model of Thomas.

Keywords: Modeling; water; ion exchange column.

RESUM

En la present investigació es va avaluar l'eficiència d'una columna industrial d'intercanvi iònic amb resina fortament àcida de cicle sòdic. Es va optimitzar la fase de regeneració seguint com a variable de control la concentració del regenerant en l'efluent, expressada en conductivitat elèctrica. Es va observar que la columna presenta elevats consums d'aigua a la fase de regeneració de la resina i baixos rendiments en la fase d'esgotament o servei, donat això pel ineficient procés de regeneració, el qual només cobreix el 54% de la resina. Com a mètode de control de la fase de regeneració es van utilitzar els mesuraments de la conductivitat elèctrica de l'efluent i de la solució regenerant. Es va corroborar la importància del seguiment de la fase de regeneració de la resina d'intercanvi iònic de cicle sòdic, avalada per l'estalvi considerable d'aigua el qual ascendeix a 1 121400 L/any, 1536 kW/any d'energia elèctrica, 720 kg/any de clorur de sodi (NaCl) i 214 h/any de temps estalviat en la regeneració. El modelatge del procés

*Autor para la correspondencia: ivanl@uclv.edu.cu

de regeneració de la columna farcida amb resina Purolite C100-I de cicle sòdic, es va ajustar a un model de Factor multiplicador Múltiple (MMF) i les corbes de ruptura van ser ajustades al model de Thomas.

Paraules clau: Modelatge; aigües; columna d'intercanvi iònic.

INTRODUCCIÓN

Se ha generalizado el interés de ingenieros y especialistas, vinculados a plantas químicas, en el tratamiento de las aguas naturales y residuales, producto del aumento de la demanda de este recurso y a su decreciente disponibilidad, debido a la contaminación a la que están expuestas las aguas superficiales y subterráneas, principales fuentes de abasto industrial. Las fuentes, fundamentalmente pozos, ríos y embalses, disuelven fácilmente sales minerales presentes en el subsuelo las cuales son responsables de incrustaciones en diferentes equipos tecnológicos.

Por lo general, las sales más indeseables en las aguas utilizadas en las industrias son las sales de calcio y de magnesio, las mismas son transparentes y no contienen cantidades considerables de sólidos en suspensión, sin embargo, tienen un elevado contenido de sustancias inorgánicas incorporadas como resultado del arrastre de estas aguas por las diferentes estructuras geológicas del suelo.

La presencia en mayor o menor escala de estas sales define el uso que se le puede dar al agua en la industria (dígase la producción de energía eléctrica y las calderas generadoras de vapor), requiriéndose generalmente de un tratamiento para remover completamente, o disminuir a valores tolerables, el contenido de sales en solución.

El proceso de remoción de las sales de calcio y magnesio se lleva a cabo fundamentalmente por intercambio iónico, proceso conocido desde hace más de un siglo, pero usado industrialmente solo hace unos 70 años.

Los tipos de intercambiadores más común ente usados son: ^{[16] [18]}

Tipos de Intercambiadores	Grupos Activos
Fuertemente Ácido	R-SO ₃ H (grupo sulfónico)
Débilmente Ácido	R-COOH (grupo carboxilo)
Fuertemente Básico Tipo I	R-N(CH ₃) ₃ OH
Fuertemente Básico Tipo II	R-N(CH ₃) ₂ C ₂ H ₄ OH]OH
Débilmente Básico	R-NH ₂ , -NHR ₁ , -NR ₂

Tabla 1: Tipos de Intercambiadores iónicos industriales con los grupos activos utilizados por las resinas.

Planta de suavizamiento de agua

La presente investigación se realizó en una planta de suavizamiento de agua que alimenta a una caldera de generación de vapor saturado y a varios intercambiadores de calor que forman parte del proceso productivo de una destilería de etanol, los cuales poseen una demanda de agua "blanda" de 1 900 800 litros en 4 horas/día /30 días de trabajo continuo.

La mencionada planta consta de dos columnas de intercambio iónico de igual capacidad las cuales operan con un empaque de 1,13 m³ de resina catiónica de ácido fuerte de ciclo sódico, Purolite C100-E, regeneradas con una solución de cloruro de sodio, utilizando para ello los procedimientos establecidos por el catálogo del fabricante de estas resinas. ^{[10] [11]}

Etapas de trabajo en los procesos que utilizan resinas de intercambio iónico. ^{[4] [6] [7] [10] [17]}

1. Agotamiento o servicio: En esta etapa se produce el intercambio de los iones que posee la resina con los que se encuentran en el agua. El final de esta etapa está fijado a partir de la concentración máxima permisible de iones calcio y magnesio en el agua tratada.
2. Contralavado: Después del agotamiento de la resina, ésta es contralavada con agua, a una velocidad tal que pueda descompactar el lecho de resina que está dentro de la columna de intercambio iónico y eliminar las impurezas sólidas que se acumulan en la superficie del mismo. Esta etapa es importante ya que con ella se garantizan las condiciones óptimas para una regeneración efectiva.
3. Regeneración: Etapa en la cual se pone en contacto el regenerante con la resina agotada para restablecer su capacidad de intercambio. El tiempo de regeneración se establece buscando el equilibrio entre flujo y tiempo de contacto necesario de la solución regenerante con la resina.
4. Enjuague o lavado: Esta etapa se realiza para eliminar el exceso de regenerante que queda en la resina la cual se realiza en dos pasos, un lavado lento a la misma velocidad de regeneración y un lavado rápido a la velocidad de trabajo de las columnas.

Análisis del funcionamiento de las columnas.

