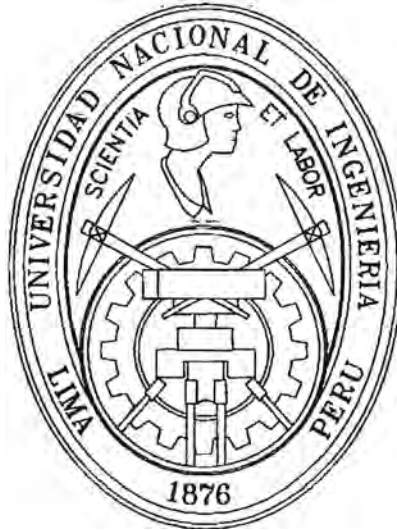


**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA
FACULTAD DE INGENIERIA QUÍMICA Y
TEXTIL**



**“SOLUCION DE PROBLEMAS EN LA PRODUCCION DE
AGUA DESMINERALIZADA POR INTERCAMBIO IONICO”**

INFORME DE SUFICIENCIA

PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUÍMICO

POR LA MODALIDAD DE ACTUALIZACION DE CONOCIMIENTOS

PRESENTADO POR:

GIUSEPPE GIANCARLO TORRE SIFUENTES

LIMA – PERU

2004

RESUMEN

Los sistemas de intercambio iónico usando lechos con resina tienen diversos usos en la industria, desde aplicaciones comunes como el acondicionamiento de agua para alimentar calderos, hasta específicos como la recuperación de oro en corrientes con cianuro.

En el presente informe se revisan los problemas presentados en una planta de tratamiento que producía agua de alta pureza para alimentar calderos de alta presión, usando sistemas de intercambio iónico. Se describirán las condiciones de operación de la misma a fin de determinar las causas que generan baja de eficiencia en el proceso de producción y las acciones tomadas para corregir esta situación.

Asimismo, como complemento del análisis del caso anterior se incluye información acerca de las características de las modernas resinas de intercambio iónico y un resumen acerca de alternativas para identificación y solución de problemas comunes asociados al uso de las mismas.

INDICE

	Pág.
1. Introducción	5
2. Desarrollo de los conceptos y técnicas	6
2.1. Teoría del intercambio iónico	6
2.2. Resinas de intercambio iónico	6
2.2.1. Definición	8
2.2.2. Clasificación de las resinas de intercambio	8
2.2.2.1. Por su estructura	8
2.2.2.2. Por su función	10
2.2.3. Propiedades físicas de las resinas	15
2.2.3.1. Forma y tamaño de las partículas	15
2.2.3.2. Densidad y Retención de Agua	15
2.2.3.3. Caída de presión del lecho	16
2.2.3.4. Expansión del lecho	18
2.2.3.5. Estabilidad física	18
2.2.4. Propiedades químicas	19
2.2.4.1. Capacidad de Intercambio	19
2.2.4.2. Equilibrio de dilatación	19
2.2.4.3. Equilibrio iónico	20
2.2.4.4. Cinética del intercambio iónico	20
2.2.4.5. Selectividad de las resinas	20
2.2.4.6. Estabilidad química	23
2.2.5. El ciclo del intercambio iónico	24
2.2.5.1. Pretratamiento de la Alimentación	24
2.2.5.2. Condiciones Ambientales	24
2.2.5.3. Características del intercambiador iónico	25
2.2.6. Análisis de Problemas de Operación	26
2.2.6.1. Pérdida de Capacidad	26
2.2.6.2. Baja calidad del producto	28

2.2.6.3. Pérdida de Carga Excesiva	36
3. Desarrollo del Tema	37
3.1. Antecedentes	37
3.2. Descripción del Procedimiento de Operación	40
3.3. Especificaciones de la calidad de agua requerida	41
3.4. Análisis de las Condiciones Operativas del Sistema	43
3.4.1. Ablandador continuo de cono invertido	43
3.4.2. Columnas Catiónicas	43
3.4.3. Columnas Aniónicas	45
3.5. Cuadro de Análisis de Agua	46
4. Observaciones y Conclusiones	47
4.1. Deterioro de la calidad del agua cruda	47
4.2. Deficiencias en el control de la regeneración.	48
4.3. Deterioro de los equipos	49
5. Recomendaciones	50
6. Bibliografía	55
7. Anexos	56

1. Introducción

El agua desmineralizada es indispensable para la industria moderna, existen aplicaciones en electrónica, industria farmacéutica, análisis químicos, etc. y, principalmente para la generación de vapor con calderos de alta presión, para aplicaciones en procesos de producción y generación de energía. Es común que se generen diversos de problemas como resultado de la presencia de pequeñas cantidades de contaminantes en el agua de alimentación a los calderos, debido a esto se han desarrollado sistemas que garantizan alta pureza en la misma. Estos problemas provocan perdidas de eficiencia en los sistemas, teniendo como consiguiente resultado el aumento de costos de mantenimiento y operación.

En el presente trabajo se efectúa el análisis del caso presentado en una planta de tratamiento de agua para alimentar calderos de alta presión usando sistemas de intercambio iónico. Se presenta como complemento información adicional con respecto a los materiales usados en los sistemas para intercambio iónico, sus características y formas de identificación de problemas comunes que se encuentran asociados a su operación.

2. Desarrollo de los conceptos y técnicas

2.1. Teoría del intercambio iónico

Las resinas de intercambio iónico han constituido desde hace mucho tiempo, el método más usado para la producción de agua pura en escala industrial. El método consiste en usar lechos con resinas que tienen la capacidad de retener los cationes (comúnmente Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+) y aniones (Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- , etc.) del agua, para reemplazarlos por otros más convenientes.

Las resinas de intercambio iónico están diseñadas para reaccionar sea con cationes (intercambiadores catiónicos) o con aniones (intercambiadores de aniones ó aniónicos). Una resina de intercambio iónico no puede reaccionar con ambos.

2.2. Resinas de intercambio iónico

Hoy en día la mayoría de los intercambiadores iónicos son resinas sintéticas plásticas en forma de cuentas pequeñas, que adquieren propiedades de intercambio iónico durante su fabricación. Los primeros intercambiadores eran materiales inorgánicos llamados zeolitas, capaces de ablandar el agua intercambiando sodio por calcio y magnesio.

Una de las primeras fue Greensand, o arena verde, una zeolita natural de capacidad limitada. La arena verde todavía se usa para la oxidación y filtración del hierro en suministros domésticos de agua. Comúnmente se regenera con permanganato potásico para este proceso.

A continuación se desarrolló la zeolita sintética, un aluminio - silicato de mayor capacidad, su uso era limitado porque se desintegraba a pH alto o bajo y a temperaturas elevadas.

Las resinas orgánicas sintéticas han reemplazado casi totalmente a las zeolitas naturales e inorgánicas, pero el nombre zeolita permanece y se aplica a menudo a la resina sintética, especialmente cuando se usa en su forma sódica.

Las zeolitas inorgánicas solamente se podían regenerar con salmuera y por tanto, funcionaban en el ciclo sodio como intercambiadores de sodio, usados solamente para ablandar el agua fría. La estabilidad química de las nuevas resina sintéticas permite su regeneración con salmuera o ácido y dentro de un intervalo muy amplio de temperaturas.

La posibilidad de regeneración con ácido y el uso como intercambiadores de hidrógeno para eliminar cationes, han expandido en gran medida el campo de aplicaciones del Intercambio Iónico. Estos intercambiadores de hidrógeno son componentes de todos los sistemas de desmineralización. Como complemento a este proceso se usan resinas con propiedades de intercambio aniónico específicamente intercambiadores de aniones hidróxido.

con el nivel de entrecruzamiento del polímero, la polaridad del solvente y las condiciones de operación. Las resinas tipo gel son normalmente traslucidas.

Tipo Macroreticular. Poseen estructuras que asemejan a las convencionales asignadas al carbón, alúmina ó sílice. Se trata de esqueletos rígidos macroporosos, obtenidos por polimerización de estireno con divinilbenceno como, las resinas tipo gel, pero con microperlas aglomeradas. Realmente no reemplazan a las resinas tipo gel en todos los campos de aplicación, pero han abierto el camino para una serie de aplicaciones que antes estaban vedadas al intercambio iónico nuevos campos de aplicación. Las resinas de intercambio macroreticulares son fabricadas con diferentes áreas superficiales que varían entre 7 y 1500 m²/g, con un diámetro promedio de poros que varia entre 50 y 1, 000,000 Å.

Tipo Acrílicas. poseen una matriz de resinas acrílicas, existen en formas convencionales y macroreticulares. Poseen mayor capacidad de intercambio, excelente resistencia física y química al envenenamiento orgánico, esto ha significado una ampliación mayor al campo de aplicación del intercambio iónico. Las diferencias estructurales entre las resinas tipo gel y las acrílicas determinan la capacidad de estas últimas para retener macromoléculas, como la materia orgánica, y su posterior eliminación en la etapa de regeneración.

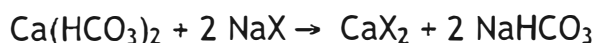
2.2.2.2. Por su función

Podemos dividir las resinas de intercambio iónico en cuatro categorías primarias esencialmente análogas con los ácidos y bases y sus reacciones.

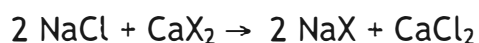
Resinas catiónicas de ácido fuerte.

Se usan normalmente en la forma de ciclo sodio (Intercambio de sodio - Ablandamiento) o en la forma de ciclo hidrógeno (Intercambio de Hidrógeno).

