

**UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA
Y DE MATERIALES**



**PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE
SULFATO DE LITIO PARA LA GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA
DE HIDRÓXIDO DE LITIO**

**Trabajo de propuesta de memoria de titulación presentado en
conformidad a los requisitos y reglamentos requeridos para obtener el
título de Ingeniero Civil Metalúrgico**

Profesor Guía: Jesús M. Casas

Patrocinantes SQM: Catalina Wells y Robinson Constanzo

**JENNIFER SOLEDAD CELIS CABEZAS
2024**

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

DEDICATORIA

A mis padres, por acompañarme en este largo camino.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

AGRADECIMIENTOS

Me faltaría hoja para agradecer a todas las personas que fueron parte de mi proceso. En primera instancia quisiera expresar mi profundo agradecimiento a mi familia, en especial a mis padres, Fresia y Luis, por el apoyo incondicional, amor y sacrificio a lo largo de todos estos años, su esfuerzo siempre será mi inspiración. A mis hermanos, Francisco, Cinthya, Maximiliano, a mi abuelita Fresia, y a mis sobrinos, les agradezco por su constante aliento y confianza que depositaron en mí, fueron la base fundamental que me impulsó a alcanzar esta meta. A mi perrito Duki por acompañarme cada noche.

Agradezco a mi profesor guía, Jesús Casas de Prada, por su compromiso, orientación, dedicación y consejos que han enriquecido considerablemente esta investigación. A mis correferentes de SQM, Catalina Wells y Robinson Constanzo, gracias por su inestimable apoyo, por brindarme el impulso necesario para superarme, por ser mis guías en los momentos en los que me sentía desorientada. Sobre todo, les agradezco la confianza depositada en mí, lo valoro enormemente.

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a los distinguidos profesores del Departamento de Metalurgia por su invaluable contribución a mi formación académica. A la profesora Karem Tello, al profesor Flavio De Barbieri, al recordado profesor Héctor Henao (QEPD), Adriana Ruiz, a J.P. Ibáñez y Francisca Justel. Su compromiso y dedicación fueron fundamentales para forjar las bases que me han permitido crecer tanto en lo personal como profesionalmente.

A las empresas que han contribuido significativamente al desarrollo de la parte experimental de esta memoria, Simtech y Solvay, les expreso mi más profundo agradecimiento. En particular, deseo agradecer a Alexis (Solvay) por su invaluable orientación, constante apoyo y paciencia durante la ejecución de los experimentos. Agradezco a los apoyos académicos de laboratorio del departamento de metalurgia Leticia Guerra, Carolina Gonzales, Claudia Morales, Linda Mella que sin ellos esto probablemente no hubiera sido posible.

Por último, pero no menos importante quiero agradecer a mis amigos, a mis Mets, en especial a Antonia, Braian, Diego, Felipe, Guille, Javier, Juan y Simón, por apoyarme en mis peores momentos y motivarme a seguir a delante, por las risas que nunca faltaron, por la buena onda, por regalarme momentos valiosos, les deseo lo mejor ahora y siempre. A mis amigos, Catalina O., Juan D., Fran T., por hacerse presente cuando más los necesitaba.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

RESUMEN

En los últimos años, la demanda de hidróxido de litio ha aumentado considerablemente, impulsada principalmente por el sector de transporte. Los fabricantes de vehículos muestran una clara preferencia por las baterías de tipo NCM (níquel-litio, cobalto, manganeso), debido a su alta densidad energética y mayor rendimiento. Esta tendencia ha provocado un aumento significativo en el consumo de hidróxido de litio, que es un componente esencial en la fabricación de cátodos para estas baterías avanzadas. La presente investigación tiene como objetivo desarrollar un proceso eficiente para la purificación de sulfato de litio. La purificación es un paso crucial, ya que la calidad del sulfato de litio influye directamente en la eficiencia de su conversión a hidróxido de litio mediante procesos electroquímicos.

Para ello se analizaron varias tecnologías de purificación reportadas en la literatura, destacando extracción por solventes e intercambio iónico como las más prometedoras tras evaluaciones cuantitativas basadas en la recuperación, enriquecimiento y selectividad de estas con respecto a estudios enfocados en la purificación de salmueras.

La caracterización inicial de la salmuera identificó concentraciones de litio, calcio, magnesio, sodio, potasio y cloro, fundamentales para evaluar la eficiencia del proceso. Los experimentos de extracción por solventes respaldados por curvas de McCabe-Thiele, mostraron que a un pH 11 y la ausencia de calcio y magnesio mejoraron significativamente la recuperación de litio, alcanzando una eficiencia del 99,98% en una sola etapa de extracción. Los análisis de carga máxima del extractante (Cyanex 936P) evidenciaron que la presencia de calcio y magnesio en la salmuera reducía la capacidad de extracción de litio, mientras que en ausencia de estos iones se lograba una carga máxima cercana a la capacidad teórica del extractante.

El intercambio iónico se evaluó con resinas TP 208 Monoplus y TP 208 MDS, siendo esta última más efectiva en eliminar calcio y magnesio, con un tiempo óptimo de contacto de 90 minutos.

El proceso integrado propuesto combina extracción por solventes e intercambio iónico, optimizando la purificación de sulfato de litio. Los balances de masa globales y por etapa ayudaron a entender la distribución de flujos y elementos. El proceso final logró una recuperación total de litio con una concentración final de 42 g/L, cumpliendo con los niveles de pureza para aplicaciones electroquímicas.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

ABSTRACT

In recent years, the demand for lithium hydroxide has increased significantly, primarily driven by the transportation sector. Vehicle manufacturers show a clear preference for NCM (nickel-lithium, cobalt, manganese) batteries due to their high energy density and superior performance. This trend has led to a significant increase in the consumption of lithium hydroxide, which is an essential component in the production of cathodes for these advanced batteries. The present research aims to develop an efficient process for the purification of lithium sulfate. Purification is a crucial step since the quality of lithium sulfate directly influences the efficiency of its conversion to lithium hydroxide through electrochemical processes.

To this end, several purification technologies reported in the literature were analyzed, highlighting solvent extraction and ion exchange as the most promising based on quantitative evaluations of recovery, enrichment, and selectivity concerning studies focused on brine purification.

The initial characterization of the brine identified concentrations of lithium, calcium, magnesium, sodium, potassium, and chlorine, which are fundamental for evaluating process efficiency. Solvent extraction experiments, supported by McCabe-Thiele diagrams, showed that working at pH 11 and in the absence of calcium and magnesium significantly improved lithium recovery, achieving an efficiency of 99.98% in a single extraction stage. Maximum loading analyses of the extractant (Cyanex 936P) demonstrated that the presence of calcium and magnesium in the brine reduced the lithium extraction capacity, while in their absence, a maximum load close to the theoretical capacity of the extractant was achieved.

Ion exchange was evaluated using TP 208 Monoplus and TP 208 MDS resins, with the latter being more effective in removing calcium and magnesium, with an optimal contact time of 90 minutes.

The proposed integrated process combines solvent extraction and ion exchange, optimizing the purification of lithium sulfate. Global and stage mass balances helped understand the distribution of flows and elements throughout the process. The final process achieved a total lithium recovery with a final concentration of 42 g/L, meeting the purity levels required for electrochemical applications.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

TABLA DE CONTENIDOS

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN.....	13
1.1 Introducción General.....	13
1.2 Compañía patrocinante.....	15
CAPÍTULO II: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS	18
2.1 Solubilidad de sales presentes en salmueras	18
2.3 Tecnologías de purificación de soluciones de salmuera	18
2.3.1 Extracción por solventes en salmueras.....	19
2.3.2 Intercambio iónico en salmueras.....	26
2.3.3 Adsorción en salmueras	28
2.3.4 Nanofiltración en salmueras.....	31
2.5 Definición del problema.....	34
2.6 Objetivos	35
2.6.1 Objetivo General	35
2.6.2 Objetivos específicos	35
CAPÍTULO 3: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	36
3.1 Selección de tecnologías	36
3.2 Materiales y equipos.....	38
3.3 Diseño experimental.....	40
3.4 Procedimiento de experimentos	41
3.4.1 Experimentos de extracción por solventes.	41
3.4.2 Experimentos de intercambio iónico	46
3.5 Análisis químico.....	48
3.6 Balances de materia.....	48
CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	50
4.1. Selección de tecnologías	50
4.2. Caracterización de la salmuera.....	53
4.3. Extracción por solventes	54
4.3.1 Resultados de experimentos de extracción por solventes: Curvas McCabe-Thiele	54
4.3.2 Experimentos de carga máxima.....	59
4.4. Intercambio iónico.....	61
4.5. Propuesta de proceso.....	65

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

4.6. Balances de masa	66
4.6.1 Balance global	66
4.6.2. Balance por etapa	68
CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES.....	74
PROYECCIONES DE ESTE TRABAJO Y RECOMENDACIONES:	75
6. REFERENCIAS	76
7. ANEXOS.....	80

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1: Propiedades del litio [3].	13
Tabla 1.2: composición del agua de pozo de bombeo Mullay -1 durante el segundo semestre de 2020[8]	17
Tabla 2.1: Caracterización de la salmuera [15]	22
Tabla 2.2: Composición de flujo acuoso de alimentación [16]	24
Tabla 2.3: Perfil de extracción de la columna [16]	24
Tabla 2.4: Resultados de etapa de lavado [16]	24
Tabla 2.5: Resultados del proceso LiSX™ [16]	25
Tabla 2.6: Investigaciones realizadas sobre la extracción por solventes para litio	25
Tabla 2.7: Investigaciones realizadas en Intercambio iónico de litio	28
Tabla 2.8: Investigaciones sobre Adsorción de litio	30
Tabla 2.9: Investigaciones de Nanofiltración para la extracción de litio	33
Tabla 2.10 Composición de sal de litio de alimentación	34
Tabla 2.11. Concentraciones permitidas de impurezas en proceso de electroquímico	34
Tabla 3.1: Puntaje parcial asignado cada indicador según el rango	36
Tabla 3.2: Reactivos utilizados en experimentos de extracción por solventes	38
Tabla 3.3: Materiales y Equipos utilizados en experimentos de extracción por solventes.	38
Tabla 3.4: Reactivos utilizados en experimentos de intercambio iónico	39
Tabla 3.5: Equipos y Materiales utilizados en experimentos de intercambio iónico	39
Tabla 3.6: Composición química de concentrado de sulfato de litio	39
Tabla 3.7: Matriz de experimentos de extracción por solventes	40
Tabla 3.8: Matriz de experimentos de extracción por solventes - carga máxima	40
Tabla 3.9: Propiedades físicas y químicas de Cyanex 936P (Solvay)	44
Tabla 3.10: Cantidad de NaOH al 50% para la modificación de pH de la salmuera	44
Tabla 3.11: Razones de O/A trabajadas en el laboratorio	44
Tabla 3.12: Análisis químico de la salmuera de sulfato de litio	48
Tabla 3.13: Composición de salmuera de salida requerida	49
Tabla 4.1: Recopilación bibliográfica de condiciones experimentales e indicadores metalúrgicos de extracción por solventes de litio	50
Tabla 4.2: Puntaje calculado para extracción por solventes	50

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

Tabla 4.3: Recopilación bibliográfica de condiciones experimentales e indicadores metalúrgicos de intercambio iónico de litio.....	50
Tabla 4.4: Puntaje calculado para intercambio iónico	51
Tabla 4.5: Recopilación bibliográfica de condiciones experimentales e indicadores metalúrgicos de Adsorción de litio.....	51
Tabla 4.6 Puntaje calculado para adsorción	51
Tabla 4.7: Recopilación bibliográfica de condiciones experimentales e indicadores metalúrgicos de Nanofiltración de litio	51
Tabla 4.8: Puntaje calculado para nanofiltración	52
Tabla 4.9: Composición de la salmuera utilizada en experimentos de extracción por solventes.....	53
Tabla 4.10: Composición de salmuera utilizada en experimentos de intercambio iónico	53
Tabla 4.11: Propiedades de la salmuera utilizada en los experimentos de extracción por solventes.....	54
Tabla 4.12: Propiedades de la salmuera utilizada en experimentos de intercambio iónico.	54
Tabla 4.13: Prueba de extracción por solventes para solución con Ca-Mg a pH 9.....	54
Tabla 4.14: Prueba de extracción por solventes para solución con Ca-Mg a pH 11.....	55
Tabla 4.15: Prueba de extracción por solventes para solución sin Ca-Mg a pH 9.....	55
Tabla 4.16: Prueba de extracción por solventes para solución sin Ca-Mg a pH 11	55
Tabla 4.17: Resultados de carga máxima para solución con Ca y Mg.....	59
Tabla 4.18: Selectividad para solución con Ca y Mg.....	59
Tabla 4.19: Resultados de carga máxima para solución sin Ca y Mg.....	59
Tabla 4.20: Selectividad para solución sin Ca y Mg.....	59
Tabla 4.21: Resultados de experimentos de intercambio iónico de resina Monoplus TP208	63
Tabla 4.22: Resultados de experimentos de intercambio iónico de resina MDS TP208.....	63
Tabla 4.23: Selectividad Resina Monoplus TP208	63
Tabla 4.24: Selectividad Resina MDS TP208.....	64
Tabla 4.25: Balance de masa etapa de disolución	69
Tabla 4.26: Balance de masa de la etapa carga de la resina.....	70
Tabla 4.27: Balance de masa de etapa de descarga de la resina.....	70
Tabla 4.28: Balance de masa de etapa de regeneración de la resina.	71
Tabla 4.29: Balance de masa de la etapa de modificación de pH	71
Tabla 4.30: Balance de masa correspondiente a la etapa de extracción por solventes.....	72
Tabla 4.31: Balance de masa correspondiente a la etapa de extracción por solventes.....	72
Tabla 4.32: Balance de masa correspondiente a la etapa de re-extracción por solventes.	73

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

Tabla 7.1: Lecturas de Absorción atómica para experimentos de intercambio iónico para resina Monoplus TP208 (carga).....	80
Tabla 7.2: Lecturas de Absorción atómica para experimentos de intercambio iónico para resina Monoplus TP208 (descarga)	80
Tabla 7.3: Error de experimentos de intercambio iónico para resina Monoplus TP208.....	81
Tabla 7.4: Lecturas de Absorción atómica para experimentos de intercambio iónico para resina MDS TP208 (carga).....	81
Tabla 7.5: Lecturas de Absorción atómica para experimentos de intercambio iónico para resina MDS TP208 (descarga)	81
Tabla 7.6: Error de experimentos de intercambio iónico para resina MDS TP208	81
Tabla 7.7: Balance de masas del caso de estudio	88

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1: Participación por país en las reservas de litio 2023. Adaptado de [2]	14
Figura 1.2: Proyección de demanda de litio por tipo de compuesto (kt LCE) [2].....	14
Figura 1.3: Proceso convencional para la producción de Carbonato e Hidróxido de litio [6].	16
Figura 1.4: Proyecto sulfato de litio. Elaboración propia a partir de [7].....	16
Figura 2.1: Solubilidad en función de la temperatura. Elaboración propia a partir de [42]	18
Figura 2.3: Partes esenciales del proceso de extracción por solventes y nomenclatura más corriente asociada a los flujos que participan. [11]	19
Figura 2.4: Curva S para el reactivo Cyanex 936P en medido clorurado (Solvay)[15]	21
Figura 2.5: Diagrama de McCabe-Thiele para salmuera típica que contiene Li 0,7 g/L, Na 65g/L, K 8g/L y B 25 ppm[15].....	22
Figura 2.6: Cinéticas de extracción y re-extracción para litio y sodio con Cyanex 936P[15]	22
Figura 2.7: Resultados de pilotaje [15]	23
Figura 2.8: Esquema de intercambio iónico.....	26
Figura 2.9: Esquema de adsorción en salmueras.....	28
Figura 2.10: Isotermas de adsorción [27].....	29
Figura 2.11: Esquema de nanofiltración.....	31
Figura 2.12: Transferencia de masa en proceso de nanofiltración. Elaboración propia en base a [33]	32
Figura 3.1: Preparación de salmuera al 29% p/p.....	41
Figura 3.2: Filtración de solución al 29% p/p	42
Figura 3.3: Eliminación de Ca y Mg con resina Monoplus TP208	42
Figura 3.4: Preparación y pre-neutralización del extractante Cyanex 936P	43
Figura 3.5: Experimentos de extracción.....	45
Figura 3.6: Experimentos de re-extracción	45
Figura 3.7: Experimentos de carga máxima.....	46
Figura 3.8: montaje de experimentos de intercambio iónico.	47
Figura 3.9: Imágenes de las resinas utilizadas tomadas al mismo aumento 8x. (a) Resina Monoplus TP208. (b) Resina MDS TP208	48
Figura 3.10: Esquema del caso de estudio	49
Figura 4.1: Curvas de extracción para solución con calcio y magnesio a pH 9 y pH 11	56
Figura 4.2: Curvas de extracción para solución sin calcio y magnesio a pH 9 y pH 11	56
Figura 4.3: Comparación de curvas de extracción para solución con Ca y Mg y sin Ca y Mg.....	57

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

Figura 4.4: Diagrama de McCabe-Thiele para solución sin Ca y Mg para una eficiencia de proceso de 95%.....	58
Figura 4.5: Elementos presentes en la solución post carga máxima	60
Figura 4.6: medición de conductividad de resinas	62
Figura 4.6: Propuesta de proceso para la purificación de salmuera de sulfato de litio.	65
Figura 4.7 Balance general del proceso	67
Figura 4.8 Esquema del proceso completo indicando los flujos.	68
Figura 7.3. Mediciones de densidad en experimentos de intercambio iónico.....	80
Figura 7.4: Simulación agua disolución de sales. Input Flujo 2: 80% recirculación de refino y Flujo 3: 20% agua de pozo Mullay-1	82
Figura 7.5: Simulación de propiedades flujo 2. 80% refino.....	82
Figura 7.6: Simulación de propiedades flujo 3. Agua pozo Mullay.....	83
Figura 7.7: Simulación input Flujo 4.	83
Figura 7.8: Simulación. Índices de saturación de Flujo 4. Salmuera Li_2SO_4	84
Figura 7.9: Simulación Input flujo 6.	84
Figura 7.10: Índices de saturación flujo 6.....	85
Figura 7.11: Output de simulación Flujo 7: HCl 1M	85
Figura 7.12: Simulación de Flujo 8: solución de eliminación de Ca-M.....	86
Figura 7.13: Output de simulación Flujo 10: NaOH 4% para regeneración de la resina	86
Figura 7.14: Indices de saturación del flujo 22, salida de SX	87
Figura 7.15: Información fisicoquímica de NaOH 50% obtenida de su ficha técnica	91

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.1 Introducción General

El litio (Li) es un metal blanco plateado y relativamente blando, siendo también el más liviano de todos los metales [1]. Es el tercer elemento de la tabla periódica ordenado por su número atómico 3 y pertenece al grupo uno, de los alcalinos, por sus características y disposición. El litio y sus derivados son recursos que presentan una gran importancia mundial la cual ha ido creciendo en transcurso del tiempo debido a sus distintas aplicaciones que abarca desde productos farmacéuticos hasta la fabricación de sistemas de tratamiento de aire. Esto se debe básicamente a sus propiedades fisicoquímicas, tal como su baja densidad, elevado potencial químico, bajo coeficiente de expansión térmica, entre otros[2]. Las principales propiedades del litio son detalladas en la Tabla 1.1.

Tabla 1.1: Propiedades del litio [3].

Propiedad	Valor	Unidad
Número atómico	3	
Masa atómica	6,94	g/mol
Densidad en estado sólido a 20 °C	0,534	g/cm ³
Punto de fusión	180,54	°C
Punto de ebullición	1.342	°C
Estructura cristalina	BCC	
Dureza	0,6	Escala Mohs
Resistencia eléctrica	9,5	mΩcm
Conductividad térmica	85	W/m/K

Las reservas de litio que se muestran en la Figura 1.1, de acuerdo con la clasificación realizada por el servicio geológico de los EEUU (USGS), se puede observar que actualmente Chile lidera concentrando el 36% del total, las cuales se obtienen a partir de salmueras. Australia tiene un 24%, con reservas mayormente de espodumeno y Argentina un 9% a partir de reservas de salmuera [2].

Actualmente, la producción de litio a partir de pegmatitas es la principal fuente de oferta a pesar de su costoso proceso de tratamiento que involucra extracción, chancado, molienda, flotación, calentamiento y lixiviación, mientras que el procesamiento de litio a partir de salmueras consiste en evaporación y precipitación el cual tiende a resultar menos costoso y con un tiempo de procesamiento

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

promedio de 18-24 meses mientras que para pegmatitas es de 1-2 meses, es por esta razón por la cual es la principal fuente de oferta [2].

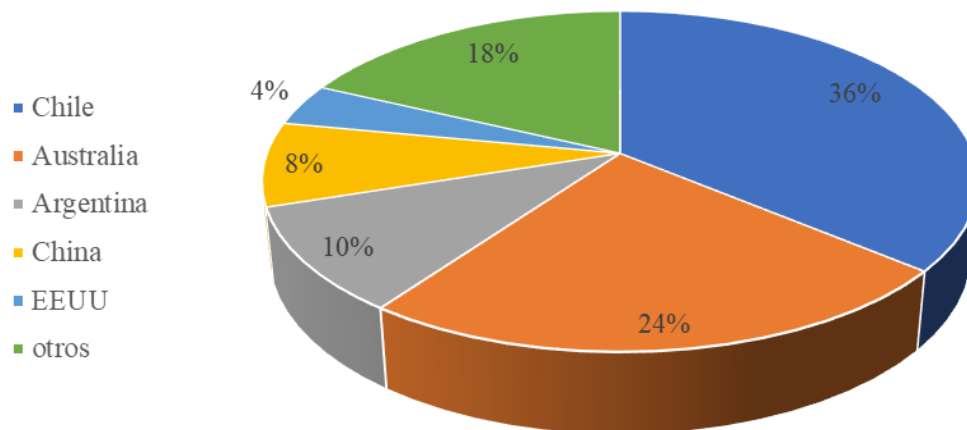


Figura 1.1: Participación por país en las reservas de litio 2023. Adaptado de [2]

El consumo de litio se divide principalmente en carbonato de litio e hidróxido de litio, si bien, actualmente el carbonato de litio tiene una mayor demanda se espera que a futuro el hidróxido de litio llegue a ser el producto de mayor consumo. Se puede apreciar en la Figura 1.2, que para el 2030 la demanda del hidróxido de litio será de un 54% del total versus un 46% para el carbonato de litio [2].

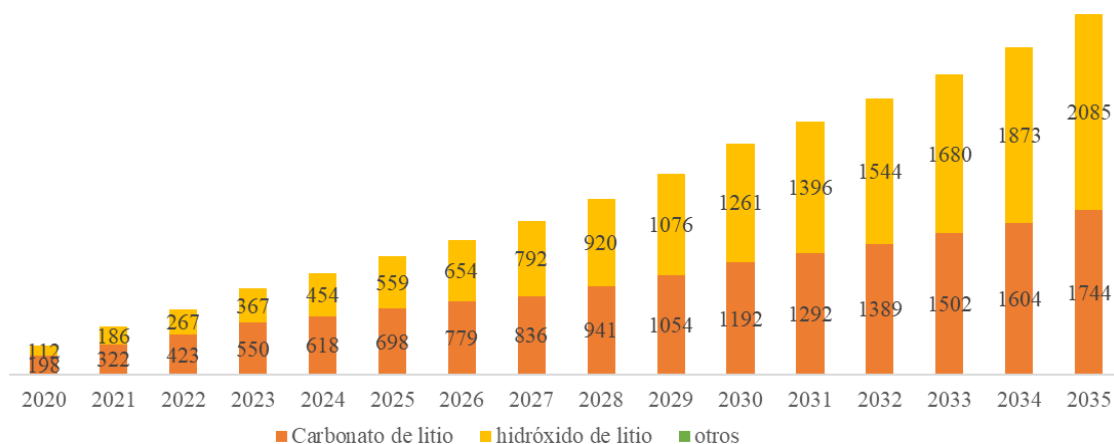


Figura 1.2: Proyección de demanda de litio por tipo de compuesto (kt LCE) [2]

En los últimos años la demanda del hidróxido de litio proviene principalmente del sector de transporte, donde se espera que continúe creciendo progresivamente a medida que los automóviles de combustión interna sean reemplazados por alternativas menos contaminantes. Por ello existe una mayor inclinación por parte de los fabricantes por la producción de baterías del tipo NCM (Níquel-Litio, Cobalto, Manganeso), lo que ha provocado un aumento en el consumo de hidróxido de litio

usado principalmente en los cátodos de estas baterías. El uso de este compuesto permite una síntesis rápida y completa a una menor temperatura a mayor contenido de níquel, a su vez incrementando la vida útil y desempeño de la batería, haciendo entonces que el carbonato de litio pierda protagonismo frente a este [2].

El foco de esta investigación tiene como finalidad analizar distintas tecnologías que sean capaces de purificar soluciones de sulfato de litio pudiendo minimizar la cantidad de impurezas y recuperar la mayor cantidad de litio presente. Además, evaluar experimentalmente las tecnologías que más se adecuen a las exigencias de SQM y finalmente proponer un proceso utilizando las tecnologías escogidas.