Después de realizadas las cargas iniciales de la resina estas se encuentran listas para ser usadas en el suavizamiento de agua. Como control de calidad y seguimiento al proceso, se realizan análisis de laboratorio para determinar la dureza del agua tratada y conocer si el proceso de intercambio está siendo efectivo, expresando la dureza en partes por millón (ppm) de carbonato de calcio (CaCO₃), estableciéndose un máximo permisible de 50 ppm. ^{[1] [2] [3] [5]}

Este seguimiento garantiza la calidad del agua tratada, sin embargo pierde de vista la eficiencia de la planta luego de varias etapas de regeneración de la resina, si se tiene en cuenta el volumen de agua a tratar según los datos de diseño de las columnas de intercambio, ya que dirige el enfoque fundamentalmente a la calidad del efluente. ^{[7] [8]}

Regularmente la eficiencia del proceso se ve afectada por una deficiente regeneración de la resina, esta trae consigo un gasto excesivo de agua y de regenerante con la consiguiente contaminación del medio ambiente, además de las pérdidas de tiempo y energía que esto conlleva.

A través de la conductividad eléctrica se puede determinar la concentración de cloruro de sodio presente en el efluente de la solución regenerante, que debe llegar al mismo valor de la solución de entrada ^{[19] [6] [7] [10]}. Lo anterior permite evaluar la regeneración de columnas industriales de intercambio iónico empacadas con resinas fuertemente ácidas de ciclo sódico, que se emplean para la remoción del calcio y el magnesio presentes en el agua.

Las variables fundamentales que influyen en el proceso de regeneración son: ^{[9] [10]}

- Concentración del regenerante, medida a través de la conductividad eléctrica.
- Volumen de la solución del regenerante.
- Flujo volumétrico de inyección de la solución regenerante.

Estas variables son las responsables de la efectividad de la etapa de regeneración y de la eficiencia de la etapa de servicio. También son las que deciden la factibilidad eco-

nómica del proceso de suavizamiento de agua por ser la etapa donde se consumen la mayor parte de los recursos. *Modelación de columnas de lecho fijo.*

Para el diseño y optimización de las columnas de lecho fijo es importante conocer la relación entre el equilibrio y la transferencia de masa en el adsorbente, además de las propiedades del flujo de fluido en la columna. Los modelos matemáticos basados en balances de masas son fundamentales para el escalado y contribuyen no sólo a analizar e interpretar los datos experimentales, sino también a predecir la respuesta del sistema con cambios en las condiciones de operación [13]. El modelo de Thomas [14] es uno de los modelos más generales que se utiliza para describir el comportamiento de la adsorción en columnas de lecho fijo [15]. Este modelo se basa en una cinética de segundo orden y considera que la transferencia de masa en la interfase controla el proceso de adsorción.

$$\frac{C}{C_0} = \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{k_{Th}}{F}(q_0 m - C_0 V_{ef})\right)} \quad (1)$$

Donde: k_{Th} es la constante de velocidad de Thomas (mL / min • mg); q_0 es la concentración máxima de soluto en la fase sólida (mg/g); m es la masa de sorbente (g).

Linealizando el modelo de Thomas, como se observa en la ecuación 2 y graficando $\ln(C_0 / C - 1)$ con respecto al volumen de efluente (V_{ef}) o al tiempo de operación (t), a un caudal dado, se obtienen k_{Th} y q_0 a partir de la pendiente y la intersección respectivamente.

$$\ln\left(\frac{C_0}{C} - 1\right) = \frac{k_{Th} q_0 m}{F} - \frac{k_{Th} C_0}{F} V_{ef} \quad (2)$$

MATERIALES Y MÉTODOS.

Metodología experimental.

En la investigación se realizó el seguimiento a la fase de regeneración de la resina Purolite C100-E mediante los valores de conductividad eléctrica del efluente de una columna, empleada en el suavizamiento de aguas industriales para la generación de vapor de una destilería de etanol, relacionándolos con el valor de entrada de la solución regenerante (NaCl). [11]

Para ello se utiliza un conductímetro marca HANNA HI 2315 previamente calibrado e instalado en la línea de salida del efluente, como se muestra en la figura 1. Además, la inyección de la solución de NaCl se realiza mediante una bomba centrífuga de 6,4 kW/h de consumo eléctrico y un flujo máximo de 264 L/min. Se realizan las mediciones de la conductividad eléctrica del efluente cada 5 minutos durante el proceso de regeneración.

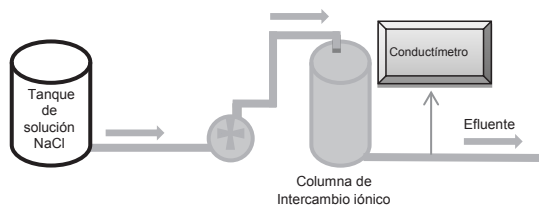


Figura 1. Diagrama del proceso de suavizamiento de agua industrial en la planta de intercambio iónico de una destilería de etanol, con conductímetro instalado en la salida del efluente para valorar la eficiencia de la regeneración de las resinas de intercambio iónico Purolite C100-E a través de su conductividad eléctrica.

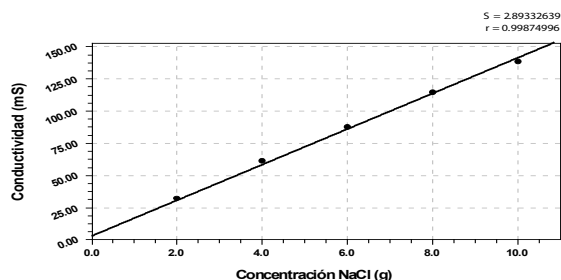


Figura 2. Curva de calibración de conductividad eléctrica y la concentración de NaCl en la solución acuosa

Curva de calibración.

Antes de comenzar el procedimiento experimental en las columnas industriales de intercambio iónico, descrito anteriormente, se procedió a realizar la evaluación del comportamiento de la conductividad eléctrica de la solución en relación a la concentración de NaCl presente en ésta. Se preparan soluciones de NaCl a concentraciones de 2%, 4%, 6%, 8%, 10% m/v y se midió la conductividad con un conductímetro marca HANNA HI 2315. La figura 2 muestra la curva de calibración ajustada en el software CurveExpert versión 1.34 que describe el comportamiento entre la conductividad eléctrica y la concentración de NaCl en solución a diferentes concentraciones.