Al usarse en la forma sódica representa el proceso de intercambio más simple: una resina catiónica de ácido fuerte en forma de ciclo sodio (NaX, "X" representa al intercambiador), elimina el Ca^{2+} y el Mg^{2+} (así como cualquier otro catión con mayor afinidad que el sodio) del agua que fluye por el lecho de intercambio, produciendo agua blanda como se indica en la ecuación:

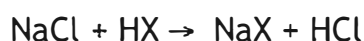
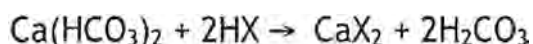


En el ablandamiento la resina continua cediendo Na^+ a cambio de Ca^{2+} y Mg^{2+} , hasta que se agota la capacidad de intercambio con dicho ión. Para la regeneración se emplea una solución con elevada concentración de sodio, normalmente una solución de salmuera.

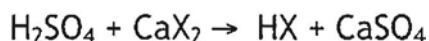


Una resina catiónica de ácido fuerte regenerada con ácido (HX), reemplaza todos los cationes del agua dulce por iones H^+ , convirtiendo todas las sales en los ácidos correspondientes.

Ya que el ácido carbónico es simplemente CO_2 disuelto, se puede eliminar por desgasificación, reduciendo así los sólidos totales. Los iones SO_4^{2-} , Cl^- y NO_3^- forman ácidos minerales que se liberan como productos.



Cuando el intercambiador de hidrógeno agota su carga de iones H^+ , un lavado ácido, generalmente con ácido sulfúrico, lo regenera a la forma de ciclo hidrógeno.

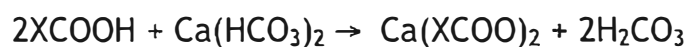


El intercambiador de hidrógeno nunca se usa solo, cuando se desalcaliniza el agua, la acidez del efluente del intercambiador es neutralizada bien sea mezclándolo con efluente de un intercambiador de sodio, bien por adición de una sustancia cáustica.

Cuando se desmineraliza el agua, el efluente del intercambiador pasa por un intercambiador iónico, cuyo efluente es agua pura con trazas de impurezas solubles.

Resinas Catiónicas de ácido débil.

Las resinas catiónicas de ácido débil difieren de las de ácido fuerte en que el ion hidrógeno es retenido con más fuerza por estas resinas y por lo tanto, no se intercambia con facilidad. Estas resinas tienen preferencia por los iones hidrógeno antes que por cualquiera de los cationes del agua a tratar, requieren la presencia de especies alcalinas para reaccionar con los hidrógenos fuertemente retenidos. Esto permite entonces el intercambio de otros cationes en los puntos activos, eliminándolos de la solución. En efecto, este intercambio depende de la neutralización del hidrógeno (H^+) de la resina mediante iones de alcalinidad (HCO_3^-):



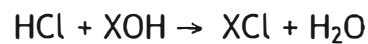
Luego el H_2CO_3 producido se puede eliminar por desgasificación. Como característica estas resinas tienen preferencia por cationes divalentes y la alcalinidad, se sugiere su aplicación para el tratamiento de aguas de dureza considerable (Ca, Mg) asociada con alcalinidad de bicarbonato.

Resinas Aniónicas de base fuerte.

Se usan en forma de hidróxido o en forma de cloruro. La forma hidrógeno se usa en procesos de desmineralización; la forma cloruro se usa normalmente para proceso de desalcalinización. Hay 2 tipos de resinas aniónicas de base fuerte: el tipo I es más estable químicamente y tiene mayor afinidad por los iones que el tipo II. Sin embargo el tipo I tiene menos capacidad de operación por lo que son menos

eficientes. Normalmente las resinas aniónicas de base fuerte del tipo I se usan cuando los niveles de sílice del agua dulce son superiores al 25% de los aniones totales, si es inferior se sugiere usar las del tipo II.

A continuación se presenta la reacción que representa la eliminación del ácido del efluente de la resina catiónica de ácido fuerte mediante el uso de la resina aniónica en la desmineralización:



La regeneración de la resina de base fuerte requiere el uso de un álcali fuerte, la soda cáustica. Ya que la resina de base fuerte está muy ionizada, la utilización del regenerador cáustico es incompleta y hay que usar de un 200 a 300% de la cantidad estequiométrica para la regeneración.

Para mejorar la eficiencia de la desmineralización, el CO₂ producido por el intercambiador de hidrógeno frecuentemente se elimina por desgasificación (eliminación de un gas libre mediante diferencia de presión parcial o aplicación de vacío). Aunque un intercambiador de base fuerte puede reducir el CO₂, lo hace a expensas del producto químico consumido en la regeneración de la resina. La desgasificación reduce el costo de operación al reducir la carga del intercambiador aniónico y permitir usar un recipiente de menor tamaño.

Debe considerarse que puesto que la resina aniónica no intercambia cationes, cualquier catión fugado de la unidad de intercambio catiónico estará presente en el efluente aniónico como alcalinidad. Las fugas del intercambiador de hidrógeno generalmente consisten en sodio; a veces es deseable una traza de esta fuga puesto que proporciona un pH satisfactorio en el agua tratada, cuando el intercambiador aniónico convierte las sales de Na en NaOH.

Las resina aniónicas de base fuerte del tipo II se sugieren para la reducción de la alcalinidad del agua sin usar ácido, para esto son regeneradas con NaCl, así intercambian el bicarbonato, carbonato, nitrato y sulfato por cloruro. Por razones económicas se usan solamente en aguas con bajo contenido de sulfato.

Resinas Aniónicas de Base Débil.

Pueden eliminar ácidos minerales fuerte producidos por el intercambiador de hidrógeno, pero no los ácidos débiles como el ácido carbónico o silícico. Algunas operaciones industriales no requieren la eliminación completa de estos ácidos débiles y se usa el intercambiador de base débil porque es menos costoso de operar y más eficiente que el de base fuerte.

La molécula completa del ácido fuerte es absorbida por la resina de base débil en un proceso muy eficiente. Sólo hace falta un 110% de la cantidad estequiométrica de regenerador a una concentración del 4%.

2.2.3 Propiedades físicas de las resinas

Hay una serie de características físicas de las resinas que es oportuno tener en cuenta cuando se diseña un equipo. Estas características típicas de cada resina, no son independientes entre si y en muchos casos sirven para comparar una con otra y las condiciones actuales de las mismas.

2.2.3.1 Forma y tamaño de las partículas

Los materiales de intercambio, como ya se mencionó, son vendidos en gránulos o "cuentas, esferas con una distribución de tamaños y uniformidad adecuada, esta puede variar según lo ofrecido por los diferentes fabricantes. Una adecuada distribución de tamaños puede ser beneficiosa para reducir la canalización en el lecho y la caída de presión.

2.2.3.2 Densidad y Retención de Agua

Las resinas de intercambio, en su forma húmeda, varían su densidad de acuerdo a su capacidad de retención de agua. Por ejemplo una resina catiónica de ácido fuerte como la Amberlite IR 120 tiene un densidad de 800 - 848 g/l. Puesto que la resina catiónica de ácido fuerte se desentrecruza antes de perder sus puntos de intercambio y esto hace expandirse a la resina haciéndose menos densa, la resina catiónica de ácido fuerte se puede separar por el lavado a contracorriente. la resina de mala calidad subirá a la superficie donde se puede extraer y reemplazar por material nuevo. La capacidad de retención de agua de una resina en buenas condiciones es aproximadamente 53% en peso, en forma hidrógeno.

La resina catiónica de ácido fuerte debería desecharse cuando su capacidad de retención de agua alcance aproximadamente 65%, debe corresponder esto a la condición en que la resina de intercambio ha perdido aproximadamente el 30% de su capacidad inicial (un RCAF nueva, posee una capacidad total de volumen húmedo de aprox. de 1.8 meq/ml).

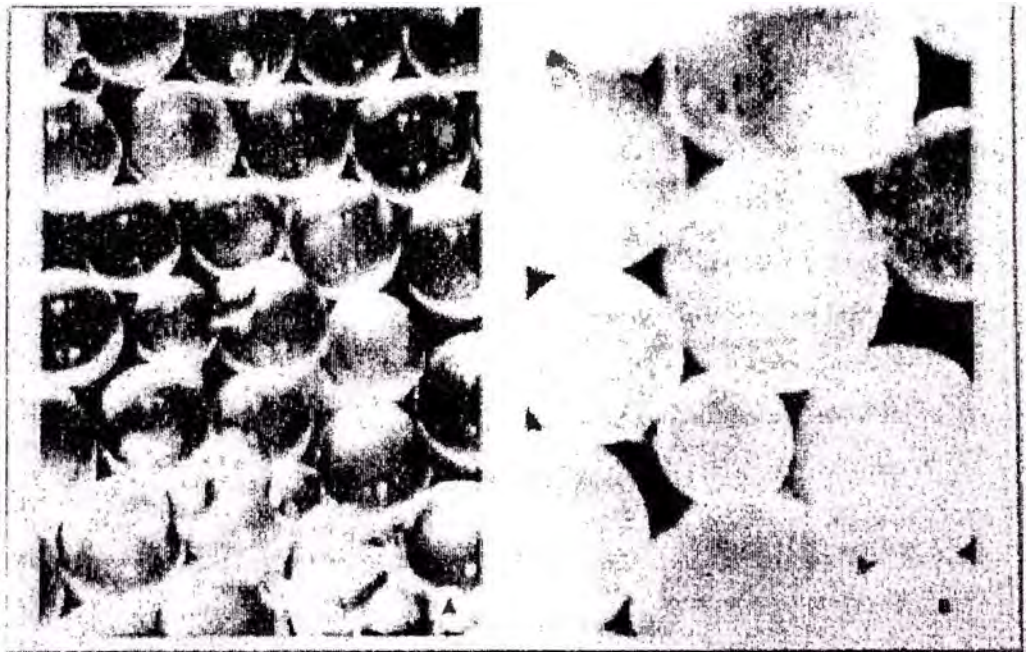


Figura 1: Cuentas de resina. Izquierda resina IR120 nueva. Derecha resina mala con 88% de capacidad de retención.

