

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA**  
**FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA Y MANUFACTURERA**



**“TECNOLOGIAS ADECUADAS PARA LA MEJORA DE UNA  
PLANTA DE XANTATOS”**

**INFORME DE SUFICIENCIA**

**PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE:**

**INGENIERO QUIMICO**

**POR LA MODALIDAD DE ACTUALIZACION DE  
CONOCIMIENTOS**

**PRESENTADO POR:**

**LUIS ALBERTO PALOMARES ALVARIÑO**

**LIMA – PERU**

**2003**

## **RESUMEN**

Los Xantatos son sales del ácido xántico o xantogénico, compuestos orgánicos muy usados como colectores de minerales en la flotación por espumación. La flotación se usa para recuperar y concentrar minerales a partir de las menas extraídas de las minas.

El mercado de los Xantatos incluye a todas las minas que tratan minerales de cobre, plomo, zinc y plata principalmente. Con cierta frecuencia se descubren nuevos reactivos alternativos a los Xantatos, pero el bajo costo de éstos hace que su uso continúe prevaleciendo sobre los demás, situación que podría mantenerse en los próximos años.

Los xantatos se fabrican convencionalmente mediante la reacción por lotes entre un álcali, un alcohol y disulfuro de carbono en presencia de un solvente orgánico para mantener fluida la masa reaccionante. Finalizada la reacción, se procede al secado de la carga para eliminar el agua de reacción y recuperar el solvente usado para usarlo en una carga posterior.

Los xantatos se obtienen así en forma de polvo, pudiendo pasar luego por una máquina perletizadora para convertirla en perletas. Los xantatos se comercializan mayormente en forma de perletas, debido a que conservan por mayor tiempo sus propiedades colectoras y eliminan la polvareda en su manipuleo.

En la industria nacional se han ido realizando diversas mejoras en el proceso de fabricación convencional orientadas al incremento de la productividad, a la reducción de costos y a la mejora de la calidad del producto. Estas mejoras incluyen cambios en los procesos de fabricación, modificaciones en los equipos convencionales y la inclusión de equipos adicionales.

También es importante la implementación de sistemas de control en todo el proceso de fabricación, como base para el aseguramiento de la calidad de los procesos y del producto y, lo que es primordial, para la obtención de los xantatos a costos competitivos en el mercado.

## INDICE

		Pág.
<b>I.</b>	<b>INTRODUCCIÓN</b>	5
<b>II.</b>	<b>CONCEPTOS BÁSICOS</b>	6
II.1	DEFINICIÓN DE LOS XANTATOS	6
II.1.1	Características Físicas	6
II.1.2	Características Químicas	7
II.2	TIPOS DE XANTATOS	10
II.3	USOS DE LOS XANTATOS	10
II.3.1	Xantato Isopropílico de Sodio (XIS)	11
II.3.2	Xantato Amílico de Potasio (XAP)	11
II.3.3	Xantato Isobutílico de Sodio (XIBS)	11
II.4	MERCADO DE LOS XANTATOS	12
II.5	FLOTACIÓN DE MINERALES	14
II.5.1	Proceso de Flotación	14
II.5.2	Agentes de Flotación	14
II.5.3	Fundamentos de la Flotación	19
II.5.4	Aplicaciones de la Flotación	20
<b>III</b>	<b>TECNOLOGÍAS ADECUADAS PARA LA MEJORA DE UNA PLANTA DE XANTATOS</b>	23
III.1	TECNOLOGÍA DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE XANTATOS	23
III.1.1	Caracterización de las Materias Primas	25
III.1.2	Caracterización del Producto	29
III.1.3	Descripción General del Proceso	30
III.1.4	Química del Proceso	33
III.1.5	Procedimientos en el Proceso	34
III.1.6	Seguridad en el Proceso	44
III.2	MEJORAMIENTO EN LA OBTENCIÓN DE XANTATOS	50
III.2.1	Cambios en la Reacción	50

III.2.2	Cambios en el Secado	52
III.2.3	Cambios en las Condiciones de Operación	54
III.2.4	Propuestas para la Ampliación de Planta	59
III.3	IMPLEMENTACIÓN DE SISTEMAS DE CONTROL EN LA PLANTA DE XANTATOS	62
III.3.1	Importancia de la Instrumentación	62
III.3.2	Sistemas de Control en la Reacción	62
III.3.3	Sistemas de Control en el Secado	64
IV.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	66
V.	BIBLIOGRAFÍA	68
VI.	APÉNDICE	69

## **I. INTRODUCCIÓN**

Tradicionalmente la minería es un sector estratégico de la economía peruana siendo, además, el principal soporte de sus exportaciones. Actualmente, se encuentra en proceso de innovación y de explotación de nuevos minerales no tradicionales. Ya está en operación el último megaproyecto minero: Compañía Minera Antamina, constituyéndose en la principal unidad minera del país.

El proceso de flotación es uno de los procesos más usados en la actividad minera que se aplica, principalmente, a los minerales sulfurados, tan abundantes en nuestro país. Los agentes de flotación más importantes son los colectores y, dentro de ellos, los xantatos han sido desde hace muchos años los más representativos y más usados.

Dentro de este contexto, el impulso de la industria nacional en la fabricación de reactivos de flotación, especialmente xantatos, orientado a una permanente mejora de los procesos de fabricación y de la calidad del producto, se enmarca en la necesaria concurrencia de todos los esfuerzos nacionales para vigorizar a nuestra industria minera.

Así, en el presente informe, luego de una descripción detallada de la tecnología usada en el país para la fabricación de xantatos, se hace referencia a las principales mejoras que se han ido desarrollando en la búsqueda permanente de ofrecer a la minería un producto competitivo en cuanto a calidad, oportunidad y precio.

Asimismo, se pone énfasis en la necesidad de contar con sistemas de control, en lo posible automáticos, en todo el proceso de fabricación que aseguren la obtención de los resultados deseados.

## II. CONCEPTOS BÁSICOS

### II.1 DEFINICIÓN DE LOS XANTATOS

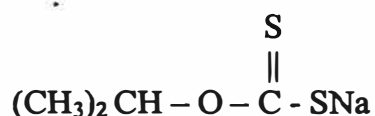
Los xantatos fueron descubiertos por Zeize en 1822. El nombre de xantatos proviene de la palabra griega “xantos” que significa amarillo, referido al color de la sal de cobre.

Los xantatos son compuestos orgánicos, específicamente sales de los ácidos xánticos, y corresponden a la fórmula estructural siguiente:



Los ácidos xánticos, o ácidos xantogénicos, son compuestos con enlace de oxígeno, ROCSSH, del ácido ditiocarbónico.

Uno de los xantatos más comúnmente usados es el xantato isopropílico de sodio, cuya fórmula es:



#### II.1.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS

##### COLOR

Cuando son puros su color es casi blanco; el producto comercial, por exposición al aire, oscila desde blanquísimo hasta amarillo profundo, sin variaciones en su poder colector.

## OLOR

Cuando son puros carecen de olor; el producto comercial normalmente presenta un olor característico.

## SOLUBILIDAD

Los xantatos de metales alcalinos son solubles en agua, alcoholes y cetonas de bajo peso molecular. Las soluciones acuosas son estables a temperatura ambiente. No son muy solubles en disolventes no polares como el éter y la ligroína.

TABLA II.1. Solubilidad de algunos xantatos alcalinos

Xantato	Disolvente	Solubilidad g/100 g de solución	
		0 °C	35 °C
Isopropílico de Sodio	Agua	12.1	37.9
	Alcohol isopropílico	-	19.0
Isoamílico de Potasio	Agua	28.4	53.3
	Alcohol isoamílico	2.0	6.5
Isobutílico de Sodio	Agua	11.2	33.37
	Alcohol isobutílico	1.2	20.5

### II.1.2 CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS

#### OXIDACIÓN

Los xantatos se oxidan formando dixantógenos. Generalmente la reacción se efectúa en agua y el dixantógeno resultante se separa en forma sólida u oleosa. Durante estas reacciones puede ser necesario enfriar.



Las sales de cobre también efectúan la oxidación. El dixantógeno y el xantato cuproso se separan juntos de la solución. El dixantógeno puede separarse por su solubilidad en éter.



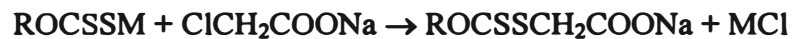
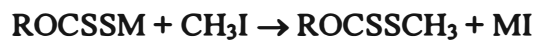
### **HIDRÓLISIS**

Los xantatos se descomponen por la presencia de agua, de acuerdo con la siguiente reacción:



### **FORMACIÓN DE ÉSTERES**

Los xantatos alcalinos reaccionan fácilmente con reactivos de alquilación formando los ésteres en el átomo de azufre que lleva el metal:



La primera reacción se verifica en alcohol y la segunda en agua. Las reacciones son exotérmicas y puede ser necesario enfriar.

### **FORMACIÓN DE TIOANHIDRIDOS**



El fosgeno reacciona con una solución de xantato y éter a 15-20 °C para dar tioanhidrido, que se separa fácilmente al pasar a la capa etérea.



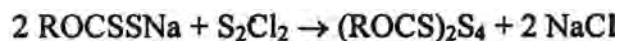
### **REACCION CON CLOROFORMIATOS ALQUÍLICOS**

Los cloroformiatos alquílicos, ClCOOR, reaccionan con dispersiones refrigeradas de xantatos en éter, obteniéndose anhídridos mixtos estables y algunos subproductos:



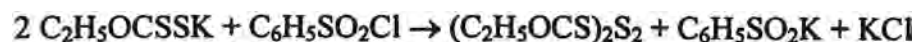
### **REACCION CON CLORUROS DE AZUFRE**

Los xantatos reaccionan con cloruros de azufre para dar sulfuros superiores. Por ejemplo, una suspensión etérea de xantato reacciona con monocloruro de azufre, a temperatura ordinaria, de acuerdo con:



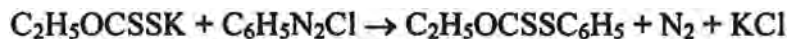
### **REACCION CON CLORUROS DE SULFONILO**

Los xantatos reaccionan con cloruros de sulfonilo convirtiéndose en dixantógenos, mientras que los cloruros de sulfonilo se reducen a ácidos sulfínicos y otros compuestos. Por ejemplo:



### **REACCION CON COMPUESTOS DE DIAZONIO**

La reacción de los xantatos con compuestos de diazonio puede ser violenta, pero se puede controlar por la descomposición térmica del compuesto azo intermedio, según se va formando, obteniéndose ésteres arílicos.



## II.2 TIPOS DE XANTATOS

Los nombres de los xantatos se basan en el alcohol empleado en su fabricación. Los xantatos de mayor uso, en el mercado nacional y sudamericano, son los siguientes:

Xantato Isopropílico de Sodio	XIS	$(\text{CH}_3)_2\text{CHOCSSNa}$
Xantato Amílico de Potasio	XAP	$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OCSSK}$
Xantato Isobutílico de Sodio	XIBS	$\text{C}_4\text{H}_9\text{OCSSNa}$

## II.3 USOS DE LOS XANTATOS

Poco después de 1900 se les halló aplicación comercial en el curado y vulcanización del caucho. Posteriormente se usaron en la fabricación de textiles sintéticos y como fungicidas en el sector agrícola.

En 1923, Cornelius H. Keller descubrió el uso de los xantatos como colectores para la flotación de minerales sulfurados, lo que se constituyó en la principal aplicación de los xantatos.

La gran eficiencia colectora de los xantatos y su bajo costo han hecho que sean tomados como norma de comparación entre los colectores para minerales sulfurados.

Los xantatos son sustancialmente no espumantes, por lo que pueden emplearse en la cantidad necesaria sin el peligro de producir espumación excesiva. Por esto, usándolos en combinación con agentes espumantes no colectores, se logra un control altamente flexible de la acción colectora y espumante, lo cual permite un manejo ventajoso de los cambios de mineral durante la flotación.

### **II.3.1 XANTATO ISOPROPÍLICO DE SODIO (XIS)**

Por su elevado poder colector y bajo costo, el XIS ha llegado a ser el más ampliamente usado de todos los xantatos. Se usa con éxito en la flotación de prácticamente todos los minerales sulfurados.

El XIS se usa principalmente en la flotación de minerales complejos de plomo-zinc y cobre-hierro, siendo los principales minerales sulfurados: calcopirita, calcocita, energita, galena, esfalerita, marmatita, piritita y pirrotita.

También se usa en la concentración de cobre nativo, plata, oro y los sulfuros de hierro conteniendo cobalto o níquel, así como en la recuperación de piritas de hierro para fabricar ácido.

