

PQ/Q/FQ-63

03.8/24

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO

GERENCIA PROCESOS QUIMICOS

Departamento Química

TRATAMIENTO DE EFLUENTE DE LA PLANTA EXPERIMENTAL DE AGUA
PESADA.PARTE II.

Jua. R. Collet, Osvaldo A. Lires y Enrique A. Rojo

septiembre 1981

DIRECCION INVESTIGACION Y DESARROLLO
GERENCIA PROCESOS QUIMICOS
DEPARTAMENTO QUIMICA
DIVISION FISICOQUIMICA

INFORME DE AVANCE

TRATAMIENTO DE EFLUENTE DE LA PLANTA EXPERIMENTAL DE AGUA
PESADA - PARTE II

Juan R. Collet, Osvaldo A. Lires y Enrique A. Rojo

septiembre 1981

1. INTRODUCCION

En el informe PQ/Q/FQ-32 se propuso el empleo de hipoclorito de sodio para la eliminación de sulfuro de hidrógeno en el efluente principal del área 1000 de la Planta Experimental de Agua Pesada (PEAP). Las experiencias descriptas en ese informe se realizaron a temperatura ambiente.

Dado que por las condiciones de proceso resulta conveniente realizar este tratamiento a temperaturas algo superiores a 100 °C, personal del Proyecto Agua Pesada propuso la realización de experiencias a temperaturas más elevadas, para comprobar la eficiencia del tratamiento bajo esas condiciones.

Como actualmente se dispone de elementos para el movimiento de líquidos y medición continua de sulfuro de hidrógeno, no existentes en el momento de las experiencias anteriores se decidió repetir parte del trabajo anterior, incluyendo las experiencias a temperaturas más elevadas, y en condiciones similares a las de planta.

2. PARTE EXPERIMENTAL

En la Fig.1 se muestra un esquema del equipo empleado. Una solución de sulfuro de hidrógeno en agua destilada, contenida en un recipiente de aproximadamente 5 l, se impulsa con una bomba peristáltica a través de un tubo de vidrio de 4 mm de diámetro interno de 1,5 m de longitud. Este tubo, arrollado en forma de espiral y colocado dentro de un recipiente que puede llenarse con agua caliente, actúa como intercambiador de calor. A continuación de la espiral la solución pasa por un capilar para que aumente su velocidad lineal, de modo de facilitar su mezclado con la solución de hipoclorito de sodio en la cámara siguiente. Tanto este capilar como la cámara

de mezclado, cuyo detalle se muestra en la Fig. 2, se encuentran aislados con hilo de amianto para disminuir las pérdidas de calor. Luego de salir de esta cámara, una parte de la mezcla es tomada por la bomba del aparato analizador de sulfuro de hidrógeno desechándose el resto como efluente. El aparato analizador que incluye una columna de extracción y un detector de sulfuro de hidrógeno ha sido descrito en el Informe PQ/Q/FQ-62.

En el presente trabajo se utilizó como detector un analizador "Ecolyzer" serie 2000.

Las experiencias se realizaron según la siguiente secuencia:

- i) Se prepara la solución de sulfuro de hidrógeno por burbujeo de este gas en agua destilada, con agitación.
- ii) Se hace circular esta solución en frío por todo el sistema a fin de determinar la concentración obtenida.
- iii) Se agrega solución comercial de hipoclorito de sodio en la cámara de mezclado mediante otra bomba peristáltica, para eliminar parte del sulfuro de hidrógeno.
- iv) Cuando se estabiliza la lectura en el instrumento, se mide la concentración residual del sulfuro de hidrógeno.
- v) Se incrementa el flujo de solución de hipoclorito de sodio por etapas midiendo en cada caso la concentración de sulfuro de hidrógeno hasta reducirla a unos pocos mg.l^{-1} .

- vi) Se coloca agua hirviendo en el recipiente donde está la espiral de vidrio y se mantiene en ebullición (mechero de gas), la temperatura en la cámara de mezclado resulta así ser 95 °C a 97 °C.
- vii) Como la concentración de sulfuro de hidrógeno remanente varía ligeramente por el calentamiento, se modifica el flujo de hipoclorito de sodio para llevar el efluente a una concentración similar a la obtenida en la operación en frío (unos pocos mg.l^{-1}).
- viii) Se disminuye el flujo de solución de hipoclorito de sodio por etapas realizando mediciones en cada una de ellas, hasta suprimirlo totalmente.