La relación lineal entre variables esta descrita por la ecuación ajustada:

$$\text{Conductividad} = 3,336 + 1,382 * C_{(NaCl)} \quad (3)$$

Como aspectos fundamentales a evaluar en el proceso de suavizamiento de agua se encuentran el consumo de NaCl, de energía eléctrica, del tiempo empleado en la regeneración de las resinas de intercambio iónico y el de la propia agua que se consume y se vierte al medio en cada regeneración. Evaluación de las etapas de regeneración y enjuague.

El agua cruda a tratar proviene de una fuente subterránea y posee las siguientes características:

Tabla 2. Características del agua cruda suministrada, procedente de una fuente subterránea en la cual las concentraciones de Ca^{2+} y de Mg^{2+} aportan una dureza de 299,92 mg/L expresada en $CaCO_3$.

Parámetros	Unidad de medida	Valor
HCO ₃ (bicarbonato)	mq/L	335
Cl ⁻ (cloruros)	mq/L	51
SO ₄ ²⁻ (sulfatos)	mq/L	24
Ca ²⁺ (Calcio)	mq/L	100
Mg ²⁺ (Magnesio)	mq/L	12
Na ⁺ + K ⁺ (Sodio + potasio)	mq/L	41
TDS (Sólidos Disueltos Totales)	mq/L	585
NO ₃ ⁻ (Nitrógeno como nitrato)	mq/L	22

Se realizaron tres variantes experimentales donde se ajustó la concentración del NaCl en la solución acuosa, así como el flujo de inyección de la solución a la columna de intercambio. Los parámetros del diseño experimental se muestran a continuación.

Variante 1: Regeneración con volumen total de 1500 litros de solución de NaCl en tres etapas con un flujo de 20 L/min

- 10% m/v de NaCl en 900 litros de solución (90 kg de NaCl)
- 8% m/v de NaCl en 400 litros de solución (32 kg de NaCl)
- 2% m/v de NaCl en 200 litros de solución (4 kg de NaCl)

Enjuague

1. Etapa lenta: Flujo 25L/min durante 90 min
2. Etapa rápida: Flujo 264 L/min durante 60 min

Variante 2: Regeneración con volumen total de 1500 litros de solución de NaCl a un 10% m/v con un flujo de 17 L/min. Enjuague

1. Etapa lenta: Flujo 25L/min durante 90 min
2. Etapa rápida: Flujo 264 L/min durante 60 min

Variante 3: Regeneración con volumen total de 2400 litros de solución de NaCl a un 10% m/v con un flujo a 40L/min. Enjuague

1. Etapa lenta: Flujo 25L/min durante 100 min
2. Etapa rápida: Flujo 264 L/min durante 60 min

La curva que describe el proceso de regeneración de la resina Purolite C100-E de ciclo sódico, pertenece al modelo Factor Multiplicativo Múltiple (MMF) el cual se ajusta a la ecuación $y=(a*b+c*t^d)/(b+t^d)$ determinada mediante el software CurveExpert versión 1.34, donde a, b, c, d son constantes halladas con datos experimentales del proceso y t es la variable tiempo. Esta ecuación permite calcular la cantidad de soluto retenido y el área de resina utilizada. El modelo MMF se emplea en procesos que producen curvas de crecimiento sigmoideal o “en forma de S” las cuales son comunes en una amplia variedad de aplicaciones tales como la biología, la ingeniería, la agricultura y la economía. Estas curvas comienzan en un punto fijo y aumentan su tasa de crecimiento monotónicamente para llegar a un punto de inflexión. Después de esto, la tasa de crecimiento se aproxima asintóticamente a un valor final. Este modelo pertenece a un subconjunto de la familia de crecimiento, pero están separados en el software CurveExpert debido a su comportamiento distintivo.

La porción de lecho utilizada se puede determinar a partir de la cantidad de soluto retenida en cualquier instante de tiempo y la capacidad de la resina [12].

$$P_u = C_{sr} / C_r * P_r \quad (4)$$

Donde: P_u es la porción utilizada de la resina; C_{sr} es la cantidad de soluto retenida en meq; C_r es la capacidad de la resina en meq/g; P_r es el peso de la resina en g.

La altura del lecho de resina es de 1 m y la masa de resina utilizada en una columna es 926 kg.

La cantidad de soluto retenida a un tiempo dado se calcula entre el área de la zona sobre la curva y la línea recta

horizontal que corresponde a la relación entre la conductividad eléctrica inicial y la final de NaCl en la solución regenerante y el efluente.

$$C_{sr} = A_{sc} * (C/C_0) \quad (5)$$

Donde: A_{sc} es el área sobre la curva; C/C_0 es la relación entre la concentración en el efluente de la columna y la inicial de NaCl en la solución regenerante.

El área regenerada (A_r) se halla a partir del cálculo del área debajo de la curva (A_d), utilizando la ecuación ajustada por el modelo MMF y el área total (A_c) entre la curva y la línea horizontal correspondiente a la relación entre la conductividad final y la inicial (C/C_0).

$$A_c = A_d - A_r \quad (6)$$

$$A_d = \int_0^t \frac{a*b+c*t^d}{b+t^d} dt \quad (7)$$

$$A_r = A_c - A_d \quad (8)$$

La modelación del sistema se completa prediciendo la respuesta del sistema con cambios en las condiciones de operación empleando el modelo de Thomas, que como se mencionó anteriormente describe el comportamiento de la adsorción en la columna de lecho fijo.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Resultados obtenidos en la medición de la conductividad eléctrica en el efluente de las columnas de intercambio iónico de acuerdo a los parámetros operacionales descritos en la Variante 1.

Después de medidos y procesados los datos de conductividad eléctrica del efluente se procedió a hallar la relación entre la conductividad de la solución de entrada y la del efluente a intervalos de tiempo de 5 minutos mostrándose los resultados en la figura 3.

