



ESPE

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

RECUPERACIÓN DE HIERRO PROVENIENTE DE ESCORIA PARA USO EN LA IMPREGNACIÓN DE CATALIZADORES SOPORTADOS.

Alumno: Carlos Jeanpier Yagos Arias

Directora: Ing. Caterine Donoso MSc.

Departamento de Energía y Mecánica, Carrera de Ingeniería Petroquímica.



- ❑ Introducción
 - ❑ Formulación del Problema
- ❑ Objetivos
- ❑ Metodología
 - ❑ Caracterización físico química de escoria
 - ❑ Molienda y tamizado
 - ❑ Lixiviación ácida
 - ❑ Diseño experimental
- ❑ Resultados experimentales
- ❑ Conclusiones y Recomendaciones



ESCORIA



Fig. 1 Horno del proceso de fabricación de hierro



Fig. 2 Escoria de acería

- ❑ Introducción
 - ❑ Formulación del Problema
- ❑ Objetivos
- ❑ Metodología
 - ❑ Caracterización físico química de escoria
 - ❑ Molienda y tamizado
 - ❑ Lixiviación ácida
 - ❑ Diseño experimental
- ❑ Resultados experimentales
- ❑ Conclusiones y Recomendaciones



OBJETIVO GENERAL

- Recuperar hierro proveniente de escoria para uso en la impregnación de catalizadores soportados.



OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar la composición química de la escoria proveniente del proceso de fabricación de acero, mediante técnicas analíticas como: fluorescencia de rayos X (XRF) y absorción atómica (AA).
- Evaluar el porcentaje de recuperación de hierro de escorias mediante lixiviación con ácido nítrico.
- Determinar las condiciones óptimas de lixiviación para alcanzar la mayor recuperación de hierro.
- Evaluar el comportamiento del ácido nítrico como solvente de lixiviación variando la concentración, temperatura, tiempo de agitación y porcentaje de sólidos.



- ❑ Introducción
 - ❑ Formulación del Problema
- ❑ Objetivos
- ❑ Metodología
 - ❑ Caracterización físico química de escoria
 - ❑ Molienda y tamizado
 - ❑ Lixiviación ácida
 - ❑ Diseño experimental
- ❑ Resultados experimentales
- ❑ Conclusiones y Recomendaciones