2.2.3.3 Caída de presión del lecho

Depende de la distribución de tamaño de las cuentas, su forma, uniformidad y compresibilidad así como de la viscosidad de la solución, su temperatura y de la velocidad del flujo.

Las materias en suspensión como el óxido de hierro, por ejemplo, son filtradas frecuentemente por el lecho de intercambio. El material filtrado reduce el volumen libre que

existe entre las cuentas de resina incrementando la resistencia al flujo. Debido a esto se pueden obtener caídas de presión mayores que las presentadas en los gráficos proporcionados por los fabricantes de resinas.

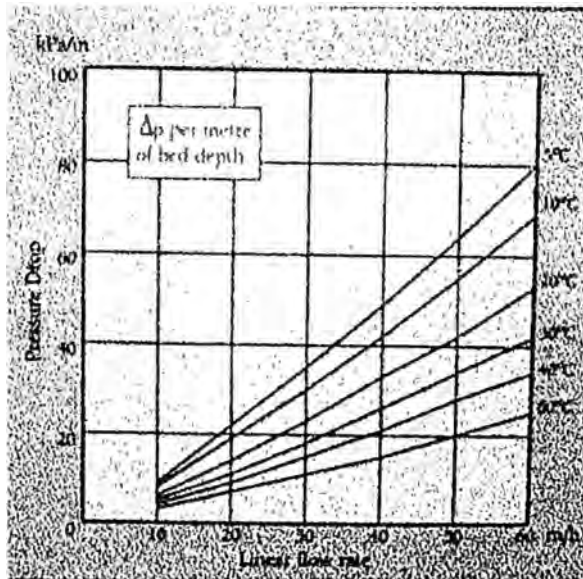


Figura 2: Caída de presión del lecho en función de la velocidad flujo lineal y la temperatura. Resina Amberjet 1200 - Rohm and Hass

En algunos casos esta excesiva presión llega a fracturar las cuentas generando la formación de "finos" que son expulsados durante el retrolavado, usualmente no se recomienda exceder una caída de presión de 1 bar a través del lecho. Debe recordarse siempre que la resina es principalmente un material desarrollado par acondicionar el agua y no debe ser usado como medio filtrante. Así es común la instalación de filtros localizados antes de la unidad de intercambio.

2.2.3.4 Expansión del lecho

El lavado a contracorriente de la columna de intercambio efectuado con una velocidad determinada genera una fluidización parcial del lecho incrementando el volumen libre entre las cuentas de resina y en general el volumen total del lecho. El porcentaje de expansión del lecho se define como la relación del incremento de volumen en el lecho vs. el volumen original. Esta expansión del lecho depende del flujo de retrolavado y la temperatura del fluido.

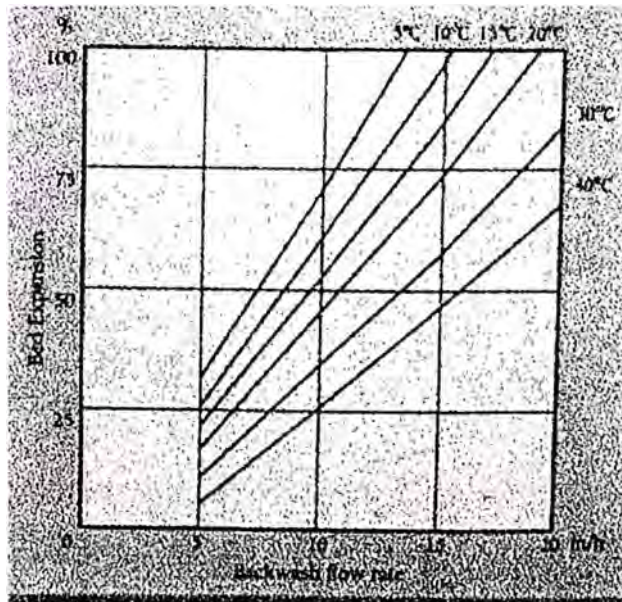


Figura 3: Expansión del lecho en función de la velocidad de flujo de contralavado y la temperatura.

2.2.3.5 Estabilidad física

Está relacionada a la vida útil de la resina, la rotura y el agrietamiento excesivo de las cuentas puede estar causado por impacto térmico u osmótico, lavado a contracorriente inadecuado, ensuciamiento de la resina, caudales excesivos o lechos de resinas demasiado grandes. La estructura de los

materiales de intercambio se espera, debe ser resistente a condiciones de degradación física.

2.2.4 Propiedades químicas

2.2.6.1 Capacidad de Intercambio

La capacidad referida a la capacidad total de intercambio se determina mediante técnicas analíticas. La capacidad total de volumen húmedo es el número total de puntos de intercambio disponibles por unidad de volumen de resina hinchada. La capacidad total de volumen húmedo es la capacidad teórica o máxima que la resina puede demostrar en cualquier aplicación de intercambio iónico acuoso. Se expresa normalmente como mili equivalentes por mililitro (meq/ml), miligramos por litro (mg/l), gramos de CaCO_3 por litro ($\text{g (CaCO}_3\text{)/l}$) ó kilogramos de CaCO_3 por pie³ ($\text{Kgrain (CaCO}_3\text{)/ft}^3$).

2.2.6.2 Equilibrio de dilatación

La dilatación es principalmente resultado de una hidratación de los grupos y iónicos fijos. Los volúmenes de resina cambian con la conversión a formas iónicas diferente grado de hidratación, por ejemplo al pasar de una forma Na^+ a una H^+ .

Por ejemplo para la resina Amberlite IR120, catiónica fuerte en estado $\text{H}^+ - \text{Ca}^+$ se espera un 5 - 9% de hinchamiento ó dilatación reversible, esto debe tenerse en cuenta durante el diseño del equipo para que la proporción de la cámara de expansión y la distancia del distribuidor de regenerante a la resina se mantenga correcta.

2.2.6.3 Equilibrio iónico

Como se mencionó anteriormente, las reacciones de intercambio iónico son reversibles, con un exceso de regenerante puede convertirse completamente a la forma sal deseada. Sin embargo, si existe una cantidad limitada del regenerante en contacto suficiente, se establece un equilibrio que depende las proporciones de los iones, puntos activos y selectividad de la resina.

2.2.6.4 Cinética del intercambio iónico

No se profundizará en los aspectos cinéticos del intercambio iónico, sin embargo es necesario mencionar que por ser procesos difusionales los que gobiernan la velocidad de intercambio iónico, la velocidad de reacción dependerá de la estructura de la resina: tamaño de partículas y grado de entrecruzamiento.

2.2.6.5 Selectividad de las resinas

La selectividad relativa es una propiedad química que depende de muchos factores, no se ha determinado de manera cuantitativa un método para la predicción de la selectividad. Existen reglas resultadas a partir de diversas pruebas, que nos pueden servir como referencia acerca del comportamiento de esta importante propiedad.

Así, en soluciones acuosas diluidas y a temperaturas normales, la selectividad aumenta con:

- a. La valencia de los iones: $\text{Na}^+ < \text{Ca}^{2+} < \text{Th}^{3+}$
- b. El aumento del número atómico: $\text{Li} < \text{Na} < \text{K} < \text{Ca} < \text{Mg} < \text{Ba}$

Los puntos de intercambio de la resina atraen y retienen a los iones cargados. La fuerza de retención no es la misma para todos los iones. Existe un orden claro de preferencia (afinidad ó selectividad), el cual varía según las condiciones y el tipo de resina y está relacionado con la densidad de carga del ion. En la tabla siguiente muestra una lista de afinidad de los iones para las resinas de ácido y base fuerte, usada comúnmente en los procesos de desmineralización.

Tabla N° 1: Lista de afinidad de las resinas: resinas de ácido fuerte y de base fuerte

Resina catiónica Ácido Fuerte	Resina aniónica Base Fuerte
Más Fuerte	Más Fuerte
Hierro férrico	Sulfato
Aluminio	Carbonato
Bario	Yoduro
Estroncio	Nitrato
Calcio	Fosfato
Cobre	Bisulfato
Zinc	Cloruro
Hierro ferroso	Bicarbonato
Magnesio	Hidróxido
Manganeso	Fluoruro
Potasio	Disilicato
Amoniaco	
Sodio	
Hidrógeno	
Más Débil	Más Débil

2.2.6.6 Estabilidad química

En general, las resinas de intercambio poseen una excelente resistencia química, muy por encima de las condiciones a las que se someten durante una operación normal. Sin embargo, la presencia de oxidantes en el fluido a tratar produce la rotura de los enlaces de DVB, y al cortarse estos enlaces se produce un alejamiento entre las cadena anteriormente ligadas y consecuentemente se hincha la esfera. Es por esto que se mide la humedad contenida en la resina como indicador de la estabilidad de la misma frente a la presencia de oxidantes. Trazas de Fe o Cu pueden actuar como catalizadores del fenómeno.

2.2.5 El ciclo del intercambio iónico

El ciclo de trabajo de una columna de intercambio comprende 4 etapas: contralavado, regeneración, enjuague y pasada. La resina de intercambio recién colocada en la columna debe ser sometida a un contralavado para clasificar adecuadamente las partículas del lecho y eliminar cuentas pequeñas o fracturadas y otros contaminantes que tenderán a flotar a la parte superior del lecho. Una vez asentado el material de intercambio se hace pasar la solución regenerante a través de la cama, luego se debe enjuagar vigorosamente para retirar el exceso de regenerante y el mismo consumido. Una vez finalizado el enjuague la columna se encuentra lista para operación y empieza la pasada del agua a tratar. Finalizada esta etapa reinicia nuevamente el ciclo con el contralavado.

2.2.6.1 Pretratamiento de la Alimentación

El pretratamiento de alimentación es un factor muy importante en la eficiencia total de la operación de intercambio iónico. Si la alimentación no está relativamente libre de materia coloidal o volumen suspendida, se presentarán problemas de canalización y otros en la resina.