1.2 Compañía patrocinante

Sociedad Química y Minera de Chile (SQM), es una compañía minera global ubicada en el norte de Chile y está presente en industrias estratégicas para el desarrollo sostenible. Cuenta con cinco líneas de negocio, y en todas ejerce una posición de liderazgo mundial tales como: nutrición vegetal de especialidad, yodo y derivados, litio y derivados, potasio y sales solares [4].

Actualmente, en la planta Salar del Carmen se produce carbonato e hidróxido de litio a partir de soluciones de cloruro de litio obtenidas en el Salar de Atacama como sub-producto de la producción de cloruro de potasio[5]. Este proceso que se puede ver en la Figura 1.3, que se extiende por varias cuencas, simplifica y optimiza la purificación de la salmuera y la precipitación de sales e impurezas. Todo el proceso de extracción se completa después de unos 13 a 16 meses. Lo que queda es una salmuera altamente concentrada que contiene hasta un 6% de litio o un 30-35% de cloruro de litio. Esto se consigue únicamente en condiciones físicas naturales, sin añadir ni utilizar ningún producto químico. El siguiente paso de procesamiento comienza con la solución de cloruro de litio. Tras el transporte a la planta de Salar del Carmen, cerca de Antofagasta, se eliminan las impurezas residuales no deseadas, específicamente el boro y el magnesio, se eliminan y la salmuera se mezcla con carbonato de sodio. El carbonato de litio se precipita en el proceso, que luego se lava, se seca, se compacta, es tamizado y micronizado. SQM tiene la capacidad de convertir las sales de carbonato de litio en hidróxido de litio monohidratado, en la misma instalación [6].

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

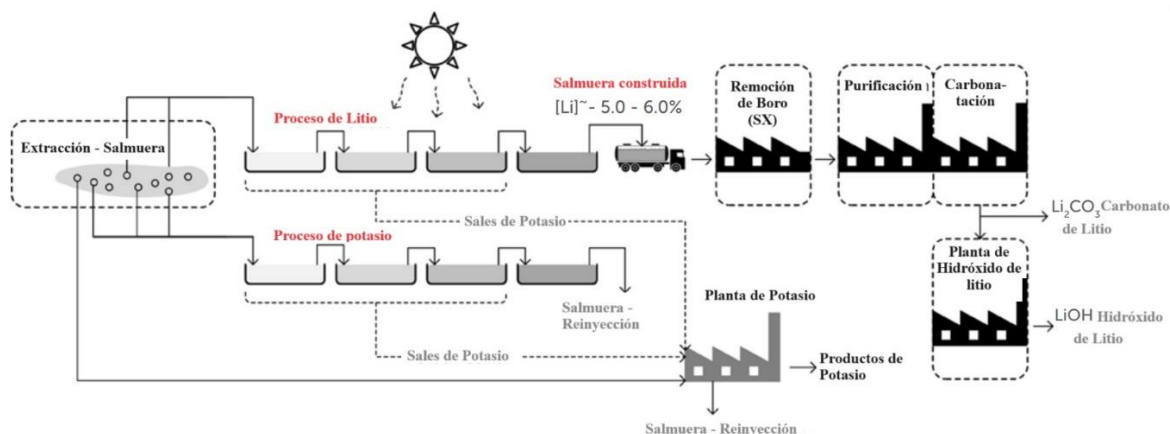


Figura 1.3: Proceso convencional para la producción de Carbonato e Hidróxido de litio [6].

Por otra parte, la Gerencia de Innovación y Desarrollo está desarrollando actualmente producir litio a partir de un desafío histórico en el Salar de Atacama: las salmueras con alto contenido de SO_4 . El objetivo es transformar un sistema no productivo en uno altamente productivo de litio mediante la precipitación de sales de sulfato de litio para concentrarlo y posteriormente convertirlo en hidróxido de litio. En la Figura 1.4 se muestra uno de los proyectos de sulfato de litio. Este proyecto consta de dos etapas principales: en primer lugar, el proceso de flotación de sulfato de litio el cual implica previamente un proceso de conminución de las sales, seguido de la refinación logrando un rendimiento alrededor del 90% [7]. No obstante, una de las desventajas de este proyecto radica en el alto costo energético y consumo de reactivos que resultan del uso de procesos de conminución previos a la flotación de las sales de sulfato de litio.

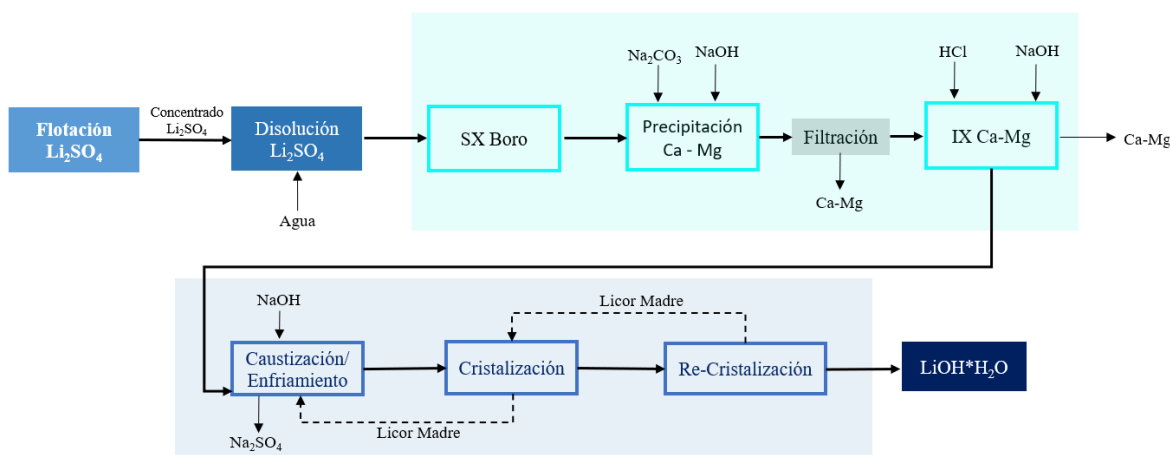


Figura 1.4: Proyecto sulfato de litio. Elaboración propia a partir de [7]

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

El sulfato de litio se obtiene desde las pozas de evaporación como precipitado, esto es debido a que ha aumentado la cantidad de sulfato presente en las salmueras, abriendo una posible línea de producción de hidróxido de litio, puesto que desde Li_2SO_4 se puede obtener LiOH mediante procesos electroquímicos el cual es un proyecto que se encuentra en investigación por parte de SQM [7].

El agua empleada en los procesos llevados a cabo por SQM proviene de diversas fuentes, entre ellas el pozo Mullay-1. La composición de este agua es de particular relevancia, ya que se utiliza como elemento clave en los procesos industriales de la empresa. La Tabla presentada a continuación detalla la composición específica del agua proveniente del pozo Mullay-1. Esta información se considerará de manera integral en los estudios llevados a cabo en el transcurso de la presente memoria.

Tabla 1.2: composición del agua de pozo de bombeo Mullay -1 durante el segundo semestre de 2020[8]

Elemento	As	Na	K	Mn	Ca	Mg	SO ₄	Cl	Fe	Zn
mg/L	4,1	303	32,9	<0,0001	92,3	34,48	212	418,2	0,22	0,05

Además, el informe realizado por SQM reporta un pH de 7,94 y una densidad de $1,00 \text{ g/cm}^3$ [8], datos de gran relevancia que influirán en los cálculos y balances másicos a realizar.

CAPÍTULO II: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

2.1 Solubilidad de sales presentes en salmueras

La solubilidad se define como la cantidad máxima de soluto que se puede disolver en determinada cantidad de un disolvente a una temperatura específica. Las disoluciones líquidas se pueden clasificar en la medida que el soluto se disuelve en un solvente a una temperatura dada.

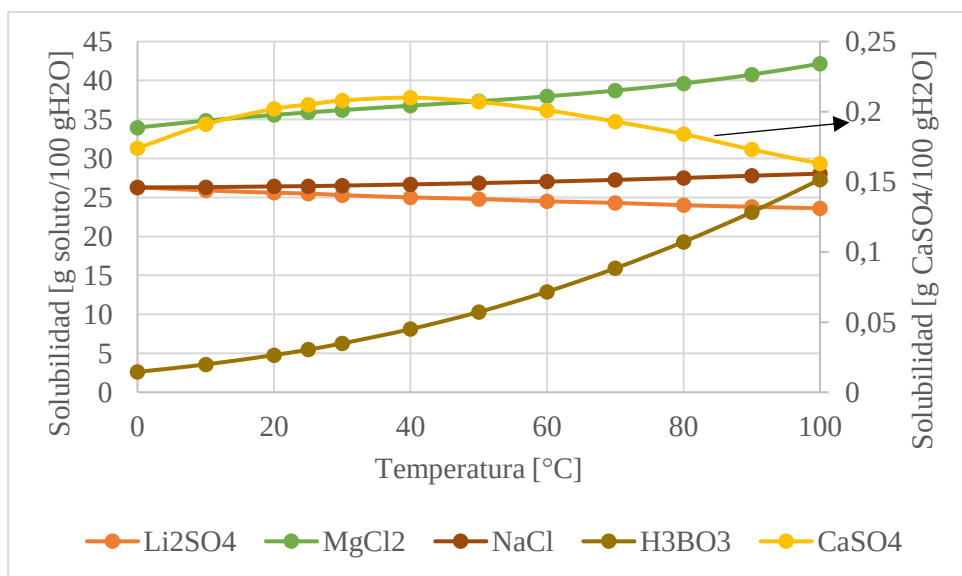


Figura 2.1: Solubilidad en función de la temperatura. Elaboración propia a partir de [42]

Se habla de una disolución saturada cuando contiene la máxima cantidad de soluto que se puede disolver sin la formación de un precipitado [9]. Así mismo, una disolución no saturada contiene menor cantidad de soluto disuelto que es capaz de disolver y una disolución sobresaturada contiene tanto soluto que existe el precipitado de este [9]. En la Figura 2.1 se puede observar la solubilidad de algunas sales presentes en salmueras, en función de la temperatura.

2.3 Tecnologías de purificación de soluciones de salmuera

En los últimos años se han logrado grandes avances en el desarrollo de nuevas tecnologías que puedan concentrar salmuera de manera mucho más rápida y eficiente para compensar la demanda que se tiene hoy en día con respecto al litio. Los métodos clásicos se basan en la evaporación de salmuera en estanques abiertos para maximizar la concentración de elementos para una mayor purificación. Sin embargo, este método es demasiado lento (puede demorar hasta 24 meses) dependiendo en gran medida a las condiciones climáticas. Actualmente se están desarrollando diversos estudios a escala de laboratorio de tecnologías más avanzadas como precipitación, adsorción, extracción por solventes,

intercambio iónico, electroquímica y uso de nanomembranas para la concentración de salmueras a fin de disminuir el tiempo de procesamiento y purificación de soluciones [10]. A continuación, se describirán algunos procesos de purificación que se consideraron dentro del estudio, siendo los que proporcionan la información necesaria para posteriormente analizarlos cuantitativamente.

2.3.1 Extracción por solventes en salmueras

El proceso de extracción por solventes (SX) consiste en un proceso de separación del tipo líquido-líquido, como se observa en la Figura 2.3, donde se tienen dos fases: la fase orgánica y la solución acuosa a tratar. Consiste fundamentalmente de dos operaciones secuenciales: la de extracción propiamente tal, en donde el reactivo extractante orgánico captura el (o los) metal(es) desde la fase acuosa y la descarga también llamada re-extracción del reactivo orgánico, en que se realiza el proceso inverso regenerando la capacidad extractiva del reactivo [11].

El proceso de extracción puede ser descrito mediante la siguiente ecuación 2.1:



Donde M representa el ión metálico de interés, $\bar{E}$ es el reactivo orgánico y $\overline{ME}$ es el complejo que se forma entre el reactivo y el ión metálico. Con respecto a esta etapa se requiere que el equilibrio de la reacción esté desplazado hacia la derecha.

Por otra parte, en la etapa de descarga, también denominada re-extracción, la fase orgánica que contiene el ion metálico de interés entra en contacto con una nueva fase acuosa con la finalidad de transferir el ion desde la fase orgánica a la fase acuosa. Esta etapa es inversa a la primera por lo que el equilibrio de la ecuación esté desplazado hacia la izquierda [11].

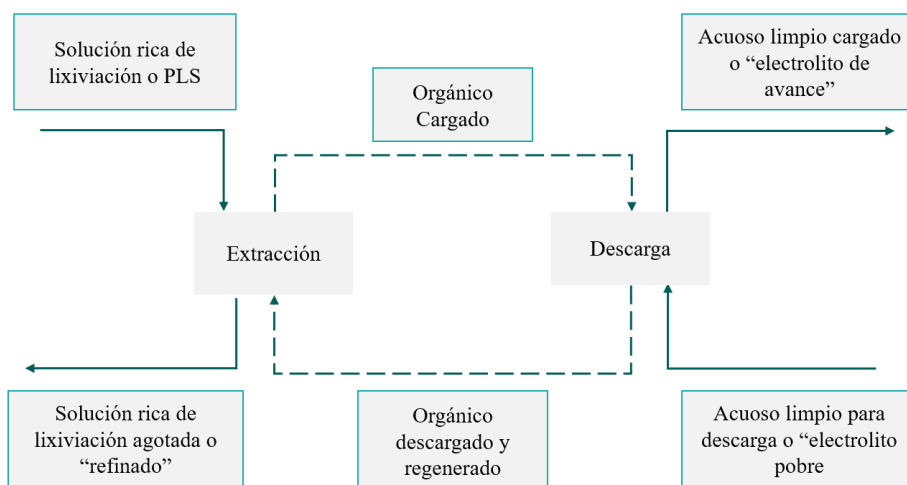


Figura 2.3: Partes esenciales del proceso de extracción por solventes y nomenclatura más corriente asociada a los flujos que participan. [11]

CAPITULO 2: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

Dentro del proceso puede existir la extracción de otras especies que no son el metal de interés, desde la fase acuosa las cuales son arrastradas a la fase orgánica durante la etapa de extracción, por ello puede ser necesario agregar una etapa intermedia de lavado de la fase orgánica, posterior a la etapa de extracción, con una solución acuosa apropiada, con el propósito de eliminar impurezas contaminantes previo a realizar la re-extracción del metal de interés.

La fase orgánica es quien debe lograr la interacción química, específica y selectiva con el componente en particular, que en este caso de estudio corresponde a la salmuera, la cual posee iones y compuestos disueltos. La fase orgánica se compone de:

- El extractante, el cual es el componente activo que realiza la extracción de la especie metálica de interés. Debe tener una serie de propiedades para generar un proceso eficiente tales como selectividad, velocidad de extracción y re-extracción rápidas, debe ser soluble en la fase orgánica y poco soluble en la fase acuosa para permitir la separación de las fases y también tener estabilidad química en las distintas etapas del proceso [12].
- El diluyente, el cual es un líquido también de naturaleza orgánica y un componente esencial en esta fase el cual disuelve el extractante disminuyendo su viscosidad. Las propiedades que debe tener el diluyente para su aplicación son una baja toxicidad, estabilidad química, baja viscosidad y bajo punto de ignición [12].

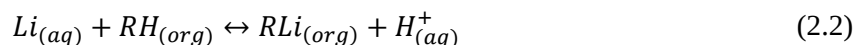
La fase acuosa corresponde a una salmuera de sulfato de litio, por lo que la concentración de las impurezas y del metal de interés (litio), el pH de la solución, la temperatura y potencial de oxidación son factores determinantes en la selección del extractante [12].

Sobre este proceso se han reportado diversos avances y aplicaciones en la extracción selectiva de litio, así como en la eliminación de impurezas, los cuales han presentado resultados satisfactorios al utilizar distintos tipos de extractantes. En el año 2015, Pranolo *et al.*[13], desarrollaron un sistema de extracción por disolvente sinérgico (SSX) para recuperar y separar litio del sodio en soluciones de cloruro litio, el cual consiste en los extractantes LIX54 (0,4M) y Cyanex 923 (0,2M) en ShellSol D70 a una relación A/O de 1:1 a 40°C, logrando extraer más del 97% de litio a un pH de 11,2 donde obtuvieron un factor de separación de litio sobre sodio (Li/Na) de 1560 aun cuando se tienen altos niveles de sodio.

Zhang *et al.*, 2022 [14] utilizaron LIX 54, TRPO como extractantes y surfactante ADD-1, que modifica el efecto de separación de fases del sistema para mejorar la eficiencia de extracción de litio. Además, utilizaron gas CO₂ para extraer el litio de la fase orgánica cargada, lo que produjo una solución de carbonato de litio de alta pureza, logrando una recuperación superior al 95% de litio.

CAPITULO 2: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

Solvay, en colaboración con Tenova Advanced Technologies [15], han desarrollado un producto llamado Cyanex 936P para la extracción selectiva de litio desde salmueras a través de extracción por solventes, especificando que sería un proceso que eliminaría las etapas de evaporación, siendo un proceso más eficiente y sostenible. Solvay indica que el Cyanex 936P es un reactivo de organofosforado que actúa a través de un mecanismo quelante intercambiando iones metálicos (Li^+) por protones (H^+) como se muestra en la siguiente reacción:



Este reactivo permite la extracción selectiva de litio en presencia de otros iones como Cl^- , SO_4^{2-} , Na^+ , BO_3^{-3} y K^+ . La presencia de iones divalentes como lo son el Mg^{2+} y Ca^{2+} el reactivo no es selectivo, por lo que es recomendable eliminarlos de la salmuera antes del proceso de extracción por solventes, tal como se puede observar en la Figura 2.4 que representa las curvas S de Cyanex 936P en medio clorurado [15].

Según lo investigado, el reactivo Cyanex 936P tiene una alta capacidad de extracción de litio, alcanzando una recuperación cercana al 100% en salmueras promedio. Al poseer una alta capacidad de carga, combinada con una cinética de extracción y re-extracción rápida como se muestra en la Figura 2.6, permiten obtener litio de elevada pureza utilizando un circuito de extracción por solventes sencillo que requiere un número reducido de etapas teóricas como se observa en la Figura 2.5 [15].

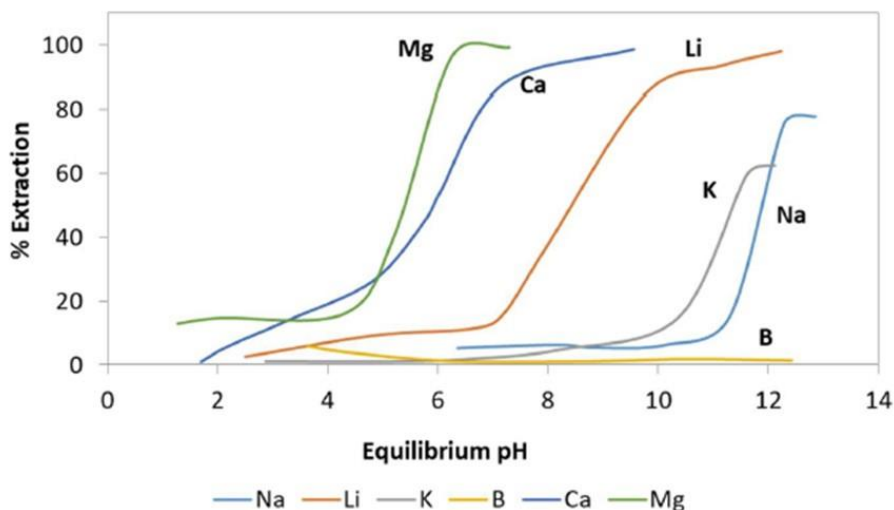


Figura 2.4: Curva S para el reactivo Cyanex 936P en medido clorurado (Solvay)[15]

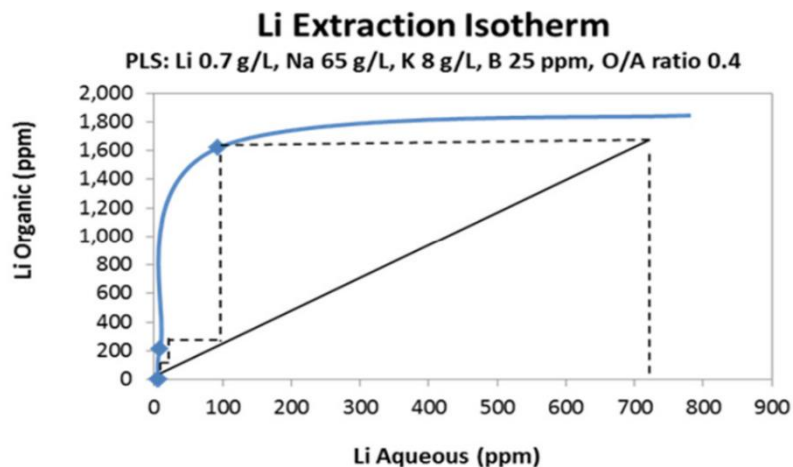


Figura 2.5: Diagrama de McCabe-Thiele para salmuera típica que contiene Li 0,7 g/L, Na 65g/L, K 8g/L y B 25 ppm[15]

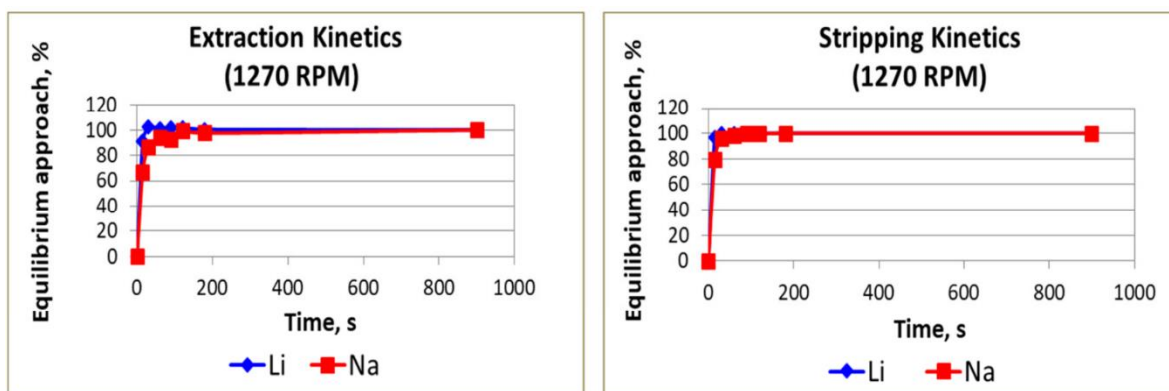


Figura 2.6: Cinéticas de extracción y re-extracción para litio y sodio con Cyanex 936P[15]

En la investigación realizada hicieron pilotajes en Chile donde de exponen resultados físicos y metalúrgicos los cuales confirman los éxitos que han tenido a escala de laboratorio. A continuación, se muestra el funcionamiento estándar de un circuito de 3 etapas de extracción, 1 etapa de lavado y 1 etapa de re- extracción, utilizando una salmuera sintética sin calcio y magnesio. Su composición se puede ver en la Tabla 2.2 a continuación.

Tabla 2.1: Caracterización de la salmuera [15]

Elemento	Cantidad	Unidad
Li	731	ppm
Na	65	g/L
K	8	g/L
Cl	130	g/L
NaOH	5,16	g/L

CAPITULO 2: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

La fase orgánica fue preparada con Cyanex 936P al 28% volumen/volumen en un diluyente alifático Escaid 110. Los resultados de la prueba piloto se pueden observar en la Figura 2.8, los cuales muestran una alta capacidad de extracción con una eficiencia del 99%.

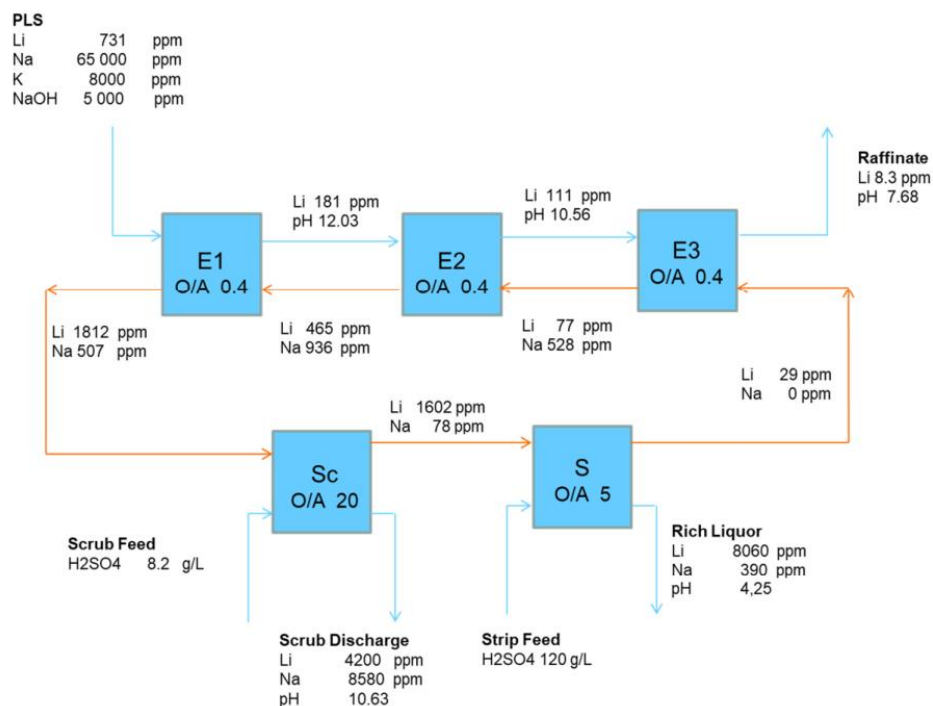


Figura 2.7: Resultados de pilotaje [15]

Midieron los valores de arrastre de acuoso (A/O) alrededor de 570 mg/L (ppm) en la etapa de extracción y 1,132 ppm en la etapa de re-extracción, los cuales son similares a lo que se obtiene en la industria del cobre. Los arrastres en la fase acuosa son relativamente más bajos, alrededor de 27 ppm.