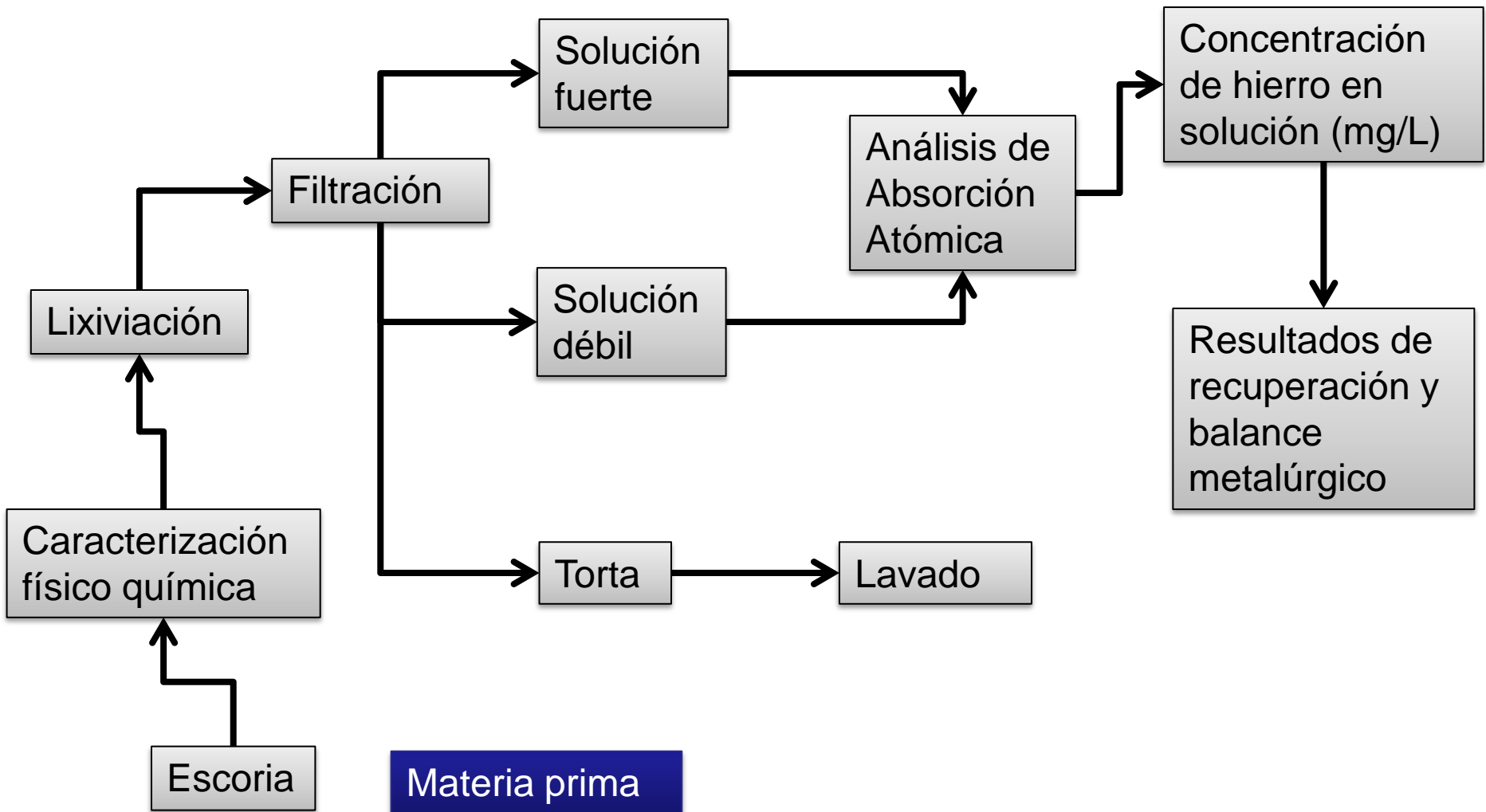




Fig. 3 Escoria de acería



Fig. 4 Tamiz vibratorio con malla N°8



Fig. 5 Molino de rodillos y bolas



Fig. 6 Tamiz vibratorio para deslamado con malla N°400

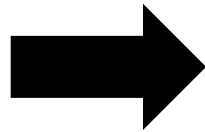
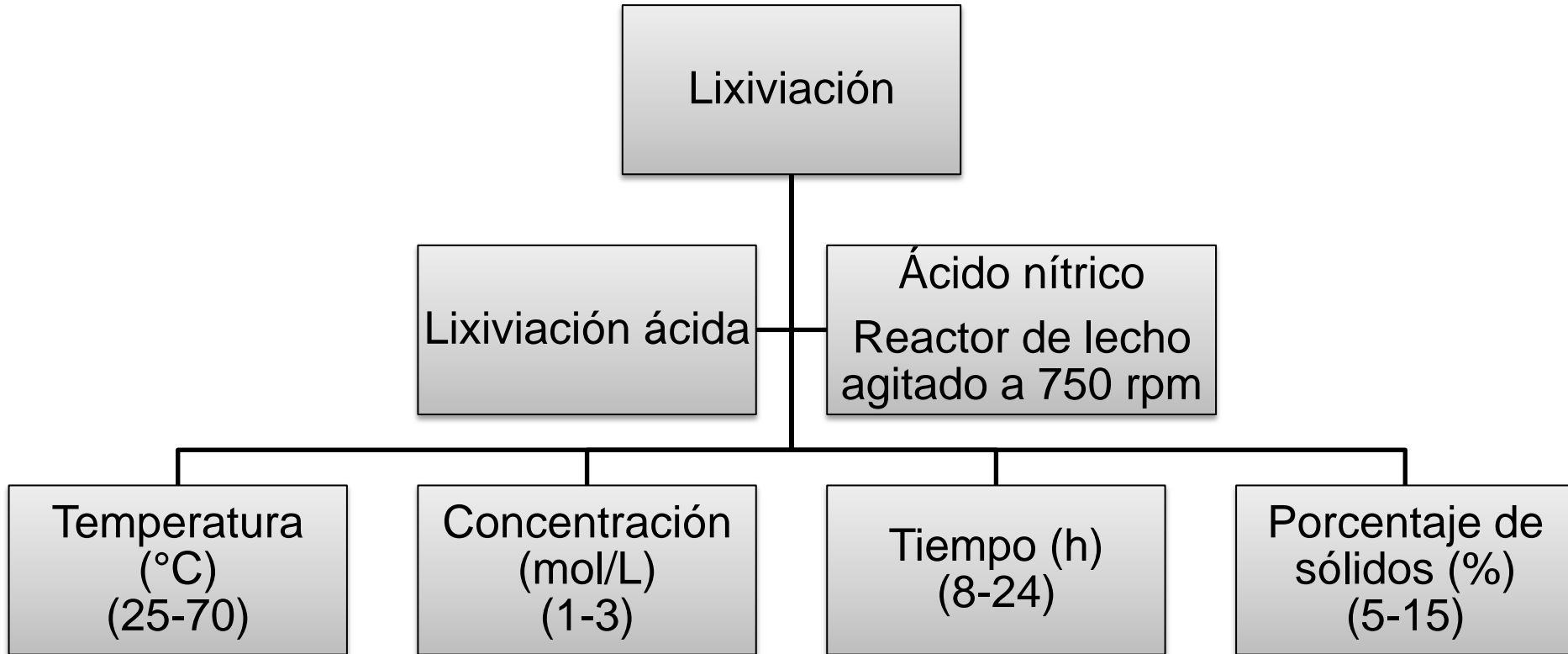