Los coloides y sólidos en suspensión aun en pequeñas cantidades forman aglomeraciones que incrementan la caída de presión. Esto da como resultado un bajo rendimiento del lecho.

En general, se sugiere que la alimentación al lecho de resina debe ser clarificada dentro de un rango no mayor a las 50 ppm de sólidos en suspensión. Procesos de coagulación, sedimentación y filtración son procedimientos normales para alcanzar dicho objetivo. Durante la operación del lecho la etapa de contra lavado se comporta como un mecanismo de apoyo para reducir problemas asociados a un pretratamiento incorrecto.

2.2.6.2 Condiciones Ambientales

Los cambios de temperatura afectan las condiciones hidráulicas y la cinética de la operación. El coeficiente de intercambio se duplica cada 30° de aumento de temperatura. La temperatura está relacionada al aspecto hidráulico debido a que tiene relación directa con la viscosidad del agua, por tanto varía la expansión del lecho en el contra lavado y la caída de presión al pasar por el lecho de resina.

Tabla N° 2: Efecto de la temperatura sobre el mecanismo hidráulico de un intercambiador iónico en agua

Temperatura °C	Viscosidad del Agua, cp	Expansión del Lecho, %	Caída de Presión, bar/m
5	1.5	130	0.12
10	1.3	100	0.10
16	1.1	75	0.09
21	1.0	60	0.08
27*	0.8	50	0.07

*Caudal de $14.6 \text{ m}^3/\text{h m}^2$

2.2.6.3 Características de Intercambiador Iónico

El acondicionamiento del agua puede llevarse a cabo con un intercambiador sencillo, como sucede en el ablandamiento o con una combinación de muchas unidades cada una de las cuales tiene una función específica, como un sistema complejo de desmineralización. En general, todas las unidades tienen un recipiente con la resina de intercambio y configuraciones de válvulas y tuberías que permiten el flujo normal de servicio y la regeneración de la resina. La construcción habitual es similar a un filtro de presión.

El recipiente de intercambio generalmente es un tanque cilíndrico vertical cuyo diámetro y sección transversal

determinan la capacidad de caudal de servicio así como los caudales requeridos durante la regeneración.

El flujo uniforme a través del lecho es también una característica es por esto que el diseño de los colectores y distribuidores es crítico para una operación eficiente. Existen varios tipos de distribuidores y colectores, los distribuidores deben estar diseñados de tal manera que no generen turbulencias sobre la superficie del lecho ya que provocarían desniveles. En general, cuanto más ancho es un recipiente es más difícil conseguir una distribución uniforme del flujo. La mala distribución de la resina es más común en recipientes de mas de 1.5 m de diámetro.

2.2.6 Análisis de Problemas de Operación

Los principales defectos de operación de las unidades de intercambio iónico son: baja capacidad, baja calidad o dicho de otro modo, alta fuga y alta pérdida de carga. Dichos síntomas se pueden deber a diferentes causas. Al analizar cual es la causa del problema debemos seguir una serie de pasos, la práctica ayudará a evitar seguir pistas falsas y llegar rápidamente a la solución. A continuación explicaremos acerca de los principales defectos de operación:

2.2.6.1 Perdida de Capacidad

¿Ha aumentado la salinidad?

Diferentes épocas del año y fuentes de agua pueden variar la salinidad, es conveniente hacer análisis para prevenir los posibles cambios en la capacidad y en las regeneraciones.

¿Se ha perdido resina?

Una forma sencilla de contestar esta pregunta es midiendo la altura del lecho, cubriendo si fuese necesario la columna. Se debe tener en cuenta que dicha comparación se debe efectuar en la forma que fue embarcada la resina, por lo general las resinas fuertes se embarcan en forma agotada y las débiles en forma regenerada.

¿Se está efectuando una regeneración adecuada? ¿El nivel de regeneración es el adecuado?

Se puede determinar verificando el consumo de regenerante entre el número de regeneraciones efectuadas en el mismo período. Una vez obtenido este dato podemos compararlo con la información recomendada por el fabricante del equipo.

¿La distribución es la adecuada? ¿En que proporción se regenera la resina?

Efectuando un análisis de elución se puede determinar si existen zonas muertas en la columna, estas ocasionan problemas no solo durante la regeneración sino durante la operación del equipo.

¿El flujo de regenerante es el adecuado?

Esto es importante ya que si este fuese muy lento se podría obtener un estado de equilibrio, quedando algunos grupos activos sin regenerar. Por otro lado un flujo demasiado elevado es negativo por el escaso tiempo de contacto que permite.

¿La concentración del regenerante es la adecuada?

La concentración debe verificarse muestreando el influente en la unidad de intercambio iónico. Debe verificarse que sea la recomendada por el fabricante de la resina.

¿Están trabajando con exactitud los medidores de caudal?

¿Se está midiendo con exactitud el punto final del ciclo?

La capacidad está determinada por el punto final y este depende del método analítico empleado. Es conveniente verificar periódicamente la precisión de los instrumentos de determinación.

¿Se encuentra la resina en adecuadas condiciones?

Una vez evaluadas todas las condiciones de operación y verificado que todas sean las adecuadas, es conveniente extraer una muestra representativa de la resina para someterla a análisis.

2.2.6.2 Baja calidad del producto

Fuga de alcalinidad

La fuga de alcalinidad en la resina aniónica débil puede deberse a una regeneración insuficiente. Debe tenerse en cuenta que el regenerante debe ser cuando menos igual al 110% del teórico estequiométrico de la capacidad de la resina débil.

Fuga de dureza

La fuga de dureza se puede deber a precipitación del sulfato de calcio de la unidad catiónica; en este caso la hidrólisis del

sulfato de calcio provoca la fuga de dureza. Es recomendable verificar la concentración de ácido sulfúrico a la que se hace la regeneración.

Fuga de sodio

Este problema puede deberse a regenerante contaminado, por ejemplo puede darse en el caso de una columna catiónica que se regenere en serie con la resina catiónica del lecho mixto; en estos casos parte del regenerante se puede encontrar con un alta concentración de sodio y se recomienda descartar el primer 15 - 20 % de la solución regenerante que sale del lecho mixto. Debe verificarse al hacer algún cambio en el regenerante que la regeneración sea completa, los fabricantes de resinas comúnmente entregan información que relaciona el % de fuga de sodio al nivel de regeneración.

En el caso de las resinas aniónicas se puede presentar fuga de sodio causada por fuga de la misma resina catiónica, esta puede depositarse en el fondo de la columna aniónica y cuando se regenera la columna, la resina se satura con iones sodio los cuales se liberan lentamente durante el paso de servicio. Un análisis de agua de muestras tomadas a la salida de la unidad catiónica y de la aniónica, mostrará una fuga mayor en la unidad aniónica que en la catiónica.

Fuga de sílice

Esto se puede presentar en resina aniónicas tanto débiles como fuertes. En resinas débiles regeneradas en serie puede suceder que el regenerante usado que proviene de la resina fuerte y que está bastante cargado de sílice, al pasar por la resina débil alcance el punto isoeléctrico, precipitando la sílice sobre la resina. En ciclos posteriores la sílice se puede

redisolver aumentando la fuga de sílice. Para evitar este problema se sugiere descartar el primer 15 - 30% del regenerante. En el caso de las resinas de aniónicas de base fuerte, la fuga de sílice puede deberse a varias causas como por ejemplo la pérdida de grupos activos fuerte, la contaminación o ensuciamiento con materia orgánica o la acumulación de sílice debido a condiciones de regeneración deficientes.

Problemas de las resinas aniónicas de base fuerte

Las resinas aniónicas de base fuerte son muy sensibles a la temperatura y se degradan rápidamente. Se recomienda que las resinas del tipo I no sean utilizadas a temperaturas mayores a 60°C y las del tipo II a temperaturas por encima de 40°C. La degradación de los grupos funcionales de la resina provoca fuga de sílice por lo que importante mantener la operación dentro de los límites recomendados. Otro de los graves problemas de estas resinas es su tendencia a la contaminación con materia orgánica, esta puede manifestarse como baja de pH, alta conductividad, fugas de sílice mayor y aumento en el agua necesaria para el enjuague.

Contaminación orgánica de las resinas

Para prevenir la contaminación orgánica se recomienda seleccionar resinas especialmente resistentes como las acrílicas o las estirénicas macroreticulares, pero aún en estos caso se sugiere efectuar tratamiento periódicos con salmuera alcalina (NaCl 10%: NaOH 2%); la frecuencia puede ser desde una vez por mes a una por año, dependiendo de las características del agua de alimentación al sistema y del tipo de resina aniónica en operación.

Solo en el caso de que el tratamiento con salmuera no sea efectivo puede determinarse efectuar una limpieza con una solución de hipoclorito de sodio al 1%, teniendo en cuenta que este procedimiento puede degradar los sitios activos de la resina. Dichos métodos de limpieza cuentan con procedimientos detallados y no deben ser efectuados sin consultar al proveedor del sistema.

Contaminación con hierro

El hierro puede presentarse en forma de suspensión insoluble, en esta forma se separa del agua por filtración, depositándose en forma sólida sobre el lecho de resina. Puede encontrarse también en forma de solución ferrosa pero oxidarse a forma férrica antes de la unidad de intercambio catiónico. Por último, la resina catiónica puede adsorber el hierro soluble en forma ferrosa, el cual se oxida a forma férrica dentro de la resina.

El hierro en suspensión se puede eliminar mediante un retrolavado prolongado antes de la regeneración. Cuando ocurren precipitaciones antes de la unidad catiónica, estas se presentan en forma de un precipitado gelatinoso y pegajoso de hidróxido férrico que recubre generalmente las perlas de resina envenenándolas y haciéndoles perder su capacidad.