Por su parte, en 2017, Tenova Advanced Technologies (TAT) [16] introdujo el proceso LiSX™, con el objetivo de lograr una recuperación óptima de litio a partir de salmueras. Este enfoque, que hace uso de las Columnas Pulsadas de Tenova (TPC), fue sometido a pruebas a escala de laboratorio. Durante estos ensayos, se determinó que el solvente patentado por TAT tiene una capacidad máxima de carga de 1,75 g/L de litio (equivalente a 0,25M). Además, indican el proceso debe llevarse en continuidad acuosa. Los resultados mostraron que es posible obtener una recuperación del 100% de litio al llevar a cabo la extracción a un pH de 12. La composición detallada de la alimentación utilizada se presenta en la Tabla 2.3 mostrada a continuación.

CAPITULO 2: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

Tabla 2.2: Composición de flujo acuoso de alimentación [16]

Elemento	Li	Na	K	B	Cl
Unidades	mg/L	g/L	g/L	mg/L	g/L
Valor	720	115	8,4	500	195

La relación O/A empleada fue de 0,41, calculada como la concentración de litio en la alimentación dividida por el máximo nivel de litio en el solvente cargado. Esta proporción se mantuvo constante durante todas las pruebas de laboratorio. Para elevar el pH de la salmuera de alimentación a 12,5, se agregó NaOH.

Asimismo, se consideró una etapa de lavado utilizando H_2SO_4 al 0,73% para limpiar el solvente cargado a una relación O/A de 10. En cuanto a la etapa de re-extracción (stripping), se utilizó una solución con 61,27 g/L de H_2SO_4 y 246 g/L de Li_2SO_4 a una relación O/A de 5. El perfil de extracción se detalla en la Tabla 2.4.

Tabla 2.3: Perfil de extracción de la columna [16]

Altura	Flujo	Li	Na	K	B	Cl	pH
m		mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	
7	Orgánico	1760	365	23	<3	<3	12,5
	Alimentación	720	115000	8400	500	195000	
6	Orgánico	1650	455	37	15	<3	12,2
	Acuoso	650	110000	8200	490	190000	
4.5	Orgánico	400	2885	45	23	25	9,0
	Acuoso	160	108000	8300	510	195000	
2	Orgánico	100	5630	70	64	60	8,6
	Acuoso	45	105000	8000	500	195000	
0	Org. descargado	<3	<3	<3	<3	<3	8,0
	Refino	<3	109000	8300	500	200000	

El proceso de lavado tiene como objetivo eliminar impurezas extraídas y producir una solución de litio altamente pura, lo cual se logró mediante el desprendimiento parcial del disolvente, los resultados de esta etapa de se ve en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4: Resultados de etapa de lavado [16]

Flujo	Li	Na	K	B	Cl	pH
	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	
Orgánico	1760	365	23	<3	<3	
Orgánico purificado	1730	<3	<3	<3	<3	
Scrub agotado	250	3850	250	10	15	11,5

CAPITULO 2: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

La etapa final implica la re-extracción del solvente purificado, obteniéndose una solución saturada de sulfato de litio (39,5 g/L) con una alta pureza (99,97% en base metálica) detallada en la Tabla 2.5. Estos resultados sobrepasan notablemente el estándar de calidad del litio, reconocido como grado de batería (99,5%), lo que destaca al proceso LiSX™ como una tecnología altamente prometedora para la eficaz producción y recuperación de litio.

Tabla 2.5: Resultados del proceso LiSX™ [16]

Li	Na	K	B	Cl	pH
g/L	mg/L	mg/L	mg/L	mg/L	
39,5	7	5	<3	<3	7.4

En una investigación reciente llevada a cabo por Y. Solís, 2022 [17] utilizó los extractantes Cyanex 272 y Cyanex 936P para determinar cuál tenía una mayor afinidad por los iones de litio. Para ello se utilizó pruebas de extracción por solvente a escala de laboratorio en sistema discontinuo (batch), utilizando soluciones sintéticas que contenían Li, K y Al evaluando el comportamiento a diferentes pH y concentraciones de los extractantes en un rango de 5 a 10% v/v. Los resultados indicaron que el extractante Cyanex 936P resultó tener mayor afinidad por el ion de litio, donde preparado al 8% logró extraer un 98% de litio a una razón de O/A de 1:1 a un pH 12 en una sola etapa según el diagrama de McCabe-Thiele obtenido.

Algunos resultados destacados correspondiente a esta tecnología de extracción de litio están presentados en la Tabla 2.6 que se muestra a continuación.

Tabla 2.6: Investigaciones realizadas sobre la extracción por solventes para litio

Estudio	Fuente	Rec (%)	Extractante(s)	Diluyente
Zhang <i>et al.</i> , 2022 [14]	Lago salado Baqiancuo, Tíbet, China	< 95%	LIX 54, TRPO, ADD-1	Kerosene
Pranolo <i>et al.</i> , 2015 [13]	Solución sintética	97%	LIX 54 y CYANEX 923	ShellSol D70
Xiang <i>et al.</i> , 2017 [18]	Lago salado Qarhan, China	98%	TBP-MIBK	Kerosene
Min <i>et al.</i> , 2022 [19]	Lago Salado Taijiner Occidental	96.7%	NBEHMOA	Kerosene sulfurado – FeCl ₃
Solis, 2022 [17]	Solución sintética	98%	Cyanex 936	Kerosene

2.3.2 Intercambio iónico en salmueras

En la metalurgia extractiva, el proceso de intercambio iónico (IX) consiste en el tratamiento de soluciones para extraer uno o más compuestos, mediante el uso de resinas solidas altamente reticuladas y con iones intercambiables.

Por lo general, las resinas están compuestas de granos o perlas, como se observa en la Figura 2.8, que poseen una gran área específica que al ponerla en contacto con una solución atrapa químicamente uno o más metales en la superficie de la resina, desprendiéndose de esta un ion intercambiable y generándose así, una resina cargada con el metal de interés o bien el complejo de este. Luego se realiza un lavado con una solución de características fisicoquímicas distintas a la solución que posee el ion de interés, eluyente, en el cual se descarga el metal atrapado y regenerándose la capacidad extractiva de la resina [11].

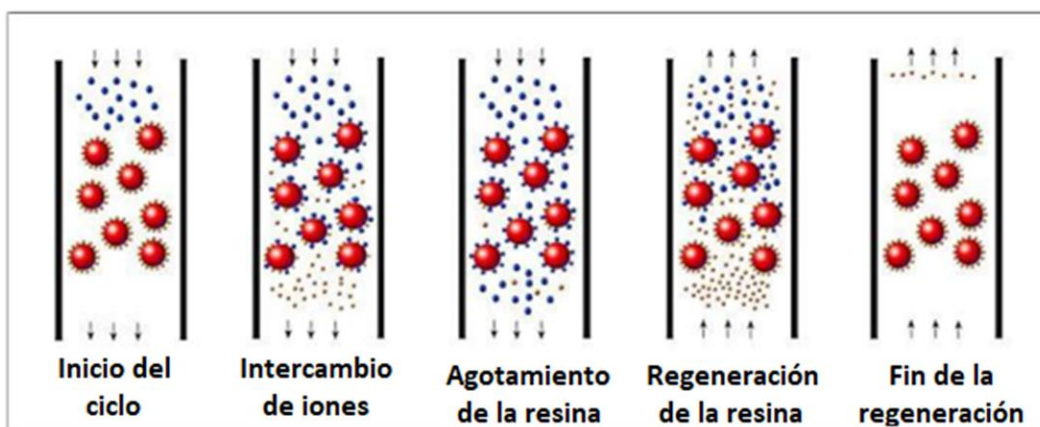


Figura 2.8: Esquema de intercambio iónico

El intercambio iónico es un fenómeno de interfase que comprende un contacto iónico, el desplazamiento, desprendimiento y alejamiento del ion móvil. Si el ion de interés es de carga positiva entonces se necesita una resina catiónica. Por el contrario, si tiene carga negativa la resina a utilizar será aniónica. La sustancia que actúa como intercambiador iónico, está compuesta por una matriz portadora de cargas eléctricas ya sea negativas o positivas las cuales están compensadas por iones de signo contrario, denominados contra-iones. Los cuales son libres de moverse dentro de la estructura pudiendo ser reemplazados por otros iones del misma carga [11].

En esta investigación, el material a estudiar es sulfato de litio proveniente de una salmuera del salar de Atacama de la compañía SQM, donde el ion de interés es el litio, el cual posee una carga positiva, la resina capaz de intercambiar cationes son las resinas de intercambio catiónico y las reacciones se pueden representar mediante la estequiometría 2.2.

CAPITULO 2: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS



En términos generales, si se tiene una resina R, con un grupo funcional reactivo uniforme de iones A^{+} , entonces su forma de sal es RA. En este caso si la solución contiene otro catión, B^{+} , entonces se podrá establecer el equilibrio como se observa en la estequiometría 2.3.



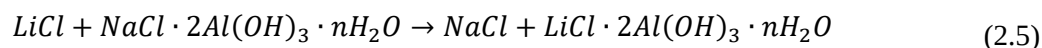
En la mayoría de los casos de resinas de intercambio iónico, la reacción es reversible donde se puede aplicar la ley de acción de masas. Por lo que, para soluciones diluidas, es posible definir una constante de equilibrio basada en concentraciones en vez de actividades:

$$K = \frac{[RB][A^{+}]}{[RA][B^{+}]} \quad (2.4)$$

El proceso de intercambio iónico es un proceso que permite la separación y purificación de una especie iónica frente a otras que la acompañan, a través de la selectividad en la etapa de carga que depende directamente de la resina. En la etapa descarga (o elución) es contralada y la selectiva de la resina, dependerá en gran medida del eluyente usado [11].

Arroyo *et al.*, 2019 [20] investigaron la viabilidad de recuperar litio de salmueras mediante técnicas de intercambio iónico, estudiando tres resinas catiónicas comerciales: K2629, TP207 y TP208. Utilizaron tanto soluciones artificiales como salmueras reales. Se encontró que la capacidad teórica de las resinas sigue la secuencia TP207 > K2629 > TP208. Aunque las resinas utilizadas tienen una alta retención (>95%), la presencia de otros iones en la solución afectó negativamente su desempeño, siendo la K2629 la más afectada, presentando un bajo rendimiento de retención en presencia de sodio en la solución.

En otras investigaciones se ha explorado el uso de resinas impregnadas con solventes, que extraen el litio en resinas cargadas con una fase orgánica. Por ejemplo, Nishihama *et al.*, 2011[21] utilizaron la resina SK110 impregnada en solvente β -dicetona/TOPO para la eliminación de Na^{+} y K^{+} de una solución de agua de mar con la finalidad de recuperar litio logrando un enriquecimiento de 5,63. Por otra parte, Burba en Estados Unidos [22] inventó resinas cargadas de aluminio que son capaces de capturar litio selectivamente de una salmuera mediante la reacción que toma lugar está expresada por la estequiometría 2.5, reportando una recuperación del 69%.



A pesar de que las resinas de intercambio iónico son convencionalmente utilizadas para recuperar iones metálicos de soluciones, para el litio resulta mucho más compleja en comparación con otros metales como los iones de cobre. Esto se debe a que, en la salmuera se encuentran concentraciones mucho más altas de iones de sodio, potasio, calcio y magnesio y estos iones presentan una mayor afinidad hacia las resinas de intercambio catiónico [23].

A continuación, en la Tabla 2.7 se muestran estudios enfocados en la extracción de litio y las resinas comerciales utilizadas.

Tabla 2.7: Investigaciones realizadas en Intercambio iónico de litio

Estudio	Fuente	Rec (%)	Resina de intercambio iónico
Arroyo <i>et al.</i> , 2019 [20]	Agua de mar	97%	TP207, K2629, TP208
Nishihama <i>et al.</i> , 2011[21]	Agua de mar	-	SK110
Mercedes, 2019 [24]	Solución sintética	93%	CAT100E
Lee <i>et al.</i> , 1979 [25]	Salmuera	69%	Dowex

2.3.3 Adsorción en salmueras

El proceso de adsorción comprende el contacto de sólidos con líquidos o gases y la transferencia de masa en la dirección de fluido a sólido. En este tipo de operación los sólidos tienen la capacidad para hacer que las sustancias específicas de una solución puedan concentrarse en la superficie de esta, logrando separar los componentes de una solución líquida o gaseosa, ver Figura 2.9.

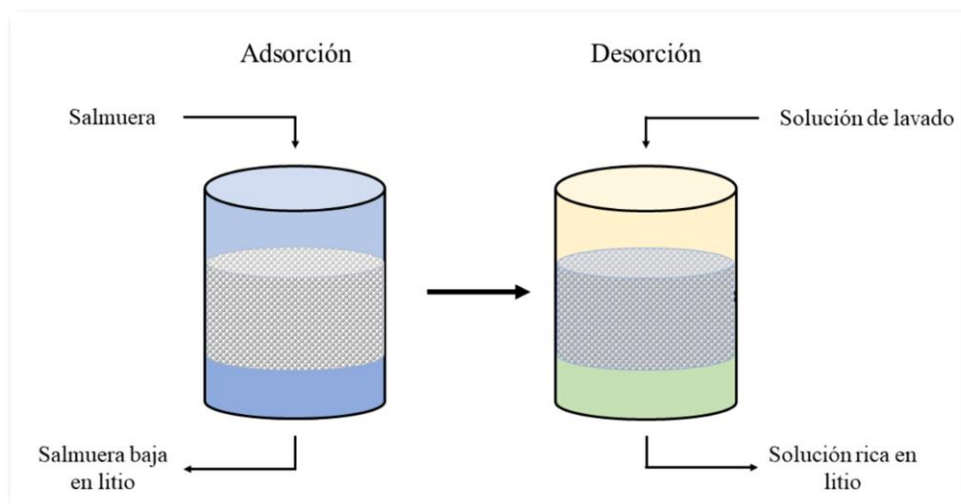


Figura 2.9: Esquema de adsorción en salmueras.

En este proceso se pueden distinguir dos fenómenos: físicos y químicos. La adsorción física es también llamada adsorción de “van der Waals” es un fenómeno reversible el cual resulta de las fuerzas

CAPITULO 2: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

intermoleculares de atracción entre el sólido y la solución. En cambio, la adsorción química o adsorción activada, resulta de la interacción química entre el adsorbente (sólido) y la sustancia adsorbida, este proceso es frecuentemente irreversible [26].

El equilibrio entre la concentración de la fase fluida y la concentración de las partículas del adsorbente a una temperatura dada se encuentra determinado por isothermas de adsorción que se pueden ver en la Figura 2.3.

La isoterma lineal indica que la cantidad absorbida es proporcional a la concentración del fluido. A su vez, las isothermas convexas hacia arriba son consideradas favorables al proceso de adsorción. Dentro de las isothermas de adsorción las utilizadas están las de Langmuir y Freundlich. Por su parte, la isoterma de Langmuir está dada por la ecuación 2.6.

$$W = W_{m\acute{a}x} \left[\frac{Kc}{1 + Kc} \right] \quad (2.6)$$

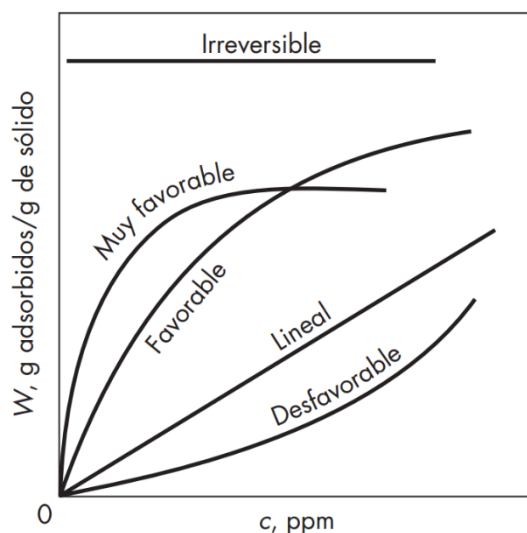


Figura 2.10: Isothermas de adsorción [27]

Donde W corresponde a la carga del adsorbato, c pertenece a la concentración en el fluido y K es la constante de adsorción. Cuando se tiene que K es mayor y $Kc \gg 1$ es una isoterma altamente favorable, en cambio cuando $Kc < 1$ la isoterma es lineal.

Por otra parte, la isoterma de Freundlich es para isothermas altamente favorables la cual se expresa mediante la ecuación 2.7.

$$W = bc^m \quad (2.7)$$

Donde b y m son constantes. Cuando $m < 1$ se obtiene un mejor ajuste, especialmente para la adsorción de líquidos[27].

En el marco del tratamiento de soluciones que contienen litio, se han realizados diversos estudios al respecto. Wang *et al.*, 2018 [28] utilizaron óxidos de litio-titanio impregnados con hierro mediante una reacción de estado sólido a alta temperatura para mejorar la adsorción de iones de litio en las salmueras. Los tamices iónicos de litio impregnados con hierro mostraron una mayor capacidad de adsorción de litio y una mejor selectividad para iones de litio en comparación con los tamices iónicos sin hierro. Por otro lado, Liu *et al.*, 2015 [29] estudiaron los tamices de óxido de manganeso con solución de agua de mar, y encontraron que el tamiz iónico podría utilizarse para la extracción de litio y enriquecimiento en el sistema de agua de mar, lo que ofrece una buena perspectiva de aplicación. En un estudio reciente llevado a cabo por Sun *et al.*, en 2022 [30], se exploró cómo la hidrofiliidad de H_2TiO_3 y su rendimiento de adsorción. Para ello, se preparó un tamiz de iones de litio de tamaño nano y se investigó cómo el uso de surfactantes y distintos métodos de preparación afectaban a la hidrofiliidad y propiedades de adsorción del material. Los resultados demostraron que el tamiz de iones de litio H_2TiO_3 -4 (HTO-4) sintetizado presentaba una excelente hidrofiliidad y un rendimiento de adsorción sobresaliente, con una capacidad máxima de adsorción de 56,03 mg/g. Además, se observó una pérdida de capacidad de adsorción del material de solo el 3,8% después de cinco ciclos, lo que indica una buena estabilidad cíclica.

A continuación, en la Tabla 2.8 se muestran estudios enfocados en la extracción de litio y los materiales adsorbentes utilizados.

Tabla 2.8: Investigaciones sobre Adsorción de litio

Estudio	Fuente	Rec (%)	Material Adsorbente
Wang <i>et al.</i> , 2018 [28]	Salmuera	83,8%	Oxido de LiTi dopados en Fe
Liu <i>et al.</i> , 2015 [29]	Agua de mar	58%	$MnO_2 \cdot 5H_2O$
Ooi <i>et al.</i> , 2017 [31]	Salmuera natural	87%	$H_{1,33}Mn_{1,67}O_4$
Sun <i>et al.</i> , 2022 [30]	Solución sintética	-	H_2TiO_3 -4

2.3.4 Nanofiltración en salmueras

La nanofiltración (NF) es una tecnología que permite la separación mediante el uso de membranas, la cual la fuerza motriz es la presión, que permite la separación de iones monovalentes y multivalentes [32]. La transferencia de masa que ocurre en el proceso de NF se puede observar en la Figura 2.11.

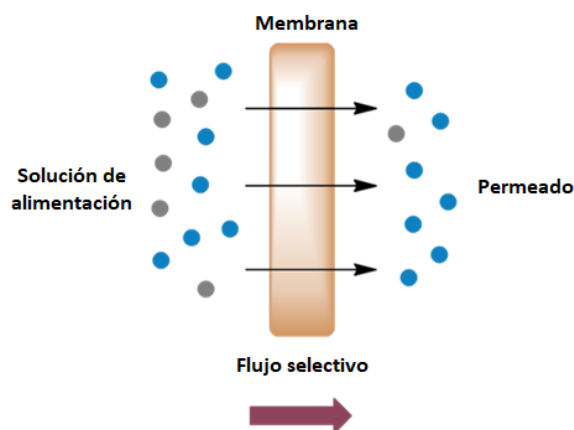


Figura 2.11: Esquema de nanofiltración

Cuando se aplica una presión ΔP externa sobre el líquido que se encuentra a la membrana, la solución va a fluir a través de esta. El flujo de la solución (J) y el rechazo (R) son los términos que se utilizan generalmente para los procesos de separación por membrana. El flujo de la solución se expresa mediante la ecuación 2.8.

$$J = \frac{\Delta P}{\eta R_{tot}} \quad (2.8)$$

Donde ΔP corresponde a la presión aplicada efectiva (N/m^2), ver Figura 2.12, η es la viscosidad del permeado (Pa.s) y R_{tot} corresponde a la resistencia total al flujo de disolvente (m^{-1}). [33]

El soluto de concentración C_b que se encuentra disuelto en el disolvente va a fluir a través de la membrana, y en el caso de presentar rechazo del soluto este tenderá a acumularse en la capa límite desarrollando un perfil de concentración, distribuyéndose en la interfase membrana/solución el cual será transportado por convección y difusión a través de la membrana. Por consiguiente, en el lado del permeado se conseguirá una concentración final de soluto en el permeado ($C_{m,2}^{ext}$). La caracterización del soluto se puede expresar mediante la siguiente ecuación:

$$R = 1 - \frac{C_{m,2}^{ext}}{C_b} \quad (2.9)$$

La distribución de un soluto no cargado que se encuentre en la interfaz de la membrana viene dada por exclusión estérica, ya que, según el tamaño, un soluto solo tiene acceso a una fracción de la superficie total de un poro de la membrana generando una exclusión geométrica. En el caso de los solutos cargados se pueden presentar un mecanismo de distribución típico llamado la exclusión de Donnan, el cual indica que debido a que la membrana se encuentra ligeramente cargada, los solutos con carga opuesta (contraiones) son atraídos mientras que los solutos con carga similar a la membrana (co-iones) son repelidos, lo que va a permitir una separación adicional [33].

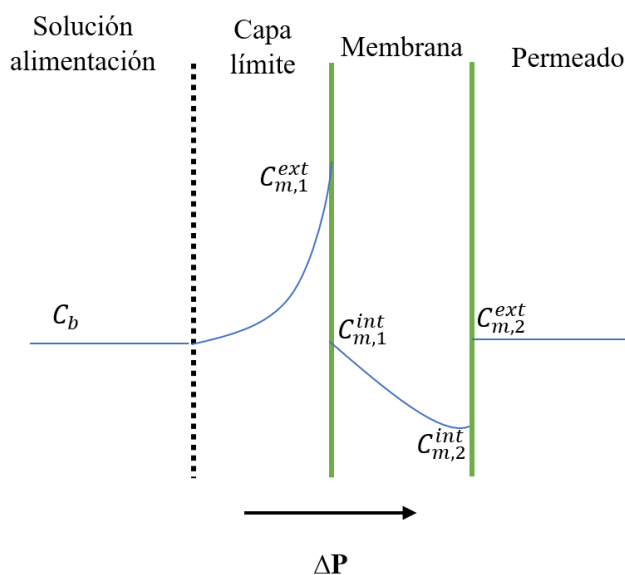


Figura 2.12: Transferencia de masa en proceso de nanofiltración. Elaboración propia en base a [33]

El uso de las nanomembranas es una tecnología atractiva para la recuperación de agua con litio, especialmente en soluciones mixtas de litio y magnesio. En 2015, Li *et al.*[32] fabricaron una membrana de fibra hueca de nanofiltración compuesta de poliamida cargada positivamente para extraer litio y magnesio. Los resultados indicaron que el rechazo de la sal de la membrana fue mayor para MgCl_2 (70,4%) que para MgSO_4 (36,0%), NaCl (23,0%) y LiCl (21,8%). Este orden es coherente con lo reportado en la literatura científica, donde se afirma que las nano-membranas de fibra hueca compuestas tienen un alto rechazo de cationes de alta valencia y aniones de baja valencia debido a la teoría de exclusión de Donnan. De acuerdo con esta teoría, los cationes de alta valencia que llevan más carga positiva experimentan una repulsión más fuerte con la membrana, lo que resulta en un mayor rechazo, mientras que los aniones con alta valencia que llevan más carga negativa tienen una mayor atracción hacia la membrana. En una revisión realizada por Zhang *et al.* en 2022[34] sobre el diseño de estrategias de tecnología de nanofiltración para la separación de Mg^{2+}/Li , se señala que las

CAPITULO 2: ANTECEDENTES BIBLIOGRÁFICOS

nano-membranas tienen un bajo consumo de energía y su uso es una operación simple y amigable con el medio ambiente. Sin embargo, la eficiencia de separación no es lo suficientemente alta en salmuera con un alto MLR (Mg^{2+}/Li) y la coexistencia de otros iones, como el K^+ y Na^+ , compiten con los iones de Li^+ debido a su menor radio y mayor coeficiente de difusión.