Fig. 7 Tamiz vibratorio para análisis granulométrico



Fig. 8 Fluorescencia de rayos X



Diseño experimental

Ensayo	Bloque	T (°C)	HNO ₃ (M)	Tiempo (h)	Sólidos (%)	Recuperación de hierro en solución (%)
1	1	47,5	2	16	3	Y1
2	1	70	3	24	5	Y2
3	1	47,5	2	16	18,409	Y3
4	1	47,5	0,5	16	10	Y4
5	1	47,5	2	16	10	Y5
6	1	25	1	8	5	Y6
7	1	70	1	8	15	Y7
8	1	70	3	8	5	Y8
9	1	47,5	2	16	10	Y9
10	1	47,5	2	29	10	Y10
11	1	20	2	16	10	Y11
12	1	25	1	24	5	Y12
13	1	70	1	24	15	Y13
14	1	47,5	2	3	10	Y14
15	1	80	2	16	10	Y15
16	1	25	3	24	10	Y16
17	1	47,5	3,6	16	15	Y17
18	1	25	3	8	15	Y18



Factores independientes	Valores				
	α	-1	0	1	α
Temperatura (°C)	20	25	47,5	70	80
Concentración HNO ₃ (M)	0,5	1	2	3	3,6
Tiempo (h)	3	8	16	24	29
Porcentaje de sólido (%)	3	5	10	15	18,4

- ❑ Introducción
 - ❑ Formulación del Problema
- ❑ Objetivos
- ❑ Metodología
 - ❑ Caracterización físico química de escoria
 - ❑ Molienda y tamizado
 - ❑ Lixiviación ácida
 - ❑ Diseño experimental
- ❑ Resultados experimentales
- ❑ Conclusiones y Recomendaciones





Resultados Análisis Fluorescencia de Rayos X

Solicitante: Srta. Germanía Maritza Toapana
Referencia: ST- 7448
Fecha: 13/07/2017

Muestras recibidas: Dos muestras sólidas denominadas:
Muestra 1: Catalizador gastado proveniente de hidrot ratamiento (Código cliente)
Muestra 2: Ceniza de horno de arco eléctrico (Código cliente)

El análisis químico de la muestra se realiza en el equipo de Fluorescencia de rayos X S8 Tiger, con el programa Spectra Pluss. A continuación se detallan los resultados obtenidos del análisis:

Elemento	Muestra 1	Elemento	Muestra 2
	Contenido %		Contenido %
Si	23,56	Ca	22,22
Al	20,55	Fe	14,95
La	3,08	Si	7,84
Ti	1,10	Al	4,87
Fe	0,66	Mg	4,66
V	0,17	Mn	3,24
Na	0,16	Cr	0,80
P	0,13	Ti	0,37
Ca	0,10	S	0,20
Ni	0,09	Ba	0,18
Mg	0,09	P	0,13
Zn	0,02	Na	0,07
Cu	0,02	V	0,06
Zr	0,01	Sr	0,05
S	0,01	Zn	0,04
		Cl	0,04
		K	0,02
		Cu	0,02

Ing. Alicia Guevara Ph.D.