En la figura 3 se puede observar que el proceso de inyección de la solución de NaCl para la regeneración de la resina no es efectivo, ya que solo se alcanza el 54% de la conductividad eléctrica inicial en el efluente de salida, coincidiendo este valor con la cantidad de resina regenerada. Lo anterior afecta el rendimiento de la columna de

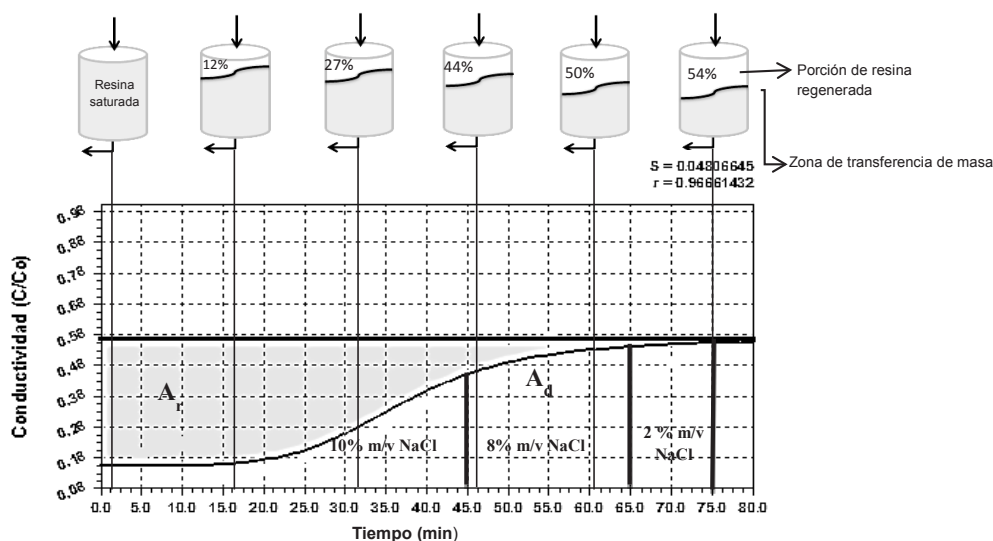


Figura 3. Comportamiento de la relación de conductividad eléctrica ($\lambda/\lambda_0 \propto C/C_0$) vs tiempo en la regeneración de la resina Purolite C100-E en una columna industrial de intercambio iónico de ciclo sódico con solución de NaCl a concentraciones de 2%, 8% y 10% m/v, con volumen total de regenerante de 1500 litros a un flujo de 20 L/min.

intercambio, obligando a regenerar la resina con una frecuencia superior a la necesaria según su capacidad y las especificaciones del fabricante. Como se puede observar la zona de transferencia de masa se va trasladando a medida que se suministra la solución salina por la parte superior de la columna, quedando restablecida la condición inicial de la resina a medida que va entrando en contacto con la solución, sin embargo el proceso de regeneración no está siendo efectiva ya que no se logra que el efluente alcance la misma conductividad eléctrica que la solución de entrada, trayendo consigo la regeneración incompleta de la resina (54%), reduciéndose así en un 46 % la capacidad de intercambio de la columna. La condición anterior provoca que el ciclo de regeneración se acorte duplicando prácticamente los gastos de agua y energía eléctrica.

Al observar la figura 3, se puede apreciar que la concentración de NaCl a la salida de la columna en los primeros 5 minutos es el 14,4% (14 400 mg/L) de la concentración inicial (100 000 mg/L) de la etapa de regeneración. Este valor es muy superior a cualquiera de los mostrados en la tabla 2 para los distintos iones presentes en el agua a tratar.

Se procedió a realizar un análisis de la fase de enjuague buscando elementos que permitan corregir y rediseñar el sistema de regeneración, como la concentración de NaCl al inicio de la fase.

Evaluación de la fase de Enjuague en la Variante 1

En la etapa de regeneración la conductividad eléctrica se comporta de forma creciente por la presencia cada vez más concentrada de NaCl en el efluente. En el enjuague se comporta de forma inversa ya que en este debe arrastrarse todo el excedente de NaCl de la columna, llegando a valores de conductividad eléctrica cercanos a los que posee el agua afluente. Debido a la variación en la composición de las aguas y a la selectividad de las resinas usadas en el empaque de columnas industriales de intercambio iónico, la cual puede retener otros iones con una conductividad mayor o menor que la del Na⁺, el valor de la conductividad eléctrica del agua suministrada a la entrada de la columna (C0) y el efluente a la salida de la misma (C) nunca llega a ser igual, por lo tanto, un valor de la relación de C/C0 aproximado a 1 se considera que es adecuado. Se procedió a tomar los datos de conductividad en el proceso de enjuague según el diseño para la Variante 1, arrojando un volumen total de agua utilizada y vertida de 18090 litros. Los resultados de estas mediciones se muestran en la figura 4

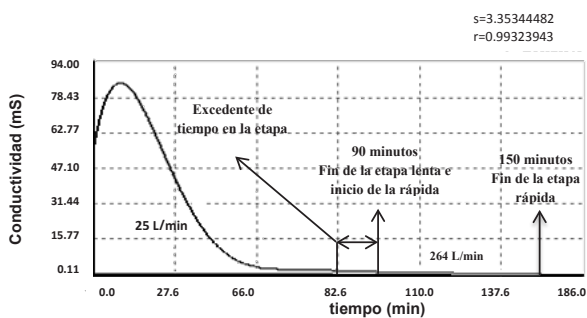


Figura 4. Conductividad eléctrica (mS) vs tiempo en la fase de enjuague para la Variante 1 donde se muestra los dos flujos a los que se realiza esta fase. La primera etapa se realiza a un flujo de 25 L/min y dura hasta los 90 minutos, la segunda etapa ocurre a un flujo de 264 L/min hasta los 150 minutos.

En la figura 4 se observa que la conductividad eléctrica permanece invariable después de los 82 minutos de comenzada la etapa lenta hasta los 90 que finaliza ésta y que comienza la etapa rápida, lo que evidencia un exceso de tiempo en la primera etapa de esta fase. También se observan dos datos de interés, primero se nota una tendencia creciente en los primeros 10 minutos, esto significa un deficiente flujo en la inyección de la solución salina en la etapa de regeneración, lo que provoca la acumulación de cristales de NaCl en las partes superiores del empaque de resina, los cuales son arrastrados en los primeros minutos de la etapa de enjuague. Debido a lo anterior, la conductividad eléctrica final de esta etapa queda muy superior a la de la entrada del agua para el enjuague, provocando el uso excesivo de la misma para lograr arrastrar todo el excedente de solución regenerante, alargando el tiempo de enjuague de la resina y un gasto innecesario de energía eléctrica.