Se recomienda en este último caso efectuar una limpieza con hidrosulfito de sodio a fin de reducir el hierro al ión ferroso que es más soluble. Este procedimiento solo debe usarse en las resinas catiónicas, ya que el hidrosulfito de sodio se deposita en los grupos funcionales aniónicos y puede formar polímeros que inutilizan la resina.

Crecimiento de algas y bacterias

Algunas resinas de intercambio tienden a acumular algas y bacterias, esto puede ser contraproducente no solo en aplicaciones farmacéuticas o alimentarias sino también para la operación normal de las unidades ya que los crecimientos pueden llegar a obstruir los conductos de distribución, colectores y causar baja de eficiencia por un mal funcionamiento de los mismos. Para corregir esto existen procedimientos de esterilización con permanganato de potasio o con agentes de cloro lentos ó de liberación controlada, como por ejemplo "Halane" suministrado por BASF. Estos agentes contrariamente al procedimiento con hipoclorito son menos agresivos y pueden ser usados de manera rutinaria.

Para aplicaciones donde se requiera obtener un producto libre de bacterias el intercambio iónico debe ser complementado con otros procedimientos como filtros micrónicos, adsorbentes de bacterias, o ultrafiltración.

Precipitación de sulfato de calcio

Este problema se presenta cuando se sobrepasa el límite solubilidad del sulfato de calcio ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), comúnmente durante el uso de ácido sulfúrico como regenerante de una resina catiónica que trata agua con calcio. La concentración de saturación es de 2000 ppm a 25° C, la insolubilidad aumenta con la temperatura por lo que este precipitado es muy difícil de eliminar. Siempre en estas condiciones, la posibilidad de precipitación del sulfato de calcio está latente, ya que siempre se está excediendo el límite de solubilidad durante la regeneración; lo que realmente permite utilizar ácido sulfúrico como regenerante es la facilidad de esta sal para formar soluciones sobresaturadas.

Entre las técnicas para eliminar este precipitado están la de efectuar retrolavado con agua blanda; también existen procedimientos con sales de EDTA, aunque estos últimos son costosos y requieren de precauciones especiales.

El tratamiento más común consiste en la limpieza con ácido clorhídrico, aunque la disolución del precipitado es bastante lenta y es necesario repetir el procedimiento periódicamente hasta solucionar el problema. A través de los años y en base a la experiencia se han establecido algunas reglas empíricas condensadas en la tablas 3 y 4.

Tabla N° 3: Recomendaciones para la distribución del regenerante, Regeneración con ácido sulfúrico (66°Bé/96%W).

Nivel de Regeneración Kg./m ³	Kg. al 2%	Kg. al 4%	Kg. al 6%	Kg. al 8%
50	50			
65	30	35		
80	30	50		
100	30	30	40	
110	30	40	40	
130	30	50	50	
145	30	30	40	45

Tabla N° 4: Concentraciones recomendadas para el regenerante y caudal de inyección. Regeneración con ácido sulfúrico (66°Bé/96%W).

Calcio Influyente %	Caudal de Inyección m ³ /h m ³	Calcio Influyente %	Máx. concentración H ₂ SO ₄ %
100	16	0	10
75	12	20	4
50	8	40	3
25	4	60	2
0	4	100	1

Acumulación de sílice

Cuando no se efectúan regeneraciones completas en resina aniónicas fuertes y como resultado de los cambios de pH, la sílice que queda en la resina puede acumularse y polimerizar formando cadenas. La acumulación de sílice coloidal se puede presentar en las resina aniónicas débiles puede agravarse por la presencia de materia orgánica en la propia resina.

En estos casos se recomienda efectuar un regeneración con soda cáustica tibia (NaOH al 2% en peso, 130 - 160 g/l de resina), teniendo en cuenta la sensibilidad de estas resinas a la temperatura (Aniónicas estirénicas Tipo I o catiónicas: 50°C; Aniónicas acrílicas Tipo I o Aniónica estirénicas tipo II: 35°C).

Precipitación de sulfato de bario

Este puede ser un problema muy serio, causado aún por la presencia de cantidades muy pequeñas de bario en el agua cruda. Es frecuente en las cercanías a las áreas de perforación de pozos en los que se emplee baritas en los procesos de perforación. Se han empleado con éxito procesos de limpieza con EDTA, los productos adecuados para estos procedimientos pueden ser adquiridos a compañías de servicio químico.

Un tratamiento con resultados aceptables es la limpieza repetida con ácido clorhídrico. El sulfato de bario depositado en los colectores es prácticamente imposible de eliminar por medios químicos.

2.2.6.3 Pérdida de Carga Excesiva

La pérdida de carga a través de una columna depende de 2 componentes: la pérdida de carga del equipo y la del componente de la resina. Para diferenciar si la pérdida de carga se debe o no a este último, es conveniente instalar manómetros en los compartimentos superior e inferior de la columna para diferenciar el efecto de los componentes. Dichos manómetros deben revisarse frecuentemente y estar calibrados.

3. Desarrollo del Tema

3.1. Antecedentes

La planta de tratamiento de agua pertenece a un empresa dedicada a producción de ácido nítrico y sus derivados. Se encuentra ubicada en zona costera, cercana al mar. Cuenta con 02 pozos (Norte y Sur) para alimentar sus requerimientos de agua. Tiene como función producir agua tratada para alimentar 02 calderos de acuotubulares de alta presión que usan el vapor generado tanto para procesos como generación de electricidad usando turbinas.

Cuenta con un ablandador continuo de cono invertido (Wirbos), 02 filtros de lecho y un tren de desmineralización con 02 columnas catiónicas, 02 columnas aniónicas y un desgasificador. El rendimiento promedio reportado, de producción de agua del sistema, por ciclo es de 150 m³.

Luego de un largo período de parada y con el objetivo de reiniciar las operaciones de producción, se reacondicionaron los equipos de la planta y como primera medida se efectuó la evaluación de las condiciones de la resina en el tren de desmineralización, determinando que se requería efectuar un lavado de las resinas tanto catiónica como aniónica de las columnas 1 y 2 para reactivar los puntos de intercambio de las resinas y a su vez mejorar la capacidad de intercambio reducida debido a contaminación durante su uso obteniéndose los siguientes resultados:

Tabla N° 5: Resultados del Tratamiento Químico a las Resinas

	% Eficiencia de intercambio antes del lavado	% Eficiencia de intercambio después del lavado
Catiónico 1	51.06	57.00
Catiónico 2	48.09	76.70
Aniónico 1	51.08	56.00
Aniónico 2	49.67	80.00

Los procedimientos usados para el lavado de las resinas correspondieron a los proporcionados por los proveedores de los productos químicos. Se aplicó limpieza con un producto "A" relacionado al Ácido Clorhídrico a los Catiónicos y otro producto "B" relacionado a la Soda Cáustica para los Aniónicos.

Vistos los porcentajes de eficiencia obtenidos después del lavado, se determinó realizar el cambio de resina en los filtros Catiónico 1, Catiónico 2 y Aniónico 1.

Los filtros catiónicos 1 y 2 se llenaron con 2200 litros de resina nueva Amberlite IR120, equivalente a una altura de 1355 milímetros dejando un espacio libre de 1345 milímetros. Los filtros una vez cargados con la resina se dejaron inmersos con agua filtrada listos para ser regenerados e ingresar a producción.

El filtro Aniónico 1 se lleno hasta un volumen total de 1900 litros con resina nueva Amberlite IR420, dejándose esta resina inmersa en agua desmineralizada, quedando lista para su regeneración e ingresar a producción.

La densidad promedio de esta mezcla de resina es de 0.76 kg/lt. Para el filtro aniónico 2 no se efectuó el cambio de la resina por haber recuperado su eficiencia al 80% luego del lavado. Al igual que el caso anterior la resina quedó inmersa en agua desmineralizada, quedando lista para su regeneración e ingresar a producción.

Luego de un período de operación de tres meses se presentaron problemas en la calidad el agua a la salida del tren de desmineralización. Los parámetros de calidad del agua se encuentran fuera del rango esperado presentándose como principal problema una dureza remanente del orden de 2 a 4 ppm a la salida de las columnas aniónicas.

Se efectuó entonces una evaluación de los parámetros de operación de la planta para determinar los factores causantes del problema. Estos factores se pueden agrupar de la siguiente manera:

- Baja calidad del agua fresca a tratar
- Deficiente estado mecánico de la planta
- Problemas en el control del proceso de regeneración

La reducción eficiencia de la planta un incremento en los costos de operación para requerirse efectuar regeneraciones con mayor frecuencia de lo normal, asimismo el problema de fuga de dureza ocasiona deterioro de los equipos de generación de vapor por formación de incrustaciones.

3.2. Descripción del Procedimiento de Operación

El agua de pozo es ablandada parcialmente con cal en frío en el carbonatador cónico (WIRBOS). La alimentación de agua cruda al carbonatador es controlada mediante una válvula automática. La solución de lechada de cal es preparada en otra planta y enviada a un tanque agitado en la planta de tratamiento de agua (SR 101), desde aquí es alimentado al carbonatador a razón de $0.25 \text{ m}^3/\text{h}$ en promedio mediante bomba de pistón. Es común modificar manualmente durante operación la carrera de la bomba según la Alcalinidad P que se presente en el agua a la salida del carbonatador, la alcalinidad varía por efecto de fluctuaciones en el flujo de agua de alimentación al equipo, mientras se mantiene constante la alimentación de solución de cal.

El efluente del carbonatador es enviado a los 2 filtros de lecho en serie. El agua filtrada va a un tanque donde es diluida para reducir el exceso de dureza en la alimentación al desmineralizador, esto se lleva a cabo mediante una corriente de reciclo de agua desmineralizada del tanque de almacenamiento y retorno de vapor condensado proveniente de la planta de ácido nítrico diluido. El caudal de reciclo es actualmente variado por los operadores según cuanta dureza se presente a la salida de la columna aniónica para atenuar el problema.