Este procedimiento se repitió para varias concentraciones iniciales de sulfuro de hidrógeno.

En la Fig. 3 se observan las curvas obtenidas de esta manera.

La temperatura de 97 °C fue la máxima a la que se pudo trabajar a presión atmosférica, pues a partir de ella se produce una abundante cantidad de burbujas dentro de la espiral, que hacen irregular el funcionamiento del equipo.

El flujo de la solución de sulfuro de hidrógeno que se mantuvo constante en todas las experiencias fue de $23,6 \text{ ml. min}^{-1}$. La solución de hipoclorito de sodio empleada contenía 28,5 g de cloro activo por litro.

Con estos valores y a partir de las curvas de la Fig. 3 se calcularon las cantidades de solución de hipoclorito de sodio de 80 g de cloro activo por litro necesarias para la eliminación completa de sulfuro de hidrógeno presente dentro de los límites de sensibilidad del detector. Suponiendo, tal como se hizo en el Informe PQ/Q/FQ-32, que este efluente de la PEAP es de 18000 l.h^{-1} y una concentración máxima aceptable de sulfuro de hidrógeno de 200 mg.l^{-1} , resulta para la operación en frío un consumo de 328 kg.h^{-1} de solución de hipoclorito de sodio y a 95°C de 368 kg.h^{-1} ; el valor obtenido para la operación en frío muestra una coincidencia satisfactoria con el informe anterior de 316 kg.h^{-1} , sobre todo considerando que el procedimiento fue completamente diferente.

La necesidad de incrementar la cantidad de hipoclorito de sodio al aumentar la temperatura es explicable por la complejidad de la reacción. Cuando el producto final de la oxidación es azufre, se consume un equivalente de hipoclorito de sodio por equivalente de sulfuro de hidrógeno, mientras que en otras condiciones, para las cuales el producto final es $\text{SO}_4^{=}$, son necesarios cuatro equivalentes de hipoclorito de sodio.

La elevación de la temperatura favorece la formación de $\text{SO}_4^{=}$ en vez de la de azufre (*), lo que explica el mayor consumo total de hipoclorito de sodio.

(*) A.R. CHOPIN, L.C. FAULKENBERRY, S.A. Chem. Soc. 59, 2203 (1937).

CONCLUSIONES

Soluciones de hipoclorito de sodio pueden emplearse para la eliminación de sulfuro de hidrógeno del efluente de la PLANTA EXPERIMENTAL DE AGUA PESADA (PEAP), desde temperatura ambiente hasta temperaturas cercanas a los 100 °C, con resultados igualmente satisfactorios.

Se necesitarán aproximadamente 370 Kg.h⁻¹ de solución comercial de hipoclorito de sodio considerando 18000 l.h⁻¹ de efluente con una concentración de sulfuro de hidrógeno de 200 mg.l⁻¹.