A continuación, en la Tabla 2.9 se muestran estudios enfocados en la extracción de litio y las nano-membranas utilizadas en la investigación.

Tabla 2.9: Investigaciones de Nanofiltración para la extracción de litio

Estudio	Fuente	Rec (%)	Nanomembrana
Li <i>et al.</i> , 2022 [35]	Salmuera de lago salado	-	PEI@15C5
Wen <i>et al.</i> , 2006 [36]	Lago salado Taijiner	55%	Desaal-5DL
Sun <i>et al.</i> , 2015 [37]	Lago salado Taijiner	-	DL-2540
Li <i>et al.</i> , 2019 [38]	Solución sintética	97%	DK-membrane
Li <i>et al.</i> , 2015 [32]	Solución sintética	-	Membrana de fibra hueca de poliamida

2.5 Definición del problema

La Sociedad Química y Minera de Chile (SQM) es una compañía minera global ubicada en el norte de Chile en el desierto de Atacama, la cual produce hidróxido y carbonato de litio a partir de salmueras. Sin embargo, en el último tiempo la composición del material extraído de las salmueras ha presentado altas concentraciones de sulfato de litio, que se precipitan generando pérdidas de litio en el proceso.

A partir de estas sales de sulfato de litio, surge una nueva línea de producción para aprovechar la precipitación natural de este compuesto con el objetivo de recuperar litio. Esta línea de producción contempla utilizar un sulfato de litio purificado para obtener directamente LiOH desde Li₂SO₄, mediante procesos electroquímicos.

Dentro de las exigencias que tienen los procesos electroquímicos es disminuir la presencia de impurezas en la etapa de alimentación. A fin de evitar la precipitación de contaminantes en las membranas del proceso; lo que afectaría directamente la recuperación final de litio.

Este proyecto de investigación se enfoca en proponer un proceso de purificación de sales de sulfato de litio presentadas en la Tabla 2.10 proveniente de las salmueras, que se enfoca tanto en la recuperación de litio como llevar el material a la composición presentada en la Tabla 2.11.

Tabla 2.10 Composición de sal de litio de alimentación

Elemento	K	Na	Mg	Ca	SO ₄	Li	Cl	H ₃ BO ₃	Ins	H ₂ O	Si
[%]	0,70	0,01	0,13	0,09	66,19	9,38	0,32	1,27	0,24	21,63	0,01

Tabla 2.11. Concentraciones permitidas de impurezas en proceso de electroquímico

Elemento	Ca	Mg	Na	K	B
mg/L (ppm)	<0,12	<0,05	<1000	<500	<20

2.6 Objetivos

2.6.1 Objetivo General

Proponer un esquema de procesos para la concentración y purificación de sulfato de litio, utilizando una sal sulfatada de baja pureza obtenida desde el salar de Atacama, hasta obtener una solución compatible con el requerimiento de la generación electrolítica de hidróxido de litio por la empresa SQM.

2.6.2 Objetivos específicos

- Seleccionar dos tecnologías de concentración y purificación del sulfato de litio más adecuadas basadas en análisis cuantitativo de indicadores metalúrgicos como recuperación, razón de enriquecimiento y selectividad, utilizando información experimental disponible en literatura especializada.
- Evaluar las tecnologías seleccionadas a través de desarrollo de experimentos a escala de laboratorio para calcular indicadores de rendimiento metalúrgicos y parámetros operativos que validen su eficacia y viabilidad.
- Realizar un balance de masas a partir del proceso propuesto para la purificación de salmuera de sulfato de litio a escala industrial, considerando las tecnologías seleccionadas y el volumen de sales de sulfato de litio producidas por SQM. Se empleará el programa Phreeqc para complementar las propiedades de las soluciones y los resultados obtenidos en los experimentos de laboratorio.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

CAPÍTULO 3: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El desarrollo del presente trabajo se estructuraron en cuatro etapas generales que permitirán un análisis exhaustivo de las tecnologías disponibles. En la primera etapa se llevó a cabo un análisis de tecnologías mediante indicadores metalúrgicos, con el objetivo de seleccionar las dos tecnologías con mayor potencial. En la segunda etapa se realizaron experimentos a escala de laboratorio para validar las tecnologías seleccionadas, las cuales se desarrollaron en sistemas discontinuos (batch) permitiendo medir la concentración de los elementos presentes en la salmuera. La tercera y última etapa consistió en la realización de balances másicos del proceso propuesto utilizando el programa computacional Excel y con ayuda del programa computacional Phreeqc Interactive para la recopilación de información de los flujos.

3.1 Selección de tecnologías

Para realizar la selección de las tecnologías primero fue necesario recopilar información bibliográfica sobre investigaciones enfocadas en la recuperación de litio desde salmueras. Luego, se resumió y tabuló la información recopilada, para finalmente ponderarla y determinar cuál opción era la más adecuada. De los estudios elegidos se recolectaron los datos necesarios para el cálculo de los indicadores metalúrgicos, los cuales, en algunos casos, ya están reportados. Utilizando esta información se elaboró una tabla comparativa, en donde se le asignó un puntaje parcial a cada indicador de acuerdo con los rangos establecidos en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1: Puntaje parcial asignado cada indicador según el rango

Rango Recuperación	Rango Enriquecimiento	Rango Selectividad de Li	Puntaje parcial asignado
[100-95[	[14-12[	[70-60[	6
[95-90[	[12-10[	[60-50[	5
[90-85[	[10 - 8[	[50-40[	4
[85-80[	[8 - 6[	[40-30[	3
[80 -75[	[6 - 4[	[30-20[	2
[75-70[	[4 - 2[	[20- 10[	1
[70-0]	[2 - 0]	[0,70-0]	0

Una vez realizada la clasificación según la Tabla 3.1 se sumaron los puntajes parciales para obtener un puntaje total. Las tecnologías que obtuvieron un mayor puntaje total fueron las seleccionadas para llevar a cabo las pruebas experimentales en el laboratorio.

Para la clasificación de las diferentes tecnologías existentes de concentración y purificación de soluciones de litio es necesario conocer los siguientes indicadores metalúrgicos, los cuales son números adimensionales que precisan la calidad de la separación de las tecnologías [39]:

- Recuperación (R): corresponde al porcentaje que se recupera del elemento de interés de la solución y que se puede calcular mediante la ecuación 3.1.

$$R(\%) = \frac{V_C * t_c}{V_A * t_a} * 100 \quad (3.1)$$

Donde V_C corresponde al volumen de la fase concentrada, t_c es la concentración del elemento de interés en la fase concentrada, V_A es el volumen de la solución de alimentación t_a es la concentración del elemento de interés en la solución de alimentación. [39]

- Selectividad (S): La capacidad de la tecnología de separar el elemento de interés de las a las impurezas, considerando la selectividad de litio frente al sodio, magnesio y calcio como las principales impurezas. La selectividad se conceptualiza como la capacidad de aumentar la concentración de iones de interés en el producto final en relación con la concentración de los otros elementos [40], tal como lo muestra la ecuación 3.2 a continuación:

$$S = \frac{t_a(A)}{t_a(B)} \quad (3.2)$$

Donde $t_a(A)$ y $t_a(B)$ son las concentraciones de los componentes (A) y (B) en la solución concentrada. Factores de separación superiores a uno indican la posibilidad de lograr una extracción selectiva del metal A con respecto al metal B [12].

- Factor de Enriquecimiento: Se refiere a la habilidad de la tecnología para incrementar la concentración del elemento específico, en este caso, el Litio. Su cálculo se realiza mediante la siguiente fórmula:

$$EF = \frac{C_f}{C_i} \quad (3.3)$$

Donde EF representa el factor de enriquecimiento, C_i la concentración inicial, y C_f la concentración final. [40]

3.2 Materiales y equipos

Para validar las tecnologías seleccionadas, se desarrollaron experimentos de laboratorio el cual permitieron calcular los indicadores metalúrgicos y obtener las mejores condiciones de operación. Para los experimentos de extracción por solventes se utilizaron los equipos y materiales presentados en la Tabla 3.2, así mismo se muestran en la Tabla 3.3 los equipos y materiales utilizados.

Tabla 3.2: Reactivos utilizados en experimentos de extracción por solventes

Reactivo	Marca
Cyanex 936P	Solvay
Escaid 110	Justrite Safety Can
Hidróxido de sodio al 50%	Winkler Ltda.
Ácido sulfúrico H ₂ SO ₄ 2M	Merck
Agua desionizada	Merck
Concentrado de Li ₂ SO ₄	SQM S.A

Tabla 3.3: Materiales y Equipos utilizados en experimentos de extracción por solventes.

Tipo	Nombre	Marca – modelo
Equipos	Balanza analítica	Mettler PJ400
	Medidor de pH	HANNA-pH – ISE
	Equipo de absorción atómica	GBC Scientific equipment-SensAA
	Densímetro	Anton Par - DMA 1001
	Agitador magnético	Magnetic motion- MIXdrive15
	Agitador magnético	Daihan LabTech - Hotplate stirrer
Materiales	Embudo de separación	
	Vasos precipitados	
	Pipetas	
	Bomba de vacío	
	Barras magnéticas	
	Frascos autoclavable de 100 cm ³	
	Probetas graduadas	
	Papel filtro	
	Matraz aforado de 2000 cm ³	

Para los experimentos de intercambio iónico los reactivos utilizados se encuentran en la Tabla 3.4 y en la Tabla 3.5 se tienen los equipos y materiales.

CAPITULO 3: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Tabla 3.4: Reactivos utilizados en experimentos de intercambio iónico

Reactivo	Marca
Resina Lewatit MDS TP208	Lanxess
Resina Lewatit Monoplus TP208	Lanxess
Agua desionizada	Producida en laboratorio
Concentrado de Li_2SO_4	SQM S. A
HCl 1M	Merck

Tabla 3.5: Equipos y Materiales utilizados en experimentos de intercambio iónico

Tipo	Nombre	Marca – modelo
Equipos	Balanza analítica	PCE instruments
	Medidor de pH	SPARK – LXi2 PS-3600B
	Equipo de absorción atómica	PerkinElmer - PinAAcle 900
	Densímetro	Anton Par - DMA 1001
	Agitador magnético	
Materiales	Vaso precipitado	
	Bomba de vacío	
	Barra agitadora	
	Papel filtro	
	Pipetas	

Por otra parte, en la Tabla 3.6 se presenta la composición química del concentrado de sulfato de litio obtenidas desde las instalaciones del Salar de Atacama de SQM, donde este es utilizado en los experimentos y además es considerada en los balances máxicos realizados. En la Tabla 3.6, entonces se presenta la información entregada por SQM, la cual fue caracterizada mediante ICP y absorción atómica. Actualmente, esta es la composición de las sales que salen de los procesos de lixiviación y previo a ello pasa por un proceso de flotación primaria (*Rougher*).

Tabla 3.6: Composición química de concentrado de sulfato de litio

Elemento	K	Na	Mg	Ca	SO_4	Li	Cl	H_3BO_3	Ins	H_2O total	Si
[%]	0,70	0,01	0,13	0,09	66,19	9,38	0,32	1,27	0,24	21,63	0,01

3.3 Diseño experimental

3.3.1 Experimentos de extracción por solventes

Las pruebas realizadas consistieron en realizar extracción y re-extracción de una salmuera alta en sulfato de litio usando el extractante Cyanex 936P al 33%, a escala de laboratorio, con la finalidad de realizar curvas de McCabe-Thiele, evaluando el proceso a un pH 9 y pH 11. Además, se consideró evaluar la salmuera con y sin calcio y magnesio para ver el efecto de estas impurezas como se observa en la Tabla 3.7. Cabe mencionar que las pruebas se hicieron en duplicado, siendo un total de 8 experimentos.

Tabla 3.7: Matriz de experimentos de extracción por solventes

Nº experimento	pH	Solución
1	9	Con Ca y Mg
2	9	Sin Ca y Mg
3	11	Con Ca y Mg
4	11	Sin Ca y Mg

Además, se realizaron experimentos de carga máxima en duplicado del Cyanex 936P al 1% y al 33% (ver Tabla 3.8) con la finalidad de evaluar la selectividad del extractante para extraer litio frente a la presencia de otros iones como Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ y K^+ .

Tabla 3.8: Matriz de experimentos de extracción por solventes - carga máxima

Nº Experimento	Solución
1	Con Ca y Mg
2	Sin Ca y Mg

3.3.2 Confección de diagrama de McCabe Thiele

Se construyó el diagrama de McCabe-Thiele para estimar el número teórico de etapas para el proceso de extracción por solventes, el cual está compuesto por la línea de operación e isoterma de equilibrio que se detallan a continuación.

- Línea de operación

La línea de operación se basa en el balance de masa, y varía con la razón A/O y las concentraciones de entrada y salida del sistema. Para la confección de esta línea se estimó una eficiencia del proceso de un 95%, donde la solución inicial tiene 15 g/L de litio y un orgánico cargado de 1,70 g/L.

- Isotermas de equilibrio

La isoterma de extracción son valores fijos que dependen de la química del sistema (concentración de reactivos, pH, temperatura, etc.), por lo que fueron determinadas por método de relación orgánico/acuoso (O/A) especificadas en la Tabla 3.11.

3.3.2 Experimentos de Intercambio iónico

Las pruebas de intercambio iónico consistieron en evaluar las resinas Monoplus TP208 y MDS TP208, utilizando un volumen fijo de salmuera de 200 cm³ y variando la cantidad de resina en 5, 10, 15 y 20 gramos, con la finalidad de encontrar la razón óptima de resina/salmuera.

3.4 Procedimiento de experimentos

3.4.1 Experimentos de extracción por solventes.

3.4.1.1 Experimentos de extracción

Se prepararon 2000 cm³ de solución al 29% p/p de sal de carnalita de potasio, ver Figura 3.1, la cual se separó en dos con la finalidad de trabajar con una solución más diluida que sería un 15% p/p de sólido, resultado una solución similar a la que se trabaja en la industria. Se pesaron 584,8 g de sal de concentrado de sulfato de litio, el cual se aforó en un matraz de 2000 cm³ con agua destilada y se agitó hasta que se disolviera completamente el sólido.

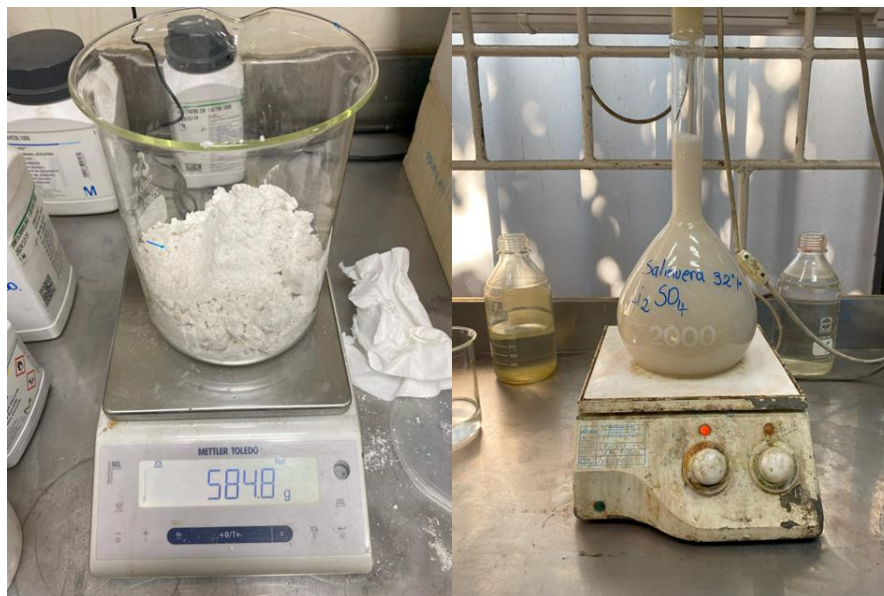


Figura 3.1: Preparación de salmuera al 29% p/p

CAPITULO 3: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Luego se filtró la solución al 29% (ver Figura 3.2) y 1000 cm³ de esta se llevaron a otro matraz de 2000 cm³ y se aforó con agua destilada obteniendo una salmuera de carnalita de potasio al 15%.



Figura 3.2: Filtración de solución al 29% p/p

Para la solución sin calcio y magnesio Se tomaron 500 cm³ de la solución preparada al 15% (ver Figura 3.3) y se le extrajo el calcio y magnesio mediante el uso de la resina Lanxess Monoplus TP208. Para ello se juntó la solución con 100 g de resina y se agitó la solución 3 horas aproximadamente y se filtró para extraer la resina.

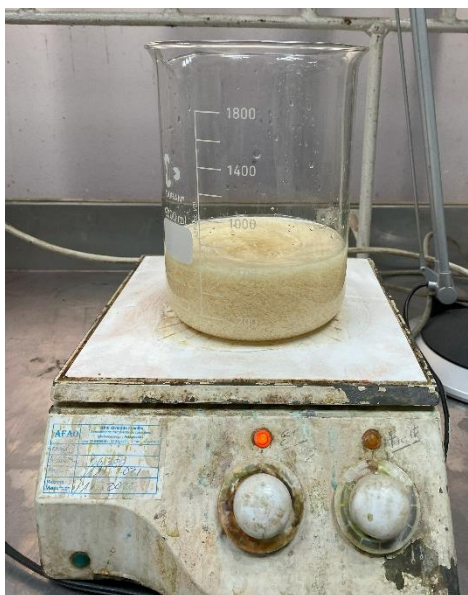


Figura 3.3: Eliminación de Ca y Mg con resina Monoplus TP208

Para la preparación del extractante se llevó a un matraz aforado de 2000 cm³ de capacidad, solución orgánica, la cual consiste en 33% de Cyanex 936P y el resto (el 67% restante) se aforó con *Escaid* 110 (ver Figura 3.4). Luego se agitó hasta que se juntaran ambas soluciones y se pre-neutralizó con NaOH al 50% y se siguió agitando la solución por aproximadamente 30 min.

CAPITULO 3: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Para la pre-neutralización, el fabricante (Solvay) indica que el Cyanex 936P tiene una concentración de 0,9 M. Para los experimentos se trabajó a la máxima capacidad del extractante que es un 33% v/v

$$\frac{0,9M}{x} = \frac{100\%}{33\%} \rightarrow 33\% = 0,297M$$

En esta proporción, el extractante debe tener 0,297 moles de litio en su carga máxima. Al estar el NaOH con el litio a una razón de 1:1 la cantidad de NaOH al 50% a utilizar se calcula de la siguiente manera.

$$\text{molaridad cyanex al 33\%} * PM NaOH = \text{concentración NaOH}$$

$$0,297 \frac{\text{mol}}{\text{L}} * 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 11,88 \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

Debido a que se encuentra al 50%, y se considera un 5% de exceso:

$$11,88 \frac{\text{g}}{\text{L}} * 2 * 1.05 = 24,96 \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

La densidad del NaOH al 50% es de 1,52 g/cm³, por lo tanto:

$$\frac{24,96 \frac{\text{g}}{\text{L}}}{1.52 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} = 16,4 \text{ cm}^3 \text{ de NaOH por litro de orgánico.}$$

Como se prepararon 2 litros de orgánico, finalmente se utilizó 32,8 cm³ de NaOH al 50%.



Figura 3.4: Preparación y pre-neutralización del extractante Cyanex 936P

Las propiedades físicas y químicas del extractante se detallan en la Tabla 3.9 mostrada a continuación.

CAPITULO 3: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Tabla 3.9: Propiedades físicas y químicas de Cyanex 936P (Solvay)

Apariencia	Color amarillo
Gravedad específica	0,934 g/mL
Viscosidad	44,17 cp (25°C)
Punto de inflamación	> 90°C (tapa cerrada)
Punto de congelación	< -32°C

Una vez transcurrido este tiempo, la solución se filtró y el orgánico con la finalidad de eliminar el agua presente en el orgánico y finalmente quedó listo para realizar las pruebas.

Una vez preparada las soluciones se procedió a realizar los experimentos, Se realizaron 4 experimentos en duplicado, evaluado el efecto del pH y el efecto de la presencia de Calcio y Magnesio en la solución. Para modificar el pH de la solución se añadió NaOH al 50%, la cantidad utilizada se detalla en la Tabla 3.10

Tabla 3.10: Cantidad de NaOH al 50% para la modificación de pH de la salmuera

	Gramos de NaOH al 50% para 200 cm ³ de solución	
	pH 9	pH 11
Solución con Ca y Mg	0,14	0,42
Solución sin Ca y Mg	0,06	0,32

Las razones de orgánico y acuoso utilizadas en los experimentos de extracción se muestran la Tabla 3.11.

Tabla 3.11: Razones de O/A trabajadas en el laboratorio

Razón O/A	Volumen orgánico (cm ³)	Volumen acuoso (cm ³)
0	0	0
10/1	50	5
7/1	35	5
5/1	50	10
2/1	10	5
1/1	10	10
1/5	10	50

CAPITULO 3: METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Al estar preparadas las soluciones se agitaron durante 45 min a 1000 rpm (ver Figura 3.5). Una vez transcurrido el tiempo se realizó el proceso de re-extracción (*stripping*) a una razón O/A de 1/1 tomando 5 cm³ de orgánico cargado de la extracción y como acuoso se utilizaron 5 cm³ de ácido sulfúrico. Luego se agitaron las muestras por 30 min a 1000 rpm (ver Figura 3.6).



Figura 3.5: Experimentos de extracción

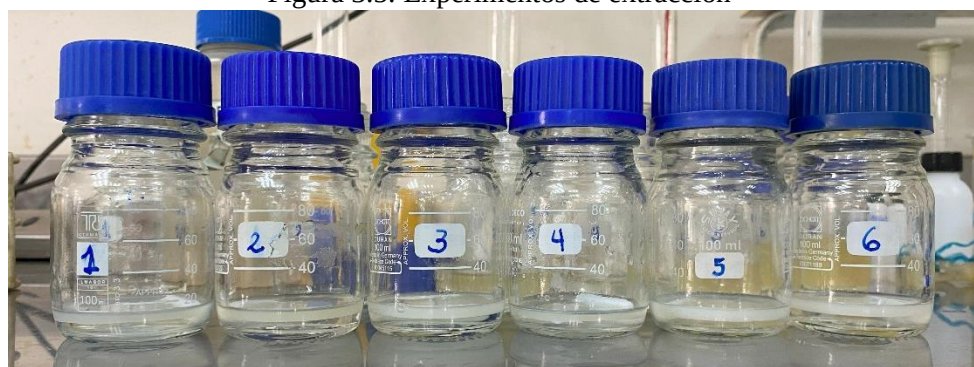


Figura 3.6: Experimentos de re-extracción

3.4.1.2 Experimentos de carga máxima

Se realizaron pruebas de carga máxima con el extractante preparado al 33% como se puede ver en la Figura 3.7. Se realizó a una razón O/A de 1/1 donde se tomaron 10 (cm³) de extractante y 10 (cm³) de solución y se agitó manualmente por 3 min. Luego se espera a que se separen las fases y se descarta el acuoso por la parte inferior del embudo y se reemplaza por 10 (cm³) de la misma solución acuosa. Se realiza el mismo procedimiento 4 veces. Una vez realizada la carga se junta los 10 (cm³) de orgánico cargado con 10 (cm³) de ácido sulfúrico y se agita por 30 min a 1000 rpm.



Figura 3.7: Experimentos de carga máxima

3.4.2 Experimentos de intercambio iónico

En una primera instancia, se midió la conductividad de las resinas para determinar el tiempo de contacto de la resina con la salmuera para los posteriores experimentos. Las mediciones se realizaron cada 5 minutos hasta que se estabilizaron las mediciones.

Las pruebas de intercambio iónico se realizaron en sistema discontinuo, en un vaso precipitado de 200 cm³ con agitación magnética; donde 100 cm³ de solución (salmuera) se puso en contacto con la resina a distintas razones: 5 g, 10 g, 15 g y 20 g a una velocidad de agitación constante de 100 rpm y a temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C). Al término del experimento se tomó una alícuota de 10 cm³ de salmuera para posterior análisis químico. Cabe mencionar que la resina se hidrató por 3 horas previamente para cada experimento. El montaje de los experimentos realizados se puede ver en la Figura 3.8.

Posteriormente, se llevó a cabo el desorción de la resina, la cual fue lavada con agua desionizada, filtrada y tratada con 50 cm³ de HCl 1M. La mezcla se agitó durante 60 minutos, extrayendo una alícuota de 10 cm³ al finalizar el tiempo. Finalmente, se midió la densidad de la salmuera, de cada uno de los experimentos realizados.



Figura 3.8: montaje de experimentos de intercambio iónico.

La resina Lewatit MonoPlus TP208 se destaca como una resina de intercambio catiónico de tipo macro-porosa, con propiedades ligeramente ácidas y con grupos quelantes de ácido iminodiacético. Su diseño está orientado a la selectiva eliminación de cationes alcalinotérreos. Comparada con las resinas de intercambio iónico de granulometría hetero-dispersa, las perlas de esta resina muestran una mayor estabilidad tanto mecánica como osmótica. Además, esta resina presenta propiedades cinéticas superiores, lo que se traduce en una absorción de cationes de manera más rápida y eficiente, maximizando su capacidad. Gracias a su estructura polimérica modificada, es especialmente idónea para la absorción de cationes alcalinotérreos y metales pesados en salmueras, tanto diluidas como concentradas. Su aplicación principal se centra en la eliminación de elementos como Ca, Mg, Ba, Sr, e incluso en presencia de Fe, contribuyendo así a la purificación de soluciones y salmueras.