Para revertir esta situación se analizó y ajustó algunas de las variables que inciden en esta fase, de modo que los parámetros se ajustaron según el diseño de la Variante 2, procediéndose a las mediciones de la misma forma que en la Variante 1, descrito en materiales y métodos *Regeneración según los parámetros de diseño descritos en la Variante 2*

La curva muestra una pendiente más aplanada en la figura 6 que en la figura 5, con una tendencia creciente al final de la misma, indicando que la regeneración no concluye debido a que el flujo de inyección de la salmuera fue inadecuado o porque el volumen de solución regenerante no fue suficiente. Sin embargo, el nivel de regeneración fue superior al de la Variante 1, llegándose esta vez en el efluente al 76 % de la conductividad eléctrica inicial de NaCl.

En la figura 5, se muestra la porción del lecho de resina regenerada versus tiempo a medida que se va inyectando la solución de NaCl a la columna. Se observa un aumento del área regenerada de la resina (A_r) la cual llega al 76%, siendo aún insuficiente el volumen de solución usada. La mayor área de regeneración se encuentra en los primeros 45 minutos de esta fase, demostrándose con ello que el flujo sigue siendo inadecuado.

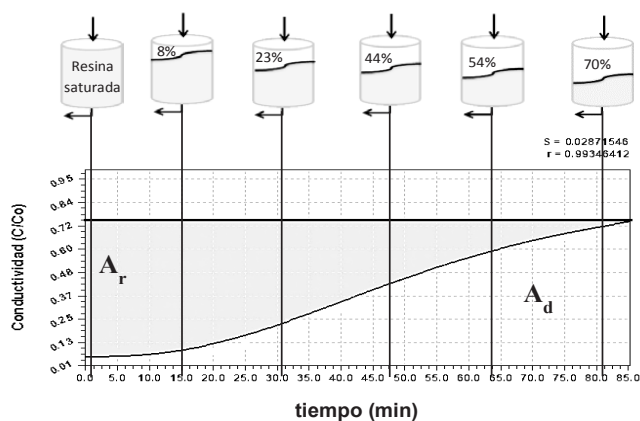


Figura 5. Porción del lecho de resina regenerada durante diferentes intervalos de tiempo a medida que se inyecta la solución de NaCl al 10% con un flujo de 17 L/min y un volumen total de solución regenerante de 1500 litros, para la Variante

2. *Etapa de enjuague para las condiciones de la Variante* Se analizó la etapa de enjuague realizándose mediciones de conductividad eléctrica cada cinco minutos aplicando

los parámetros de diseño de la Variante 2. Se utilizó un flujo de 25 L/min en 90 minutos y a 264 L/min por 60 minutos para un total de agua consumida y vertida al medio de 18 090 litros. En la figura 6 se muestran los resultados graficados para su análisis.

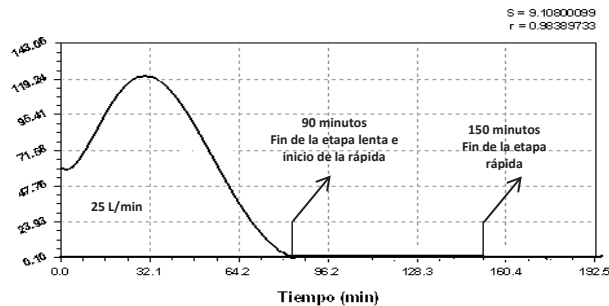


Figura 6. Conductividad eléctrica (mS) vs tiempo en la fase de enjuague para la Variante 2 donde se muestra los dos flujos a los que se realiza esta fase. La primera etapa se realiza a un flujo de 25 L/min y dura hasta los 90 minutos, dando comienzo a la segunda etapa con un flujo de 264 L/min hasta los 150 minutos.

Al igual que en el análisis de la Variante 1, en la etapa de enjuague, de esta Variante 2, se observa un pico hasta aproximadamente los 32 minutos, aumentando los niveles de conductividad eléctrica (120 mS) cercanos a los deseados en la etapa de regeneración (140 mS), lo que lleva a resumir que el flujo de regeneración para esta variante no es el adecuado, formándose cristales de NaCl en la parte superior de la resina, y requiriéndose para su remoción cantidades excesivas de agua en la etapa de enjuague.

Regeneración de la columna de intercambio iónico de ciclo sódico según la Variante 3.

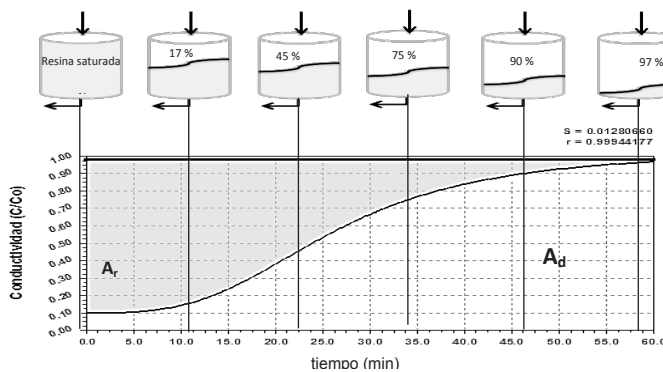


Figura 7. Porción del lecho de resina regenerada durante diferentes intervalos de tiempo, en la Variante 3 a medida que se inyecta la solución regenerante con una concentración del 10% m/v a un flujo de 40 L/min y un volumen total de 2400 litros, mostrándose un valor cercano al óptimo del área regenerada de la resina (A_r).

En la figura 7 se puede observar que el área sobre la curva, correspondiente a la resina regenerada, aumentó considerablemente, llegando al 98% de regeneración en solamente 60 minutos, reduciéndose considerablemente el tiempo de regeneración. Se logró realizar la regeneración de la mayor parte de la resina alrededor de los 45 minutos evidenciándose con ello que el flujo usado

es el adecuado. Además, se puede observar el comportamiento de la regeneración y el movimiento de la zona de transferencia de masa en el tiempo el cual aumentó considerablemente su velocidad de intercambio.