Ing. Kleber Collantes
Responsable

Caracterización fisicoquímica

FRX

Análisis de cabeza = 14,95% Fe

Análisis granulométrico

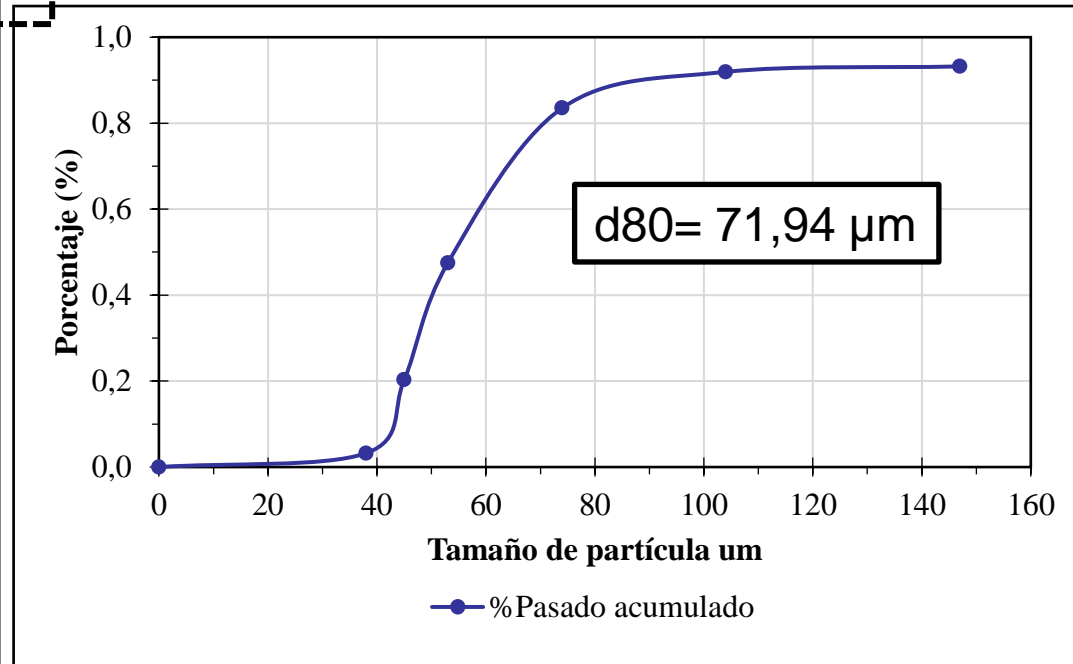


Fig. 9 Resultados de FRX

Fig. 10 Análisis granulométrico



Diseño experimental

Ensayo	Bloque	T (°C)	HNO ₃ (M)	Tiempo (h)	Sólidos (%)	Recuperación de hierro en solución (%)
1	1	47,5	2	16	3	58,485
2	1	70	3	24	5	71,073
3	1	47,5	2	16	18,409	0,003
4	1	47,5	0,5	16	10	0,013
5	1	47,5	2	16	10	36,59
6	1	25	1	8	5	43,099
7	1	70	1	8	15	0,05
8	1	70	3	8	5	73,84
9	1	47,5	2	16	10	36,43
10	1	47,5	2	29	10	35,107
11	1	20	2	16	10	34,271
12	1	25	1	24	5	23,313
13	1	70	1	24	15	0,002
14	1	47,5	2	3	10	41,14
15	1	80	2	16	10	40,165
16	1	25	3	24	10	85,466
17	1	47,5	3,6	16	15	53,315
18	1	25	3	8	15	79,614