### **II.3.2 XANTATO AMÍLICO DE POTASIO (XAP)**

El XAP se usa generalmente en las operaciones de flotación que requieren del más alto grado de poder colector. Es el colector tipo para la flotación de sulfuros manchados o minerales oxidados de cobre y plomo.

También es adecuado para los minerales: arsenopirita, pirrotita, sulfuros de cobalto y níquel, y sulfuros de hierro conteniendo oro.

### **II.3.3 XANTATO ISOBUTÍLICO DE SODIO (XIBS)**

El XIBS es un colector energético y no selectivo para todos los minerales sulfurados.

Es muy apropiado para la flotación de pirita en circuitos naturales, o sea, los circuitos en los que el pH no ha sido ajustado con cal ni con ácido.

#### II.4 MERCADO DE LOS XANTATOS

Los xantatos se acomodan a la flotación de sustancialmente todos los minerales sulfurados y elementos metálicos tales como cobre, plata y oro, así como también a buen número de minerales oxidados de cobre y plomo.

El consumo de xantatos a nivel nacional se muestra en el siguiente cuadro:

UNIDAD	TM/DIA	METAL	CONSUMO DE XANTATOS TM/MES			
			XAP	XIBS	XIS	TOTAL
Cuajone	87,000	Cu	0.00	40.00	0.00	40.00
Antamina	70,000	Cu - Zn	40.00	0.00	68.00	108.00
Toquepala	60,000	Cu	0.00	0.00	15.00	15.00
Paragsha	8,500	Pb - Zn	0.00	0.00	40.00	40.00
Cobriza	4,800	Cu	2.0	0.00	0.45	2.45
Shougang	4,500	Fe	7.50	0.00	0.00	7.50
Yauliyacu	3,600	Pb - Zn	0.00	0.00	3.50	3.50
Brocal	3,500	Pb - Zn	0.00	0.00	12.00	12.00
Milpo	3,150	Pb - Zn	1.20	1.20	1.20	3.60
Iscaycruz	3,000	Pb - Zn	0.00	0.00	12.00	12.00
Raura	2,400	Pb - Zn	0.00	0.00	3.50	3.50
Atacocha	2,300	Pb - Zn	1.50	0.00	2.50	4.00
Andaychagua	2,200	Pb - Zn	0.00	0.00	3.00	3.00

Victoria	2,200	Pb - Zn	0.00	0.00	3.00	3.00
Uchuchacua	2,100	Ag	6.50	0.00	0.00	6.50
Condestable	2,000	Cu	1.00	0.00	1.00	2.00
Minsur	2,000	Zn	0.00	0.00	1.00	1.00
SIMSA	2,000	Zn	0.00	0.00	2.00	2.00
Marh Tunel	1,900	Pb - Zn	0.00	0.00	1.60	1.60
Quiruvilca	1,750	Pb - Zn	0.00	0.00	2.50	2.50
Chungar	1,700	Pb - Zn	3.50	0.00	2.00	5.50
Santa Luisa	1,650	Pb - Zn	15.00	0.00	0.00	15.00
Huarón	1,600	Pb - Zn	3.00	0.00	0.00	3.00
Yauricocha	1,500	Pb - Zn	1.00	0.00	2.50	3.50
Morococha	1,300	Pb - Zn	0.00	0.00	1.00	1.00
Carolina	1,200	Pb - Zn	0.00	0.00	3.00	3.00
Colquisiri	1,200	Pb - Zn	0.00	0.00	4.50	4.50
Horizonte	1,200	Au	2.00	0.00	0.00	2.00
Sacracancha	1,200	Pb - Zn	0.00	0.00	4.00	4.00
Arcata	1,100	Ag	0.30	0.00	0.00	0.30
Orcopampa	1,050	Au	3.00	0.00	0.00	3.00
Casapalca	1,000	Pb - Zn	0.50	0.00	0.50	1.00
Austria Duvas	700	Pb - Zn	1.00	0.00	0.00	1.00
Caylloma	600	Ag	0.50	0.00	0.00	0.50
Fortuna	600	Pb - Zn	2.00	0.00	0.00	2.00
Calpa	500	Pb - Zn	0.00	0.00	0.50	0.50
Huallanca	500	Pb - Zn	0.20	0.00	0.00	0.20
Castrovirreyna	480	Pb - Zn	0.15	0.00	0.15	0.30
Magistral	200	Pb - Zn	0.10	0.00	0.50	0.60
Huinac	60	Pb - Zn	0.20	0.00	0.20	0.40
<b>TOTAL</b>			<b>92.15</b>	<b>41.20</b>	<b>191.10</b>	<b>314.45</b>

## **II.5 FLOTACIÓN DE MINERALES**

### **II.5.1 PROCESO DE FLOTACIÓN**

El proceso de flotación por espuma es un método físico-químico muy usado en la minería para la recuperación y concentración de minerales finamente molidos.

Este proceso consiste en la formación de una pulpa con los minerales finamente molidos, la que se trata químicamente con colectores (reactivos) que imparten a los minerales una superficie repelente al agua produciendo una película hidrofóbica que se adhiere a las burbujas de aire. Estas burbujas de aire llevan consigo los minerales seleccionados a la superficie de la pulpa y forman una espuma estabilizada que se recoge, mientras que los otros minerales permanecen sumergidos en la pulpa.

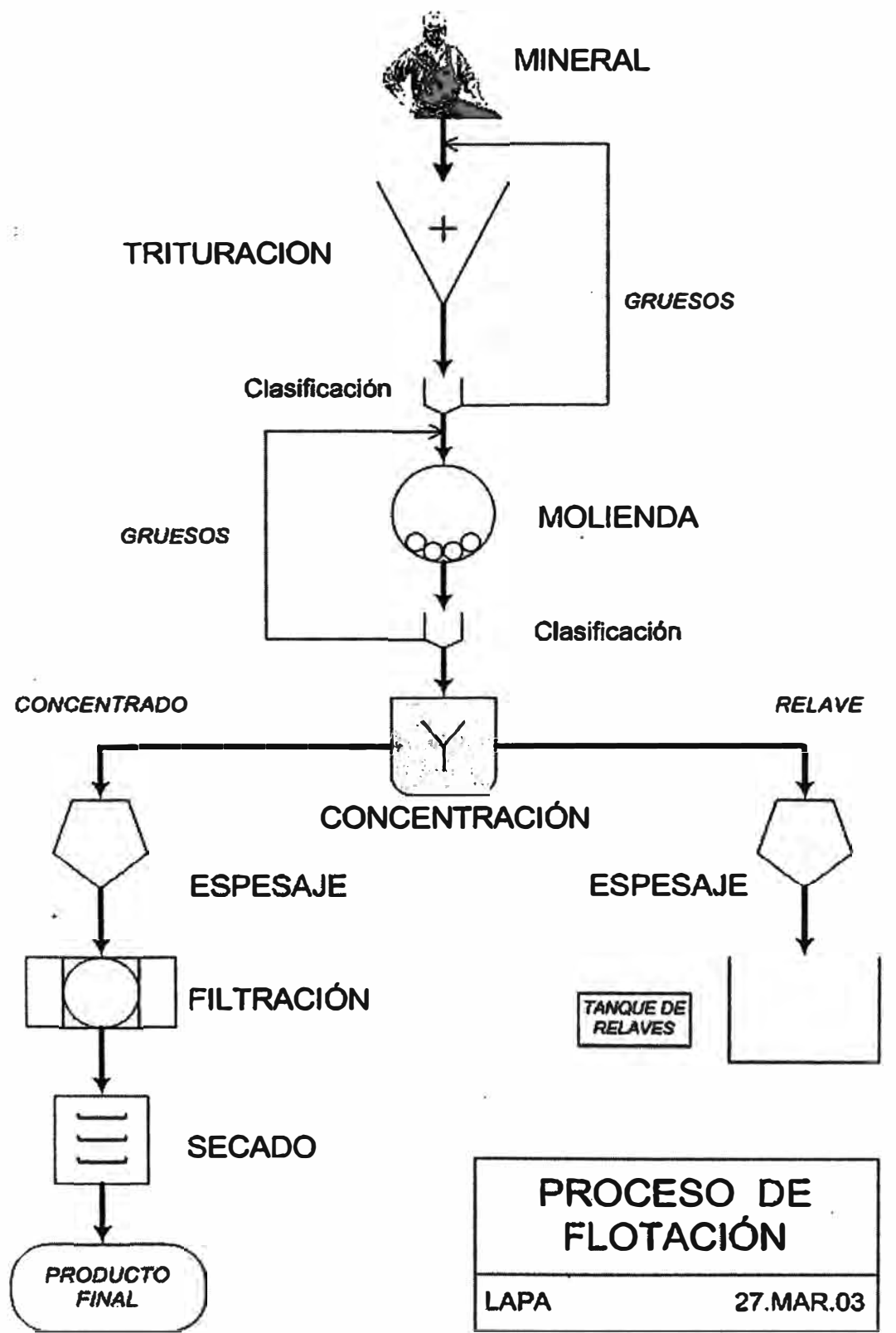
El proceso de flotación puede aplicarse a cualquier mezcla de partículas que se encuentren esencialmente libres una de la otra y que sean lo suficientemente pequeñas para ser arrastradas por burbujas de gas ascendentes. En la práctica se emplea para tamaños desde malla -20 hasta unos cuantos micrones.

### **II.5.2 AGENTES DE FLOTACIÓN**

Los agentes de flotación se clasifican en colectores, espumantes y modificadores.

#### **COLECTORES**

El colector es el reactivo principal en el proceso de flotación, es el que forma la película hidrofóbica en la partícula del mineral. La mayoría de los colectores usados son heteropolares, es decir, contienen un grupo polar (cargado) y un grupo no polar (no cargado).

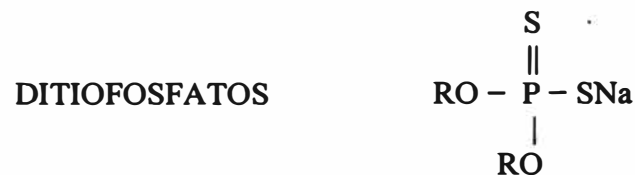


**PROCESO DE FLOTACION**  
LAPA 27.MAR.03

Cuando el colector se pega a la partícula de mineral, cada molécula se orienta de modo que el grupo hidrocarbónico no polar se extienda hacia fuera, lo que resulta en la formación de una película hidrocarbónica no polar en la superficie del mineral.

Entre los colectores más usados en el proceso de flotación tenemos los siguientes:

**A. Aniónicos para Minerales Sulfurados:**



**B. Aniónicos para Minerales no Sulfurados:**







C. Catiónicos para Minerales no Sulfurados:



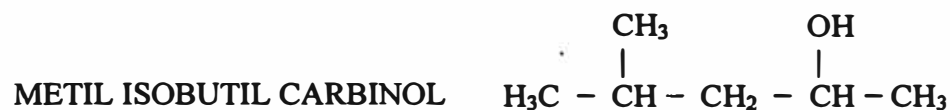
ESPUMANTES

El principal propósito del espumante es crear una espuma capaz de “llevar” o sostener las burbujas cargadas con el mineral hasta que puedan ser removidas de la celda de flotación.

El espumante cumple su propósito impartiendo una resistencia temporal a la envoltura de la película de la burbuja, prolongando la vida de la burbuja individual hasta que pueda ser posteriormente estabilizada por adherencia de las partículas de mineral y se junte con otras burbujas en la superficie de la pulpa para formar una espuma.

Todos los espumantes usados son compuestos orgánicos heteropolares. El radical orgánico no polar repele al agua, mientras que la porción polar atrae al agua.

Entre los espumantes más usados en el proceso de flotación tenemos:





### MODIFICADORES

Los modificadores o agentes de acondicionamiento incluyen todos los reactivos cuya función principal no es colectora ni espumante. Pueden actuar como reguladores de pH, activadores, depresores, antiespumantes.

#### A. Reguladores de pH:

Su función es controlar el potencial para el mineral y controlar el potencial para la disolución del colector.

Los más usados para pH alcalino son: cal y carbonato de sodio, en menor medida soda cáustica. Para pH ácido: ácido sulfúrico y ácido clorhídrico.

#### B. Modificadores de Superficie:

Su función es modificar la superficie de las partículas para mejorar la selectividad del proceso de flotación. Modificar la superficie incluye

tanto la adsorción como la interacción iónica de los agentes modificadores cerca de la superficie del mineral.

El resultado puede ser de activación o depresión del mineral modificado en su superficie, dependiendo de la reacción del colector con el agente modificador de superficie adsorbido.

Catiónicos: cal, sulfato de cobre, acetato de plomo, sulfato de zinc.

Aniónicos: sulfato de sodio, silicato de sodio, cianuro de sodio, carbonato de sodio, sulfuro de sodio.

Coloides orgánicos: dextrina, almidón, sulfonatos.