Por consiguiente, la resina Lewatit MDS TP 208 es una variante de pequeñas perlas de Lewatit MonoPlus TP 208. Sin embargo, ofrece las siguientes ventajas:

- Capacidad operativa hasta un 100% más alta sin necesidad de productos regeneradores adicionales.
- Niveles de fuga más bajo
- Mayor eficiencia en la eliminación de estroncio y bario



Figura 3.9: Imágenes de las resinas utilizadas tomadas al mismo aumento 8x. (a) Resina Monoplus TP208. (b) Resina MDS TP208

3.5 Análisis químico

Los elementos presentes en la solución fueron medidos mediante espectrometría de absorción atómica como se muestra en la Tabla 3.12.

Tabla 3.12: Análisis químico de la salmuera de sulfato de litio.

Elemento	Método de medición
Litio	Espectrometría de absorción atómica
Calcio	
Magnesio	
Sodio	
Potasio	

3.6 Balances de materia

El principal caso de estudio del presente trabajo consiste en proponer un proceso para la purificación de sales de sulfato de litio, a partir de las tecnologías elegidas a partir de datos bibliográficos, proceso que será previo al proceso electroquímico donde se convierte de Li_2SO_4 a LiOH .

Para el proceso propuesto se realizó un balance de materia, en el cual se consideró el sistema en estado estacionario (Ver Figura 3.10 con la línea discontinua roja), es decir, que no cambia en el tiempo utilizando la ecuación 3.4 correspondiente a la ley de conservación de la materia, ya que en el proceso no hay reacciones químicas, solo intercambio de iones.

$$\text{Entrada} = \text{Salida} \quad (3.4)$$

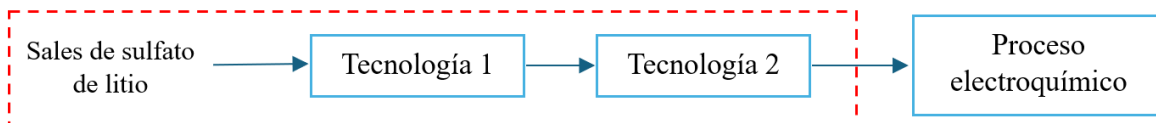


Figura 3.10: Esquema del caso de estudio

El balance de materia se realizó mediante la herramienta Excel el cual es una herramienta de hoja de cálculo que permitía manipular y calcular información del balance y el simulador Phreeqc Interactive 3.6.2 para obtener propiedades de las soluciones generadas en el proceso como la temperatura, densidad y pH, cuando no pudieron ser medidas en los experimentos de laboratorio.

Para el balance de masas se utilizaron los siguientes supuestos y consideraciones:

- Flujo másico de entrada de sales de sulfato de litio de 5 t/h equivalente a un 15% p/p de sólidos y un 85% de agua para disolución.
- Se usó una buena calidad del agua por lo que no se necesitó un tratamiento para la remoción de la precipitación de impurezas.
- Una recirculación del 80% de refino de extracción por solventes a la disolución de las sales, el 20% restante corresponde a agua de pozo
- Se consideró una etapa de extracción en extracción por solventes.
- Se consideró el trabajo realizado por Tenova [16] para la recuperación de impurezas.
- Se consideró una eficiencia del 80% del proceso electroquímico para obtener el flujo de H_2SO_4 que recircula al proceso de re-extracción de extracción por solventes.
- Para estimar que el balance es válido se comparó la composición del flujo final obtenido con los datos de la Tabla 3.13 correspondientes a los requerimientos de SQM.

Tabla 3.13: Composición de salmuera de salida requerida

Elemento	Ca	Mg	Na	K	B
mg/L (ppm)	<0,12	<0,05	<1000	<500	<20

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Selección de tecnologías

De acuerdo con las tecnologías descritas anteriormente en los antecedentes bibliográficos, se presentan a continuación los resultados para cada una de ellas. A partir de los cuales, se seleccionaron las tecnologías 1 y 2 como propuesta metodológica de este trabajo previo a la etapa electroquímica.

Los datos recopilados se promediaron para obtener un valor referencial y los datos que están fuera del rango no fueron considerados, luego se clasificaron mediante los rangos expuestos en la Tabla 3.1

Tabla 4.1: Recopilación bibliográfica de condiciones experimentales e indicadores metalúrgicos de extracción por solventes de litio

Ref.	[Li ⁺] _i mg/L	[Li ⁺] _f mg/L	%Rec Li	Enriquecimiento	Selectividad Li/Na
Zhang <i>et al.</i> 2022 [14]	670	7860	95%	11,7	84
Pranolo <i>et al.</i> 2015[13]	-	-	97%	-	1560
Xiang <i>et al.</i> 2017 [18]	50	474	98%	9,5	-
Min Ji <i>et al.</i> 2022[19]	1780	22310	96,7%	12,5	47,5
Solis. 2022 [17]	-	-	98%	-	-
Tenova Advanced Technologies, 2017[16]	720	39500	99,9	54,9	5642,9

Tabla 4.2: Puntaje calculado para extracción por solventes

	% Recuperación Li	Enriquecimiento	Selectividad
Promedio	97%	22,2	65,8
Puntaje asignado	6	6	6
Puntaje total	18		

Tabla 4.3: Recopilación bibliográfica de condiciones experimentales e indicadores metalúrgicos de intercambio iónico de litio

Ref.	[Li ⁺] _i mg/L	[Li ⁺] _f mg/L	% Rec. Li	Enriquecimiento	Selectividad Li/Na
Arroyo <i>et al.</i> 2019 [20]	0.6	-	97%	-	-
Nishihama <i>et al.</i> 2011[21]	160	900	-	5,63	-
Mercedes. 2019 [24]	300	156.37	93%	0,52	-
Lee <i>et al.</i> 1979 [25]	305	-	69,0%	-	-

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.4: Puntaje calculado para intercambio iónico

	% Recuperación Li	Enriquecimiento	Selectividad
Promedio	95%	3,08	12,11
Puntaje asignado	6	1	1
Puntaje total	8		

Tabla 4.5: Recopilación bibliográfica de condiciones experimentales e indicadores metalúrgicos de Adsorción de litio

Ref.	[Li+] _i mg/L	[Li+] _f mg/L	% Rec Li	Enriquecimiento	Selectividad Li/Na	Selectividad Li/Mg
Wang <i>et al.</i> 2018[28]	1560	34800	83,8%	3,21	-	-
Liu <i>et al.</i> 2015[29]	6,08	180	58%	29,61	-	-
Ooi <i>et al.</i> 2015[31]	1457,61	7982,15	87%	5,48	-	-
Sun <i>et al.</i> 2022[30]	201,83	-	-	-	22,7	-
Ryu <i>et al.</i> 2019 [41]	60	-	-	-	71	31,9

Tabla 4.6 Puntaje calculado para adsorción

	% Recuperación Li	Enriquecimiento	Selectividad
Promedio	76%	4,35	39,4
Puntaje asignado	2	2	3
Puntaje total	7		

Tabla 4.7: Recopilación bibliográfica de condiciones experimentales e indicadores metalúrgicos de Nanofiltración de litio

Ref.	[Li+] _i mg/L	[Li+] _f mg/L	% Rec. Li	Enriquecimiento	Selectividad Li/Na	Selectividad Li/Mg
Li <i>et al.</i> 2022 [35]	-	-	-	-	-	14
Wen <i>et al.</i> 2006 [36]	-	-	55%	-	-	3,5
Sun <i>et al.</i> 2015 [37]	-	-	-	-	0,0012	0,06
Li <i>et al.</i> 2019 [38]	177	294	97,0%	1,66	-	13
Li <i>et al.</i> 2015 [32]	2000	-	-	-	-	2,6

Tabla 4.8: Puntaje calculado para nanofiltración

	% Recuperación Li	Enriquecimiento	Selectividad
Promedio	76%	1,66	3,32
Puntaje asignado	2	0	0
Puntaje total	2		

De acuerdo con los puntajes obtenidos a partir del análisis bibliográfico, las dos tecnologías que sobresalieron fueron la extracción por solventes y el intercambio iónico, las cuales obtuvieron las puntuaciones más elevadas: 18 y 8, respectivamente. En cambio, las tecnologías de adsorción y nanofiltración obtuvieron puntajes más bajos, obteniendo 7 y 2, respectivamente, como se puede ver en la Tabla 4.1 a la Tabla 4.4.

La extracción por solventes se destacó debido a su alta selectividad y capacidad de recuperación en la separación de litio frente a otros cationes presentes en la solución. Además, suele ser un proceso eficiente y sostenible, lo que lo hace atractivo desde una perspectiva de costos operativos. Esta técnica es una de las alternativas más estudiadas y maduras en comparación con otras. Por otro lado, el intercambio iónico también obtuvo una calificación alta debido a su capacidad para recuperar litio, aunque no es la segunda tecnología más investigada. Aun así, presenta resultados prometedores. En contraste, la adsorción, a pesar de ser una tecnología ampliamente estudiada, muestra una baja recuperación del litio, nuestro metal de interés. La nanofiltración, también bastante investigada en los últimos tiempos, muestra una recuperación y selectividad de litio considerablemente baja en comparación con otros iones como el magnesio, debido a la competencia entre iones con radios iónicos similares.

La investigación no abarca otros parámetros cruciales, como la capacidad de carga de las tecnologías, el consumo energético o el consumo de agua. Estos son datos importantes a considerar en una evaluación exhaustiva; sin embargo, muchos de estos aspectos no se reportan en las investigaciones disponibles.

4.2. Caracterización de la salmuera

En la Tabla 4.5 se presentan las lecturas de espectrometría de absorción atómica correspondientes a la solución inicial empleada en los experimentos de extracción por solventes realizados en Solvay. Estas mediciones son esenciales para comprender la composición inicial de la solución y, por lo tanto, son fundamentales para evaluar el rendimiento del proceso de extracción.

La Tabla 4.6 presenta la composición de la salmuera utilizada en los experimentos de intercambio iónico. La diferencia de las composiciones de la salmuera se debe a que fueron realizadas en distintos laboratorios utilizando agua desionizada de distinta procedencia.

Estos valores de las Tablas 4.5 y 4.6 representan las concentraciones iniciales de litio (Li), calcio (Ca), magnesio (Mg), sodio (Na), potasio (K) y cloro (Cl) de la solución antes de la aplicación del proceso de extracción por solventes (SX) e intercambio iónico (IX) respectivamente. La información proporcionada en esta tabla sirve como referencia crucial para la posterior evaluación de la eficiencia de la extracción y el cálculo de recuperación, selectividad y factores de enriquecimiento.

Tabla 4.9: Composición de la salmuera utilizada en experimentos de extracción por solventes.

Solución con Ca- Mg al 15%		Solución sin Ca- Mg al 15%
Elemento	g/L	g/L
Li	15,64	21,20
Na	0,09	0,09
Ca	0,06	0,01
K	1,30	1,30
Mg	0,17	0,00
Cl	0,45	-

Tabla 4.10: Composición de salmuera utilizada en experimentos de intercambio iónico

Elemento	g/L
Li	15,13
Na	162
Ca	0,11
Mg	0,75
Cl	0,45

A continuación, en las Tabla 4.11 y 4.12 se presentan las mediciones de propiedades de las soluciones utilizadas en los experimentos de SX e IX. Estos datos son esenciales para comprender la composición y las características físicas de la solución en la que se llevaron a cabo los experimentos. Estos valores

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

servirán como referencia clave para la comparación con los resultados posteriores obtenidos después de la aplicación de la técnica de extracción por solventes e intercambio iónico.

Tabla 4.11: Propiedades de la salmuera utilizada en los experimentos de extracción por solventes.

Propiedad (20°C)	Resultado			
	Mediciones			Promedio
	1	2	3	
pH	8,62	8,50	8,55	8,56
Densidad (g/cm ³)	1,09	1,09	1,09	1,09
Conductividad iónica (mS/cm)	71	72	73	72

Tabla 4.12: Propiedades de la salmuera utilizada en experimentos de intercambio iónico.

Propiedad (20°C)	Resultado			
	Mediciones			Promedio
	1	2	3	
pH	8,66	8,60	8,60	8,62
Densidad (g/cm ³)	1,10	1,10	1,10	1,10
Conductividad iónica (mS/cm)	72	72	73	72

4.3. Extracción por solventes

4.3.1 Resultados de experimentos de extracción por solventes: Curvas McCabe-Thiele

De las Tablas 4.13 a la 4.16, se presentan los resultados clave obtenidos a partir de los experimentos de extracción por solventes que se llevaron a cabo en las instalaciones de la empresa Solvay. Estos experimentos desempeñaron un papel fundamental en la elaboración de los diagramas McCabe-Thiele, una herramienta esencial en la optimización y diseño de procesos de extracción.

Tabla 4.13: Prueba de extracción por solventes para solución con Ca-Mg a pH 9

Razón O/A	Exp.1 Li Acuoso	Exp. 2 Li Acuoso	Exp 1 Li Orgánico	Exp 2 Li Orgánico	Promedio Acuoso	Promedio Orgánico	%Error	Rec% Li
10	0,20	0,23	1,31	1,38	0,21	1,34	12,68%	98,6%
7	2,63	2,33	1,69	1,68	2,48	1,68	8,77%	84,1%
5	5,65	4,52	1,65	1,65	5,08	1,65	14,72%	67,5%
2	10,68	10,33	1,70	1,72	10,50	1,71	10,99%	32,9%
1	11,21	11,46	1,49	1,55	11,34	1,52	17,80%	27,5%
0,2	12,57	13,43	0,12	0,11	13,00	0,11	16,77%	16,9%

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.14: Prueba de extracción por solventes para solución con Ca-Mg a pH 11

Razón O/A	Exp.1 Li Acuoso	Exp. 2 Li Acuoso	Exp 1 Li Orgánico	Exp 2 Li Orgánico	promedio Acuoso	Promedio Orgánico	% Error	Rec% Li
10	0,21	0,27	1,26	1,33	0,24	1,30	15,45%	98,5%
7	1,03	1,13	1,69	1,72	1,08	1,71	16,71%	93,1%
5	5,35	5,27	1,71	1,78	5,31	1,75	10,24%	66,1%
2	10,49	10,08	1,77	1,86	10,29	1,81	11,05%	34,2%
1	11,03	11,07	1,71	1,69	11,05	1,70	18,46%	29,3%
0,2	11,92	14,00	1,30	1,32	12,96	1,31	15,48%	17,2%

Tabla 4.15: Prueba de extracción por solventes para solución sin Ca-Mg a pH 9

O/A	Exp.1 Li Acuoso	Exp. 2 Li Acuoso	Exp 1 Li Orgánico	Exp 2 Li Orgánico	promedio Acuoso	Promedio Orgánico	% Error	Rec% Li
10	0,22	0,13	1,11	1,41	0,17	1,26	39,65%	99,2%
7	0,36	0,45	1,51	1,63	0,40	1,57	46,27%	98,1%
5	2,81	2,74	1,69	1,77	2,78	1,73	46,13%	86,9%
2	8,07	7,50	1,73	1,77	7,78	1,75	46,76%	63,3%
1	8,63	7,95	1,78	1,82	8,29	1,80	52,43%	60,9%
0,2	10,15	13,16	1,76	1,76	11,65	1,76	43,37%	45,0%

Tabla 4.16: Prueba de extracción por solventes para solución sin Ca-Mg a pH 11

O/A	Exp.1 Li Acuoso	Exp. 2 Li Acuoso	Exp 1 Li Orgánico	Exp 2 Li Orgánico	promedio Acuoso	Promedio Orgánico	% Error	Rec% Li
10	0,09	0,16	1,23	1,22	0,13	1,23	41,62%	99,4%
7	0,44	0,43	1,69	1,62	0,43	1,66	43,22%	98,0%
5	2,64	2,67	1,85	1,84	2,65	1,85	43,96%	87,5%
2	7,73	7,46	1,93	1,93	7,59	1,93	46,00%	64,2%
1	7,62	8,95	2,07	1,91	8,29	1,99	51,53%	60,9%
0,2	10,93	9,63	2,00	2,00	10,28	2,00	49,64%	51,5%

Los datos recopilados en estos experimentos proporcionan información valiosa sobre cómo varía la eficiencia de extracción en función de la concentración de la solución de alimentación. Estos resultados son esenciales para determinar las condiciones óptimas de operación y para identificar las limitaciones del proceso de extracción en términos de eficiencia.

La construcción de los diagramas de McCabe-Thiele se basó en estos resultados, lo que nos permitió visualizar y analizar de manera efectiva la separación de componentes en el proceso de extracción

por solventes. La información contenida en las tablas anteriores es esencial para comprender y diseñar estrategias efectivas de purificación y separación en esta investigación.

A continuación, en la Figura 4.1, se presentan las curvas de extracción correspondientes a las soluciones que contenían calcio y magnesio a dos valores de pH distintos, pH 9 y pH 11. Estas curvas son necesarias para comprender como la variación del pH y la presencia de ciertos cationes influyen en el proceso de extracción por solventes en el contexto de esta investigación.

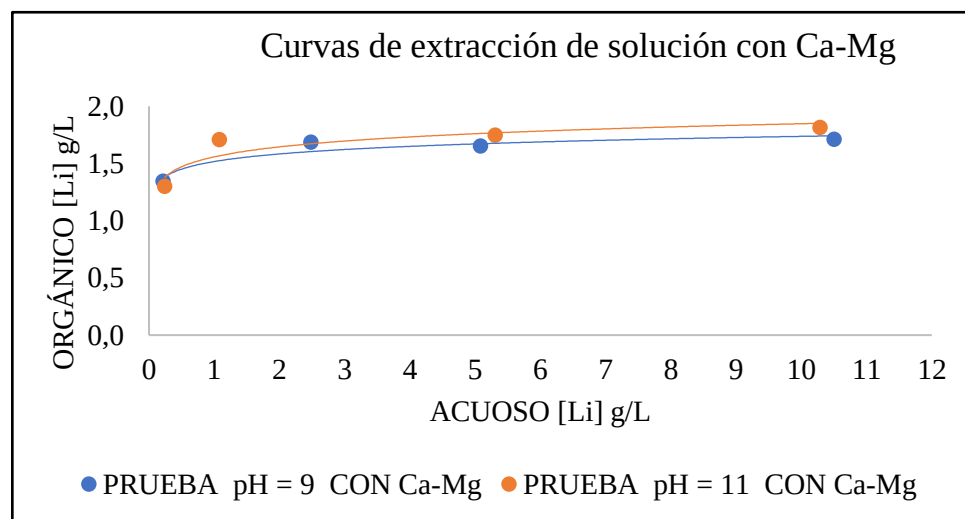


Figura 4.1: Curvas de extracción para solución con calcio y magnesio a pH 9 y pH 11

También se evaluó la solución sin calcio y magnesio, donde las curvas se pueden observar en la Figura 4.2.

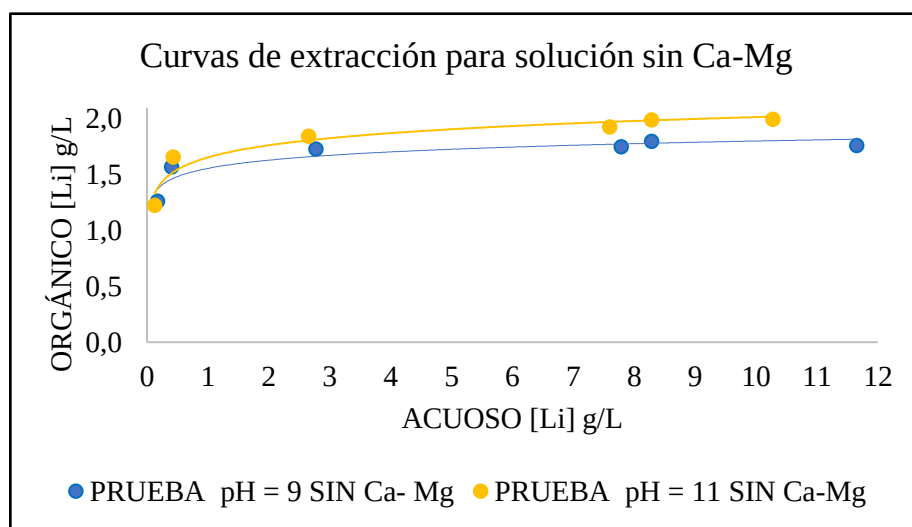


Figura 4.2: Curvas de extracción para solución sin calcio y magnesio a pH 9 y pH 11

El análisis de estas curvas revela cómo la variación del pH, en este caso, entre pH 9 y pH 11, afecta la eficiencia y la velocidad de extracción de litio. Además, nos permite evaluar cómo la presencia de calcio y magnesio en la solución de alimentación influye en la selectividad del proceso como se ve en la Figura 4.3, la cual compara una solución con Ca y Mg y la otra solución sin estos iones a un pH 11.

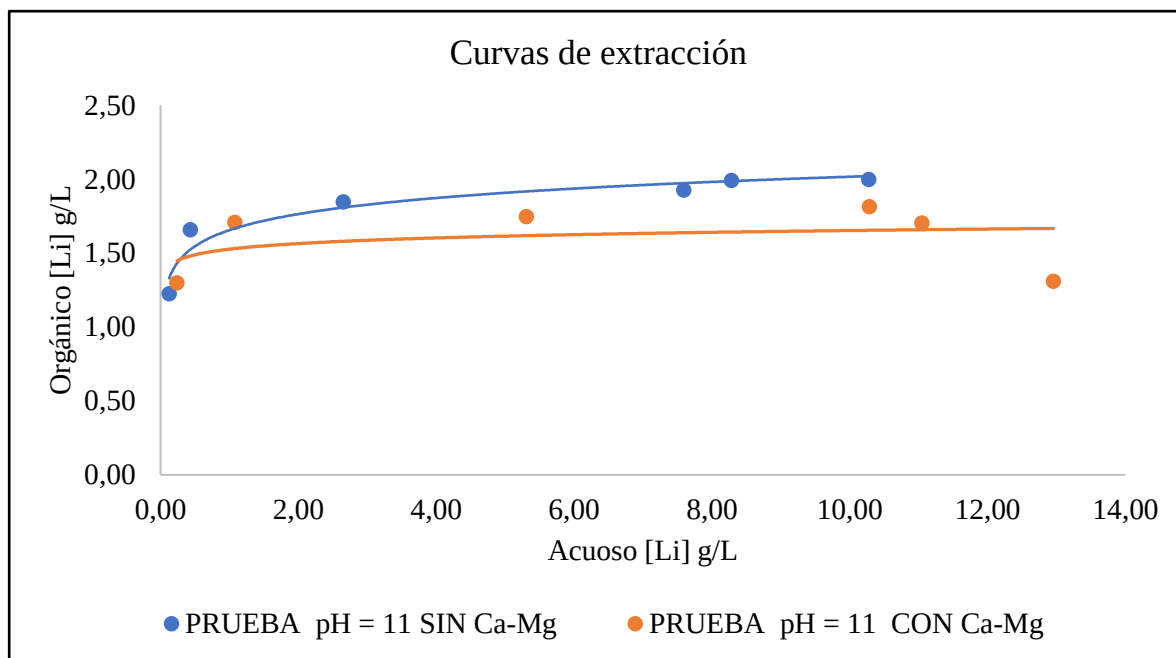


Figura 4.3: Comparación de curvas de extracción para solución con Ca y Mg y sin Ca y Mg

Entonces, se llevaron a cabo una serie de experimento de extracción por solventes con el objetivo de determinar las condiciones óptimas para la recuperación de litio. Dentro de los hallazgos más destacados de esta investigación fue que la mejor recuperación de litio se logró cuando se trabajó a un pH 11 utilizando una solución sin calcio y magnesio.

El pH es un parámetro crítico en los procesos de extracción por solventes ya que es uno de los que afecta la carga y solubilidad de los iones en la solución. Esto se pudo ver en los experimentos, puesto que se trabajó a un pH 9 y pH 11 y al comparar las curvas de extracción se pudo observar que a un pH 11 favoreció la extracción eficiente de litio. Esto era esperable, ya que las curvas S del solvente Cyanex 936P (ver Figura 2.4) indican que al trabajar a pH bajos puede existir coextracción de iones de calcio y magnesio, mientras que a pH muy altos puede existir coextracción de otros elementos como sodio, potasio y boro. Por lo tanto, al trabajar a un pH 11 puede minimizar la interferencia de otros cationes presentes en la solución, contribuyendo a una mayor selectividad hacia iones de litio.

Por otra parte, la eliminación previa de calcio y magnesio también desempeñó un papel fundamental en la mejora de recuperación de litio durante el proceso de extracción. Al excluir deliberadamente el calcio y magnesio de la solución, se redujo la interferencia y se mejoró la selectividad hacia el litio resultando una recuperación más efectiva.

Al realizar el diagrama de McCabe-Thiele para la curva sin Ca y Mg a pH 11 de la Figura 4.4, se consideró que se tiene una eficiencia del proceso del 95% con una solución inicial de 15 g/L de litio, y el orgánico cargado con una concentración de 1,70 g/L de litio, a una razón de O/A de 1:1.