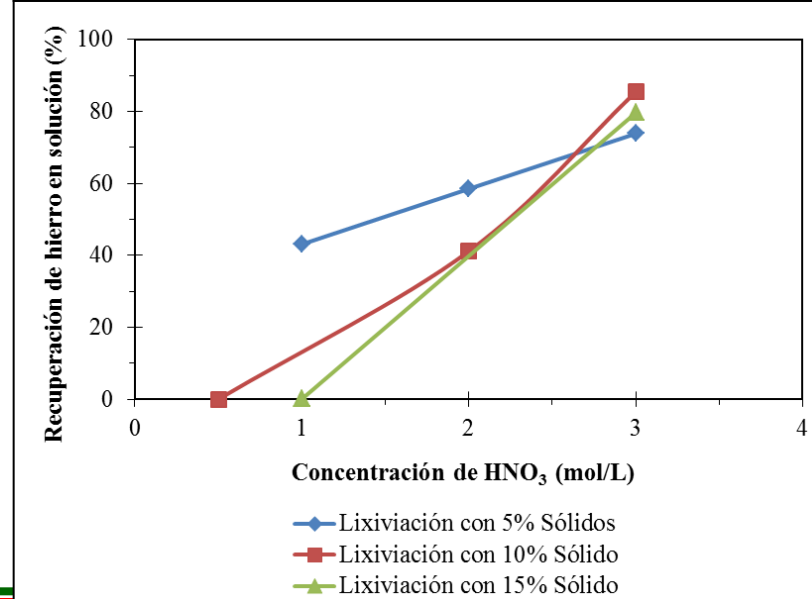
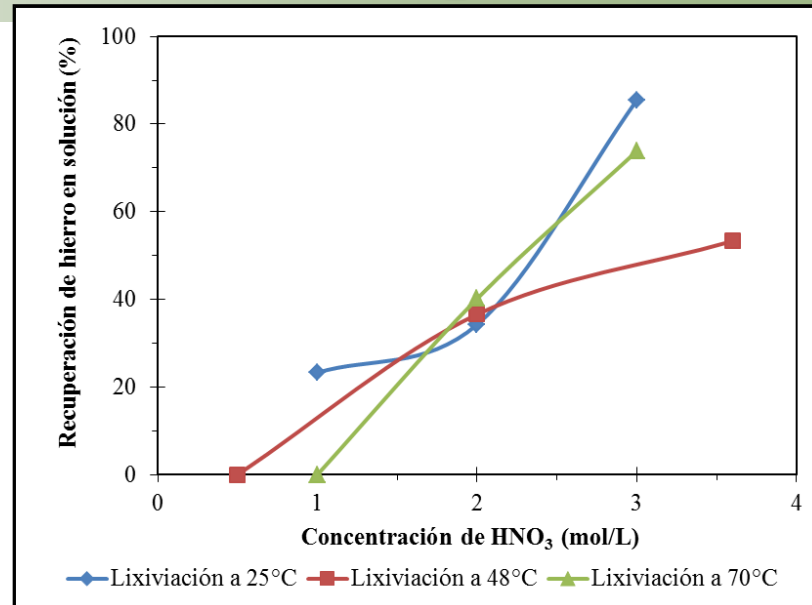