### **II.5.3 FUNDAMENTOS DE LA FLOTACIÓN**

El mecanismo esencial de la flotación es que partículas del mineral sean arrastradas por burbujas de aire hacia la superficie de la pulpa de mineral, donde puedan ser removidas.

El proceso de flotación incluye las siguientes etapas:

- A. Molienda fina del mineral para que las partículas de mineral valiosas sean separadas unas de otras, y de la ganga adherida.

La molienda del mineral tiene una influencia importante en el proceso de flotación, debe ser lo más fina posible para obtener resultados óptimos.

- B. Creación de una corriente ascendente de burbujas de aire en la pulpa de mineral.

Esto se puede lograr en una celda de flotación por agitación mecánica de la pulpa de mineral o por introducción directa de aire bajo presión.

- C. Formación de condiciones favorables para que el mineral deseado se adhiera a las burbujas de aire.

Para formar una espuma cargada de mineral en la superficie de la pulpa de mineral, se debe formar una superficie hidrofóbica en las partículas a ser flotadas y una película hidrofílica en las otras.

- D. Formación de una espuma cargada de mineral valioso en la superficie de la pulpa de mineral.

La espuma formada en la superficie de la pulpa debe ser lo suficientemente duradera para permitir su remoción de las celdas de flotación.

- E. Remoción de la espuma cargada de mineral valioso.

La espuma formada debe romperse en las regaderas de colada, debe tener propiedades colectoras mínimas para permitir la selectividad del mineral deseado a ser recuperado, y debe permitir el drenaje de insolubles no deseados.

#### **II.5.4 APLICACIONES DE LA FLOTACIÓN**

Se considera por separado los minerales sulfurados y los no sulfurados por la diferencia tan notable en los tipos de reactivos empleados en la flotación de tales minerales.

**A. Minerales Sulfurados:****Minerales de Cobre**

Las concentradoras por flotación más grandes son aquellas que tratan minerales de cobre. Generalmente se usan xantatos o colectores específicos. La flotación generalmente se hace en medio alcalino, con un pH de 8.5 a 12.5.

**Minerales de Cobre-Molibdeno**

La práctica normal es flotar ambos, cobre y molibdeno, al mismo tiempo y luego lavar el concentrado “bulk” para remover los minerales de ganga antes de hacer la separación cobre-molibdeno.

**Minerales de Cobre-Plomo-Zinc-Fierro**

El procedimiento normal involucra la flotación de un concentrado de cobre-plomo, seguida por la flotación de zinc y, por último, la de pirita. La separación de cobre y plomo se hace por depresión del plomo y flotación del cobre o viceversa.

**Minerales de Plomo-Zinc**

La mayor parte de las concentradoras tratan minerales de este tipo. El procedimiento normal es flotar primero el plomo, mientras los minerales de zinc son deprimidos. Después, los minerales de zinc son reactivados con sulfato de cobre y flotados selectivamente.

**Minerales de Plomo-Zinc-Fierro**

La mayoría de minerales de plomo-zinc contienen fierro. El plomo y zinc son recuperados de la manera usual, y luego el fierro es flotado de los minerales de cola de zinc.

### Minerales de Zinc

Los minerales sulfurados de zinc raramente flotan bien sin una reactivación con sulfato de cobre, el cual se agrega después de la adición de cal. Para la flotación se usan colectores selectivos o combinación de colectores.

### Minerales de Oro-Plata

En algunos minerales hay oro y plata nativos, y pueden ser recuperados por flotación con xantatos. Por lo general, estos metales están asociados con plomo, cobre, fierro y otros minerales sulfurados y su recuperación es complicada.

## **B. Minerales no Sulfurados:**

### Minerales de Oxido de Cobre y Plomo

Los minerales de óxido de cobre y plomo se hallan frecuentemente asociados con los sulfuros de estos metales. Usualmente se recuperan por flotación con xantatos luego de sulfurizar con sulfuro de sodio o sulfhidrato de sodio.

### Mineral Fluorita

La fluorita es uno de los minerales no metálicos que se parece a los minerales sulfurados. Puede ser recuperado por flotación en concentrados de alto grado con éxito.

### Minerales de Tungsteno

Los minerales de tungsteno pueden ser flotados en una pulpa alcalina a la soda, con colectores del tipo de ácidos grasos.

### **III. TECNOLOGÍAS ADECUADAS PARA LA MEJORA DE UNA PLANTA DE XANTATOS**

#### **III.1 TECNOLOGÍA DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE XANTATOS**

La Tecnología aquí tratada consiste en la preparación por lotes de xantatos de metales alcalinos mediante la reacción entre hidróxido potásico o sódico, un alcohol y disulfuro de carbono, en cantidades estequiométricas y en un medio líquido inerte, usando un Reactor de acero al carbono con agitación, recirculación y chaqueta de enfriamiento.

La reacción inicial es la formación del alcóxido, o alcoholato, que luego se hace reaccionar con el disulfuro de carbono controlando la temperatura de reacción. El xantato formado se seca en Secadores de acero al carbono al vacío, usando vapor de agua como medio de calentamiento, para recuperar el solvente inerte y eliminar el agua formada en la reacción.

#### **OTRAS TECNOLOGÍAS**

- ❑ Para la fabricación del Xantato Etilico de Potasio, una fábrica alemana <sup>[3]</sup> emplea 400% de exceso de alcohol, cantidades equimolares de disulfuro de carbono e hidróxido potásico acuoso al 50% y no usa solvente inerte. La temperatura de reacción se mantiene a 40 °C por refrigeración. El producto se seca en un secador de tambor a vacío y el alcohol recuperado se separa del agua por destilación. Se obtiene un producto con 95% de pureza y con un rendimiento casi cuantitativo.
  
- ❑ Para la fabricación del Xantato Amílico de Sodio y del Xantato Hexílico de Sodio, una fábrica alemana <sup>[3]</sup> efectúa la reacción usando éter de petróleo como diluyente inerte. El reactor es de cobre y está provisto de agitador y de medios de refrigeración. Con el éter de petróleo se hace una pulpa con las

cantidades equimolares de hidróxido sódico en polvo y el alcohol. Se agrega el disulfuro de carbono (5% en exceso) a una temperatura de 35 a 40 °C. Después de tres horas, se filtra el producto, se lava con éter de petróleo y se seca.

- Una patente de Estados Unidos <sup>[4]</sup> describe el proceso para la manufactura de xantatos de metal alcalino libres de agua. Este proceso involucra la reacción del hidróxido de metal alcalino sólido con disulfuro de carbono y un alcohol alifático de dos a seis átomos de carbono en su molécula, ambos en fase gaseosa mezclados en un gas inerte. Luego, el xantato sólido de metal alcalino formado se separa de la mezcla gaseosa que contiene disulfuro de carbono y alcohol sin reaccionar, subproducto vapor de agua y el gas inerte, por medio de un ciclón donde se deposita el xantato. El reactor es del tipo lecho fluido con esferas de vidrio en agitación, y el gas inerte usado es el nitrógeno.
  
- Una patente de invención nacional, del año 1999, describe un procedimiento para producir xantatos en forma semi-continua. La reacción sigue siendo por lotes en dos reactores, que descargan a un tanque alimentador del secador. El secador es rotatorio, al vacío y continuo, que descarga a un enfriador igualmente continuo, el cual descarga a una tolva de almacenamiento para su posterior envasado. Se asegura que este sistema permite una producción continua reduciendo los costos de producción por menor consumo de energía y mano de obra, y menores pérdidas de materia prima por manipuleo.
  
- Una patente internacional <sup>[5]</sup>, del año 2001, describe un proceso para la fabricación de xantatos de alta pureza. El proceso parte de aluminio y sal como materias primas para producir sodio metálico y cloruro de aluminio como subproducto. Luego, el sodio metálico se hace reaccionar con un alcohol o una mezcla de alcoholes para formar el alcóxido, liberando



hidrógeno que puede ser usado como un reductor. El alcoholato resultante disuelto en un orgánico anhidro se puede hacer reaccionar con disulfuro de carbono para obtener el xantato deseado. La ventaja principal del proceso descrito es la no formación de agua en la obtención del alcoholato, causa importante de la baja pureza de los xantatos.

### III.1.1 CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS

Las materias primas usadas en la fabricación de xantatos son disulfuro de carbono, un álcali (hidróxido potásico o sódico) y un alcohol (alcohol amílico, isobutílico e isopropílico). Además se usa tolueno como diluyente inerte.

#### □ Disulfuro de Carbono

Es un líquido incoloro y volátil. Es muy tóxico e inflamable, bastando para prenderse el contacto con una superficie caliente.

##### Características Físicas:

Fórmula:	CS <sub>2</sub>
Peso molecular:	76.14 g/mol
Gravedad específica:	1.270 a 1.275 (a 15.6 °C)
Punto de ebullición:	46.25 °C

##### Especificaciones Técnicas:

Pureza:	99.5 % en peso mín.
Materia no volátil:	0.005 % máx.
Apariencia:	Clara, transparente a ligeramente coloreado.

#### □ Alcohol Isopropílico

Es un líquido claro, incoloro, con suave olor característico, miscible en agua y en muchos solventes orgánicos.

**Características Físicas:**

Fórmula:	$(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$
Peso molecular:	60.00 g/mol
Gravedad específica:	0.785 a 0.791 (a 20 / 20 °C)
Punto de ebullición:	82.4 °C
Punto de inflamación:	11.7 °C (TAG CC)

**Especificaciones Técnicas:**

Pureza:	99.4 % en peso mín.
Agua:	0.6 % en peso máx.
Materia no volátil:	0.004 g / 100 ml máx.
Acidez:	0.002 % máx. como ácido acético

□ **Alcohol Amílico**

Es un líquido incoloro, de olor característico y libre de materias en suspensión. Es una mezcla de alcoholes amílicos primarios.

**Características Físicas:**

Fórmula:	$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{OH}$
Peso molecular:	88.15 g/mol
Gravedad específica:	0.811 a 0.819
Viscosidad:	4.3 cp
Punto de inflamación:	47.8 °C (TAG CC)

**Especificaciones Técnicas:**

n-Pentanol:	60 % en peso mín.
2-metil,1-Butanol:	35 % en peso máx.

3-metil, 1-Butanol:	5 % en peso máx.
Agua:	0.09 % en peso máx.
Rango de destilación:	130 – 141 °C
Acidez:	0.0015 % máx. como ácido acético

□ **Alcohol Isobutílico**

Es un alcohol de extremada pureza usado en la fabricación de plastificantes y lacas, y como disolvente en la industria de pinturas.

**Características Físicas:**

Fórmula:	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OH}$
Peso molecular:	74.12 g/mol
Gravedad específica:	0.7862 a 0.7882 (a 20 °C / 20 °C)
Punto de ebullición:	107.9 °C

**Especificaciones Técnicas:**

Pureza:	99.0 % en peso mín.
Agua:	0.2 % en peso máx.
Materia no volátil:	0.005 g / 100 ml máx.
Acidez:	0.003 % máx. como ácido acético

□ **Hidróxido de Sodio**

El hidróxido de sodio, o soda cáustica, es un álcali sólido en partículas muy finas de color blanco, higroscópico y fácilmente soluble en agua; sus disoluciones son suaves, jabonosas y muy corrosivas para la piel.

**Características Físicas:**

Fórmula:	NaOH
Peso molecular:	40.00 g/mol

Gravedad específica: 2.13 (a 20 °C)

Punto de fusión: 318.6 °C

Especificaciones Técnicas:

Contenido de NaOH: 98 % en peso mín.

Carbonatos: 2.0 % en peso máx. como Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

Cloruros: 0.20 % en peso máx. como NaCl

Sulfatos: 0.12 % en peso máx. como Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Tamaño de partícula: 100 % malla +10

□ Hidróxido de Potasio

Es un sólido blanco, fuertemente alcalino, absorbe agua y dióxido de carbono de la atmósfera y es soluble en agua, alcohol y glicerina.

Características Físicas:

Fórmula: KOH

Peso molecular: 56.11 g/mol

Punto de fusión: 360.0 °C

Especificaciones Técnicas:

Contenido de KOH: 90 % en peso mín.

Carbonatos: 1.75 % máx. como K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

Cloruros: 1.75 % máx. como KCl

Cloratos: 0.15 % máx. como KClO<sub>3</sub>

Sulfatos: 0.20 % máx. como K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Hierro soluble: 0.05 % máx. como Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Aluminio: 0.05% máx. como Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Insolubles: 0.05 % en peso máx.

□ Tolueno

Es un disolvente alifático, de aspecto limpio y libre de materias en suspensión.

**Características Físicas:**

Color: Blanco cristalino  
Gravedad específica: 0.856 (a 20 °C / 20 °C)

**Especificaciones Técnicas:**

Pureza: 99.0% mín.  
Rango de destilación: 85 – 100 °C (a 625 mm Hg)  
Acidez: 0.002 % como ácido acético.  
Materia no volátil: 0.002 g / 100 ml máx.