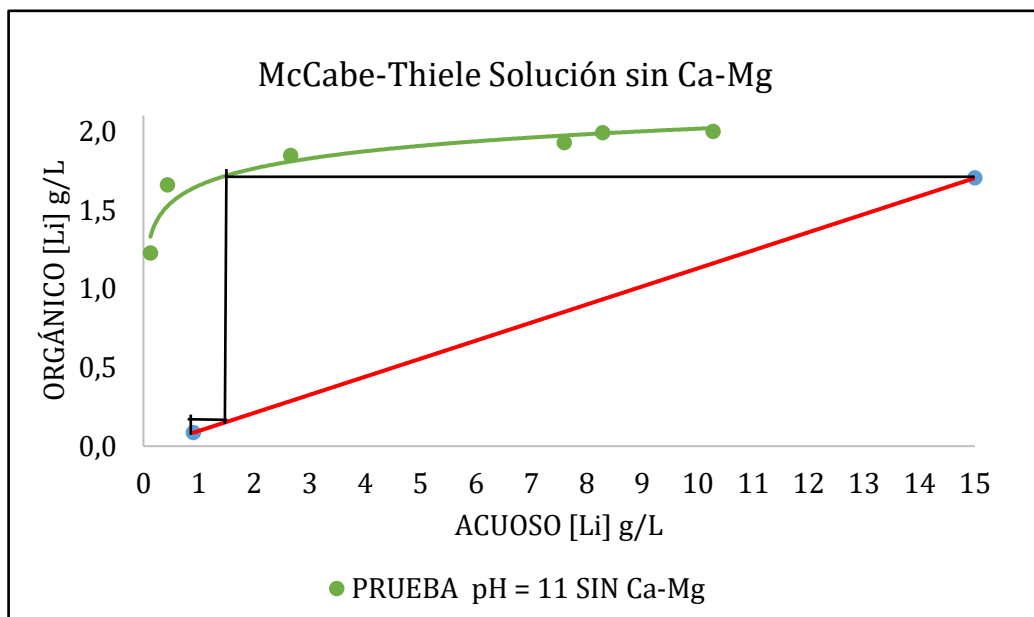


Figura 4.4: Diagrama de McCabe-Thiele para solución sin Ca y Mg para una eficiencia de proceso de 95%

Dentro de este contexto, es relevante destacar que además de lograr una alta eficiencia en la recuperación de litio a un pH 11 utilizando una solución sin Ca y Mg, se obtuvo que se puede llevar a cabo el proceso de extracción de litio una sola etapa donde se logra recuperar un 99,98% de litio. La capacidad para realizar la extracción de litio en una sola etapa es un avance importante desde una perspectiva práctica y económica, reduciendo los costos operativos y mejora de eficiencia de producción a escala industrial.

Este hallazgo es significativo en el contexto de la industria de purificación de soluciones de litio, ya que se sugiere ajustar el pH y eliminar impurezas específicas como el Ca y Mg, siendo una estrategia efectiva para lograr una recuperación óptima de litio. Estas condiciones específicas pueden ser implementadas a nivel industrial, para mejorar la eficiencia y pureza de productos de litio, teniendo un impacto positivo en la producción de baterías y otros dispositivos de almacenamiento de energía.

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.3.2 Experimentos de carga máxima

La carga máxima del extractante es un parámetro importante en los procesos de extracción por solventes, ya que se refiere a la cantidad máxima de material que puede extraer utilizando un solvente específico en un proceso de extracción química. Superar la carga máxima puede llevar a una disminución significativa de la eficiencia de extracción y puede dar lugar a problemas operativos como la saturación del solvente o la formación de emulsiones. A continuación, de la Tabla 4.17 a 4.20 se presentan los resultados de los experimentos de carga máxima.

Tabla 4.17: Resultados de carga máxima para solución con Ca y Mg

Elemento	Sol. inicial al 15%	Carga máxima al 33%			Coef. De distribución
	con Ca-Mg g/L	Exp. 1 (g/L)	Exp. 2 (g/L)	Promedio (g/L)	
Li	15,64	0,40	0,38	0,39	0,02
Ca	0,06	0,04	0,04	0,04	0,65
Mg	0,17	0,46	0,46	0,46	2,78
Na	0,09	0,00	0,00	0,00	0,01
K	1,30	0,00	0,00	0,00	0,00

Tabla 4.18: Selectividad para solución con Ca y Mg

Selectividad	
Li/Ca	9,54
Li/Mg	0,85
Li/Na	288,70
Li/K	389,00

Tabla 4.19: Resultados de carga máxima para solución sin Ca y Mg

Elemento	Sol. inicial al 15%	Carga máxima al 33%			Coef. De distribución
	sin Ca-Mg g/L	Exp. 1 (g/L)	Exp. 2 (g/L)	Promedio (g/L)	
Li	17,04	1,43	1,54	1,49	0,09
Ca	0,01	0,02	0,02	0,02	2,74
Mg	0,03	0,09	0,09	0,09	2,84
Na	4,04	0,00	0,00	0,00	0,00
K	1,05	0,00	0,00	0,00	0,00

Tabla 4.20: Selectividad para solución sin Ca y Mg

Selectividad	
Li/Ca	82,90
Li/Mg	16,90
Li/Na	732,56
Li/K	27646,51

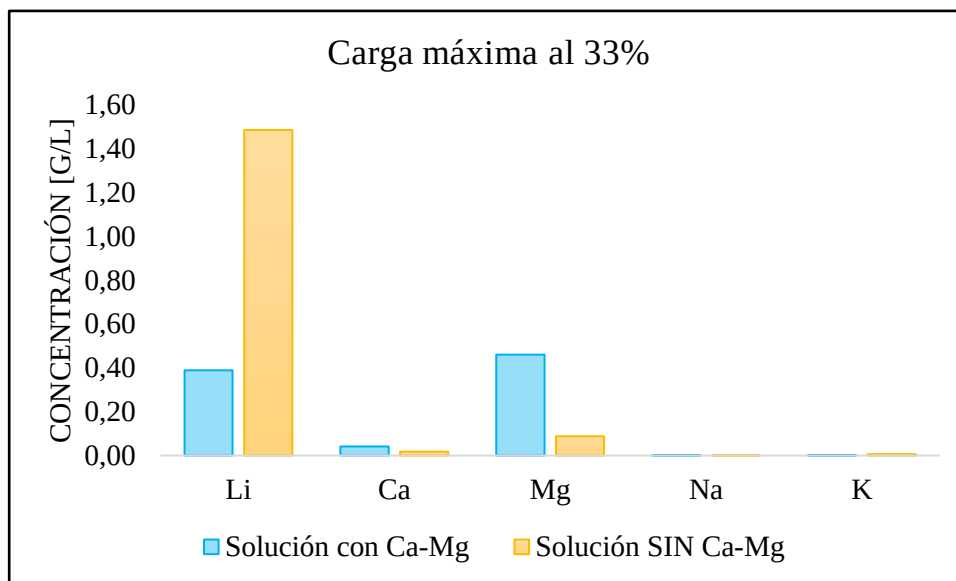


Figura 4.5: Elementos presentes en la solución post carga máxima

Teóricamente, se estimó que la carga máxima de litio del Cyanex 936P al trabajar al 33% v/v sería de 2,06 g/L, esto debido que la concentración del extractante al 100% es de 0,9 M. Sin embargo, los resultados de los experimentos realizados arrojaron datos interesantes. Se observó que la carga máxima variaba significativamente según la composición de la solución de alimentación, específicamente en función de la presencia o ausencia de calcio y magnesio.

Cuando se trabajó con una solución que contenía calcio y magnesio, la carga máxima de litio se redujo drásticamente a 0,39 g/L. Este fenómeno sugiere una competencia iónica significativa entre el litio y los cationes de calcio y magnesio durante el proceso de extracción. La presencia de estos cationes limitó la capacidad del extractante para unir y transportar el litio de manera efectiva, lo que resultó una carga máxima considerablemente más baja.

Por otro lado, cuando se utilizó una solución sin calcio y magnesio, se logró una carga máxima de litio de 1,49 g/L, significativamente mayor en comparación con la solución que contenía estos cationes. Esto respalda la idea de que la exclusión selectiva de calcio y magnesio de la solución puede mejorar la eficiencia de la extracción de litio y permitir que el extractante alcance una carga máxima más cercana a su capacidad teórica.

Los experimentos de carga máxima realizados en el marco de esta investigación proporcionaron resultados significativos también para la selectividad del extractante en presencia de los iones Ca, Mg, Na y K en la salmuera. Estos resultados son cruciales para comprender la eficacia y rendimiento del extractante Cyanex 936P en condiciones prácticas de extracción y su impacto en aplicaciones industriales. Uno de los aspectos más notables de esta investigación es la observación de una alta

selectividad cuando se trabaja con una solución sin Ca y Mg. Este resultado contrasta con las expectativas iniciales y refuta la hipótesis previa que se tiene una selectividad limitada del extractante en ausencia de estos iones.

Los resultados de experimentos de carga máxima revelaron claramente que el extractante utilizado en este estudio (Cyanex 936P) muestra una alta selectividad cuando se trabaja en una solución sin Ca y Mg, lo que puede explicarse por la competencia iónica de los iones presentes en la solución. En ausencia de Ca y Mg la competencia disminuye, permitiendo que el extractante se una de manera más efectiva a los iones de litio, reflejando una selectividad y enriquecimiento más elevado.

Es importante reconocer que esta investigación se centró en una condición específica de ausencia de Ca y Mg en la solución, y las condiciones pueden variar en situaciones prácticas más complejas. Por lo tanto, es necesario llevar a cabo investigaciones adicionales para comprender mejor las interacciones entre los iones en diferentes condiciones y evaluar la selectividad del extractante en una variedad de contextos.

4.4. Intercambio iónico

En el transcurso de las pruebas de laboratorio llevadas a cabo con las resinas TP 208 Monoplus y TP 208 MDS, se investigó la captación de calcio (Ca) y magnesio (Mg) provenientes de una salmuera de sulfato de litio. Se varió la proporción de sólidos y líquidos en estas pruebas para evaluar la eficacia de ambas resinas en la captación de estos minerales.

En una primera instancia se midió la conductividad de las resinas en contacto con la salmuera a lo largo del tiempo para establecer la interacción óptima entre la resina y la salmuera. Los resultados se pueden observar en la Figura 4.6, donde se indica que la resina Monoplus TP208 se estabilizó al cabo de 60 minutos de contacto con la salmuera, mientras que la resinas MDS TP208 demostró estabilizarse a los 45 min de interacción con la misma solución. Esta estabilidad indica un estancamiento en el proceso de intercambio de iones en la solución, sugiriendo que el equilibrio en la capacidad de intercambio se alcanza dentro de este período.

Este comportamiento diferencial entre las resinas resalta una discrepancia en sus tiempos requeridos para alcanzar la estabilidad en el proceso de intercambio de iones. Mientras que la TP 208 Monoplus necesitó una hora completa para estabilizarse, la TP 208 MDS logró su punto de equilibrio en un tiempo ligeramente menor.

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Basándose en los hallazgos mencionados relacionados con la conductividad y los tiempos de estabilización de las resinas Monoplus TP 208 y MDS TP 208, se estableció un tiempo de contacto de 90 minutos como adecuado para realizar los experimentos subsiguientes de intercambio de iones.

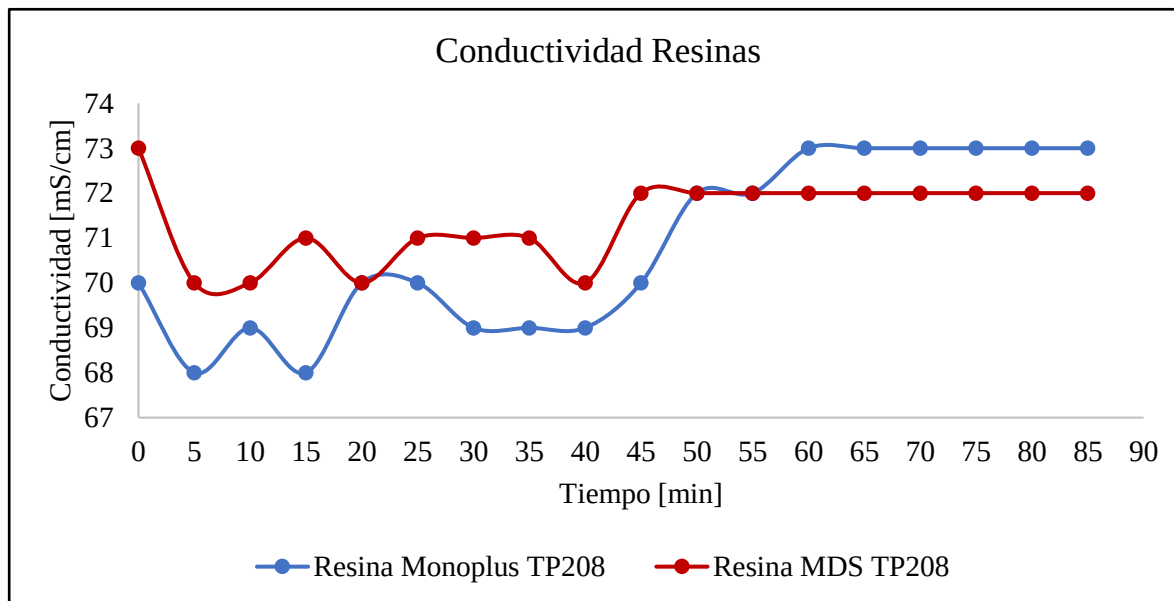


Figura 4.6: medición de conductividad de resinas

Por otra parte, al variar la cantidad de solido (resina) y líquido (salmuera) es posible ver cuáles son las características de las resinas y la capacidad de extracción de impurezas como los son el calcio y el magnesio. A continuación, en la Tabla 4.21 y en la Tabla 4.22 se muestran los resultados obtenidos de los experimentos realizados. En ellas se puede ver la concentración de los elementos de calcio y magnesio en la salmuera al variar la cantidad de resina.

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.21: Resultados de experimentos de intercambio iónico de resina Monoplus TP208

Gramos Resina	Ca salmuera (g/L)	Ca resina (g/L)	% Eliminación Ca	Mg salmuera (g/L)	Mg resina (g/L)	% Eliminación Mg	Densidad (g/cm ³)
20	0,03	0,20	74,55%	0,54	0,94	28,00%	1,10
15	0,03	0,22	72,73%	0,60	0,94	20,00%	1,09
10	0,03	0,24	72,27%	0,57	0,97	24,67%	1,09
5	0,04	0,22	67,73%	0,59	0,95	21,33%	1,09

Tabla 4.22: Resultados de experimentos de intercambio iónico de resina MDS TP208

Gramos Resina	Ca salmuera (g/L)	Ca resina (g/L)	% Eliminación Ca	Mg salmuera (g/L)	Mg resina (g/L)	% Eliminación Mg	Densidad (g/cm ³)
20	0,0265	0,195	75,91%	0,002	0,95	99,73%	1,10
15	0,026	0,215	76,36%	0,004	0,94	99,53%	1,10
10	0,025	0,225	77,27%	0,005	0,955	99,33%	1,09
5	0,03	0,225	72,73%	0,022	0,95	97,13%	1,09

Ambas resinas tienen un comportamiento similar, al aumentar la razón resina/salmuera mayor es la extracción de calcio y magnesio, sin embargo, la resina que logra tener una mayor extracción de estos elementos es la MDS TP208 con una extracción del 75,91% de calcio y 99,73% de magnesio, frente a la resina Monoplus TP208 que obtuvo una recuperación máxima de calcio de 74,55% de calcio y 28% de Magnesio.

Las Tablas 4.23 y 4.24 presentan la selectividad de las resinas Monoplus y MDS, respectivamente, con respecto al litio en comparación con las impurezas de calcio, magnesio y sodio. Aunque no se observa una tendencia clara en relación con la cantidad de resina, es evidente una notable mejora de la selectividad de litio de la resina MDS TP208 en comparación con la resina Monoplus TP208 ante la presencia de impurezas de calcio, magnesio y sodio.

Tabla 4.23: Selectividad Resina Monoplus TP208

(g) Resina	Li/Ca	Li/Mg	Li/Na
5	227	24	0
10	278	24	0
15	250	21	0
20	232	21	0

Tabla 4.24: Selectividad Resina MDS TP208

Resina MDS TP208			
(g) Resina	Li/Ca	Li/Mg	Li/Na
5	452	631	3
10	524	2618	2
15	473	3511	0
20	431	5710	0

Este alto grado de selectividad de la resina MDS adquiere una importancia fundamental en el contexto de la purificación del litio, ya que minimiza la interferencia de impurezas indeseadas, garantizando así la pureza del producto final. Este hallazgo refuerza la eficacia y aplicabilidad de la resina MDS en procesos de extracción de litio, donde la calidad del producto resultante es esencial para diversas aplicaciones industriales y tecnológicas.

Es crucial destacar que estos resultados eran de esperar, dado que, aunque las resinas comparten la misma composición, difieren significativamente en tamaño. La resina MDS, al ser considerablemente más pequeña que la Monoplus, exhibe una mayor área de superficie. Esta característica le confiere la capacidad de atrapar una cantidad sustancialmente mayor de magnesio y calcio en su superficie, lo que resulta en una purificación más rápida y eficiente de la solución. Este fenómeno resalta la influencia significativa de la morfología de las resinas en su rendimiento y destaca la ventaja distintiva de la resina MDS en términos de selectividad y eficacia en procesos de purificación, por lo tanto, su uso.

Los errores identificados en los experimentos, detallados en las Tablas 7.3 y 7.6 del anexo, se atribuyen principalmente a factores humanos. Estos incluyen imprecisiones en la toma de muestras, pérdida de resina durante la descarga debido a problemas en la filtración, posibles contaminaciones de las muestras debido a la calidad del agua utilizada, y variaciones en la lectura de absorción atómica. Es esencial reconocer estos desafíos, ya que impactan directamente en la precisión de los resultados y subrayan la importancia de implementar medidas rigurosas de control de calidad en futuras investigaciones.

4.5. Propuesta de proceso

A continuación, se detalla la propuesta de proceso para la purificación del sulfato de litio, basada en las tecnologías seleccionadas y evaluadas en el laboratorio, específicamente la extracción por solventes e intercambio iónico con resina, considerando los flujos más significativos.

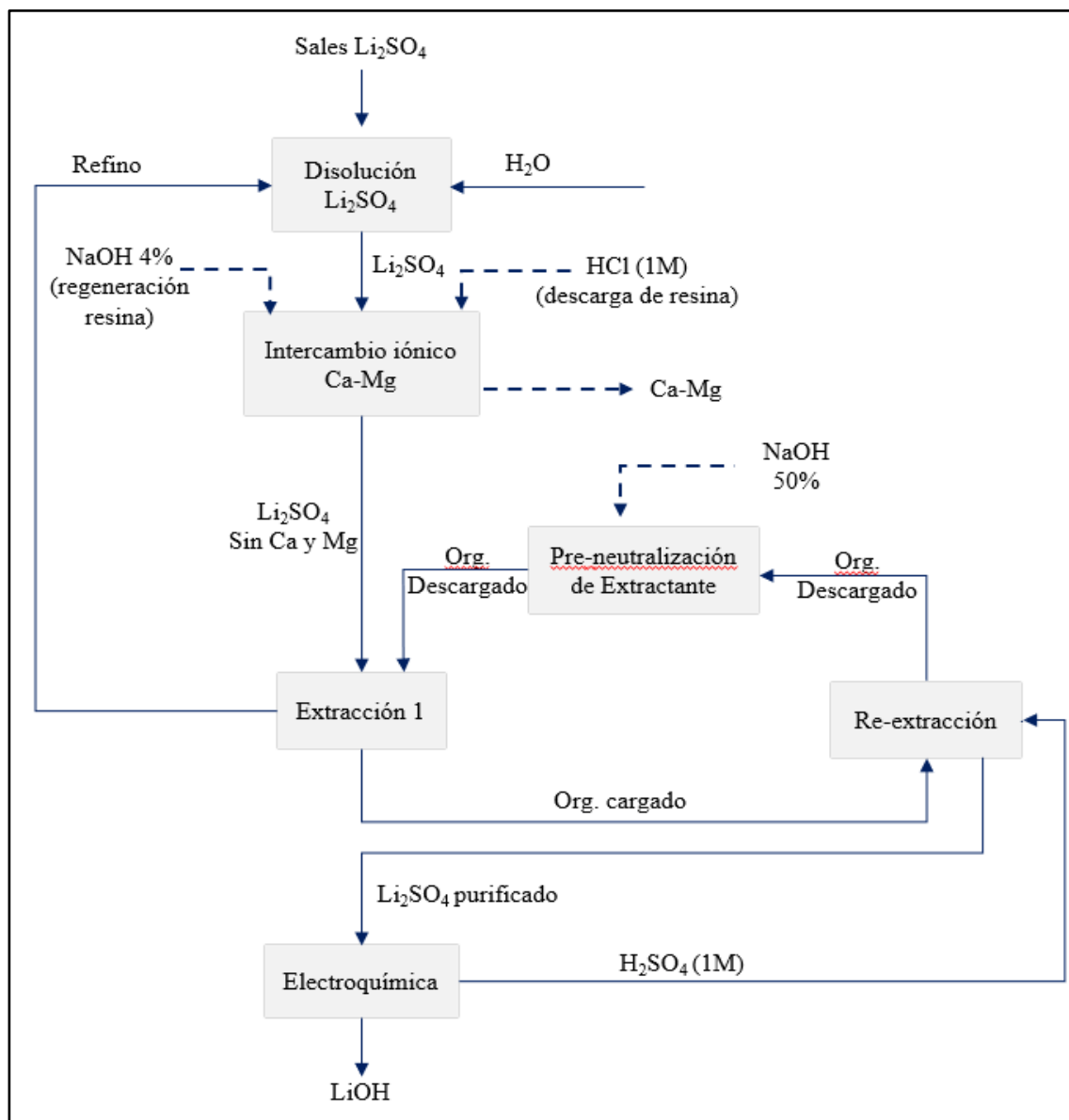


Figura 4.6: Propuesta de proceso para la purificación de salmuera de sulfato de litio.

La propuesta del proceso se fundamenta en una investigación minuciosa llevada a cabo en el laboratorio, donde se han evaluado con detalle las tecnologías más prometedoras para la purificación del sulfato de litio. La extracción por solventes e intercambio iónico con resina emergieron como las técnicas más eficaces y viables para el propósito de esta investigación.

El diseño del proceso se ha concebido cuidadosamente, teniendo en cuenta las etapas clave que involucran la aplicación secuencial de la extracción por solventes e intercambio iónico con resina. Esta secuencia está diseñada para garantizar una purificación eficiente del sulfato de litio, optimizando así la eliminación de impurezas y maximizando la recuperación del compuesto deseado.

4.6. Balances de masa

Para llevar a cabo los balances máxicos pertinentes en este estudio se utilizó la herramienta Excel, donde se tomó en consideración un flujo máxico de entrada de sales de sulfato de litio de 5 ton/h, valor proporcionado por SQM. Este flujo constaba de un 15% de sólidos, correspondientes a las sales de sulfato de litio, y un 85% de agua en peso.

4.6.1 Balance global

El balance global de la Figura 4.7 proporciona una visión integral al presentar los flujos máxicos totales de cada una de las etapas que componen el proceso de purificación del sulfato de litio (Li_2SO_4). Este análisis global permite entender de manera exhaustiva cómo se distribuyen y transforman los flujos de masa a lo largo de todas las fases del proceso.

De acuerdo con los resultados entregados por el balance de masa del proceso de purificación de sulfato de litio (Li_2SO_4) presentado en la Figura 4.7, un flujo de 5 t/h de sales de sulfato de litio es disuelto con 28,33 t/h de agua y refino recirculado de SX resultando un flujo de 33,33 t/h de salmuera alta en Li_2SO_4 . El flujo resultante, se somete a un proceso de intercambio iónico utilizando la resina TP 208 para la eliminación de calcio y magnesio, lo que implica el contacto directo entre la salmuera y pequeñas perlas de resina. En esta etapa, se asumió que se retiene un 5% de la salmuera, logrando obtener un flujo de 31,70 t/h de salmuera de Li_2SO_4 prácticamente libre de calcio y magnesio, que es dirigida directamente a la etapa de extracción por solventes.

Para la descarga de la resina cargada, se utilizó una solución de HCl al 1M con un flujo máxico de 125,03 t/h. Esta solución se encargó de eliminar el calcio y el magnesio retenidos en la resina. Posteriormente, se reacondiciona la resina con un flujo de 68,38 t/h de NaOH al 4% en peso, preparándola para su reintroducción en el proceso de intercambio iónico.

El flujo de salmuera de Li_2SO_4 es introducida a la etapa de extracción por solventes, donde se mezcla con una solución orgánica compuesta por Cyanex 936P al 33% v/v y 67% v/v de Escaid 110, generando un flujo orgánico equivalente a 12.21 t/h, asumiendo una relación O/A de 1:2.

Antes de la extracción, esta solución orgánica fue sometida a una etapa de pre-neutralización utilizando 0,36 toneladas por hora de NaOH al 50% y posteriormente se filtró.