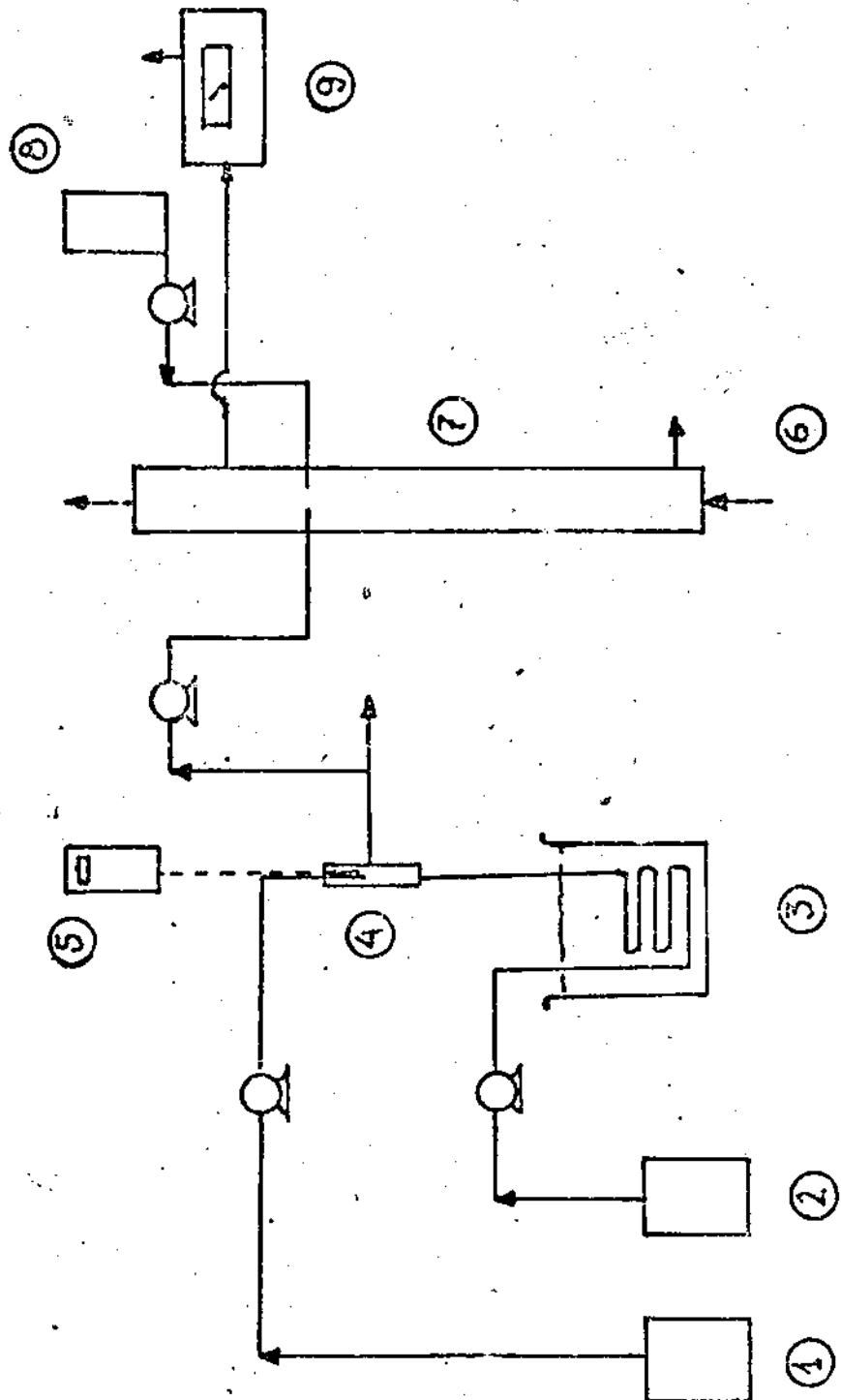
Las pequeñas diferencias, de signo positivo o negativo que se observan entre las curvas de consumo de hipoclorito de sodio en caliente y en frío, podrían deberse a distintas causas, entre ellas podemos citar:

- i) Variación de la estequiometría de la reacción por efecto de la temperatura.
- ii) Indeterminación en la medición de volúmenes pequeños de reactivos.
- iii) Pérdidas de sulfuro de hidrógeno de la solución por calentamiento de la misma u otro mecanismo que no sea reacción con hipoclorito de sodio.

Sería aconsejable realizar , cuando los equipos se instalen en la PEAP y en condiciones reales de trabajo, un ajuste final de los parámetros operativos.