### III.1.2 CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO

**Xantato Isopropílico de Sodio**

Fórmula:  $(\text{CH}_3)_2\text{CHOCSSNa}$   
Peso molecular: 158.2 g/mol  
Color: Amarillo pálido  
Gravedad específica: 1.35 (a 20°C)  
Solubilidad en agua: 37 g/100 g (a 20°C)

**Especificaciones Técnicas:**

Pureza: 85 % en peso mín. como XIS  
Agua y materia volátil: 10 % máx.  
Álcali libre: 0.2 % máx.  
Insolubles en acetona: 5 % máx.

**Xantato Amilico de Potasio**

<b>Fórmula:</b>	<b>C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>OCSSK</b>
<b>Peso molecular:</b>	<b>202.4 g/mol</b>
<b>Color:</b>	<b>Blanquecino o amarillo brillante</b>

**Especificaciones Técnicas:**

<b>Pureza:</b>	<b>90 % en peso mín. como XAP</b>
<b>Agua y materia volátil:</b>	<b>5 % máx.</b>
<b>Álcali libre:</b>	<b>0.2 % máx.</b>
<b>Insolubles en acetona:</b>	<b>5 % máx.</b>

□ **Xantato Isobutílico de Sodio**

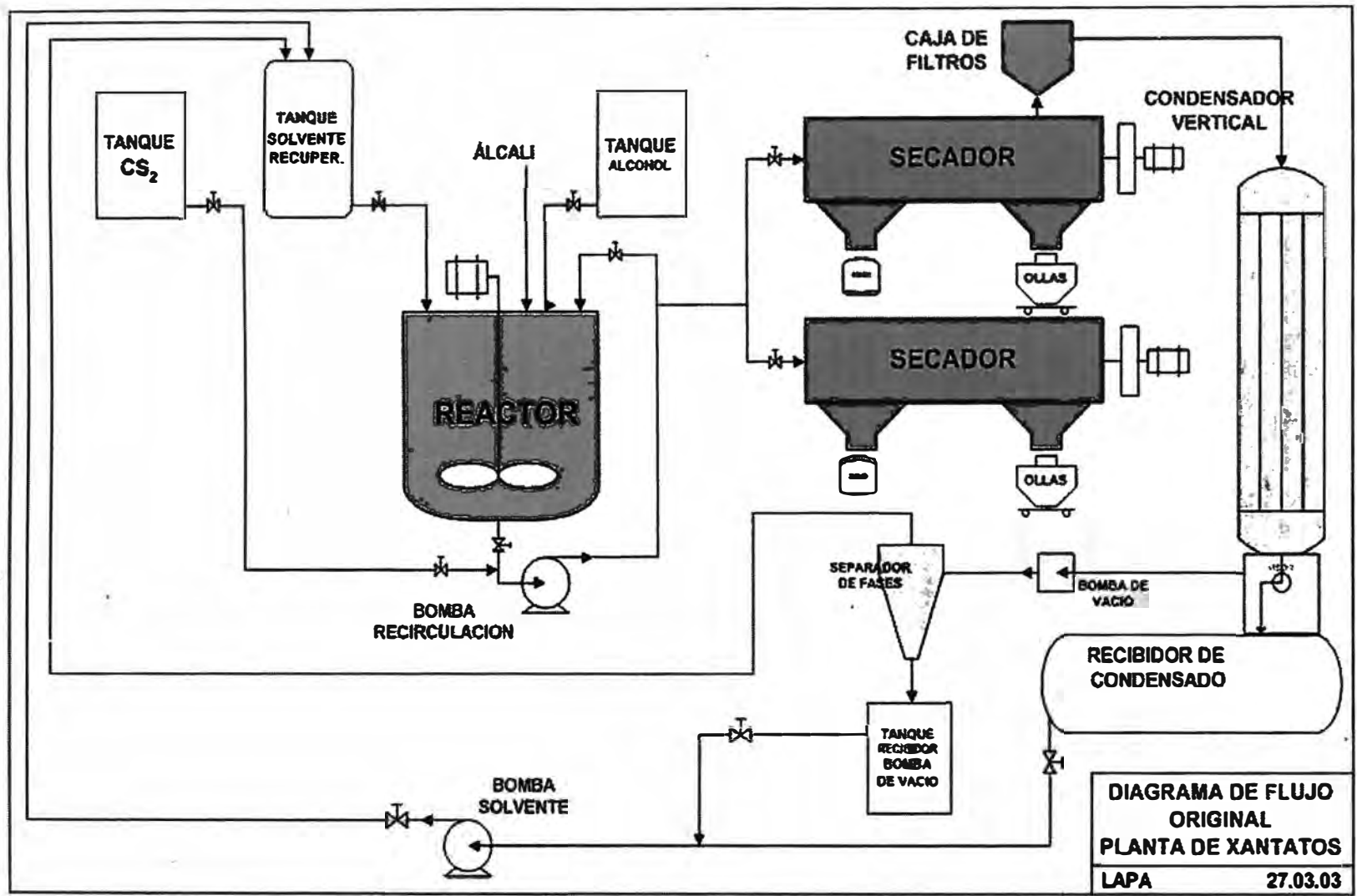
<b>Fórmula:</b>	<b>C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>OCSSNa</b>
<b>Peso molecular:</b>	<b>172.2 g/mol</b>
<b>Color:</b>	<b>Verde amarillento</b>
<b>Gravedad específica:</b>	<b>1.24 (a 20 °C)</b>
<b>Solubilidad en agua:</b>	<b>53 g/100 g (a 20 °C)</b>

**Especificaciones Técnicas:**

<b>Pureza:</b>	<b>90 % en peso mín. como XIBS</b>
<b>Agua y materia volátil:</b>	<b>5 % máx.</b>
<b>Álcali libre:</b>	<b>0.2 % máx.</b>
<b>Insolubles en acetona:</b>	<b>5 % máx.</b>

### **III.1.3 DESCRIPCIÓN GENERAL DEL PROCESO**

Los xantatos se obtienen por la reacción de un alcohol con un álcali y disulfuro de carbono en un medio inerte. El proceso es por lotes.



**DIAGRAMA DE FLUJO ORIGINAL  
PLANTA DE XANTATOS  
LAPA 27.03.03**

Una vez determinada la formulación del lote, el proceso se inicia con el bombeo al Reactor del alcohol y del tolueno. Se pone en operación la bomba de recirculación y el agitador del Reactor y se adiciona el álcali, por partes, manteniendo la temperatura de la carga por debajo de 40 °C ya que la reacción es exotérmica. Se deja un tiempo de reacción para completar la formación del alcoholato. Luego se adiciona el disulfuro de carbono cuidando que la temperatura no pase de 40 °C, haciendo circular agua de enfriamiento por la chaqueta del Reactor.

Terminada la adición del disulfuro de carbono, se sigue agitando y recirculando la mezcla para terminar la reacción. Se toma una muestra de la carga del Reactor para determinar la cantidad de álcali libre. En caso que el resultado del análisis sea mayor que 0.4% se reajustará la cantidad de reactivos o se dará un mayor tiempo de reacción. Si al analizar la muestra se obtiene menos de 0.4% de álcali libre, la carga ya está lista para su secado.

Cuando la carga del Reactor ya está dentro de las especificaciones, se pasa a los Secadores previamente acondicionados a un vacío de 560 a 640 mmHg para iniciar el secado. Se aplica vapor a la chaqueta de los Secadores a una presión de 1.5 a 1.7 Kg/cm<sup>2</sup> para que el tolueno y el agua de reacción sean removidos de la masa de xantatos. Los vapores de tolueno y agua arrastran vapores de alcohol y bisulfuro de carbono, así como polvo de xantatos, por lo que son pasados por un Filtro de mangas a la salida de los Secadores.

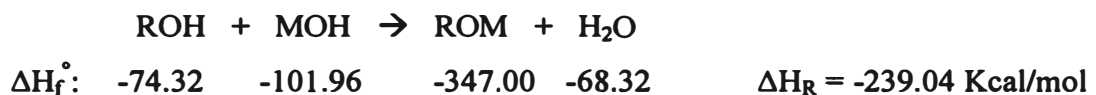
De aquí, los vapores succionados por la bomba de vacío se pasan por un Condensador vertical, recibándose los condensados en un Tanque Recibidor, y los vapores no condensados son conducidos a un Tanque Separador de Fases donde terminan de condensarse los vapores y se reciben, junto con el agua de operación de la bomba de vacío, en otro Tanque Recibidor. De estos dos tanques, al final del ciclo de secado, se bombea a un Tanque Decantador donde se elimina el agua, y el tolueno recuperado queda listo para un nuevo proceso.



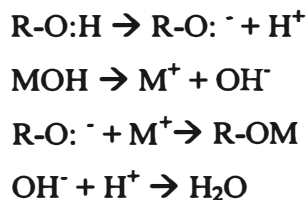
Para determinar el fin del ciclo de secado, el operador observa el goteo de condensados en la mirilla del Tanque Recibidor del Condensador y verifica la cantidad de tolueno ya recuperado. Finalizado el ciclo de secado, el vapor de la chaqueta de los Secadores se cambia por agua de enfriamiento, para enfriar el xantato en polvo a temperatura ambiente. Una vez enfriado, se rompe el vacío en los Secadores y se descarga en sacos de 50 Kg o en recipientes de metal para llevarlos a las máquinas perletizadoras.

### III.1.4 QUÍMICA DEL PROCESO

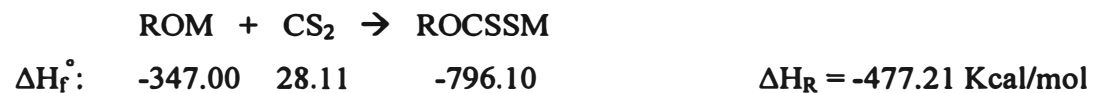
En la fabricación de los xantatos, la reacción inicial es la formación del alcóxido (alcoholato) por la reacción del álcali con el alcohol, que es exotérmica:



El mecanismo de la primera reacción involucra las siguientes etapas:

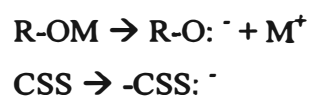


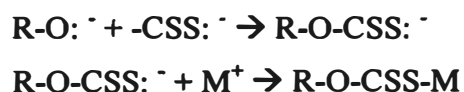
Luego, el alcóxido reacciona con el disulfuro de carbono, reacción también exotérmica, manteniendo una temperatura de 40 °C:



Nota: Los calores de formación y de reacción son para el caso del XIS.

El mecanismo de la segunda reacción involucra las siguientes etapas:





Si no hay presencia de agua en la mezcla de reacción se pueden obtener xantatos muy puros. La presencia de agua favorece la principal reacción secundaria:



A una temperatura demasiado baja, la reacción de formación de xantato puede ser bloqueada y, posteriormente, desarrollarse con violencia explosiva. Si la reacción se realiza muy lentamente ocasionará la formación de tiosulfatos y tritio carbonatos.

La experiencia ha demostrado que los mejores resultados se obtienen en la planta, cuando la mitad del alcohol se agrega junto con el tolueno, luego el álcali y posteriormente el resto del alcohol mezclado con el disulfuro de carbono. La reacción exotérmica se controla a 40 °C por enfriamiento con agua y por la velocidad de adición de la mezcla alcohol-disulfuro.

Se usa un ligero exceso de alcohol y de disulfuro de carbono para facilitar la reacción, el exceso se recupera con el tolueno. Una cantidad insuficiente de alcohol conduce a la formación de tiocarbonatos, debido a la reacción del álcali con el disulfuro de carbono, bajando la pureza de los xantatos.



### III.1.5 PROCEDIMIENTOS EN EL PROCESO

#### A. TRANSFERENCIA DE MATERIAS PRIMAS

**DISULFURO DE CARBONO DEL TANQUE DE ALMACENAMIENTO AL TANQUE MEDIDOR**

- a. Se abre la válvula en la tubería de entrada al Tanque Medidor, cerrando la válvula en la tubería de entrada al Reactor.
- b. Se prende la bomba del Tanque de Alimentación hasta transferir la cantidad formulada de disulfuro de carbono al Tanque Medidor. Estar atento del llenado mediante la escala graduada en el Tanque Medidor.
- c. Se apaga la bomba una vez transferido todo el disulfuro de carbono formulado.
- d. Se reporta la cantidad de disulfuro de carbono bombeado. El Tanque de Almacenamiento se mide antes y después del bombeo para verificar el volumen manejado.