Posteriormente el agua es bombeada al tren de desmineralización, el cual cuenta con 2 columnas catiónicas, un desgasificador y 2 columnas aniónicas. El desgasificador actúa como reductor de la alcalinidad para evitar la saturación de la resina aniónica.

Actualmente los trenes no operan de manera correspondiente, es decir la regeneración se realiza de manera independiente según el orden en que agoten. Para la regeneración de las columnas catiónicas se utiliza ácido sulfúrico al 98% alimentado en 2 etapas como soluciones al 2 % y 4% en volumen aproximadamente, la dilución del ácido se efectúa en línea controlando los caudales de ácido concentrado y agua manualmente mediante válvulas y rotámetros.

El nivel de regeneración estimado en la resina catiónica es de 10.6 lb/ft³ (169.8 Kg/m³). Las columnas aniónicas son regeneradas con NaOH al 4.7% en volumen del mismo modo, con un nivel de regeneración estimado de 3.9 lb/ft³. La producción de cada columna es variable.

El agua desmineralizada, finalmente es enviada a un tanque de almacenamiento desde allí es enviada a la planta de fuerza como agua de alimentación a los calderos de alta presión.

3.3. Especificaciones de la calidad de agua requerido

Los siguientes datos corresponden a la calidad de agua de alimentación sugerida para obtener un funcionamiento confiable y continuo en calderos acuotubulares. Para nuestro caso se requiere alimentar 02 calderos acuotubulares de 600 psig. Los parámetros a continuación son los proporcionados por la ABMA - Asociación Americana de Fabricantes de Calderos. Sin embargo, dichos parámetros están sujetos a variaciones y deben ser contrastados con la información proporcionada por los fabricantes de los equipos y los

límites permisibles sugeridos, según el programa de tratamiento químico a la que se encuentren sujetos.

Tabla N° 6: Rangos Sugeridos para Calderos Acuotubulares

Presión (psig)	Hierro (ppm)	Cobre (ppm)	Dureza (ppm CaCO ₃)
0 - 300	0.100	0.050	0.3
301 - 450	0.050	0.025	0.3
451 - 600	0.030	0.020	0.2
601 - 750	0.025	0.020	0.2
751 - 900	0.020	0.015	0.1
901 - 1000	0.020	0.015	0.05
1001 - 1500	0.010	0.010	-
1501 - 2000	0.010	0.010	-

Para valores más detallados referidos a calderos de 600 psig, se puede tomar los datos presentados en la tabla del Anexo I: Límites Sugeridos de la calidad del agua.

3.4 Análisis de las Condiciones Operativas del Sistema

Datos completados según las condiciones operativas de la planta durante el período de evaluación.

3.4.1 Ablandador continuo de cono invertido

Alimentación de agua cruda:	120	m ³ /h
Alimentación de lechada de cal:	0.25	m ³ /h
Concentración de cal:	125	Kg de Cal/m ³
Consumo Estimado de Cal :	250 - 300 Kg/8Hrs.	
Reposición de masa de contacto:	Estimada 30% cada 3 meses, según de requiera.	

3.4.2 Columnas Catiónicas

Diseño

Marca de la Resina:	Amberlite IR120
Tipo:	Catiónica de Base Fuerte ciclo
Hidrógeno	
Volumen:	2200 l
Altura de lecho, húmedo:	1.35 m
Espacio libre:	1.34 m
Diámetro:	1.4 m
Altura total	3 m
Flujo de alimentación	15 -18m ³ /h
Fuente de alimentación:	Agua Salida de filtros + reciclo de Condensado + agua desmineralizada
Producción promedio reportada:	110 m ³ /h

Retrolavado

Fuente:	Agua filtrada
Flujo:	18 m ³ /h
Temperatura:	Ambiente 18 - 25°C
Tiempo:	15 - 20 min.
Volumen promedio efluente:	5.25 m ³

Regeneración

Regenerante:	H ₂ SO ₄ (98% en peso)
Densidad del ácido 98% w a 20° C:	1836.1 Kg/m ³
Preparación:	Dilución en línea
Diluyente:	Agua filtrada
Densidad del agua de dilución:	1000 Kg/m ³

Control de flujos: Manual, válvulas - rotamétros
 Se Fijan: Flujo de ácido concentrado y agua de dilución.

Etapa 1

Tiempo promedio 1ra etapa:	Solución al 3.4% en peso 25 min.
Caudal de ácido concentrado, 98% w:	0.35 m ³ /h
Caudal de agua de dilución:	18 m ³ /h
Caudal de solución regenerante:	18.35 m ³ /h
Conc. de la solución regenerante calculada:	3.4 % en peso 1.9 % en volumen
Densidad de la solución regenerante:	1025 Kg/m ³
Volumen total de solución:	7.6 m ³
Peso total de solución:	7837.0 Kg.
Peso de ácido puro (100% peso):	265.2 Kg.
Peso de ácido 98% w requerido:	270.6 Kg.

Etapa 2

Tiempo promedio 2da etapa:	Solución al 6.8% en peso 5 min.
Caudal de ácido concentrado, 98% w:	0.75 m ³ /h
Caudal de agua de dilución:	18 m ³ /h
Caudal de solución regenerante:	18.75 m ³ /h
Conc. de la solución regenerante calculada:	6.8 % en peso 4.0 % en volumen
Densidad de la solución regenerante:	1045.4 Kg/m ³
Volumen total de solución:	1.6 m ³
Peso total de solución:	1633.4 Kg.
Peso de ácido puro:	111.8 Kg.
Peso de ácido 98% W requerido:	114.0 Kg.

Volumen promedio de efluente:	9.2 m ³ /etapa
Consumo de total de ácido esperado:	382 Kg/regeneración
Nivel de regeneración:	173.8 Kg/m ³ de resina 10.84 lb/pie ³ de resina

Capacidad de intercambio esperada (De tablas):	17.5 Kgranos (CaCO ₃)/pie ³ 801.5 meq/l
---	---

Dureza máxima posible de tratar: Referida al nivel de regeneración. Considera eficiencia 100% y ciclo de 8 h a 18 m ³ /h	612.3 ppm
---	-----------

Enjuague

Calidad de agua usada:	Agua desmineralizada
Tiempo:	25 min.
Flujo de enjuague:	18 m ³ /h

Volumen promedio de efluente: 7.5 m³/etapa

3.4.3 Columnas Aniónicas

Diseño

Marca de la Resina: Amberlite IR 420
 Tipo: Aniónica de base fuerte
 Volumen húmedo: 1900 l
 Altura de lecho: 1.4 m
 Espacio libre: 1.35 m
 Diámetro: 1.4 m
 Altura total: 3.0 m
 Flujo de Alimentación: 18 m³/h
 Fuente de alimentación: Salida de filtros + reciclo de condensado + agua desmineralizada
 Producción reportada: 130 m³/h

Retrolavado

Fuente: Agua desmineralizada
 Flujo: 18 m³/h
 Temperatura: Ambiente
 Tiempo: 18 min.
 Volumen promedio efluente: 5.25 m³/etapa

Regeneración

Regenerante: NaOH (50% en peso)
 Preparación: Dilución en tanque
 Diluyente usado: Agua desmineralizada
 Control de flujo: Manual, válvulas - rotamétros
 Concentración de aplicación: Solución al 4% (6 - 7° Bé)
 Densidad de la solución de regenerante: 1042.8 Kg/m³
 Caudal de regenerante: 4.0 m³/h
 Tiempo promedio: 42.5 min.
 Volumen promedio de efluente: 2.8 m³/etapa
 Consumo de reportado de regenerante: 120 Kg.
 Consumo estimado de regenerante: 118.2 Kg.
 Nivel de Regeneración: 63.2 Kg/m³ de resina
 3.94 lb/pie³ de resina

Enjuague

Calidad de agua: Agua desmineralizada
 Tiempo: 40 min.
 Flujo de enjuague: 18 m³/h
 Volumen promedio efluente: 12 m³/etapa

3.5 Cuadro de Análisis de Agua

Tabla N° 5: Análisis de Agua: Resultados promedio

Constituyente	Pozo sur	Salida Wirbos	Salida filtros	Alimentación Catiónicas	Salida catiónica 1	Salida catiónica 2	Salida aniónica 1	Salida aniónica 2
Dureza total	920	700	640	560	4	4	4	4
Cloruros	310	305	300	288			10	4
Sulfatos	365							
Sílice	25			10			0.1	0.1
HCO ₃ ⁻	245	60	12	36			0	1
CO ₃ ²⁻	0	20	8	8			8	4
OH ⁻	0	0	1	2			2	4
Alcalinidad M	245	80	20	44			10	8
Alcalinidad P	0	10	4	4			6	6
PH	7.3	8.2	8.2	8.3	2.4	2.3	8.4	10.1
TDS	1036						21.9	20.2

Observaciones acerca de la tabla:

1. Todos corresponden a valores representativos obtenidos durante la evaluación, expresados en ppm como carbonato.
2. El análisis de agua del pozo norte muestra una dureza total mayor que la alcalinidad M, indica que existe limitación para reducir la dureza así tenemos
 - a. Dureza de carbonato: 245 ppm
 - b. Dureza de no carbonato: 675 ppm
 La dureza de no carbonato o permanente requerirá acondicionamiento adicional no solo cal para depositarla.
3. La alimentación al tren desmineralizador es igual a la salida de los filtros mas un retorno de condensado.
4. Valores de TDS elevados.

4. Observaciones y Conclusiones

Como se mencionó anteriormente, existen 3 factores que sobre los cuales se originan los problemas en la planta. A saber:

4.1. Deterioro de la calidad del agua cruda.

Debido al deterioro de la calidad del agua de los pozos se ha visto incrementada la cantidad de cationes y aniones en el agua, lo cual afecta directamente el pretratamiento con cal haciéndolo ineficiente reduciendo la duración del tiempo de servicio de los trenes de intercambio.