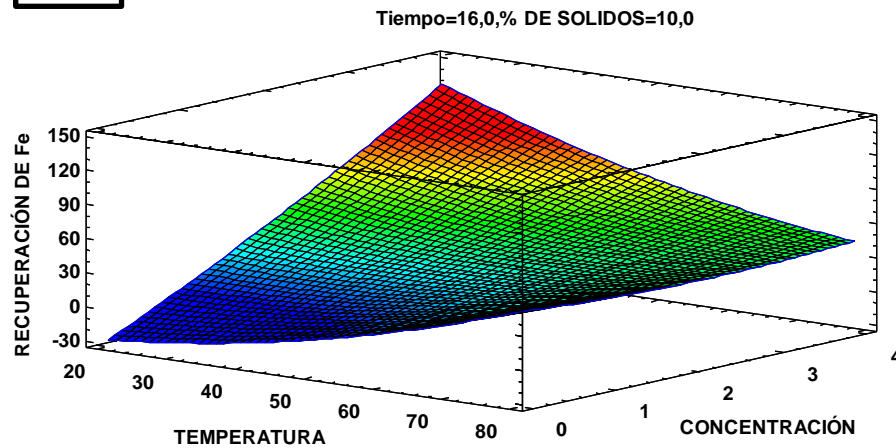
Fig. 11 Matriz de diseño y resultados

Expresión matemática para predecir la superficie de respuesta

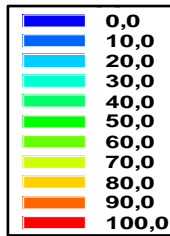
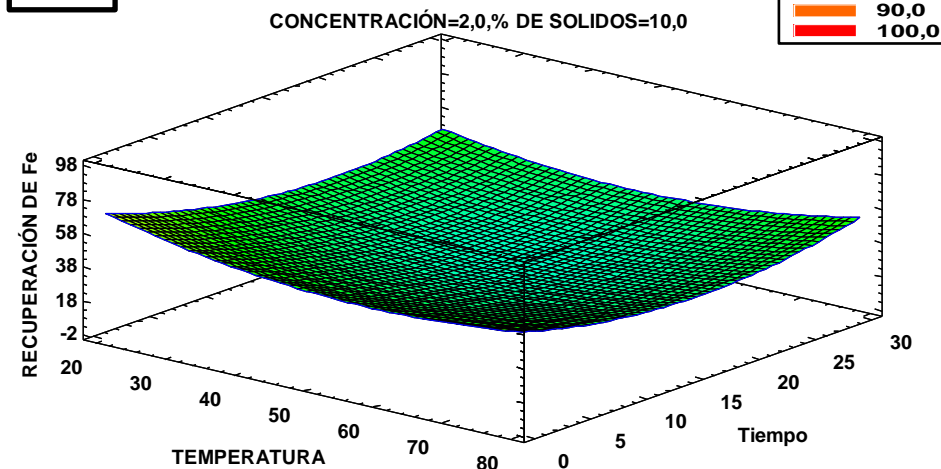
$R_{\text{hierro en solución}}$ (Y %)

$$\begin{aligned} &= 52,769 + 0,50656 * A + 30,9675 * B - 4,01814 * C - 5,46218 * D \\ &+ 0,0135826 * A^2 - 0,679419 * A * B + 0,00992937 * A * C \\ &- 0,0730841 * A * D + 1,45226 * B^2 + 0,308433 * B * C + 1,18299 * B \\ &* D + 0,062537 * C^2 + 0,0648617 * C * D + 0,0619104 * D^2 \end{aligned}$$

(a)

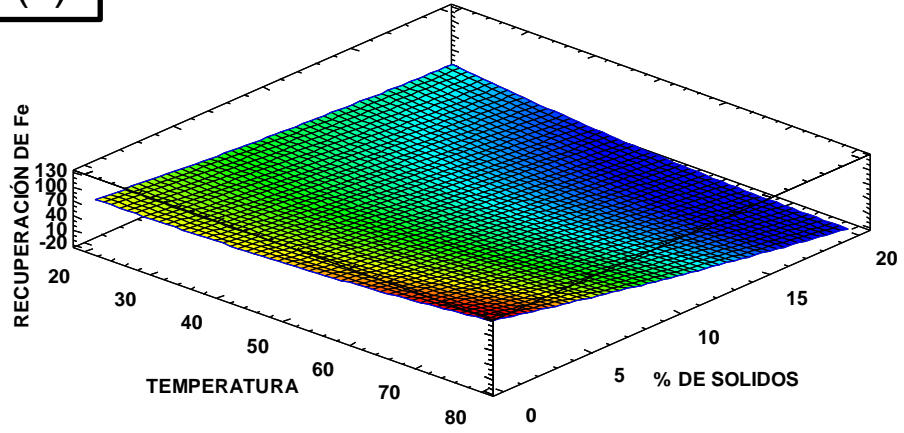


(b)