**ALCOHOL DEL TANQUE DE ALMACENAMIENTO AL TANQUE MEDIDOR**

- a. Se abre la válvula en la tubería de entrada al Tanque Medidor de alcohol, cerrando la válvula en la tubería de entrada al Reactor.
- b. Se prende la bomba del Tanque de Alimentación hasta transferir la cantidad formulada de alcohol al Tanque Medidor. Estar atento del llenado mediante la escala graduada en el Tanque Medidor.
- c. Se apaga la bomba una vez transferido todo el alcohol formulado.
- d. Se reporta la cantidad de alcohol bombeado. El Tanque de Almacenamiento se mide antes y después del bombeo para verificar el volumen manejado.

**B. OPERACIÓN DEL REACTOR**

- a. Se verifica la disponibilidad de tolueno puro en la cantidad requerida. Si se va a usar tolueno recuperado, se verifica la completa separación del agua y se analiza el contenido de alcohol y de disulfuro de carbono, los cuales serán restados de la formulación del nuevo lote.
- b. Se abre la válvula en la tubería de entrada al Reactor para alimentar el tolueno por gravedad.
- c. Mientras se alimenta el tolueno, se prende la Bomba de Recirculación y se abre la válvula en la tubería de entrada al Reactor desde el Tanque Medidor de alcohol, para alimentar la cantidad formulada por la succión de la bomba.
- d. Una vez alimentados el alcohol y el tolueno, se prende el Agitador del Reactor y se abre la válvula del agua de refrigeración por la chaqueta del Reactor.
- e. Se comienza a adicionar lentamente el álcali respectivo al Reactor, directamente de los sacos, por la boca de alimentación en la parte superior del Reactor. Debe evitarse que la temperatura exceda los 40 °C, se continúa hasta adicionar toda la cantidad formulada.
- f. Una vez adicionado todo el álcali al Reactor, se continúa agitando y recirculando el lote durante una a cuatro horas para permitir el avance de la reacción con el alcohol.
- g. Luego, se comienza la adición de disulfuro de carbono abriendo la válvula en la tubería de entrada al Reactor por la succión de la Bomba de

Recirculación. Debe cuidarse que la temperatura no pase de 40 °C durante la adición de todo el disulfuro de carbono.

- h. Terminada la adición de disulfuro de carbono, se agita y recircula la carga durante el tiempo necesario para que todo el álcali reaccione. Se para el Agitador y se toma una muestra del fondo de la carga del Reactor para analizar si el álcali reaccionó totalmente.
- i. Si el análisis de la muestra arroja un porcentaje de álcali sin reaccionar mayor que 0.4%, se reajusta de ser necesario la cantidad de alcohol y disulfuro de carbono, y se da nuevamente el tiempo necesario para completar la reacción. Se haga un muestreo, y reajusta si es necesario, cada hora hasta que la alcalinidad libre de la carga sea menor que 0.4%.
- j. Cuando el análisis muestra que ya está dentro de las especificaciones, la carga está lista para pasarla a los Secadores.

### **C. PRUEBAS DE CONTROL QUÍMICO EN EL REACTOR**

#### **DISULFURO DE CARBONO EN EL TOLUENO RECUPERADO:**

- a. Se pipetea 25 ml de potasa alcohólica, KOH, en un frasco de vidrio de 600 ml. Se agrega 10 ml de tolueno recuperado, se agita bien por un minuto, y se deja reposar por 15 minutos.
- b. Se agrega 250 ml de agua destilada y 10 gotas de fenolftaleína como indicador. Se titula con HCl 0.5N hasta que desaparezca el color rojo.
- c. Se resta los ml de HCl usados de 25, y se multiplica la diferencia por la cantidad de tolueno recuperado y por el factor adecuado, de acuerdo con

el álcali usado (0.0038 para el hidróxido de sodio), para obtener los Kg de disulfuro de carbono en el tolueno recuperado.

ALCOHOL EN EL TOLUENO RECUPERADO:

- a. Se pipetea 10 ml de tolueno recuperado en un matraz de casia y se afora a 100 ml con agua destilada.
- b. Se agita vigorosamente por un minuto y se deja en reposo el matraz durante 15 minutos.
- c. La lectura del nivel del alcohol en ml a partir del cero del matraz, multiplicada por 0.8 y por la cantidad de tolueno recuperado, da los Kg de alcohol en el tolueno recuperado.

ÁLCALI SIN REACCIONAR EN EL REACTOR:

- a. Se pesa 50 g de la muestra de la carga del Reactor en un frasco tarado de 400 ml sobre una balanza.
- b. Se agrega 200 ml de agua destilada hasta disolver totalmente el xantato. Se agrega 25 ml de solución de cloruro de bario al 20%, y 20 gotas de fenolftaleína como indicador. Se titula con HCl 0.5N hasta que desaparezca el color rosado.
- c. Los ml de HCl usados multiplicados por el peso de la carga y por el factor adecuado, de acuerdo con el álcali usado, da los Kg de álcali presentes sin reaccionar.

ALCOHOL SIN REACCIONAR EN EL REACTOR:

- a. Se filtra la muestra de la carga del Reactor, a través de un embudo Buchner, dentro de un matraz de succión usando una bomba de vacío.
- b. Del filtrado se pipetea 10 ml en un matraz de casia y se afora a 100 ml con agua destilada. Se agita vigorosamente por un minuto y se deja en reposo durante 15 minutos.
- c. La lectura del nivel del alcohol en ml a partir del cero del matraz, multiplicada por 0.8 y por la cantidad de tolueno recuperado, da los Kg de alcohol sin reaccionar.

**DISULFURO DE CARBONO SIN REACCIONAR EN EL REACTOR:**

- a. De la muestra filtrada de la carga del Reactor, se pipetea 10 ml a un frasco de 250 ml que contiene 25 ml de KOH 0.5N.
- b. Se agita bien el frasco por un minuto y se deja en reposo durante 10 minutos. Se agregan 20 gotas de fenolftaleína como indicador y se titula con HCl 0.5N hasta que desaparezca el color rosado.
- c. Se resta los ml de HCl usados de 25, y se multiplica la diferencia por la cantidad de tolueno recuperado y por el factor adecuado, de acuerdo con el álcali usado (0.0038 para el hidróxido de sodio), para obtener los Kg de disulfuro de carbono sin reaccionar.

**D. OPERACIÓN DE LOS SECADORES**

Los dos Secadores están conectados al Reactor, cuyo volumen es cubierto por los dos Secadores. La operación descrita se aplica para ambos.

- a. Se verifica que los filtros de mangas están instalados en la Caja de Filtros y se encuentran en buenas condiciones.
- b. Se verifica que las compuertas de descarga de los Secadores estén cerradas y selladas fuertemente, así como la entrada-hombre en la parte superior.
- c. Se hace vacío en los Secadores y se asegura que sea constante, verificando que no existan fugas. El vacío debe ser de 510 a 560 mm Hg antes de pasar la carga.
- d. Se abre la válvula de la línea de transferencia del Reactor a los Secadores y se arranca el mecanismo de aspas de los Secadores.
- e. Se mantiene la agitación y la recirculación en el Reactor durante la transferencia. Cuando el vacío disminuya, la carga habrá pasado totalmente a los Secadores; cuando el Reactor esté vacío se para el agitador y la bomba de recirculación.
- f. Si la carga no se transfiere completamente, se bombea la cantidad necesaria de tolueno, se agita y recircula por 5 minutos y después se trasvasa a los Secadores.
- g. Se cierran las válvulas de salida de las chaquetas de los Secadores y se abren, poco a poco, las válvulas de entrada de vapor cuidando que el vacío no disminuya. Al comienzo, debe haber un vacío de 510 a 540 mmHg, después de 2 horas deberá mantenerse un vacío de 610 a 660 mmHg.
- h. Se controla el secado observando por la mirilla del Condensador Vertical el chorro de condensado, cuando el goteo es mínimo indica la



terminación del ciclo de secado según la humedad final requerida. Se cierra la válvula de entrada del vapor a la chaqueta de los Secadores.

- i. Cuando la carga está seca, se aplica agua fría a la chaqueta de los Secadores para enfriar la carga. Una vez fría la carga, se cierra la válvula a la entrada de la Bomba de vacío, se apaga la Bomba y se quita el vacío abriendo lentamente la válvula de entrada a la Bomba de vacío.
- j. Se abre la salida del fondo de los Secadores y se empieza a vaciarlos controlando la descarga con la válvula mariposa. Una vez transferida la carga a los sacos de embalaje, se toma una muestra de la carga para el análisis de pureza, humedad y alcalinidad total.
- k. Cuando los Secadores estén vacíos, se limpiarán las empaquetaduras sobre las compuertas exteriores de la tolva de descarga y se cierra los Secadores para el próximo ciclo de secado.

#### **E. RECUPERACIÓN DE TOLUENO**

- a. Cuando los Secadores han terminado un ciclo de secado, el tolueno recuperado se encuentra en los tanques recibidores de la Bomba de Vacío y del Tanque Separador, junto con el agua de reacción y los reactivos en exceso.
- b. Se cierra las válvula en la línea de condensado que va al Tanque Recibidor del Condensador Vertical.
- c. Se decanta el agua de los tanques recibidores y se bombea el tolueno al Tanque Separador, donde se hace el decantado final y queda el tolueno listo para la próxima carga.

**F. ENVASADO**

- a. Se preparan todos los sacos de polipropileno que van a ser usados, marcando con un plumón de tinta indeleble el número de lote, la fecha y el tipo de xantato a envasar.
- b. Se colocan dentro de los sacos las bolsas de polietileno, tratando de que sobresalga una parte para una descarga más rápida.
- c. Se coloca la balanza debajo de la tolva de descarga del Secador y se abre la compuerta de descarga del Secador para iniciar el proceso de envasado.
- d. Se inserta externamente la parte superior de la bolsa de polietileno al cono de descarga del Secador, tratando de sujetarla manualmente. Se inicia el llenado del saco jugando con la válvula mariposa hasta completar el peso.
- e. Una vez completado el peso neto en el saco, se cierra la válvula mariposa, se retira el saco de la balanza hasta colocarlo sobre una parihuela de madera, cerrando la bolsa de polietileno manualmente, tratando de dar varias vueltas a la parte superior de la bolsa.
- f. Se continúa la operación de llenado de los sacos hasta descargar todo el contenido de los Secadores. Según sea necesario se prende el mecanismo de aspas del Secador para ayudar a su descarga.
- g. Personal de Laboratorio tomará una muestra compósito de los sacos para su análisis de control de calidad.

- h. Cuando el análisis de la muestra indica que la carga está dentro de las especificaciones, se asegura con sujetador la bolsa de polietileno, se cose el saco de polipropileno y se coloca ordenadamente sobre las parihuelas de madera.
- i. Si la carga no está dentro de las especificaciones, se repite el análisis y si éste indica nuevamente que la muestra está por debajo de las especificaciones, se separa el lote, identificándolo como de baja pureza, para irlo mezclando en el Secador con los siguientes lotes de producción.
- j. Los sacos con el producto aprobado se entregan al Almacén, usando los formularios respectivos, para su almacenamiento final. El manipuleo de las parihuelas conteniendo los sacos se hace con ayuda de un Montacargas.

#### **G. PERLETIZADO**

La mayor parte de la producción de xantatos se comercializa en forma de perletas, por lo que, previo al envasado, se realiza la operación de convertir en perletas el xantato descargado en polvo. Para esto, el xantato es descargado en recipientes metálicos que son llevados encima de los transportadores sin fin que alimentan a las máquinas perletizadoras.

- a. Se prende el motor de la matriz de la perletizadora y el motor del ciclón. Se deja girando la matriz y los rodillos durante 10 minutos antes de alimentar el polvo de xantato, para permitir que caliente y alcance una temperatura adecuada.
- b. Se prende el motor del transportador sin fin y se inicia la alimentación del polvo de xantato a una velocidad baja.

- c. Se controla el goteo de agua y la alimentación del polvo de modo que el perletizado sea adecuado.
- d. La descarga del perletizado se recibe en sacos de polipropileno con bolsa interior de polietileno, igual que para el polvo, sobre una balanza para el control del peso.
- e. El polvo de xantato colectado por el ciclón se recibe en los mismos envases que para el polvo y se disponen para su realimentación a las perletizadoras.
- f. Personal de Laboratorio tomará una muestra compósito de los sacos descargados para su análisis de pureza, humedad y contenido de finos. Se procederá en la misma forma que para el envasado de xantato en polvo.

### **III.1.6 SEGURIDAD EN EL PROCESO**

#### **A. MANEJO DE LAS MATERIAS PRIMAS**

##### **Disulfuro de Carbono:**

El disulfuro de carbono es nocivo en contacto con la piel y cuando se inhala o se ingiere por la boca, por lo que debe evitarse su exposición.