La adición de cal, utilizada para el ablandamiento en frío en el carbonatador se hace insuficiente y deja de cumplir su labor de retirar el calcio del agua. Es necesario modificar la cantidad de cal y potenciarla con carbonato sódico para mejorar la eficiencia del equipo. La estimación inicial complementada con pruebas en planta utilizando cal (pureza estimada 60% / 600 Kg/día) y una solución de soda al 10% que contiene también carbonato sódico (17°Bé/0.575 m³) logró reducir la dureza total en la alimentación en un 37%, contra un 15% que era lo normalmente obtenido utilizando sólo cal.

En el anexo 3 se puede observar un cuadro con el balance de cationes para determinar la cantidad de cal y carbonato sódico necesarios para ablandamiento, es útil complementar estos cálculos con pruebas de jarras adicionales antes de implementar permanentemente el procedimiento en planta.

4.2. Deficiencias en el control de la regeneración.

El contenido de calcio y sulfatos en el agua de pozos y posteriormente en el agua de alimentación a los trenes de intercambio limita la regeneración con ácido sulfúrico. Al regenerar con ácido sulfúrico siempre existe riesgo de precipitación de sulfato de calcio sobre las cuentas de resina catiónica, pero lo que permite su uso es la facilidad que tiene esta sal para formar soluciones sobresaturadas. El sulfato de calcio origina pérdida de la capacidad de intercambio, canalizaciones del lecho y fugas. Es difícil de retirar y podrían ser necesarias variar limpiezas para lograrlo.

Actualmente no se controla adecuadamente las etapas de regeneración y las concentraciones de regenerante varían entre 1.9 y 4.2 % en volumen, esto corresponde a valores alrededor de 4 y 8 % en peso en cada etapa, aumentando el riesgo de precipitación del sulfato de calcio y el consecuente problema de fuga de dureza.

En las columnas aniónicas se observó que el caudal de regenerante y tiempo de contacto (4.0 m³/h y 42.5 min.) correspondientemente representan para el caso del caudal un valor que se encuentra en límite mínimo sugerido por el fabricante de la resina y para el tiempo de contacto un valor por debajo del mínimo sugerido de 60 min. para garantizar un regeneración efectiva.

4.3. Deterioro de los equipos

Es importante alcanzar una condición regular en la operación del carbonatador para no tener variaciones continuas en la calidad de agua de alimentación a los trenes de intercambio que afecten su

rendimiento. Durante el levantamiento de datos se observó que existía irregularidad en el flujo de alimentación al carbonatador, mientras que este variaba entre 150 - 220 m³/H, la alimentación de solución de cal al mismo se mantenía constante o si se variaba, dicha variación no era suficiente para alcanzar las condiciones adecuadas de operación en el equipo reduciendo así la eficiencia en esta etapa. Esta condición se solucionó reparando la válvula automática responsable del control del flujo de alimentación al equipo. Efectuado este trabajo el flujo de alimentación se regularizó y las fluctuaciones se redujeron considerablemente.

Los flujos de enjuague y contralavado son regulados por los operadores de acuerdo a su experiencia en el manejo de los equipos. No existen medidores de flujo para controlar estas etapas, los contadores se encuentran instalados a la entrada de las columnas catiónicas y a la salida de las aniónicas. Existen rotamétros para el control de los flujos de ácido, agua de dilución y soda diluida para las regeneraciones según corresponde, pero no se encuentran en óptimas condiciones.

5. Recomendaciones

Controlar adecuadamente la etapa de pretratamiento anterior a la desmineralización. La relación entre alcalinidad parcial y total debe mantenerse en el WIRBOS cerca a 0.5 para asegurar la deposición efectiva del carbonato cálcico, esto se da a un pH de alrededor de 9.2. La adición de carbonato sódico sobre la actual dosificación se encuentra en evaluación, las dosis estimadas de carbonato de sodio y óxido de calcio se encuentran en el orden de las 700 ppm y 250 ppm correspondientemente, se espera alcanzar niveles de dureza total a la salida del equipo alrededor de las 500 ppm.

La fuga de sodio que pueda presentarse en las columnas catiónicas debe ser controlada regulando el nivel de regeneración, ya que el sodio puede ocasionar solubilización de la sílice capturada en las resinas aniónicas, lo que se puede traducir en una fuga de sílice de las columnas aniónicas.

Para solucionar el problema de la fuga de dureza ocasionado por la deposición de sulfato de calcio es necesario hacer una limpieza utilizando HCl en las siguientes proporciones: 96 Kg (100%) / m³ de resina, en solución al 4% inhibida con un 1% de formaldehído u otro inhibidor de corrosión, la solución debe ser alimentada a un flujo de 4 m³/H m³ de resina. Según esta recomendación las cantidades para nuestro caso serían las siguientes:

Tabla N° 6: Datos para procedimiento de Limpieza con HCl

Cantidad Necesaria de Ácido (Kg., al 100%)	211.2
Cantidad de Inhibidor (Kg.)	52.8
Flujo de Solución (m ³ /H)	8.8
Volumen de Solución 4 %(m ³)	5.19

Se sugiere contralavar fuertemente con agua descationizada antes de la limpieza, otras recomendaciones indican dejar "remojar" la resina por un periodo mínimo de 5 horas con la solución de HCl durante la limpieza para hacer más efectiva la remoción del sulfato cálcico. Finalmente, enjuagar con agua desmineralizada hasta eliminar el ácido. Una limpieza normalmente no es suficiente, el procedimiento deberá repetirse hasta lograr reducir la fuga de dureza. Si luego de efectuado el proceso se verifica que la fuga de dureza desaparece y al regenerar con H₂SO₄ esta se presenta nuevamente en un periodo corto, deberá tenerse en cuenta el realizar limpiezas periódicas con HCl o evaluar reemplazar permanentemente el H₂SO₄ por HCl.

La regeneración con H₂SO₄ se debe realizarse en 2 etapas según se explicó anteriormente, se recomienda que las soluciones no deban exceder el 4% en peso. Para este caso se sugiere que el 75% del total de ácido debe ser consumido en la primera etapa (solución 2% en peso, menos de 1.2% en volumen) para minimizar la precipitación del sulfato manteniendo el mismo nivel de regeneración y capacidad de intercambio. En contraparte el tiempo total de la etapa se duplica a aproximadamente 1 hora.

Recomendaciones para la Regeneración con Ácido Sulfúrico

Regenerante:	H ₂ SO ₄ (98% w)
Preparación:	Dilución en línea
Diluyente:	Agua filtrada

Se Fijan: Flujo de ácido concentrado y agua de dilución.

<u>Etapa 1</u>	Solución al 2.0% en peso
Tiempo sugerido 1ra etapa:	50 min.
Caudal de ácido concentrado, 98% w:	0.20 m ³ /h
Caudal de agua de dilución:	18 m ³ /h
Caudal de solución regenerante:	18.20 m ³ /h
Conc. de la solución regenerante calculada:	2.0 % en peso <i>1.1 % en volumen</i>
Densidad del regenerante (solución):	1011.8 Kg/m ³
Volumen total de solución:	15.2 m ³
Peso total de solución:	15345.6 Kg.
Peso de ácido puro (100% peso):	303.5 Kg.
Peso de ácido 98% w requerido:	309.7 Kg.

<u>Etapa 2</u>	Solución al 4.0% en peso
Tiempo sugerido 2da etapa:	7 min.
Caudal de ácido concentrado, 98% w:	0.42 m ³ /h
Caudal de agua de dilución:	18 m ³ /h
Caudal de solución regenerante:	18.42 m ³ /h
Conc. de la solución regenerante calculada:	4.0 % en peso <i>2.3 % en volumen</i>
Densidad del regenerante (solución):	1025.0 Kg/m ³
Volumen total de solución:	2.1 m ³
Peso total de solución:	2202.7 Kg.
Peso de ácido puro (100% peso):	88.5 Kg.

Peso de ácido 98% w requerido:	90.3 Kg.
Volumen promedio de efluente:	17.3 m ³ /etapa
Consumo de ácido esperado (98% en peso):	398 Kg/regeneración

Se sugiere instalar un tanque para la dilución del ácido concentrado para la regeneración ya que la dilución en línea produce variaciones en la concentración de salida de la solución ácida y es probable que exista deterioro en los puntos de mezcla por la súbita dilución que se efectúa debido al calentamiento y golpeteos que produce.

En resumen, para alcanzar la producción de agua requerida con las condiciones de calidad necesarias, se deberá tener en cuenta los siguientes puntos:

- a. Reducir la dureza del agua de alimentación al tren de desmineralización aplicando un procedimiento ablandamiento efectivo.
- b. Administrar adecuadamente las dosis de regenerante, es decir la cantidad de ácido/soda usada por volumen de resina para cada filtro para obtener una regeneración efectiva.
- c. Evaluar aumentar la cantidad de resina en cada columna para elevar la capacidad de producción. Esto puede verse limitado por condiciones de diseño de las columnas.

Otras opciones a evaluar usando resinas de intercambio son:

- Instalación de una columna de intercambio de lecho mixto a la salida de las columnas aniónicas para eliminar las trazas de cationes y aniones que pudiese presentar el agua a la salida del tren de desmineralización.

- Instalar una columna adicional solo con resina catiónica para asegurar eliminar los cationes producto de fugas.

Ambas columnas actuarían como pulidores y tendrían un periodo de operación muy largo y manteniendo siempre las condiciones adecuadas para evitar su contaminación.

Para un caso similar, adicionalmente a las opciones derivadas del uso de resinas de intercambio, tema de esta monografía, puede evaluarse también la factibilidad de instalar un sistema de osmosis inversa. En la práctica dicha opción no fue considerada por encontrarse ya instalado el sistema de desmineralización con resinas de intercambio.