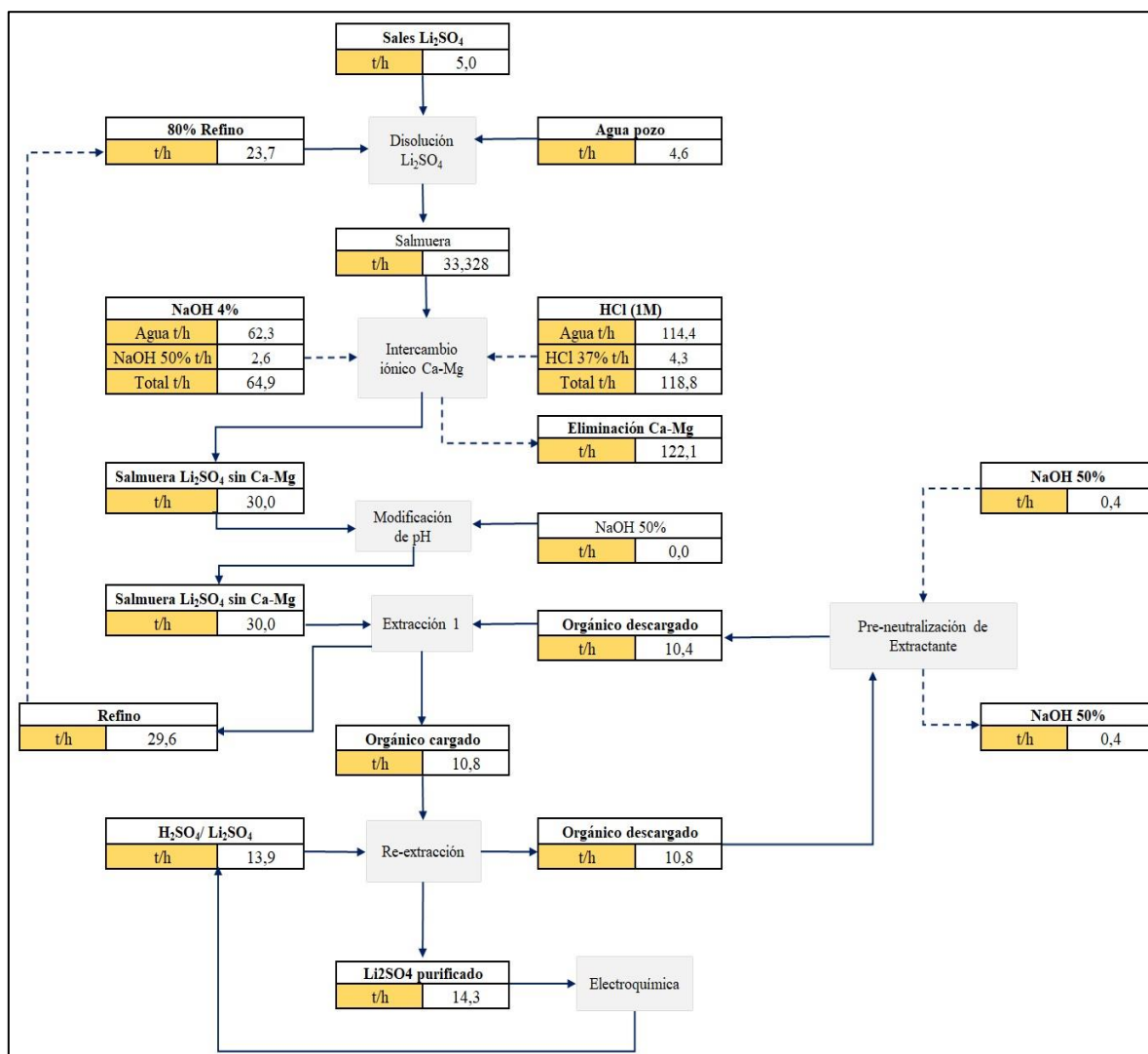
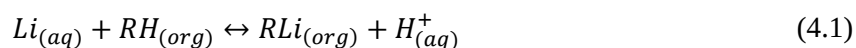


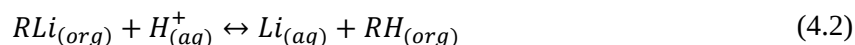
Figura 4.7 Balance general del proceso

Durante la etapa de extracción, el litio presente en la salmuera se transfiere al componente orgánico mediante un intercambio de iones, la cual se puede apreciar en la siguiente reacción:



Una vez que había transcurrido el tiempo de contacto entre ambas fases, se obtiene un flujo resultante de 12,60 t/h de orgánico cargado, el cual es dirigido hacia la etapa de re-extracción (stripping),

mientras que el 80% del flujo de refino de 31,26 t/h es recirculado hacia la etapa de disolución. En la etapa de re-extracción, el orgánico cargado se pone en contacto con un flujo de 16,28 toneladas por hora de ácido sulfúrico proveniente de la etapa de electroquímica, donde ocurre la reacción inversa a la estequiometría 4.1, como se presenta a continuación:



Obteniendo un flujo final de 16,8 t/h de salmuera de Li_2SO_4 purificada que entra a la etapa electroquímica para posteriormente convertir este sulfato de litio en hidróxido de litio

4.6.2. Balance por etapa

Se llevaron a cabo balances máscicos de cada una de las etapas del proceso de purificación de la salmuera con alto contenido de sulfato de litio.

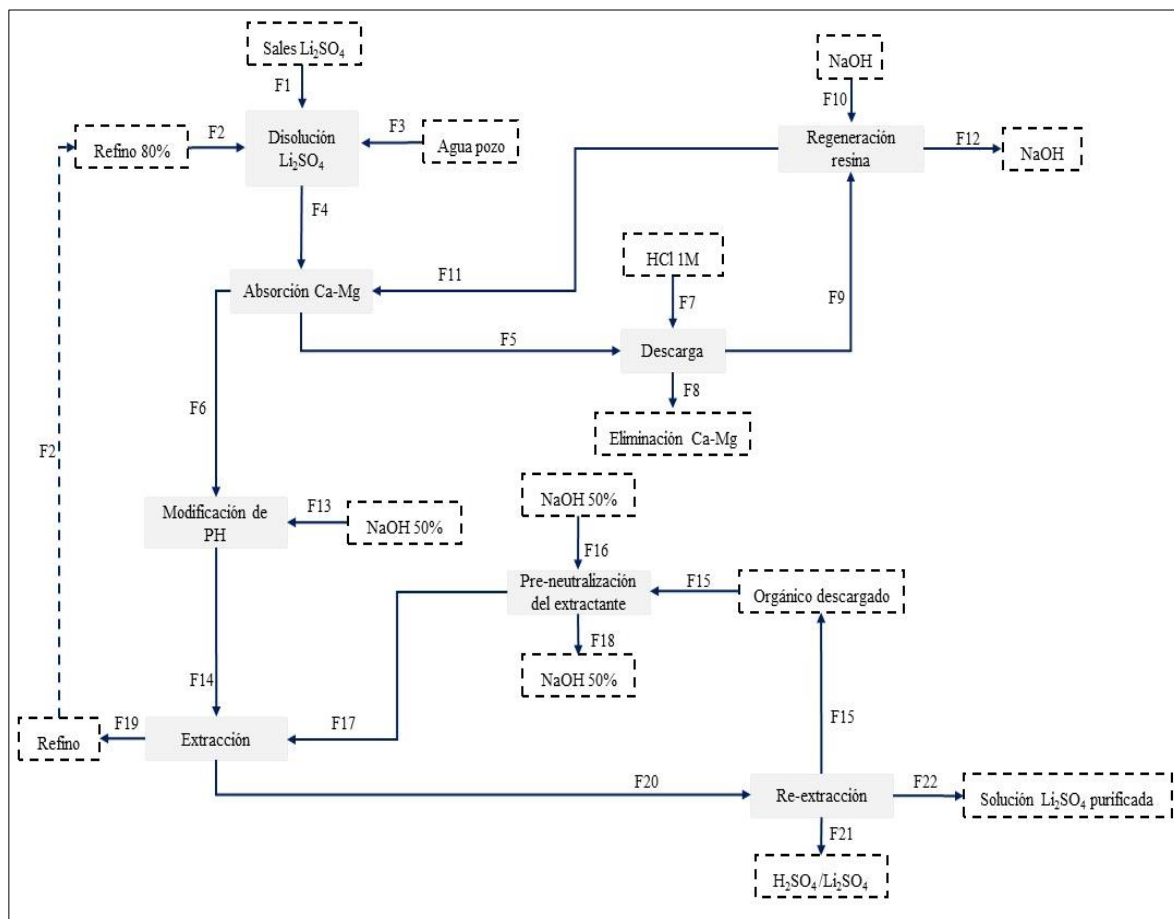


Figura 4.8 Esquema del proceso completo indicando los flujos.

Estos balances detallan los flujos máscicos, volumétricos, las concentraciones de los elementos presentes en la salmuera y las propiedades del flujo, ofreciendo una descripción exhaustiva de la distribución y la composición de los componentes a lo largo de cada etapa del proceso de purificación. Cabe destacar que para el balance se utilizó un 5% como perdidas de volumen por evaporación.

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

- Disolución

Antes de comenzar el proceso con las tecnologías escogidas, las sales de sulfato de litio se disuelven con agua completamente con una recirculación de 80% del refino proveniente de la etapa de extracción por solventes y con el 20% restante de agua de pozo. Se tiene un flujo másico de 5 t/h de sales de sulfato de litio (F1) equivalente al 15% p/p de la solución final y el 85% corresponde a los flujos de agua y refino, todo esto a temperatura ambiente. A continuación, en la Tabla 4.25 se presenta el balance de masas de la disolución de la sal.

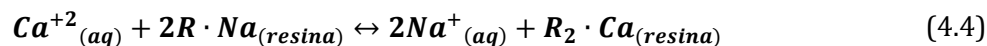
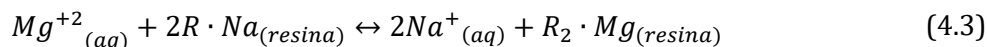
Tabla 4.25: Balance de masa etapa de disolución

Flujo	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ⁺²	Mg ⁺²	SO ₄ ⁻²	Cl ⁻
1 t/h	5,00	0,47	0,00	0,04	0,06	0,00	0,01	3,31	0,02
%p/p		9,38%	0,01%	0,70%	1,27%	0,09%	0,13%	66,19%	0,32%
2 t/h	24,71	0,00	0,01	0,03	0,05	0,00	0,00	2,39	0,02
mg/L		0,00	609,37	1154,67	2035,14	27,07	0,73	106531,78	914,04
3 t/h	3,63	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
mg/L		0,00	303,00	32,90	0,00	92,27	34,48	212,00	418,20
4 t/h	33,33	0,47	0,02	0,06	0,11	0,01	0,01	5,70	0,04
mg/L		17175,73	558,68	2233,78	3995,74	199,27	243,22	208659,61	1391,66

- Intercambio Iónico.

En el proceso de intercambio iónico se divide en tres etapas: carga de Ca y Mg, descarga de Ca-Mg y reacondicionamiento de la resina.

Para etapa de adsorción de calcio y magnesio se tiene que la resina, según lo indicado por el fabricante, intercambia los iones de calcio y magnesio por iones de sodio como se presenta a continuación:



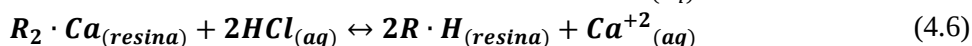
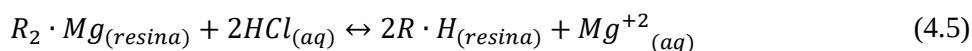
Se consideraron los porcentajes de eliminación de calcio de 75,91% y 99,73% que fueron los máximos valores obtenidos en los experimentos realizados en el laboratorio con la resina TP208 MDS. El balance de masa de esta sección se muestra a continuación, en la Tabla 4.26.

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.26: Balance de masa de la etapa carga de la resina

Flujo	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ⁺²	Mg ⁺²	SO ₄ ⁻²	Cl ⁻
4	t/h	33,33	0,47	0,02	0,06	0,11	0,01	5,70	0,04
	mg/L		16217,53	527,50	2109,16	3772,82	215,47	229,65	197018,84
11	t/h	34,41	0,00	1,57	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	22989,93	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
5	t/h	37,75	0,05	0,00	0,01	0,01	0,01	0,57	0,00
	mg/L		391,37	12,73	50,90	91,05	39,47	55,27	4754,51
6	t/h	29,99	0,42	0,01	0,05	0,10	0,00	5,13	0,03
	mg/L		16216,54	527,47	2109,03	3772,59	57,67	0,69	197006,81

Para la descarga de la resina se utiliza HCl 1M, donde se intercambian los iones de Ca y Mg por protones como se muestra a continuación.



El balance de masas de la descarga de la resina se puede ver en la Tabla 4.27.

Tabla 4.27: Balance de masa de etapa de descarga de la resina

Flujo	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ⁺²	Mg ⁺²	SO ₄ ⁻²	Cl ⁻
5	t/h	37,75	0,05	0,00	0,01	0,01	0,01	0,57	0,00
	mg/L		391,37	12,73	50,90	91,05	39,47	55,27	4754,51
7	t/h	118,76	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	4,22
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	36060,42
8	t/h	122,10	0,05	0,00	0,01	0,01	0,01	0,57	4,22
	mg/L		391,37	12,73	50,90	91,05	39,47	55,27	4754,51
9	t/h	34,41	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

Para la regeneración de la resina se tiene una solución de NaOH al 4% según datos entregados por el fabricante, lo que estaría asociado a la siguiente estequiometría:



A continuación, en la Tabla 4.28 se muestra el balance de masa correspondiente a esta etapa.

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.28: Balance de masa de etapa de regeneración de la resina.

Flujo	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ⁺²	Mg ⁺²	SO ₄ ⁻²	Cl ⁻
9	t/h	34,41	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
10	t/h	64,95	0,00	1,50	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	24016,67	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
11	t/h	34,41	0,00	1,57	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	22989,93	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
12	t/h	63,45	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

- Modificación de pH

Se consideró una etapa de modificación de pH de la salmuera con NaOH al 50% puesto que para que el proceso de extracción por solventes tenga una mayor extracción de litio es necesario llevarla a un pH 11, para ello se calculó la cantidad necesaria de NaOH según la Tabla 3.10. Por lo tanto, el flujo 14 de entrada al proceso de extracción por solventes se detalla en la Tabla 4.29.

Tabla 4.29: Balance de masa de la etapa de modificación de pH

Flujo	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ⁺²	Mg ⁺²	SO ₄ ⁻²	Cl ⁻
6	t/h	29,99	0,42	0,01	0,05	0,10	0,00	5,13	0,03
	mg/L		16216,54	527,47	2109,03	3772,59	57,67	197006,81	1313,93
13	t/h	0,05	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	287375,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
14	t/h	30,03	0,42	0,02	0,05	0,10	0,00	5,13	0,03
	mg/L		17050,61	898,93	2217,50	3966,63	60,64	207139,53	1381,51

- Extracción por solventes – Pre-neutralización

En la etapa de extracción por solventes antes que ocurra la extracción se necesita que el extractante se encuentre pre-neutralizado con NaOH al 50% con la finalidad de que este mantenga su pH constante en todo su proceso. La cantidad calculada a utilizar de NaOH al 50% en el proceso fue la misma con la que se trabajó en el laboratorio. La cantidad de extractante utilizado se ve en el flujo 17 de la Tabla 4.30, que indica que se utilizan 10,44 t/h de orgánico donde el 33% corresponde al Cyanex 936P y el 67% restante corresponde a su diluyente Escaid 110.

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.30: Balance de masa correspondiente a la etapa de extracción por solventes

Flujo	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ⁺²	Mg ⁺²	SO ₄ ⁻²	Cl ⁻
15	t/h	10,44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
16	t/h	0,36	0,00	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	287375,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
17	t/h	10,44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
18	t/h	0,36	0,00	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	287375,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00

- Extracción por solventes – Extracción

Durante la etapa de extracción, el componente orgánico entra en contacto con la salmuera, llevando a cabo un proceso selectivo de atrapar los iones de litio presentes en la solución acuosa. Este procedimiento conduce a la generación de dos flujos distintos: uno compuesto por el componente orgánico ahora cargado con iones de litio, y otro que corresponde al producto refinado. Los cálculos, están basado en el estudio realizado por Tenova, específicamente en el proceso LiSXTM, para considerar la recuperación de elementos tales como Na, K, B, Ca, Mg y Cl. Además, se consideró únicamente una etapa de extracción de acuerdo con los datos obtenidos y evaluados en los experimentos de laboratorio y el resultado se puede ver en la Tabla 2.31.

Tabla 4.31: Balance de masa correspondiente a la etapa de extracción por solventes.

Flujo	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ⁺²	Mg ⁺²	SO ₄ ⁻²	Cl ⁻
14	t/h	30,03	0,42	0,02	0,05	0,10	0,00	5,13	0,03
	mg/L		17050,61	898,93	2217,50	3966,63	60,64	207139,53	1381,51
17	t/h	10,44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
19	t/h	29,61	0,00	0,02	0,05	0,10	0,00	5,13	0,03
	mg/L		0,00	945,25	2332,20	4166,21	63,84	218098,00	1454,60
20	t/h	10,82	0,42	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		34101,22	2,34	4,98	19,52	0,00	0,00	0,00

- Extracción por solventes – Re-extracción (stripping)

En la re-extracción, el flujo de orgánico cargado proveniente de la extracción es mezclado con ácido sulfúrico (H₂SO₄ 2M) que es un flujo proveniente de la etapa electroquímica (llamado también electrolito pobre en litio), este electrolito viene con sulfato de litio (Li₂SO₄) considerando que la eficiencia del proceso de electroquímica es de un 80% se obtuvieron los resultados de la Tabla 4.32

CAPITULO 4: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.32: Balance de masa correspondiente a la etapa de re-extracción por solventes.

	Flujo	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ⁺²	Mg ⁺²	SO ₄ ⁻²	Cl ⁻
15	t/h	10,44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
20	t/h	10,82	0,42	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	mg/L		34101,22	2,34	4,98	19,52	0,00	0,00	0,00	0,00
21	t/h	13,92	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	2,38	0,00
	mg/L		5451,34	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	192140,00	0,00
22	t/h	14,34	0,49	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	2,38	00
	mg/L		41634,27	2,06	5,24	20,50	0,00	0,00	202252,63	0,00

Tras un análisis exhaustivo del balance de masa, se determinó que la concentración final de litio alcanzó los 42 g/L, lo que representa un 3,41% en peso respecto al contenido inicial de la salmuera, que era del 1,41% en peso (ver detalles en Tabla 7.7 en el Anexo). En este proceso, se logró una recuperación total del litio, alcanzando un rendimiento del 100%, con niveles de impurezas considerablemente reducidos. Estas impurezas se mantienen dentro de los límites permitidos en los procesos electroquímicos, tal como se detalla en la Tabla 3.13.

Además, cabe destacar que el consumo total de agua en este proceso es de 155,56 t/h, la cual es recirculada al sistema, por lo que su uso posterior sería menor. Por otra parte, el consumo de reactivos es de 54,36 t/h, incluyendo NaOH, HCl, H₂SO₄, Cyanex 936P, Escaid 110 y resina MDS TP208. Tanto el orgánico como la resina son reutilizables; sin embargo, se desconoce la vida útil de estos reactivos.

Es importante destacar que los resultados obtenidos son preliminares y representan una aproximación al proceso a escala industrial. Se ha demostrado la eficacia de los procesos de intercambio iónico utilizando la resina MDS TP208, la cual purifica la solución al eliminar calcio y magnesio, mejorando así la calidad de la salmuera antes de la etapa de extracción por solventes. En esta etapa, el uso del Cyanex 936P permite capturar los iones de litio de la solución, concentrándolos y purificándolos, formando una solución de Li₂SO₄ que cumple con las exigencias de los procesos electroquímicos subsiguientes, donde se convierte finalmente en LiOH.

PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO

CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES

El litio es un metal con propiedades únicas y diversos usos. Con el creciente uso de dispositivos electrónicos y vehículos eléctricos, se espera que la demanda aumente durante las próximas décadas. Los resultados presentados en este trabajo proporcionan una primera aproximación sobre la utilización de la extracción por solventes y el intercambio iónico con el extractante Cyanex 936P y la resina de intercambio iónico MDS TP208 para la concentración de litio a partir de sales de sulfato de litio provenientes del Salar de Atacama, operado por SQM. Los beneficios de este proceso propuesto incluyen una posible mejora en el rendimiento del litio, ya que disminuye la cantidad de impurezas en la solución y finalmente proporciona una solución purificada que cumple con los intereses de SQM. Sin embargo, el proceso debe ser cuidadosamente optimizado debido a los posibles problemas ambientales a mediano o largo plazo. Es esencial estudiar la reutilización de los reactivos del proceso y determinar el manejo adecuado al finalizar su vida útil.

Basado en los resultados y análisis detallados esta la investigación ha logrado identificar y evaluar exhaustivamente las tecnologías más adecuadas para la purificación del sulfato de litio. La selección de las técnicas de extracción por solventes e intercambio iónico con resinas se fundamentó en un análisis cuantitativos que consideró aspectos clave como la eficiencia, selectividad y recuperación de litio, así como la influencia de otros cationes presentes en la solución, siendo estas tecnologías que presentan una mayor recuperación, sin embargo intercambio iónico no se compara a la madurez que posee la tecnología de extracción por solventes, siendo esta la que posee estudios más recientes y prometedores. El trabajo realizado experimentalmente, la extracción por solventes mostró ser altamente selectiva para el litio, especialmente a un pH de 11, excluyendo eficientemente el calcio y el magnesio de la solución y logrando una recuperación de litio del 99,98% en una sola etapa, mientras que en los experimentos de intercambio iónico con resinas, se observó que la resina MDS TP208 mostró una mayor eficacia en la remoción de calcio y magnesio en comparación con la Monoplus TP208, logrando una recuperación del 75,91% de calcio y 99,73% de magnesio. Además, se estableció un tiempo de contacto óptimo de 90 minutos para esta operación.

La propuesta de proceso presentada se basa en la combinación secuencial de extracción por solventes e intercambio iónico con resinas, diseñada para maximizar la eficiencia en la eliminación de impurezas y la recuperación del sulfato de litio. Este proceso incrementa la concentración de litio del 1,41% al 3,42% en peso, con un consumo de agua de 156 t/h y 54 t/h de reactivos, los cuales son devueltos al sistema. Esto establece un método sostenible y viable en términos de consumo, comparado con los actuales procesos de producción de LiOH.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

PROYECCIONES DE ESTE TRABAJO Y RECOMENDACIONES:

En resumen, la investigación ha identificado estrategias efectivas para la purificación del sulfato de litio, ofreciendo un enfoque integral y detallado que podría implementarse a nivel industrial para mejorar la eficiencia y pureza de los productos de litio, lo cual tendría un impacto positivo en la producción de baterías y dispositivos de almacenamiento de energía.

- Se recomienda la realización de futuros estudios e investigaciones en las instalaciones de SQM a mayor escala para mejorar parámetros claves del proceso, como capacidad de carga, consumo de agua y consumo de reactivos, utilizando soluciones reales del salar donde se puede evidenciar futuros problemas.
- Se recomienda efectuar un análisis económico del proceso para estudiar la viabilidad económica del proceso.
- Evaluar la vida útil de los reactivos utilizados: Resina MDS TP208 y Cyanex 936P.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

6. REFERENCIAS

- [1] I. Wilkomirsky, “PIROMETALURGIA EXTRACCION Y REFINACION DE METALES NO FERROSOS LITIO,” 2008.
- [2] Comisión Chilena del Cobre (Cochilco), “El mercado de litio,” 2023.
- [3] Minerals UK and British Geological Survey, “Mineral profile Lithium Definitions, mineralogy and deposits Definitions and characteristics,” 2016. [Online]. Available: www.MineralsUK.com
- [4] SQM, “SOMOS SQM - SQM _ SQM,” 2023, Accessed: Dec. 10, 2023. [Online]. Available: <https://www.sqm.com/acerca-de-sqm/informacion-corporativa/somos-sqm/>
- [5] SQM, “Procesos de producción - SQM _ SQM,” 2023, Accessed: Dec. 11, 2023. [Online]. Available: <https://www.sqm.com/acerca-de-sqm/recursos-naturales/proceso-de-produccion/>
- [6] SQM S.A, “Sustainability of lithium production in Chile,” 2021.
- [7] I. M. and E. 9 th International Conference on Lithium, “IWLIME,” pp. 198–173, 2022.
- [8] SQM Salar S.A, “Informe N°28 del plan de seguimiento ambiental hidrogeológico proyecto cambios y mejoras de la operación minera en el salar de Atacama,” 2020.
- [9] Ricardo Javier Rodriguez Alzamora, “Fundamentos de Química General,” Ecuador, 2017.
- [10] A. Khalil, S. Mohammed, R. Hashaikh, and N. Hilal, “Lithium recovery from brine: Recent developments and challenges,” *Desalination*, vol. 528. Elsevier B.V., Apr. 15, 2022. doi: 10.1016/j.desal.2022.115611.
- [11] E. Dominic Mihovilovic, “Hidrometalurgia: Fundamentos, Procesos y Aplicaciones,” vol. Capítulo, pp. XIII–XIV, 2001.
- [12] D. María and C. Ruiz, “TECNOLOGÍA DE PURIFICACIÓN DE SOLUCIONES Extracción por Solventes,” 2011.
- [13] Y. Pranolo, Z. Zhu, and C. Y. Cheng, “Separation of lithium from sodium in chloride solutions using SSX systems with LIX 54 and Cyanex 923,” *Hydrometallurgy*, vol. 154, pp. 33–39, Apr. 2015, doi: 10.1016/j.hydromet.2015.01.009.
- [14] J. Zhang, H. Su, W. Liu, L. Wang, Z. Zhu, and T. Qi, “A new process to produce battery grade lithium carbonate from salt lake brines by purification, synergistic

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

solvent extraction and carbon dioxide stripping,” *Hydrometallurgy*, vol. 215, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.hydromet.2022.105991.