Figura 1

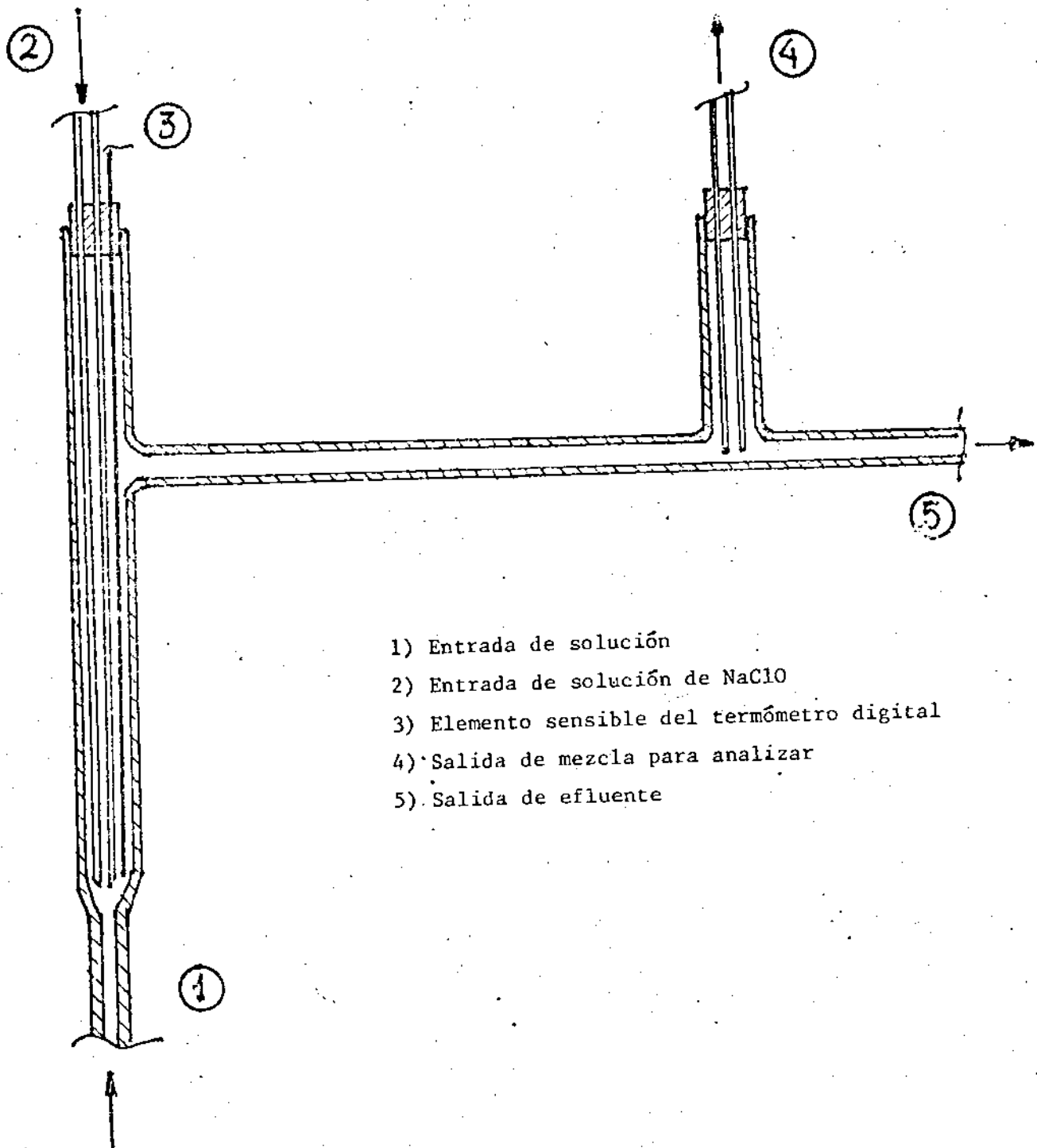
DIAGRAMA DEL EQUIPO UTILIZADO



- 1) Solución de NaClO
- 2) Solución de H₂S
- 3) Baño calefactor y espiral de calentamiento
- 4) Cámara de mezclado (Ver Fig. 2)
- 5) Termómetro digital
- 6) Entrada de aire
- 7) Columna de extracción
- 8) Solución de H₂SO₄
- 9) Detector de H₂S

Figura 2

CAMARA DE MEZCLADO (Escala 1:1)



- 1) Entrada de solución
- 2) Entrada de solución de NaClO
- 3) Elemento sensible del termómetro digital
- 4) Salida de mezcla para analizar
- 5) Salida de efluente

Figura 3