6. Bibliografía

- Separación de Sólidos y Líquidos. Manual Técnico Nalco Chemical Co. Capitulo I Sección 1.1.1, 1.2.3 y 1.2.4. Edición 12/93.
- Sistemas de Intercambio Iónico. Solución a Problemas y Recomendaciones de Mantenimiento. Manual Técnico de Rohm and Hass Co.
- Seminario Técnico sobre efluentes y aguas industriales. Petróleos del Perú. 19 - 23 de Noviembre de 1979.
- Ion Exchange Data. Tables and Charts for Ion Exchange Professional. Rohm and Hass Company.
- Curso "Resinas de Intercambio Iónico para tratamiento de aguas". Ing. Javier Arbelaez. Rohm and Hass Colombia. Noviembre de 1988.
- Technical bulletin fluid process chemicals. Amberlite IR 120 Plus - Amberjet 1200.

7. Anexos

Anexo 1: Límites Sugeridos de la Calidad del Agua

<i>Tipo de Caldera:</i> Industrial de Tubos de Agua, uso continuo tipo tambor	
<i>Porcentaje de Agua de Reposición:</i> Hasta un 100% del agua de suministro.	
<i>Condiciones:</i> sin supercalentador, impulsores de turbina ni restricción del proceso basada en la pureza del vapor.	
<i>Objetivo de pureza del vapor saturado:</i> 1.0 mg/l TSD máximo	
<i>Presión de Operación en el Tambor:</i> 301 - 600 psig	
Agua de Suministro	
Oxígeno disuelto, mg/l antes de la adición del Eliminador de oxígeno	< 0.04
Oxígeno disuelto, mg/l después de la adición del eliminador de oxígeno	< 0.007
Hierro Total, mg/l Fe	< 0.050
Cobre Total, mg/l Cu	< 0.025
Dureza Total, mg/l CaCO ₃	< 0.3
Límites del pH a 25° C	7.0 - 10.5
Carbono Orgánico Total (TOC) no volátil, mg/l C	< 1
Materia Aceitosa, mg/l	< 1
Agua de Caldera	
Sílice, mg/l SiO ₂	< 90
Alcalinidad Total, mg/l CaCO ₃	< 850
Alcalinidad de hidróxido libre, mg/l CaCO ₃	No Especificada
Conductancia Específica, uS/cm a 25° C sin neutralización.	< 6500

ANEXO 2: EVALUACION DE PARAMETROS DE DISEÑO

DATOS OPERATIVOS

FLUJO DE AGUA A TRATAR: 79.3 gal/min 18 m³/h
TEMPERATURA DE OPERACIÓN: 68 °F 20.0 °C

ANALISIS DE AGUA:

ppm expresado como CaCO₃

Dureza Total	560
Na ⁺	50
Cationes Totales:	610
Cl ⁻	288
SO ₄ ²⁻	250
HCO ₃ ⁻	36
CO ₃ ²⁻	8
OH ⁻	2
SiO ₂	10
Aniones Totales:	594

PARAMETROS DE DISEÑO:

MAXIMA FUGA TOLERABLE DE Na ⁺ :	2 ppm
SiO ₂ :	< 2 ppm
Ciclo de Servicio:	12 h
Regenerantes:	NaOH 50 % en peso
	H ₂ SO ₄ 98 % en peso

DATOS DE FABRICANTE DE RESINAS:

RESINA CATIONICA DE ACIDO FUERTE:

NIVEL DE REGENERACION: 11 lb de H₂SO₄/pie³

CAPACIDAD DE OPERACIÓN: 17.4 Kgranos/pie³

De acuerdo a la capacidad de operación y de tablas.

CAIDA DE PRESION: 0.75 lb/pulg² / pie de lecho a 60 °F

VELOCIDAD LINEAL: 8.6 gal/min pie² de área transversal

FLUJO DE RETROLAVADO: 6.4 gal/min / pie² para una expansión de lecho del 60%

REQUERIMIENTOS DE ENJUAGUE: Mín Máx
25 50 gal / pie³ de resina, usar agua desionizada

RESINA ANIONICA DE BASE FUERTE:

NIVEL DE REGENERACION: 4 lb de NaOH/pie³

CAPACIDAD DE OPERACIÓN: 15.3 Kgranos/pie³

CAIDA DE PRESION: 0.85 lb/pulg² / pie de lecho a 60 °F

VELOCIDAD LINEAL: 8.5 gal/min pie² de área transversal

FLUJO DE RETROLAVADO: 2.6 gal/min / pie² para una expansión de lecho del 60%

REQUERIMIENTOS DE ENJUAGUE:	Mín	Máx	
	40	90	gal / pie ³ de resina, usar agua desionizada

Sugerido por etapas:	1er volumen equivalente al del lecho:	50 gal/min
	Volumen Restante:	150 gal/min

DISEÑO DE LA COLUMNA CATIONICA:

VOLUMEN DE AGUA A TRATAR POR CICLO: 57067.4 gal

CARGA TOTAL DE CATIONES EXPRESADA EN Kgranos: 2035.7 Kgranos / Ciclo, como CaCO₃

VOLUMEN DE RESINA:	77.8 pie ³	2.20 m ³
--------------------	-----------------------	---------------------

RELACION ESPACIO VELOCIDAD: (Debe encontrarse entre 1 - 5 gal/min pie ³)	1.0 gal/min pie ³ de resina OK
---	--

ALTURA SUGERIDA PARA EL LECHO:	4.5 pies	1.37 m
--------------------------------	----------	--------

AREA SECCION TRANSVERSAL:	17.3 pie ²	1.61 m ²
---------------------------	-----------------------	---------------------

VELOCIDAD LINEAL: (Debe encontrarse entre 4 - 10 gal/min pie ²)	4.6 gal/min pie ² OK	11.19 m/h
--	------------------------------------	-----------

DIAMETRO DE LA COLUMNA:	4.7 pies	1.43 m
-------------------------	----------	--------

Si se considera 100% altura libre del lecho para retrolavado:

ALTURA DE LA COLUMNA: 9.0 pies 2.74 m

CAIDA DE PRESION TOTAL DEL LECHO: 3.4 lb/pulg² 0.23 bar
 (No incluye perdidas por valvulas, conexiones, distribuidores ó colectores)

RETROLAVADO:

CAUDAL DE RETROLAVADO: 111 gal/min 25.1 m³/hr
 (Para una expansión de lecho de 50 -75 %)

REGENERACION:

ACIDO TOTAL REQUERIDO: 856 lb de H₂SO₄ / Ciclo 388.2 Kg

Dosificación sugerida por Etapas:

Solución al:	2 %	2538 gal de solución	Densidad de la Solución:	8.43 lb/pie ³
	4 %	1253 gal de solución	Densidad de la Solución:	8.54 lb/pie ³

Caudal de Alimentación de Regenerante:	Mín	Máx	
Se sugiere:	1	1.5	gal/min pie ³ de resina
Equivalente a:	77.8	116.7	gal/min
	17.7	26.5	m ³ /h

ENJUAGUE: Mín Máx

VOLUMEN TOTAL REQUERIDO PARA ENJUAGUE: 1945.1 3890.1 gal

FLUJO PARA ENJUAGUE: Enjuague Lento: 77.8 gal/min 17.7 m³/h
Enjuague Rápido: 116.7 gal/min 26.5 m³/h

DISEÑO DE LA COLUMNA ANIONICA:

VOLUMEN DE AGUA A TRATAR POR CICLO: 57067.4 gal

CARGA TOTAL DE CATIONES EXPRESADA EN Kgranos: 1982.3 Kgranos / Ciclo, como CaCO₃

VOLUMEN DE RESINA: 67.4 pie³ 1.91 m³

RELACION ESPACIO VELOCIDAD: 1.2 gal/min pie³ de resina
(Debe encontrarse entre 1 - 5 gal/min pie³) OK

ALTURA SUGERIDA PARA EL LECHO: 3.95 pies 1.20 m

AREA SECCION TRANSVERSAL: 17.1 pie² 1.59 m²

VELOCIDAD LINEAL: (Debe encontrarse entre 4 - 10 gal/min pie ²)	4.6 gal/min pie ² OK	11.34 m/h
DIAMETRO DE LA COLUMNA:	4.7 pies	1.42 m
Si se considera 100% altura libre del lecho para retrolavado: ALTURA DE LA COLUMNA:	7.9 pies	2.41 m
CAIDA DE PRESION TOTAL DEL LECHO: (No incluye perdidas por valvulas, conexiones, distribuidores ó colectores)	3.4 lb/pulg ²	0.23 bar
RETROLAVADO: CAUDAL DE RETROLAVADO: (Para una expansión de lecho de 50 -75 %)	44 gal/min	10.1 m ³ /h
REGENERACION: REGENERANTE:	SOLUCION DE SODA CAUSTICA AL 4%	
REQUERIMIENTO TOTAL DE HIDROXIDO:	269 lb	122.2 kg
DENSIDAD DE LA SOLUCION AL 4%:	8.68 lb/gal	1038.8 kg/m ³
TOTAL DE SOLUCION REGENERANTE:	776.2 gal/ciclo	2.94 m ³ /ciclo
FLUJO DE REGENERANTE:	33.7 gal/min	7.7 m ³ /h
ENJUAGUE:	Mín	Máx
VOLUMEN TOTAL REQUERIDO PARA ENJUAGUE:	2694.9	6063.6 gal
	10.2	23.0 m ³

FLUJO PARA ENJUAGUE:

1er BV	504.0 gal	50.0 gal/min
Restante	3875.3 gal	150.0 gal/min
1er BV	1.9 m ³	11.4 gal/min
Restante	14.7 m ³	34.1 gal/min