Puede ocasionar resequedad o resquebrajamiento de la piel, y aún quemaduras severas. En caso de contacto con la piel o ropa, debe quitarse la ropa inmediatamente, lavar la piel con abundante agua y avisar al departamento médico. En caso de salpicadura a los ojos, debe lavarse inmediatamente con abundante agua durante 15 minutos y avisar al departamento médico.

La inhalación del disulfuro de carbono puede producir dolor de cabeza, náusea, disnea y colapso cuando es envenenamiento agudo; en este caso, se debe sacar rápidamente a la víctima de la atmósfera contaminada. Si se para la respiración, se administra respiración artificial y posteriormente oxígeno. El paciente debe permanecer sin movimiento en un ambiente abrigado y cómodo, pero no caliente. Avisar inmediatamente al departamento médico.

La ingestión de disulfuro de carbono puede resultar en la pérdida del conocimiento, labios azules, palidez de la cara, nublazón de la vista, pulso rápido, convulsiones, vómitos, diarreas y dolor de cabeza.

Donde exista la posibilidad de exposición se debe usar guantes de hule, botas de jebe, máscara de gas, para exposiciones breves, y máscaras con líneas de aire cuando las condiciones son desconocidas.

#### **Hidróxidos de Sodio y de Potasio:**

La soda y la potasa cáustica son álcalis fuertes, muy peligrosos cuando no se manipulan con seguridad, su contacto causa severas quemaduras destruyendo los tejidos. La inhalación del polvo o neblinas concentradas puede causar graves daños al sistema respiratorio y a los pulmones.

En ocasiones los signos de irritación pueden no evidenciarse inmediatamente después del contacto. Los trabajadores que tienen que manipularlos deben usar guantes de hule, mandil, zapatos o botas de jebe, un respirador de gas/polvo y lentes de seguridad.

En caso de contacto, se debe aplicar abundante agua a todas las partes afectadas del cuerpo. Si el álcali entra a los ojos, se debe lavar con abundante agua durante 15 minutos, y avisar al departamento médico. Si

ocurre un shock, se debe tener al paciente acostado sobre su espalda tratando de abrigarlo y llamar inmediatamente al doctor o enfermera.

**Alcoholes Isopropílico, Amílico e Isobutílico:**

Estos alcoholes no constituyen un riesgo industrial, no se han reportado casos de envenenamiento industrial con estos productos. Sin embargo, altas concentraciones en el ambiente pueden causar irritación moderada en los ojos, nariz y garganta y se puede, posiblemente, llegar a una breve transición narcótica; se debe evitar una inhalación excesiva.

**Tolueno:**

Se deben evitar el contacto prolongado con la piel y la inhalación excesiva de sus vapores. Este producto, después de prolongados y repetidos contactos con la piel, puede causar resequedad y resquebrajamiento de la piel, lo cual puede causar infecciones secundarias.

Para su manipuleo se debe usar guantes de hule; si la ropa se humedece con tolueno, se debe quitar la ropa y lavar la piel con agua y jabón. La inhalación excesiva puede producir una intoxicación moderada. Usar una máscara para vapor orgánico cuando exista la posibilidad de exposición.

**B. MANEJO DEL PRODUCTO TERMINADO**

Los xantatos, recientemente, han sido considerados como sustancias peligrosas por tener la propiedad de autocombustionar bajo condiciones simultáneas de humedad excesiva, contacto con aire y degradación del xantato, retornando a sus materias primas.

El principal cuidado se orienta a evitar la conjunción de estas condiciones. Se debe comprobar que cumplan con las especificaciones de pureza y humedad, comprobar el correcto sellado de los sacos que contienen xantato, y almacenarlos en lugares frescos y bien ventilados

Ningún caso de envenenamiento sistemático ha ocurrido en el personal que manipula este producto; sin embargo, el contacto prolongado con los xantatos causa irritación local marcada, siendo capaz de producir quemaduras en la piel y en los ojos.

Se debe usar guantes de hule, mandil máscara con filtros para polvo y lentes de seguridad para el manipuleo de los xantatos. En caso de contacto con la piel y ojos, se debe lavar con abundante agua fresca.

### **C. SEGURIDAD EN EL PROCEDIMIENTO OPERATIVO**

El procedimiento operativo indicado debe cumplirse estrictamente y ningún trabajador debe apartarse nunca de él, excepto bajo una orden estricta del supervisor; ninguna persona debe hacer movimientos en el equipo que no comprenda. El personal debe estar familiarizado con el Reglamento de Seguridad Industrial, una copia de la cual se debe tener en la oficina de personal.

Se debe salir del área cuando se detecte algún olor fuerte que se conoce o algún olor que no se conoce; reportar estas condiciones al supervisor. Entrar en los tanques sólo bajo orden del supervisor y tomando en cuenta el boletín detallado de prevención de accidentes e incendios.

Verificar que todo el sistema de salida local esté en buenas condiciones de trabajo cuando se opere cualquier parte del equipo. Se deben usar mangueras de alta presión en todas las líneas de aire o vapor.

Se debe conservar los pisos limpios en todo momento y secarlo inmediatamente después de lavarlo para evitar resbaladuras.

#### **D. EQUIPOS DE PROTECCIÓN PERSONAL**

Se debe usar todo el tiempo los equipos de protección personal básicos como ropa de seguridad, zapatos o botas de jebe y casco de seguridad. Para las operaciones indicadas en el procedimiento operativo se debe usar los equipos de protección adicionales como guantes de hule, mandil de PVC, máscara o respirador con los filtros apropiados y lentes de seguridad.

Los lentes de seguridad deben usarse para manipular la soda o potasa cáustica, para limpiar el Reactor para un nuevo ciclo y para limpiar la parte exterior de los sacos de embalaje. Se deben usar máscaras de protección de la cara cuando se manipule la válvula de descarga del Reactor. Se deben probar, al comienzo de cada guardia, las duchas de seguridad.

#### **E. PREVENCIÓN DE INCENDIOS**

La reacción en el Reactor es bastante exotérmica, si después de alimentar el alcohol y disulfuro de carbono por 15 minutos, la temperatura baja a 25 °C o menos, parar inmediatamente la alimentación y avisar inmediatamente al supervisor.

En el área de xantatos no debe usarse flamas abiertas Deben usarse luminarias y motores a prueba de explosión. Deben usarse herramientas que no produzcan chispas.



Deben conectarse a tierra todas las tuberías de transferencia de disulfuro de carbono, alcoholes y tolueno, por ser muy inflamables. Reportar cualquier defecto al supervisor. Deben instalarse alarmas de seguridad en lugares accesibles para el caso de accidentes o amago de incendios.

Para cualquier trabajo de mantenimiento que involucre trabajos de soldadura, previamente debe lavarse los equipos con agua, desgasificar el Reactor y los Secadores, llenar con agua los tanques medidores y lavar las canaletas de desagüe.

Deben ubicarse hidrantes alrededor de la planta con mangas que cubran toda el área y conectadas a una bomba contra incendio dedicada exclusivamente a este fin. Debe conformarse una brigada contra incendios en cada turno de trabajo. Se debe revisar periódicamente el estado de las mangas y sus accesorios.

Deben ubicarse extintores de polvo químico seco en los lugares que involucren riesgo. Debe comprobarse la vigencia de su carga y el conocimiento de su uso por parte del personal operativo. Cerca de las subestaciones eléctricas debe haber extintores de CO<sub>2</sub>.

## **III.2 MEJORAMIENTO EN LA OBTENCION DE XANTATOS**

La Tecnología descrita en detalle en el punto III.1 es tal como fue recibida por la industria nacional de Industrias Químicas de México en el año 1976. A continuación se describen todas las adecuaciones, modificaciones y mejoras efectuadas a lo largo de todos estos años en que viene funcionando la empresa nacional que fabrica estos productos.

### **III.2.1 CAMBIOS EN LA REACCIÓN**

#### **A. Cambio de Solvente:**

De acuerdo con la Tecnología en estudio, el medio líquido inerte a usar para facilitar la reacción es el tolueno. Sin embargo, luego de usarlo por un tiempo, su toxicidad y su condición de materia prima importada indujeron a buscar una alternativa de reemplazo.

Las características que debe reunir un solvente para ser usado en la fabricación de xantatos son:

- Inerte a los xantatos y a las materias primas usadas en su fabricación.
- Punto inicial de destilación lo suficientemente alto para evitar su evaporación en la etapa de reacción.
- Punto final de destilación lo suficientemente bajo para evitar el excesivo uso de combustible en la generación de vapor (calderos) para secar el xantato.  
Costo bajo.

Evaluando los solventes disponibles a nivel nacional, la elección se dio por el Solvente #1, de Petroperú, cuyas características se dan a continuación:

**Características Físicas:**

Color:	Blanco cristalino
Gravedad específica:	0.7212 (a 20 °C / 20 °C)

**Especificaciones Técnicas:**

Pureza:	99.0% mín.
Rango de destilación:	43 – 136 °C (a 760 mm Hg)
Acidez:	0.002 % como ácido acético.
Materia no volátil:	0.002 g / 100 ml máx.

Este solvente #1 está siendo usado, habiendo reemplazando con éxito al tolueno. Su consumo por TM de xantato producido es significativamente menor que lo que se consumía de tolueno. Su punto inicial de destilación más bajo que el del tolueno hace extremar el cuidado en la temperatura de reacción para no tener pérdidas por evaporación en esta etapa.

**B. Instalación de un Reactor-Acondicionador:**

En el proceso de producción por lotes de xantato hay una simultaneidad en las operaciones de reacción y secado. Esto obliga a sincronizar, de alguna manera, los tiempos de operación de cada etapa para evitar tiempos muertos en el otro equipo. Estos tiempos de operación varían con el tipo de xantato, debido a su estructura y a su consistencia.

Debido a las mejoras logradas en la etapa de secado para el xantato isopropílico de sodio, el tiempo para esta etapa llegó a ser significativamente menor que el tiempo de reacción, produciéndose tiempos muertos en el Secador por no estar lista la carga en el Reactor, constituyéndose en el cuello de botella del proceso global.

De la evaluación de la diferencia de estos tiempos, se llegó a la conclusión que se hacía necesario introducir un nuevo equipo (Reactor) para aprovechar mejor el tiempo del Secador. Así, se construyó un equipo muy similar al Reactor y se instaló en la planta.

Con este equipo, el trabajo del Reactor se redujo a la adición de todas las materias primas, luego de lo cual se trasvasa al nuevo equipo, donde se termina de hacer reaccionar las materias primas para luego pasar el xantato líquido formado al Secador.

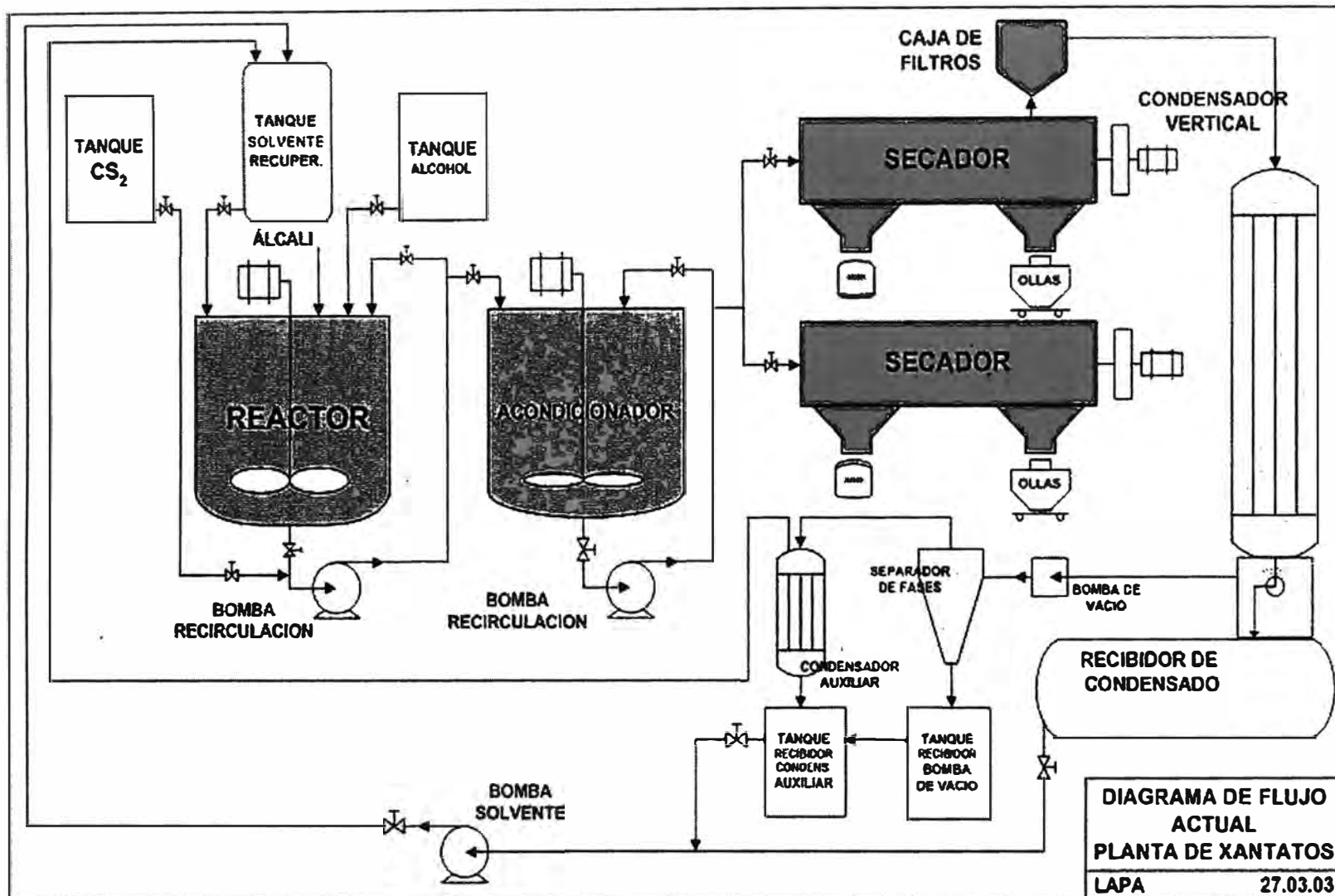
De esta manera se redujo la cadencia de la línea, logrando hacer mayor número de lotes por día, lo que se traduce directamente en mayor producción diaria y mayor capacidad de planta.