Etapa de enjuague para las condiciones de la Variante 3. En la figura 8 se puede observar el comportamiento de la fase de enjuague para las condiciones de la tercera variante, en ella se observa que el pico encontrado en las variantes anteriores disminuyó a niveles mínimos, evidenciando que la fase de regeneración fue efectiva en un 98 % y que el volumen de 2 400 litros de solución de NaCl al 10% m/v de concentración, fueron adecuados.

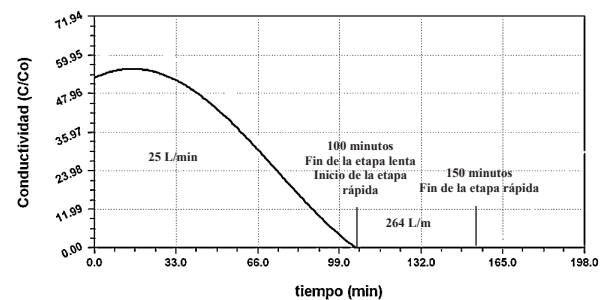


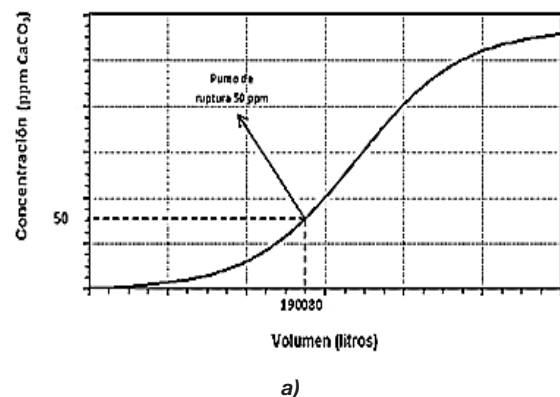
Figura 8. Conductividad eléctrica (mS) vs tiempo en la fase de enjuague para la Variante 3 donde se muestra los dos flujos a los que se realiza esta fase. La primera etapa se realiza a un flujo de 25 L/min y se extiende hasta los 100 minutos, dando comienzo a la segunda etapa con un flujo de 264 L/min hasta los 150 minutos.

Análisis del comportamiento de la etapa de agotamiento o servicio de las variantes 1 y 3

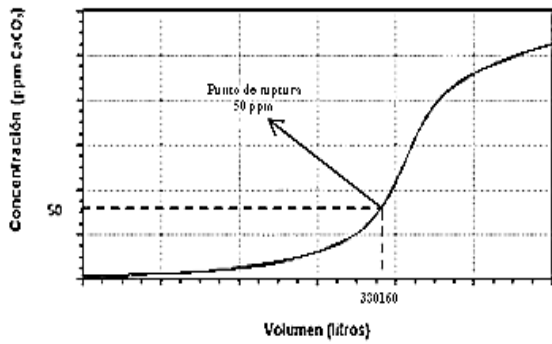
Se realizaron mediciones del volumen de agua tratada en la fase de servicio o agotamiento comportándose como se muestra en las curvas de ruptura de cada variante.

La figura 9a muestra el comportamiento de la concentración de Ca^{2+} y Mg^{2+} expresados en $CaCO_3$ contra el volumen de agua tratada, mostrándose el punto de ruptura de esta fase en 50 ppm de $CaCO_3$ [1][2][3][5] lográndose en este punto un volumen de agua tratada de 190 080 litros.

En la figura 9b se observa como el punto de ruptura se desplaza el doble en las condiciones de la Variante 3 con respecto a las de la Variante 1, lográndose un volumen de agua tratada de 380 160 litros.



a)

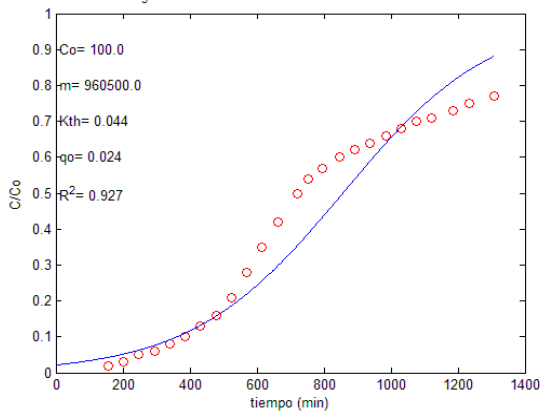


b)

Figuras 9 (a) y (b). Curvas de ruptura para la fase de servicio o agotamiento para las condiciones de la Variante 1 (a) y de la Variante 3 (b) donde se muestra el comportamiento de la concentración de Ca^{2+} y Mg^{2+} expresada en CaCO_3 , contra el volumen de agua tratada expresada en litros.

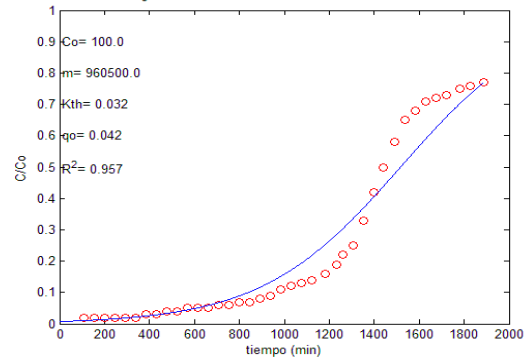
Utilizando el modelo linealizado de Thomas y con el uso del software MatLab10a se obtuvieron los parámetros del modelo en cada caso. La figura 10 muestra para cada condición de operación en la columna, el modelo de Thomas ajustado a los datos experimentales de las curvas de ruptura. En la tabla 3 se muestran los valores obtenidos para los parámetros del modelo en cuestión.

Curva de ruptura de CaCO_3 en resina fuertemente ácida de ciclo sodio, según el modelo de Tho



a)

Curva de ruptura de CaCO_3 en resina fuertemente ácida de ciclo sodio, según el modelo de Thor



b)

Figura 10(a) y (b). Curvas de ruptura de CaCO_3 en resinas fuertemente ácidas de ciclo sodio según el modelo de Thomas (-), ajustadas a los datos experimentales (o), a diferentes condiciones experimentales: (a) variante 1 (b) variante 3.