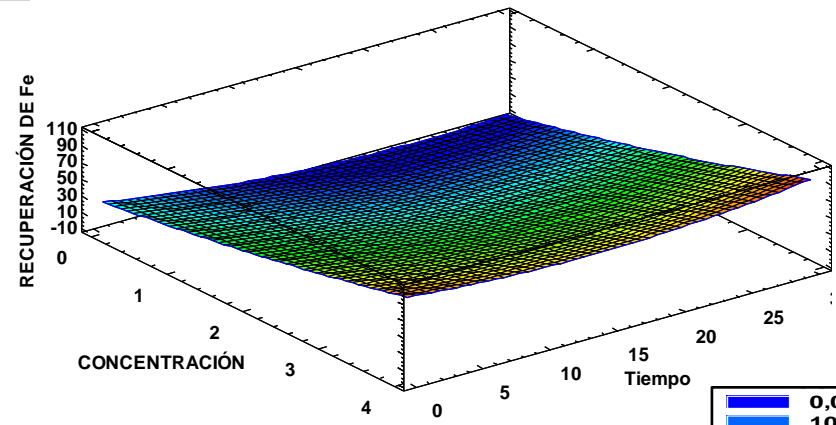
(c)

CONCENTRACIÓN=2,0,Tiempo=16,0



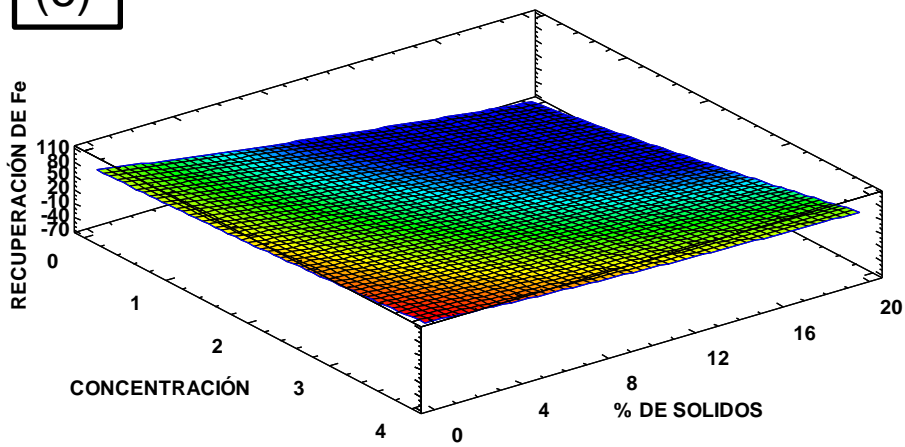
(d)

TEMPERATURA=47,5,% DE SOLIDOS=10,0



(e)

TEMPERATURA=47,5,Tiempo=16,0



(f)

TEMPERATURA=47,5,CONCENTRACIÓN=2,0

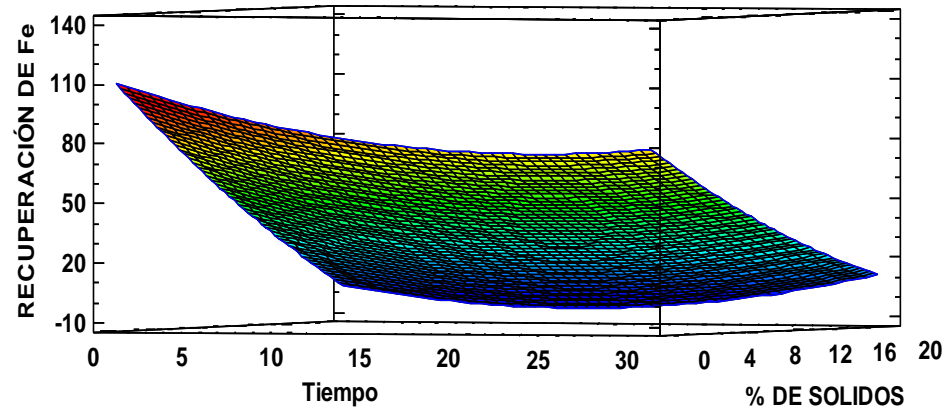


Fig. 1 Superficies de respuesta (a-f)

Optimización

Porcentaje de recuperación de hierro	
Sugerido	Observado
100%	88,218%

Temperatura de 20 °C
3,6 molar de HNO₃
3 horas
3% porcentaje de sólidos



- ❑ Introducción
 - ❑ Formulación del Problema
- ❑ Objetivos
- ❑ Metodología
 - ❑ Caracterización físico química de escoria
 - ❑ Molienda y tamizado
 - ❑ Lixiviación ácida
 - ❑ Diseño experimental
- ❑ Resultados experimentales
- ❑ Conclusiones y recomendaciones