### **III.2.2 CAMBIOS EN EL SECADO**

#### **A. Modificación de la Salida de Vapores del Secador:**

En la etapa de secado, dentro del Secador se produce una masa turbulenta de vapores de solvente y de agua que, al salir del Secador, arrastran xantato en polvo ocasionando el atoro y rotura de los filtros de manga en la Caja de Filtros, alargando el tiempo de secado por tener que proceder a su acondicionamiento y reposición. La salida original de cada Secador a la Caja de Filtros era un cilindro recto de 18", lo que contribuía o no evitaba este arrastre.

Se modificó la salida del Secador hacia la Caja de Filtros a un cono trunco invertido, de 20" a 14", forma que ayuda a retener el xantato en polvo dentro del Secador, desprendiéndose de la corriente ascendente de vapores de agua y solvente. Con esto se logró una frecuencia mucho menor en la reposición de los filtros de manga,



**B. Instalación de un Condensador Auxiliar:**

En el proceso de recuperación de solvente, se considera una merma por pérdidas debidas a evaporación en el Reactor y fugas en el sistema de secado. Estas mermas deben ser minimizadas por su efecto en el costo de producción.

Para disminuir la pérdida de Solvente #1 durante el secado, se instaló otro condensador en el sistema de recuperación de solvente. Este condensador, más pequeño que el Condensador Vertical original, se colocó en la descarga de los vapores de salida del Separador de Fases, con lo que se logró disminuir el consumo de Solvente #1 en aproximadamente 10%.

El sistema original, con un solo Condensador funcionaba bien, pero caía rápidamente por su ensuciamiento o encalichamiento, o al aumentar la velocidad de evaporación para disminuir el tiempo de secado.

**III.2.3 CAMBIOS EN LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN****A. Determinación del Tiempo Óptimo de Alcoholato:**

De acuerdo con la Tecnología considerada para la elaboración de xantatos, luego de la adición del Solvente #1, del alcohol y del álcali al Reactor, se deja reaccionar la carga durante 1 a 4 horas, dependiendo del tipo de xantato, para permitir que la reacción de alcoholato se complete antes de la adición del disulfuro de carbono para la formación del xantato.

Cuando en el Reactor hay alcoholato y álcali presentes al adicionar el disulfuro de carbono, éste reacciona de preferencia con el alcoholato; pero, si hay sólo álcali, reaccionará con el álcali disminuyendo la pureza del xantato obtenido, por lo que

es importante la formulación adecuada de la cantidad de alcohol y su conversión en alcoholato al reaccionar con el álcali.

A fin de disminuir el tiempo total de reacción, se han llevado a cabo muchas pruebas para determinar el tiempo óptimo de alcoholato, es decir, el tiempo mínimo que debe dejarse reaccionar al alcohol y al álcali para que, luego de la adición del disulfuro de carbono, la pureza del xantato obtenido esté dentro de las especificaciones.

Como resultado de estas pruebas, para cada tipo de xantato, se ha determinado que el tiempo óptimo de alcoholato es de 1 hora para el Xantato Isopropílico de Sodio y el Xantato Isobutílico de Sodio, y de 2 horas para el Xantato Amílico de Potasio.

#### **B. Adición Anticipada de Disulfuro de Carbono:**

Uno de los problemas de operación más comunes en el sistema de reacción para la elaboración del Xantato Amílico de Potasio es el atoro de la línea de recirculación del Reactor durante y después de la adición de la potasa a la mezcla de alcohol y solvente, obligando a apagar y prender continuamente el agitador del Reactor para evitar los atoros y mantener un flujo constante.

Esto implica, por una parte, la atención permanente del operario a esta operación sin poder desarrollar o vigilar otras y, por otra parte, el desgaste del sistema de agitación por continuos arranques con el Reactor cargado.

Las causas de este problema pueden ser, entre otras, el espesamiento de la carga por falta de solvente en la cantidad suficiente, adición demasiado rápida de la potasa, o presencia de partículas muy grandes de potasa que reaccionan difícilmente con el alcohol.

Buscando soluciones sencillas a este problema se ha encontrado que, al adicionar una porción pequeña de disulfuro de carbono en la etapa de reacción del alcoholato, el flujo de recirculación se normaliza y, a la vez, acelera la reacción de alcoholato.

Sin embargo, del resultado de las pruebas realizadas en la planta, la adición anticipada de disulfuro de carbono no debe ser antes ni inmediatamente después de terminada la adición de la potasa. Además, debe ser en una cantidad muy pequeña para evitar la reacción del disulfuro de carbono con la potasa y, por lo tanto, la disminución de la pureza del xantato obtenido.

### **C. Orden Inverso de la Reacción:**

Entre los xantatos de metales alcalinos, el xantato isobutílico de sodio es el más difícil de hacer reaccionar, ya que su cinética es muy lenta cuando se prepara de acuerdo con el proceso definido por la Tecnología en estudio.

De acuerdo con esta tecnología, primero se adiciona al Reactor el solvente #1 y el alcohol isobutílico, luego se agrega la soda para formar el alcoholato y, después de una hora de reacción, se agrega por partes el disulfuro de carbono para formar el xantato, cuidando que la temperatura no pase de 40 °C.

El xantato isobutílico de sodio obtenido de esta manera es de una pureza muy baja, apenas por encima de 80%, y tiende a degradarse con facilidad descomponiéndose en sus materias primas cuando su contenido de soda libre sin reaccionar es apenas ligeramente alto.

Después de muchas pruebas para mejorar la cinética y el avance de la reacción, variando los parámetros de operación como la cantidad de reactivos, la temperatura y el tiempo de reacción, los resultados obtenidos fueron poco alentadores.



Finalmente, los mejores resultados se obtuvieron cuando se varió el orden de adición de los reactivos. De acuerdo con esto, primero se adiciona al Reactor el solvente # 1, el alcohol isobutílico y el disulfuro de carbono; luego se agrega la soda por partes cuidando que la temperatura no pase de 45°C hasta completar la reacción.

Con este proceso, el xantato isobutílico de sodio obtenido alcanza una pureza por encima de 90% y es un producto mucho más estable que muy difícilmente puede degradarse.

#### **D. Decantación del Xantato Isopropílico de Sodio:**

El papel que cumple el solvente # 1 es el de facilitar la reacción al mantener la carga líquida, evitando que se espese y tome una consistencia pastosa; además, ayuda a atenuar la elevación de la temperatura por efecto de la reacción. Así, en teoría, cuanto mayor sea la cantidad de solvente que se use mayor será la facilidad con que se lleve a cabo la reacción.

Sin embargo, por otro lado, cuanto mayor sea la cantidad de solvente usado, mayor será el consumo de vapor para secar el xantato y mayor será el tiempo de secado. Por lo tanto, se usa la cantidad mínima de solvente con la que se asegure mantener líquida la carga en reacción.

Buscando alternativas de mejora en este aspecto se encontró que el xantato isopropílico de sodio, estando ya en condiciones de pasar al secado, puede ser decantado separándose con relativa rapidez en dos fases: una de xantato pastoso y otra de solvente en la parte superior del Acondicionador, la cual puede separarse físicamente de la masa de xantato.

Operativamente, cuando la carga del Acondicionador ya está dentro de las especificaciones de soda libre sin reaccionar, se apagan la Bomba de

Recirculación y el Agitador del Acondicionador por una hora. Luego, el solvente de la fase superior es succionado con vacío a un Tanque de solvente recuperado para su posterior uso en un nuevo lote. Finalmente la carga es trasvasada de la manera normal al Secador.

Actualmente, esta operación es parte del proceso productivo de la industria nacional, lográndose recuperar hasta la mitad del solvente usado en la reacción antes del secado. Con esta modificación se logró reducir significativamente el consumo de petróleo en los calderos para el secado del xantato y, también, se redujo el tiempo total de secado.

Otra ventaja adicional se relaciona con la recuperación del exceso de alcohol usado en la reacción.

**E. Recirculación del Agua Usada en la Bomba de Vacío:**

En la etapa de secado, el funcionamiento de la Bomba de Vacío depende del flujo de agua que se usa como sello para producir el vacío. El flujo necesario es considerable, aproximadamente 7600 lt/hr.

Inicialmente, esta agua era evacuada a las canaletas de desagüe por tener cierta contaminación con xantato disuelto en agua ocasionada por la rotura continua de filtros en la Caja de Filtros. Al disminuir drásticamente la rotura de filtros con la modificación de la salida de los vapores del Secador, dicha contaminación también se redujo.

Actualmente el agua usada en la operación de la Bomba de Vacío se recicla por gravedad a la poza de la Torre Marley con un importante ahorro en el consumo de agua. Periódicamente, cada quince días, el agua de la Poza de la Torre Marley se renueva completamente para reducir al mínimo la contaminación.

### **III.2.4 PROPUESTAS PARA LA AMPLIACIÓN DE PLANTA**

#### **A. Reemplazo del Agitador del Reactor:**

El agitador del Reactor es de un modelo muy antiguo, tipo mariposa, accionado por un moto reductor de 25 HP, con una velocidad de 40 RPM. Está diseñado para impedir que las partículas de álcali adicionadas se asienten en el fondo del Reactor y para darle a la carga un movimiento ascendente lateral y descendente central que asegure una mezcla completa.

Si bien este agitador cumple relativamente bien con su función de mezcla, en la actualidad existen diseños de agitadores de alta intensidad (400 a 500 RPM) que permiten una entrega más eficiente y rápida de energía al sistema. La intensa agitación contribuye a reducir el tamaño de partícula del álcali usado, evitando su sedimentación, y a una rápida difusión del calor generado por la reacción exotérmica.

El fundamento del agitador de alta intensidad es aplicar la energía mecánica de agitación a un volumen de sistema menor y adyacente al eje del agitador, reduciendo el momento del motor y creando una zona de alta turbulencia, favoreciendo así el avance de la reacción. Esta zona de alta turbulencia se aísla del resto de la carga por una pared metálica concéntrica a la pared del Reactor creando una corriente vertical ascendente por la periferia del reactor.

Las ventajas a obtener por el reemplazo del sistema de agitación incluyen:

- Reducción en el consumo de energía, ya que la bomba de recirculación no tendría que operar durante toda la etapa de reacción.
- Aumento de la capacidad de producción al disminuir el tiempo empleado en la etapa de reacción, pudiendo hacer mayor número de lotes por día.

- ❑ De acuerdo con pruebas iniciales efectuadas, también se obtendría una mayor pureza del producto al mejorar la mezcla de la carga y la reacción de las materias primas.

#### **B. Reemplazo de la Bomba de Recirculación del Reactor**

La bomba de recirculación del Reactor es centrífuga, tipo de bomba que no es adecuada para el bombeo de líquidos con partículas sólidas en suspensión, por lo que con relativa frecuencia se atora durante la adición del álcali respectivo al Reactor, especialmente la potasa por comercializarse mayormente en escamas.

Esta situación obliga a extremar los cuidados para evitar el atoro de la recirculación, presentando la operación de desatoro cierto riesgo para el operador y es la causa de pérdida de parte de la carga del Reactor. Por ejemplo, para la fabricación del xantato amílico de potasio se hace uso de la adición anticipada de disulfuro de carbono como ya se explicó.