Tabla 3. Parámetros del modelo de Thomas para experimentos en condiciones dinámicas.

Condiciones	k_{Th} (mL / min • mg)	q_0 (mg/g)	R^2
Variante 1	0,044	0,024	0,927
Variante 3	0,032	0,042	0,957

Al observar los resultados obtenidos en la Tabla 3, puede afirmarse que el modelo de Thomas describe bien el mecanismo de sorción del CaCO_3 en el proceso de suavizamiento de aguas para uso industrial, llevado a cabo en una columna industrial de intercambio iónico empacada con resina Purolite C100-E, fuertemente ácida, de ciclo sódico, con altos grados de ajuste que superan los 0,927 y 0,957 para cada variante de operación. Los valores de k_{Th} están cercanos a los referenciados para la adsorción de plomo y la biosorción de azul de metileno con cascarilla de arroz [20][21].

Se evidencia claramente que la capacidad de soluto en la fase sólida (q_0) aumenta casi al doble en la Variante 3 con respecto a la Variante 1 lo que reafirma aún más la eficiente regeneración de la resina en la Variante 3.

Análisis comparativo de la eficiencia entre las Variantes 1 y 3.

Tabla 4. Análisis comparativo entre las Variantes 1 y 3 donde se comparan los gastos fundamentales incurridos en ambas variantes, el % de regeneración logrado en cada una y el volumen de agua tratado en la fase de servicio hasta el agotamiento de las resinas.

Variantes		Agua consumida	NaCl	Energía eléctrica	% regenerado	Agua tratada hasta agotamiento	Regeneraciones para trabajo continuo	Tiempo
	Etapas	Litros	Kg	kWh	%	Litros	Cant/mes	Minutos
1	Regeneración	1500	126	8	54	-	-	75
	Enjuague	18090	-	16	-	-	10	150
	Totales	19590	126	24	54	190080	-	225
3	Regeneración	2400	240	6,4	98	-	-	60
	Enjuague	18090	-	16	-	-	5	150
	Totales	20490	240	22.4	98	380160	-	210
Diferencia (1-3)		-900	-114	1,6	-44	-190080	5	15

En la tabla 4 se muestra el resumen de los resultados experimentales con las condiciones iniciales (*Variante 1*) y de los resultados en las condiciones finales (*Variante 3*) para el análisis comparativo de eficiencia del proceso de regeneración.

Para una regeneración completa se observa un incremento en los consumos de agua y NaCl en la *Variante 3* con respecto a la *Variante 1*. Sin embargo, el índice de consumo de agua usada para la regeneración y enjuague versus el agua tratada en la *Variante 1* es de 0,1030 litros de agua consumidos por litros de agua tratados, siendo para la *Variante 3* de 0,0538 litros de agua consumidos por litros de agua tratados, muy inferior en esta última.

Para el caso del NaCl consumido se obtienen índices de $6,63 \times 10^{-4}$ kg de NaCl por litros de agua tratados para la *Variante 1* y de $6,31 \times 10^{-4}$ kg de NaCl por litros de agua tratados, ligeramente inferior en la *Variante 3*.

El consumo de energía eléctrica en la *Variante 3* disminuye en un 20% con respecto a la *Variante 1* y el volumen de agua tratada hasta llegar al agotamiento de la resina en la *Variante 3* duplica la cantidad de la *Variante 1*.

En la tabla 4 se muestra, para una regeneración, que el volumen total de agua gastada aumentó de la *Variante 1* a la *Variante 3* en un 60%, a su vez el NaCl total consumido aumentó para las mismas condiciones en un 90,47%, debido a que el volumen de solución regenerante aumentó de 1500 litros a 2400 litros con el objetivo de regenerar el 100% de la resina, manteniéndose un 10% m/v de NaCl. El consumo de energía eléctrica disminuyó en un 20%, provocado por una disminución del tiempo de operación de un 6,7%, este resultado se logra por el aumento del flujo de inyección de la solución regenerante de 20 L/min en la *Variante 1* a 40 L/min en la *Variante 3*. El volumen de agua tratada hasta el agotamiento de las resinas creció en un 100%, es decir, el doble de la cantidad tratada con las condiciones iniciales.

La figura 11 muestra la comparación de los recursos fundamentales que intervienen en este proceso para las condiciones de la *Variante 1* y la *Variante 3*. Para garantizar la fiabilidad de los datos mostrados se usaron instrumentos conectados en línea que garantizaron la obtención de los mismos.

Para obtener los consumos de agua de las diferentes variantes y etapas se usaron flujómetros Marca Siemens previamente calibrados, con un error permisible de 1 L en 1×10^6 L, instalados directamente en las líneas de alimentación del sistema, el consumo de NaCl se obtuvo mediante una balanza digital, calibrada, con un error permisible de 0.01 g en 1×10^5 kg, marca HANNA. La energía eléctrica consumida se registró mediante un analizador de red marca Siemens, instalado en el área de tratamiento de agua, el cual mantiene un registro constante de los consumos de energía eléctrica de las bombas de alimentación a las columnas de intercambio iónico, así como del tiempo de operación del sistema de tratamiento de agua.

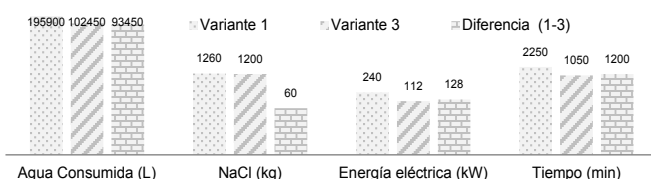


Figura 11: Comparación entre las variantes 1 y 3 para las regeneraciones necesarias en condiciones de trabajo

continuo, tomando como tiempo de referencia 30 días al mes sin interrupciones.