Conclusiones

- La escoria presento un contenido de 14,95% de hierro, mediante el análisis de fluorescencia de rayos X con el equipo de FRX S8 Tiger y el programa Spectra Plus.
- Mediante el proceso de molienda y tamizado de escoria, se alcanzó un diámetro de partícula (d_{80}) de 71,94 μm , logrando un mejor contacto entre el mineral y el ácido nítrico (HNO_3), por ende existe una mejor difusión y disolución de hierro en la solución de lixiviado.
- Se utilizó el diseño experimental de Draper-Lin, para establecer la mejor combinación de los factores que influyen en el proceso de lixiviación. Se desarrolló 18 ensayos con 2 puntos al centro con un valor de alfa de 1.68179, para los 4 factores (temperatura de lixiviación, concentración de ácido nítrico, tiempo de agitación y porcentaje de sólidos) y generar una gráfica de superficie.



Conclusiones

- Para recuperar 85,466% de hierro en solución a partir de escoria de acería se debe lixiviar a una temperatura de 25 °C, una concentración del agente lixivante (HNO_3) de 3 molar (mol/L) en el tiempo de 24 horas de agitación a 750 revoluciones por minuto (rpm) y con un porcentaje de sólidos del 10%.
- Las condiciones óptimas para una mejor recuperación de hierro en solución fueron: lixiviar a 20 °C con una concentración de 3,6 molar (mol/L) de ácido nítrico (HNO_3) por un tiempo de agitación (750 rpm) de 3 horas y un porcentaje de sólidos de 3%.
- Los factores que influyen en el proceso y tienen mayor significancia son: concentración de ácido nítrico (HNO_3), porcentaje de sólidos y la interacción entre los dos.



Conclusiones

- Se concluye que la presente investigación es un inicio para el desarrollo de catalizadores soportados, ya que al recuperar hierro existe la posibilidad de realizar otra investigación donde se logre precipitar esta solución rica en hierro e indagar en los mejores solventes para retirar elementos que estén presentes en la solución, con el fin de obtener un alta pureza de hierro, para la posterior impregnación de catalizadores soportados.



Recomendaciones

- Trabajar con una concentración alta de HNO_3 (3 molar), para un porcentaje de sólidos elevado (>15%), caso contrario se obtendrá una recuperación de hierro menor al 50%.
- Para una posterior investigación, controlar la temperatura de lixiviación, ya que el incremento de este factor disminuye el ataque del ácido nítrico a la escoria, porque se evapora con facilidad el agente lixivante.
- En el proceso de filtrado de las pulpas, se recomienda realizar por lo menos dos filtrados con diferentes papeles filtros (cuantitativo y cualitativo) con el fin de obtener una solución clarificada.
- Continuar con la precipitación de hierro y selección de los mejores solventes afines de otros elementos presentes en la solución, con el fin de obtener una pureza elevada de hierro y ser utilizado en la impregnación de catalizadores soportados.



Gracias



ESPE
ESCUELA POLITÉCNICA DEL EJÉRCITO
CAMINO A LA EXCELENCIA

Anexos



Balance metalúrgico

Análisis de cabeza

Análisis de cabeza

Fe	14.95%
-----------	--------

Condiciones

Ensayo	Bloque	T (°C)	HNO ₃ (M)	Tiempo (h)	Sólidos (%)
19	1	20	3,6	3	3

Resultados de ensayo

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Solución Fuerte		Solución débil		Peso Torta (g)
				(mL)	Concentración (mg/L)	(mL)	Concentración (mg/L)	
					Fe		Fe	
F001-19	7,73	250	58,08	261	3870	91	106,3	1,59

Balance metalúrgico

Ensayo	Contenido en muestra original	Solución Fuerte		Solución Débil		Recuperación total en solución	
	Fe	Fe		Fe		Fe	
	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec
F001-19	1,15592784	1,01007	87,38175	0,009673	0,836843	1,019743	88,218593