Para solucionar esto se debe considerar el reemplazo de la bomba actual por otra del tipo desplazamiento positivo, que es adecuada para el manejo de partículas sólidas en suspensión, eliminándose así el riesgo de atoros con el beneficio de disminuir el tiempo de reacción y la pérdida de materias primas.

#### **C. Adición de un Equipo Enfriador**

Actualmente las etapas de secado y de enfriamiento del xantato se hacen en el mismo equipo, lo que implica tiempos muertos en cada una de estas operaciones cuando se está haciendo la otra.

Considerando siempre que la ampliación de Planta no debe ser meramente extensiva, debe considerarse, para una posible futura ampliación, el diseño de un equipo enfriador del xantato seco que haga posible realizar las operaciones de

secado y enfriamiento simultáneamente, disminuyendo así la cadencia de línea y poder hacer mayor número de lotes por día.

Esto es válido para la fabricación de xantato isopropílico de sodio, en el que el tiempo de secado y el tiempo de enfriamiento y descarga son muy similares, pudiéndose así reducir el tiempo para estas dos operaciones a la mitad. La producción histórica de este xantato es mucho mayor que la de los otros dos considerados en este informe.

### **III.3 IMPLEMENTACIÓN DE SISTEMAS DE CONTROL EN LA PLANTA DE XANTATOS**

La Tecnología recibida por la industria nacional de Industrias Químicas de México incluía una instrumentación muy básica para el control de los parámetros de operación consistente principalmente en indicadores y registradores de temperatura, presión y vacío. A continuación se describe lo avanzado en este campo, refiriendo lo que ya se ha hecho y, también, lo que aún falta por hacer o por concluir.

#### **III.3.1 IMPORTANCIA DE LA INSTRUMENTACIÓN**

La instrumentación de una Planta es esencial para disponer de información concerniente al estado de su operación. Esta información es útil para asegurar que el proceso opera de acuerdo con las especificaciones de diseño, es decir, para asegurar que el estado de la Planta es el deseado.

Como se sabe, el proceso de automatizar una Planta debe ser gradual para avanzar sostenidamente hasta llegar a la última etapa que es el control total del proceso. En este sentido, el siguiente paso es pasar de tener indicadores de los parámetros a contar con una instrumentación centralizada.

#### **III.3.2 SISTEMAS DE CONTROL EN LA REACCIÓN**

##### **A. Control de la Transferencia de Materias Primas Líquidas**

Como se ha descrito, inicialmente la transferencia de las materias primas líquidas de los tanques de almacenamiento a los Tanques medidores se hacía manualmente

por medio de la bomba respectiva y controlando la altura del líquido en el Tanque medidor, desde el cual se adicionaba al Reactor para un nuevo lote.

Actualmente la transferencia de los alcoholes, del disulfuro de carbono y del solvente #1 se hace con ayuda de un sensor de caudal que envía una señal a un controlador que actúa sobre el motor de la bomba para apagarla cuando se ha bombeado la cantidad fijada de acuerdo con la formulación del lote.

De esta manera se asegura el bombeo de la cantidad exacta de cada material y, a la vez, permite al operador de Planta disponer de mayor tiempo para realizar otras actividades propias del proceso de fabricación.

#### **B. Control de la Adición de Disulfuro de Carbono**

Como se ha mencionado, la adición de disulfuro de carbono se hace por partes de acuerdo con la temperatura; por tratarse de una reacción exotérmica se tiene que refrigerar el Reactor para enfriar la carga y continuar la adición de disulfuro de carbono.

Anteriormente esta adición se hacía manualmente abriendo y cerrando una válvula de acuerdo con la temperatura observada en el registrador de temperatura del Reactor. Esto obligaba al operador de Planta a dedicar mucho tiempo al control de esta operación y, frecuentemente, se tomaba más tiempo del necesario para el término de la adición de disulfuro de carbono por no hacer una dosificación adecuada. Además, por tener que hacer otras tareas el operador de Planta, podía ocurrir una dosificación en exceso de disulfuro de carbono al regular la válvula para una dosificación continua y descuidarse en cerrarla a tiempo.

Actualmente para la adición de disulfuro de carbono se cuenta con una válvula de control de apertura y cierre que es accionada por un controlador de acuerdo con la señal que recibe de la termocupla que indica la temperatura en el Reactor. Con

esto se ha logrado mantener un tiempo de adición bastante similar en todos los lotes, el cual ha disminuido significativamente al hacer una dosificación mucho más regular que antes.

### **III.3.3 SISTEMAS DE CONTROL EN EL SECADO**

#### **A. Control de la Velocidad de Secado**

El control de la velocidad de Secado es importante porque una velocidad baja implica un tiempo de secado mayor y, por lo tanto, un menor número de lotes por día. Por otro lado, una velocidad de secado más alta puede resultar en un flujo excesivo de vapores a condensar que no pueda manejar el Condensador Vertical principal, traduciéndose en una mayor pérdida del Solvente #1.

De acuerdo con la Tecnología descrita, el control de la velocidad de secado se hacía exclusivamente por el uso de una válvula reguladora de la presión del vapor de agua proveniente del caldero, que es el medio de calentamiento para el secado. Está válvula permite regular la presión del vapor en un periodo determinado, iniciando con una presión baja y aumentando gradualmente hasta llegar a un valor determinado.

Si bien esto es importante porque al inicio del secado el calentamiento debe ser moderado por haber gran cantidad de Solvente #1 y agua a evaporar, este control indirecto no era suficiente para asegurar una velocidad de secado óptima. Gracias a la experiencia y correlación de medidas de parámetros, se ha encontrado que el control es mejor guiándose por la temperatura de los vapores a la salida del Secador, usando para ello un indicador de temperatura.

Actualmente el control es manual y está a cargo del operador de la Planta pero, por los resultados obtenidos, ya se hace necesaria la instalación de un sistema de



control básico mediante un sensor de temperatura de los vapores que envíe la señal a un controlador, el cual, de acuerdo con la señal recibida, abra o cierre una válvula de control en la línea de ingreso del vapor de agua a la chaqueta del Secador.

#### **B. Control del Punto Final de Secado**

El control del final del secado se realiza, según la Tecnología descrita, observando el goteo de condensados en la mirilla del Tanque Recibidor del Condensador y verificando la cantidad de solvente #1 ya recuperado.

La humedad final requerida varía con el tipo de xantato y con la forma final del producto: polvo o perleta, por lo que el método de observar el goteo de condensados es muy inexacto. Hay que tener en cuenta que el contenido de humedad es un parámetro importante para el proceso de perletización y es una especificación del producto final.

La verificación de la cantidad de solvente #1 ya recuperado implica “romper” el vacío sólo en el Tanque Recibidor del Condensador principal y bombear los condensados al Tanque Decantador para su medición. Además del riesgo que involucra esta operación, el tiempo que toma realizarlo la hacen poco viable.

La solución debería ser la instalación de un dispositivo medidor de la humedad en el interior del Secador. Con la participación de una empresa dedicada a la venta de estos dispositivos se hicieron muchas pruebas para medir la humedad con un sensor instalado en el Secador, pero no se pudo superar el problema de la incrustación del producto en el bulbo del sensor que impedía una medida real del parámetro. Sin embargo, debería insistirse en lograr la instalación satisfactoria de este instrumento por los beneficios que se conseguirían.

#### **IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

El uso de los xantatos de metales alcalinos como colectores en el proceso de flotación podría continuar en los próximos años, a pesar de los productos alternativos existentes, debido a su buen desempeño como colector y a su bajo costo.

Los xantatos deberían usarse siempre en forma de perletas ya que, además de conservar por mayor tiempo sus propiedades colectoras, reducen drásticamente la emisión de polvo al momento de su uso, perjudicial para la salud del operador de concentradora.

El color de los xantatos no es indicativo de su calidad, es así que su color varía desde amarillo pálido, naranja hasta verduzco sin disminución de sus propiedades colectoras. Los productos puros son casi blancos, la variación del color se debe a su exposición al aire.

Los xantatos han sido declarados recientemente como sustancias peligrosas por autocombustionar bajo circunstancias de humedad, temperatura, contenido de álcali libre y contacto con aire. Para evitarlo debe asegurarse su calidad, y envasarlo herméticamente y a temperatura ambiente.

Durante la reacción de formación de los xantatos es muy importante evitar la presencia de agua que no sea la propia formada en la reacción, ya que es la causa principal de la baja pureza de los xantatos.

Es recomendable el reemplazo del antiguo agitador del Reactor por uno más moderno de alta intensidad por las ventajas que implica: reducción del consumo de energía, disminución del tiempo de reacción y mayor pureza de los xantatos obtenidos.

Para evitar los atoros es recomendable el reemplazo de la bomba de recirculación centrífuga por una de desplazamiento positivo, que maneja mucho mejor los líquidos con partículas sólidas en suspensión.

De justificarse una ampliación de Planta, debería considerarse la implementación de un equipo enfriador independiente del Secador, sobre todo en la fabricación de xantato isopropílico de sodio.

En un mercado con tanta competencia de productos extranjeros es vital el aseguramiento de la calidad de los xantatos, siendo necesaria para esto la implementación de sistemas de control en todo el proceso de fabricación.

Como paso previo a lograr la automatización de la industria nacional de fabricación de xantatos, el paso siguiente debería ser la implementación de una instrumentación centralizada.

Para el control de la velocidad de secado y para determinar el final del secado se debería retomar el proyecto de instalar en el Secador un instrumento medidor de humedad, parámetro importante para el proceso de perletizado.

## **V. BIBLIOGRAFÍA**

1. Crozier, R. D., "Flotation: Theory, Reagents and Ore Testing", The Camborne School of Mines, 1990.
2. Dow Chemical Company, "Flotation Fundamentals: Key to Effective, Economical Modern Mining Practice", 1981.
3. Kirk-Othmer, "Enciclopedia de Tecnología Química", 3ra. Edición.
4. Chia, C., Currah, J. E., Lusby, G. R., "Manufacture of alkali metal xanthates", U.S. Patent 3,864,374, 1975.
5. Young, T. L., Greene. M. G., Bauer, K., Young, S. K., "Process for making high purity xanthates", Patent Cooperation Treaty (PCT) WO 01/47876 A!, 2001.
6. "Planta de Xantatos: Manual de Operación y Mantenimiento", Industrias Químicas de México, S. A., México, 1975.

## VI. APÉNDICE

### CONTROL DE CALIDAD DE LOS XANTATOS

#### 1. DETERMINACIÓN DE XANTATO DISPONIBLE

Pese exactamente 5.0 gr de muestra en polvo (o pulverizada) en un vaso de 100 ml.

Disuelva la muestra pesada con aproximadamente 60 ml de acetona.

Filtre con papel semi-rápido a una fiola de 250 ml, añadiendo acetona hasta transferir todo el xantato disuelto. Evite derrames de acetona por los lados del vaso. Use un embudo de boca ancha de 10 cm de diámetro.

Afore con acetona al volumen de la fiola. Tape y agite.

Tome inmediatamente una alícuota con una pipeta volumétrica de 25 ml en un erlenmeyer de 250 ml que contenga HCl 0.1 N en la cantidad según el tipo de xantato.

XANTATO	XIS	XAP	XSBS
ml HCl 0.1N	32	25	30

Prepare también un blanco de 25 ml de acetona y la misma cantidad de HCl usada para la muestra.

Titule el blanco y la muestra con NaOH 0.1 N, usando rojo de metilo como indicador, hasta la desaparición del color rojo.

**Cálculos:**  $\% \text{ Xantato} = (\text{ml Blanco} - \text{ml gasto}) \times M \times F_{\text{NaOH}} \times 20$

donde:  $M$  = miliequivalentes (meq) del xantato

$F_{\text{NaOH}}$  = factor de hidróxido de sodio 0,1N. Resulta de dividir la normalidad real del NaOH 0,1N entre 0,1.

XANTATO	XIS	XAP	XIBS
meq	0.1582	0.2024	0.1723

## 2. DETERMINACIÓN DE HUMEDAD

Preseleccione un programa de secado, a la temperatura de 130°C, en la Balanza Infrarroja de Determinación de Humedad marca SARTORIUS modelo YTC-01L. Pese exactamente 5 gr de muestra en polvo (o pulverizada) y póngala en el equipo.

Cuando se detenga la rutina de secado (peso constante) leer el valor en el "display".

## 3. DETERMINACIÓN DE ÁLCALI LIBRE

Pese exactamente 10 gramos de xantato en un erlenmeyer de 500 ml y añada 50 ml de agua.

Agite hasta disolver completamente y adicione 10 gotas de fenolftaleína como indicador.

Titule con HCl 0,5N hasta que desaparezca el color rosa.

Los ml de la titulación multiplicados por el factor del álcali (0,2 para la soda y 0,28 para la potasa) dan la alcalinidad expresada como NaOH o KOH.