Se observa un ahorro considerable de los recursos fundamentales involucrados en el proceso de regeneración de la columna industrial de intercambio iónico con la aplicación de la *Variante 3*, lográndose duplicar el rendimiento de la resina de intercambio iónico, con una reducción del consumo de agua para la regeneración y el enjuague en un 47,70%, el consumo de NaCl en un 4,76%. Se logra reducir el consumo de energía eléctrica y el tiempo empleado en esta actividad de regeneración en un 53,33%, todo calculado para 30 días de producción continua sin interrupciones.

En el caso de la *Variante 1* se necesitan 10 regeneraciones para alcanzar el volumen de agua tratada demandado por el proceso productivo en 30 días de trabajo (1900800 litros), sin embargo, la *Variante 3* solo necesita 5 regeneraciones para procesar el mismo volumen en igual periodo de tiempo. Con la aplicación de la *Variante 3* se logra un ahorro de 93 450 litros de agua consumida para la regeneración y enjuague, 60 kg de NaCl, 128 kW de energía eléctrica y un tiempo de la operación 1200 minutos, todos para un mes típico de producción continua de 30 días.

CONCLUSIONES

Los experimentos llevados a cabo en una columna industrial de intercambio iónico ciclo sódico empacada con resina Purolite C100-E muestran que es imprescindible el seguimiento a la fase de regeneración de la resina, pues solo el análisis de la calidad del efluente en la fase de agotamiento o servicio no es una medida de la eficiencia del proceso.

Se logró obtener valores de (C/C_0) cercanos a 1, garantizándose la total regeneración de la resina de intercambio iónico en la columna industrial evaluada en la presente investigación.

Los experimentos realizados a escala industrial, con la variante de hacer la regeneración con un volumen total de 2400 litros de solución de NaCl a un 10% m/v con un flujo a 40 L/min y el enjuague con la etapa lenta a un flujo de 25 L/min por 100 min y la etapa rápida a un flujo de 264 L/min por 60 min, evidencian ahorros importantes de agua, energía y de tiempos de operación en columnas de intercambio iónico de ciclo sódico con reducciones de un 47,70% y un 4,76% mensual de consumo y vertimiento de agua y NaCl al medio ambiente, respectivamente. Se logra un ahorro del 53,33% de energía eléctrica usada y del tiempo de regeneración de la columna.

Con la *Variante 3*, que implica la regeneración con un volumen total de 2 400 litros de solución de NaCl a 10% m/v y a un flujo a 40 L/min, se ahorran 1 536 kW/año de energía eléctrica en la regeneración de la resina Purolite C100-E. También se dejan de verter al medio 1 121 400 litros/año de agua y 720 kg/año de NaCl. Esta variante es la que debe establecerse como dinámica industrial de operación en esta columna.

REFERENCIAS

1. E. Manahan, Stanley. Introducción a la química ambiental. Ed Reverté, 2007, pp. 205-246.
2. Granges Brown G. Operaciones básicas de Ingeniería Química. La Habana. Ed. Revolucionaria; 1967, pp. 592-595.
3. Jáuregui Haza U, Pérez Carpio C, Pellón Comdom R, Márquez Conde T, Suárez Valdés-Ayala A. Filtración al vacío del Lobenzarit. Rev Cubana Farm., 1995, pp. 29 (2): 82-86.
4. Celenza, Gaetano Joseph. Industrial Waste Treatment Processes Engineering: Specialized Treatment Systems, Volume 3, USA. Ed Technomic Publishing Company, Inc., 2000, p. 87.
5. Rigola Lapeña, Miguel. Tratamiento de aguas industriales: Aguas proceso y residuales. Boixareu Editores. 1989, pp. 28-30.
6. Baker R.W. Membrane Technology and Applications. Ed. Willey. 2004, p. 393.
7. Batalla R.J. Rovira A. Sala M. Úbeda X. Guía pràctica per a l'estudi de l'aigua. Ed. Universitat Barcelona, 2002, p. 86.
8. Borchardt J.A. Weber W.J. Walter W.J. Control de la calidad del Agua. Ed. Reverté, 2003, pp. 63-72.
9. Herrera Vasconcelos, Tomás; Laría Piedra, Caridad N. Intercambio iónico. Documentación del Ministerio de la Industria Azucarera, Cuba, 1992.
10. C100 Na cycle. Engineering Bulletin 0910.
11. C-100E Strong Acid Cation Exchange Resin. Technical Data. Purolite ion exchange resins.
12. Wachinski, Anthony M, Etzel, James E. Environmental ion exchange. Principles and Desing. CRC Press LLC. Corporate Blvd. USA, 2000, Cap 3.
13. Kratochvil, D. A study of the metal biosorption process utilizing Sargassum seaweed biomass. Montreal: Montreal University, Canada, 1997.
14. Thomas, H., 1944. Heterogeneous ion exchange in a flowing system. J. Am. Chem. Soc., Volume 66, pp. 1466-1664.
15. Rodríguez Rico, I. L. et al. Modeling of two up-flow fixed-bed columns in series for the biosorption of Cr6+ and Ni2+ by sugarcane bagasse. Desalination and Water Treatment, 2014.
16. Pickering W.F. Química Analítica Moderna. Ed. Reverté S.a Encarnación, Barcelona, España 1980, pp 584-588-593.
17. Michaud, C.F., Achieving High-Purity DI Water without the Use of Mixed Beds. WC&P, May 1997.
18. Documentación del Ministerio de la Industria Azucarera, Cuba, 1992.
19. McCabe, W.L.; Smith, J.C. y Harriot, P. Operaciones unitarias de Ingeniería Química. McGraw-Hill. Madrid. 1994. pp.184-244-248.
20. Faisal Fadzil, Shariff Ibrahim, Megat Ahmad Kamal Megat Hanafiah. Adsorption of lead(II) onto organic acid modified rubber leaf powder: Batch and column studies. Process Safety and Environmental Protection 100 (2016) 1-8
21. Yurany A.Villada-Villada, Angelina Hormaza-Anaguan, Natalia Casis. Uso de la cascarilla de arroz para la remoción de azul de metileno en columnas de lecho empacado Use of rice husk for the removal of methylene blue in fixed-bed columns Tecno Lógicas