- [15] L. Cohen, R. Zambra, and A. Quilodran, “Solvent Extraction of Lithium through CYANEX® 936P.”
- [16] J. Lipp, “ISEC 2017-The 21st International Solvent Extraction Conference Lithium Solvent Extraction (LiSX™) Process Evaluation using Tenova Pulsed Columns (TPC),” 2017.
- [17] D. De Ingeniería, “UNIVERSIDAD DE SONORA EXTRACCIÓN POR SOLVENTES PARA EL ION LITIO A PARTIR DE SOLUCIONES SINTÉTICAS EVALUANDO LOS EXTRACTANTES CYANEX 272 Y CYANEX 936P.”
- [18] W. Xiang, S. Liang, Z. Zhou, W. Qin, and W. Fei, “Lithium recovery from salt lake brine by counter-current extraction using tributyl phosphate/FeCl₃ in methyl isobutyl ketone,” *Hydrometallurgy*, vol. 171, pp. 27–32, Aug. 2017, doi: 10.1016/j.hydromet.2017.04.007.
- [19] L. Ji *et al.*, “Mechanism and process for the extraction of lithium from the high magnesium brine with N,N-bis(2-ethylhexyl)-2-methoxyacetamide in kerosene and FeCl₃,” *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 113, pp. 254–263, Sep. 2022, doi: 10.1016/j.jiec.2022.05.053.
- [20] F. Arroyo, J. Morillo, J. Usero, D. Rosado, and H. El Bakouri, “Lithium recovery from desalination brines using specific ion-exchange resins,” *Desalination*, vol. 468, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.desal.2019.114073.
- [21] S. Nishihama, K. Onishi, and K. Yoshizuka, “Selective recovery process of lithium from seawater using integrated ion exchange methods,” *Solvent Extraction and Ion Exchange*, vol. 29, no. 3, pp. 421–431, May 2011, doi: 10.1080/07366299.2011.573435.
- [22] J. Burba, “United States Patent (19) Burba, III 54 METHOD OF MAKING CRYSTALLINE 2-LAYER LITHIUM ALUMINATES IN ION EXCHANGE RESINS METHOD OF MAKING CRYSTALLINE 2-LAYER LITHIUM ALUMINATES IN ON EXCHANGE RESNS,” United States, Jul. 1984. doi: 4,461,714.
- [23] H. Fukuda and B. Eng, “LITHIUM EXTRACTION FROM BRINE WITH ION EXCHANGE RESIN AND FERRIC PHOSPHATE,” 2019.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

- [24] L. M. Olivas Durán, “Purificación de Solución lixiviada de litio utilizando resinas de intercambio iónico,” Sonora, 2019.
- [25] J. M. Lee and W. C. Bauman, “Application Data 62) Division of Ser,” 1979. doi: 4,159,311.
- [26] D. Masa, R. E. Treybal, D. Francisco José Lozano, and M. S. Bogota Buenos Aires Caracas Guatemala Lisboa Madrid Nueva York Panama San Juan Santiago A O I Paulo Auckland Hamburgo Londres Milan Montreal Nueva Delhi Paris San Francisco Singapur St Louis Sidney Tokio Toronto, “OPERACIONES DE TRANSFERENCIA,” 2001.
- [27] W. L. McCabe, J. C. Smith, and P. Harriott, “Operaciones unitarias en ingeniería química,” *McGraw-Hill*, vol. 7, p. 880, 2007.
- [28] S. Wang, X. Chen, Y. Zhang, Y. Zhang, and S. Zheng, “Lithium adsorption from brine by iron-doped titanium lithium ion sieves,” *Particuology*, vol. 41, pp. 40–47, Dec. 2018, doi: 10.1016/j.partic.2018.02.001.
- [29] L. Liu, H. Zhang, Y. Zhang, D. Cao, and X. Zhao, “Lithium extraction from seawater by manganese oxide ion sieve $\text{MnO}_2 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$,” *Colloids Surf A Physicochem Eng Asp*, vol. 468, pp. 280–284, Mar. 2015, doi: 10.1016/j.colsurfa.2014.12.025.
- [30] J. Sun *et al.*, “Preparation of high hydrophilic H_2TiO_3 ion sieve for lithium recovery from liquid lithium resources,” *Chemical Engineering Journal*, vol. 453, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.cej.2022.139485.
- [31] K. Ooi, Y. Makita, A. Sonoda, R. Chitrakar, Y. Tasaki-Handa, and T. Nakazato, “Modelling of column lithium desorption from Li^+ -loaded adsorbent obtained by adsorption from salt brine,” *Hydrometallurgy*, vol. 169, pp. 31–40, May 2017, doi: 10.1016/j.hydromet.2016.11.012.
- [32] X. Li, C. Zhang, S. Zhang, J. Li, B. He, and Z. Cui, “Preparation and characterization of positively charged polyamide composite nanofiltration hollow fiber membrane for lithium and magnesium separation,” *Desalination*, vol. 369, pp. 26–36, Aug. 2015, doi: 10.1016/j.desal.2015.04.027.
- [33] J. M. K. Timmer, *Properties of nanofiltration membranes; model development and industrial application*. Technische Universiteit Eindhoven, 2001.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

- [34] T. Zhang, W. Zheng, Q. Wang, Z. Wu, and Z. Wang, “Designed strategies of nanofiltration technology for Mg^{2+}/Li^{+} separation from salt-lake brine: A comprehensive review,” *Desalination*, vol. 546. Elsevier B.V., Jan. 15, 2022. doi: 10.1016/j.desal.2022.116205.
- [35] H. Li *et al.*, “Nanofiltration membrane with crown ether as exclusive Li^{+} transport channels achieving efficient extraction of lithium from salt lake brine,” *Chemical Engineering Journal*, vol. 438, Jun. 2022, doi: 10.1016/j.cej.2022.135658.
- [36] X. Wen, P. Ma, C. Zhu, Q. He, and X. Deng, “Preliminary study on recovering lithium chloride from lithium-containing waters by nanofiltration,” *Sep Purif Technol*, vol. 49, no. 3, pp. 230–236, May 2006, doi: 10.1016/j.seppur.2005.10.004.
- [37] S. Y. Sun, L. J. Cai, X. Y. Nie, X. Song, and J. G. Yu, “Separation of magnesium and lithium from brine using a Desal nanofiltration membrane,” *Journal of Water Process Engineering*, vol. 7, pp. 210–217, Sep. 2015, doi: 10.1016/j.jwpe.2015.06.012.
- [38] Y. Li, Y. J. Zhao, H. Wang, and M. Wang, “The application of nanofiltration membrane for recovering lithium from salt lake brine,” *Desalination*, vol. 468, Oct. 2019, doi: 10.1016/j.desal.2019.114081.
- [39] M. O. Bustamante *et al.*, “NOTAS DE CLASE DE LA ASIGNATURA: CONCENTRACION DE MINERALES INSTITUTO DE MINERALES CIMEX FACULTAD DE MINAS ESCUELA DE MATERIALES PROGRAMA CURRICULAR INGENIERÍA DE MINAS Y METALURGIA.”
- [40] J. Téllez Rodríguez and H. Z. Álvarez Ríos, “Análisis cualitativo de tecnologías de concentración de litio,” Aug. 2022. [Online]. Available: <https://tradingeconomics.com/commodity/lithium>
- [41] T. Ryu, J. Shin, S. M. Ghoreishian, K. S. Chung, and Y. S. Huh, “Recovery of lithium in seawater using a titanium intercalated lithium manganese oxide composite,” *Hydrometallurgy*, vol. 184, pp. 22–28, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.hydromet.2018.12.012.
- [42] D. R. Lide *et al.*, “CRC Handbook of Chemistry and Physics Editor-in-Chief.”

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

7. ANEXOS

Experimentos de intercambio iónico

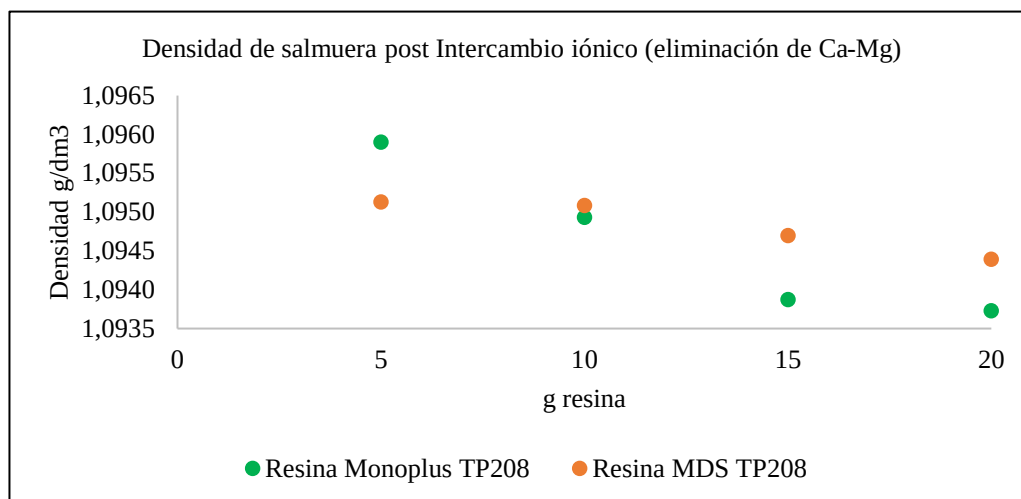


Figura 7.3. Mediciones de densidad en experimentos de intercambio iónico

Tabla 7.1: Lecturas de Absorción atómica para experimentos de intercambio iónico para resina Monoplus TP208 (carga)

(g) resina	[Li] g/L		[Ca] g/L		[Mg] g/L		[Na] g/L		Exp 1	Exp2
	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	pH 1	pH 2
5	14,13	14,23	0,06	0,06	0,60	0,58	135,00	135,00	8,21	8,22
10	13,75	13,75	0,05	0,05	0,55	0,58	130,00	130,00	8,34	8,38
15	12,75	12,75	0,05	0,05	0,55	0,65	130,00	128,00	8,35	8,54
20	11,55	11,45	0,05	0,05	0,55	0,53	165,00	168,00	8,55	8,61

Tabla 7.2: Lecturas de Absorción atómica para experimentos de intercambio iónico para resina Monoplus TP208 (descarga)

(g) Resina	[Li] g/L		[Ca] g/L		[Mg] g/L		Exp 1	Exp 2
	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	pH 1	pH 2
5	1,13	1,13	0,28	0,28	0,95	0,95	0,60	0,33
10	2,28	2,23	0,31	0,28	0,95	0,98	0,65	0,39
15	3,13	3,03	0,3	0,27	0,95	0,93	0,67	0,65
20	4,13	4,13	0,27	0,26	0,93	0,95	1,21	1,11

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

Tabla 7.3: Error de experimentos de intercambio iónico para resina Monoplus TP208

(g) Resina	Balance Li	Balance Ca	Balance Mg	%Error Li	% Error Ca	% Error Mg
0,084	14,27	0,09	0,67	5,65%	21,79%	6,97%
0,168	14,13	0,10	0,73	6,62%	9,93%	1,00%
0,252	13,53	0,12	0,84	10,60%	11,68%	16,25%
0,336	12,89	0,14	0,86	14,82%	25,98%	18,88%

Tabla 7.4: Lecturas de Absorción atómica para experimentos de intercambio iónico para resina
MDS TP208 (carga)

(g) resina	[Li] g/L		[Ca] g/L		[Mg] g/L		[Na] g/L		Exp 1	Exp2
	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	pH 1	pH 2
5	13,52	13,60	0,03	0,03	0,02	0,02	4,10	4,10	8,13	8,18
10	13,08	13,10	0,03	0,03	0,00	0,01	6,10	6,00	8,34	8,38
15	12,34	12,24	0,03	0,03	0,00	0,00	44,00	44,00	8,53	8,54
20	11,40	11,44	0,02	0,03	0,00	0,00	47,00	46,80	8,59	8,65

Tabla 7.5: Lecturas de Absorción atómica para experimentos de intercambio iónico para resina
MDS TP208 (descarga)

(g) Resina	[Li] g/L		[Ca] g/L		[Mg] g/L		Exp 1	Exp 2
	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	Exp 1	Exp 2	pH 1	pH 2
5	1,25	1,20	0,22	0,23	0,95	0,95	0,36	0,34
10	2,05	2,15	0,21	0,24	0,93	0,98	0,43	0,42
15	3,28	3,20	0,21	0,22	0,93	0,95	0,64	0,60
20	4,20	4,25	0,19	0,2	0,95	0,95	1,45	1,36

Tabla 7.6: Error de experimentos de intercambio iónico para resina MDS TP208

(g) Resina	Balance Li	Balance Ca	Balance Mg	%Error Li	% Error Ca	% Error Mg
5	13,66	0,09	0,95	9,70%	21,79%	32,20%
10	13,44	0,10	0,96	11,15%	9,93%	33,33%
15	13,11	0,12	0,94	13,37%	11,68%	31,04%
20	12,84	0,14	0,95	15,13%	25,98%	32,22%

PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO

Simulaciones para propiedades de flujos con Phreeqc

```

TITLE 80% Refino + agua pozo Mullay-1
SOLUTION 1 refino
units      mg/L
pH         8.5
temp       20
density    1.10 charge
Li         0.00
Na         609.38
K          1154.68
B          2035.16
Ca         62.32
Mg         0.73
S(6)       106533.20
Cl         914.05
SOLUTION 2 agua pozo
units      mg/L
pH         7.94
temp       20
density    0.99935
Li         0.00
Ca         92.27
Cl         418.2
Fe         0.221
Mg         34.476
Mn         0.0001
K          32.9
Na         303
S(6)       212
MIX
1 0.80
2 0.20
END
    
```

Figura 7.4: Simulación agua disolución de sales. Input Flujo 2: 80% recirculación de refino y Flujo 3: 20% agua de pozo Mullay-1

```

Initial solution 1.      refino

-----Solution composition-----

Elements      Molality      Moles
B              1.923e-01  1.923e-01
Ca             1.588e-03  1.588e-03
Cl             2.634e-02  2.634e-02
K              3.017e-02  3.017e-02
Mg             3.068e-05  3.068e-05
Na             2.708e-02  2.708e-02
S(6)           1.133e+00  1.133e+00

-----Description of solution-----

pH = 8.500
pe = 4.000
Specific Conductance (uS/cm, 20°C) = 49033
Density (g/cm³) = 1.09016 (Iterated)
Volume (L) = 1.03036
Activity of water = 0.993
Ionic strength (mol/kgw) = 2.348e+00
Mass of water (kg) = 1.000e+00
Total alkalinity (eq/kg) = 6.098e-02
Temperature (°C) = 20.00
Electrical balance (eq) = -2.293e+00
Percent error, 100*(Cat-[An])/([Cat+[An]]) = -95.01
Iterations = 16 (112 overall)
Gamma iterations = 4
Osmotic coefficient = 0.28622
Density of water = 0.99820
Total H = 1.115048e+02
Total O = 6.060319e+01
    
```

Figura 7.5: Simulación de propiedades flujo 2. 80% refino

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

```
Initial solution 2.      agua pozo
-----Solution composition-----

Elements      Molality      Moles
Ca             2.306e-03   2.306e-03
Cl             1.182e-02   1.182e-02
Fe             3.964e-06   3.964e-06
K              8.429e-04   8.429e-04
Mg             1.421e-03   1.421e-03
Mn             1.823e-09   1.823e-09
Na             1.320e-02   1.320e-02
S(6)           2.211e-03   2.211e-03
-----Description of solution-----

pH = 7.940
pe = 4.000
Specific Conductance (µS/cm, 20°C) = 1849
Density (g/cm³) = 0.99914
Volume (L) = 1.00196
Activity of water = 0.999
Ionic strength (mol/kgw) = 2.481e-02
Mass of water (kg) = 1.000e+00
Total alkalinity (eq/kg) = 7.700e-07
Temperature (°C) = 20.00
Electrical balance (eq) = 5.269e-03
Percent error, 100*(Cat-|An|)/(|Cat+|An|) = 13.96
Iterations = 6 (22 overall)
Gamma iterations = 3
Osmotic coefficient = 0.92365
Density of water = 0.99820
Total H = 1.110124e+02
Total O = 5.551506e+01
```

Figura 7.6: Simulación de propiedades flujo 3. Agua pozo Mullay.

```
TITLE Salmuera Li2SO4 con refino + agua para disolucion

SOLUTION 1

units      mg/L
pH         8.5
temp       20
density    1.095
Li         16219.98
Na         527.58
K          2109.48
B          3773.40
Ca         215.50
Mg         229.68
S(6)      197048.66
Cl         1314.21

END
```

Figura 7.7: Simulación input Flujo 4.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

-----Saturation indices-----				
Phase	SI**	log IAP	log K(293 K, 1 atm)	
Anhydrite	-0.60	-4.79	-4.19	CaSO ₄
Arcanite	-2.42	-4.37	-1.95	K ₂ SO ₄
Bischofite	-10.90	-6.25	4.65	MgCl ₂ :6H ₂ O
Bloedite	-7.11	-9.45	-2.35	Na ₂ Mg(SO ₄) ₂ :4H ₂ O
Borax	-3.71	8.75	12.46	Na ₂ (B ₄ O ₅ (OH) ₄):8H ₂ O
Boric_acid,s	-1.05	-1.08	-0.03	B(OH) ₃
Brucite	-3.33	-14.28	-10.94	Mg(OH) ₂
Carnallite	-13.75	-9.35	4.40	KMgCl ₃ :6H ₂ O
Epsomite	-2.57	-4.45	-1.89	MgSO ₄ :7H ₂ O
Glaserite	-5.22	-9.10	-3.88	NaK ₃ (SO ₄) ₂
Glauberite	-4.58	-9.89	-5.31	Na ₂ Ca(SO ₄) ₂
Goergeyite	1.32	-28.34	-29.66	K ₂ Ca ₅ (SO ₄) ₆ H ₂ O
Gypsum	-0.25	-4.85	-4.60	CaSO ₄ :2H ₂ O
H ₂ O(g)	-1.67	-0.03	1.63	H ₂ O
Halite	-5.03	-3.47	1.57	NaCl
Hexahydrite	-2.86	-4.42	-1.55	MgSO ₄ :6H ₂ O
K ₂ B ₄ O ₇ :4H ₂ O	-4.23	9.68	13.91	K ₂ B ₄ O ₇ :4H ₂ O
Kainite	-7.23	-7.42	-0.19	KMgClSO ₄ :3H ₂ O
KB ₅ O ₈ :4H ₂ O	-3.00	1.68	4.67	KB ₅ O ₈ :4H ₂ O
Kieserite	-4.07	-4.26	-0.18	MgSO ₄ :H ₂ O
Labile_S	-9.38	-15.05	-5.67	Na ₄ Ca(SO ₄) ₃ :2H ₂ O
Leonhardite	-3.47	-4.35	-0.89	MgSO ₄ :4H ₂ O
Leonite	-4.74	-8.72	-3.98	K ₂ Mg(SO ₄) ₂ :4H ₂ O
MgCl ₂ _2H ₂ O	-21.10	-6.12	14.98	MgCl ₂ :2H ₂ O
MgCl ₂ _4H ₂ O	-13.26	-6.18	7.08	MgCl ₂ :4H ₂ O
Mirabilite	-3.96	-5.42	-1.46	Na ₂ SO ₄ :10H ₂ O
Misenite	-61.69	-72.49	-10.81	K ₈ H ₆ (SO ₄) ₇
NaB ₅ O ₈ :5H ₂ O	-4.62	1.28	5.89	NaB ₅ O ₈ :5H ₂ O
NaBO ₂ :4H ₂ O	-4.13	5.44	9.57	NaBO ₂ :4H ₂ O
Pentahydrite	-3.10	-4.39	-1.28	MgSO ₄ :5H ₂ O
Polyhalite	-4.49	-18.23	-13.74	K ₂ MgCa ₂ (SO ₄) ₄ :2H ₂ O
Portlandite	-9.65	-14.84	-5.19	Ca(OH) ₂
Schoenite	-4.46	-8.78	-4.33	K ₂ Mg(SO ₄) ₂ :6H ₂ O
Sylvite	-3.94	-3.10	0.84	KCl
Syngenite	-2.85	-9.19	-6.33	K ₂ Ca(SO ₄) ₂ :H ₂ O
Teepelite	-8.80	2.04	10.84	Na ₂ B(OH) ₄ Cl
Thenardite	-4.82	-5.10	-0.28	Na ₂ SO ₄

Figura 7.8: Simulación. Índices de saturación de Flujo 4. Salmuera Li₂SO₄

```

TITLE Salmuera Li2SO4 post IX. Flujo 6

SOLUTION 1

units      mg/L
pH          8.88
temp        20
density     1.0944
Li          16219.54
Na           527.47
K           2109.03
B           3773.59
Ca           57.67
Mg           0.69
S(6)       197006.81
Cl          1313.93

END

```

Figura 7.9: Simulación Input flujo 6.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

-----Saturation indices-----				
Phase	SI**	log IAP	log K(293 K,	1 atm)
Anhydrite	-1.20	-5.39	-4.19	CaSO ₄
Arcanite	-2.41	-4.36	-1.95	K ₂ SO ₄
Bischofite	-13.47	-8.82	4.65	MgCl ₂ :6H ₂ O
Bloedite	-9.66	-12.01	-2.35	Na ₂ Mg(SO ₄) ₂ :4H ₂ O
Borax	-3.69	8.78	12.46	Na ₂ (B ₄ O ₅ (OH) ₄):8H ₂ O
Boric_acid,s	-1.23	-1.26	-0.03	B(OH) ₃
Brucite	-5.14	-16.08	-10.94	Mg(OH) ₂
Carnallite	-16.32	-11.92	4.40	KMgCl ₃ :6H ₂ O
Epsomite	-5.12	-7.00	-1.89	MgSO ₄ :7H ₂ O
Glaserite	-5.21	-9.09	-3.88	NaK ₃ (SO ₄) ₂
Glauberite	-5.18	-10.49	-5.31	Na ₂ Ca(SO ₄) ₂
Goergeyite	-1.68	-31.34	-29.66	K ₂ Ca ₅ (SO ₄) ₆ H ₂ O
Gypsum	-0.86	-5.45	-4.60	CaSO ₄ :2H ₂ O
H ₂ O(g)	-1.67	-0.03	1.63	H ₂ O
Halite	-5.04	-3.47	1.57	NaCl
Hexahydrate	-5.42	-6.97	-1.55	MgSO ₄ :6H ₂ O
K ₂ B ₄ O ₇ :4H ₂ O	-4.19	9.71	13.91	K ₂ B ₄ O ₇ :4H ₂ O
Kainite	-9.78	-9.98	-0.19	KMgClSO ₄ :3H ₂ O
KB ₅ O ₈ :4H ₂ O	-3.52	1.15	4.67	KB ₅ O ₈ :4H ₂ O
Kieserite	-6.63	-6.81	-0.18	MgSO ₄ :H ₂ O
Labile_S	-9.99	-15.66	-5.67	Na ₄ Ca(SO ₄) ₃ :2H ₂ O
Leonhardite	-6.02	-6.91	-0.89	MgSO ₄ :4H ₂ O
Leonite	-7.29	-11.27	-3.98	K ₂ Mg(SO ₄) ₂ :4H ₂ O
MgCl ₂ _2H ₂ O	-23.67	-8.69	14.98	MgCl ₂ :2H ₂ O
MgCl ₂ _4H ₂ O	-15.83	-8.75	7.08	MgCl ₂ :4H ₂ O
Mirabilite	-3.96	-5.42	-1.46	Na ₂ SO ₄ :10H ₂ O
Misenite	-63.90	-74.70	-10.81	K ₈ H ₆ (SO ₄) ₇
NaB ₅ O ₈ :5H ₂ O	-5.15	0.75	5.89	NaB ₅ O ₈ :5H ₂ O
NaBO ₂ :4H ₂ O	-3.93	5.64	9.57	NaBO ₂ :4H ₂ O
Pentahydrate	-5.66	-6.94	-1.28	MgSO ₄ :5H ₂ O
Polyhalite	-8.24	-21.98	-13.74	K ₂ MgCa ₂ (SO ₄) ₄ :2H ₂ O
Portlandite	-9.50	-14.69	-5.19	Ca(OH) ₂
Schoenite	-7.00	-11.33	-4.33	K ₂ Mg(SO ₄) ₂ :6H ₂ O
Sylvite	-3.95	-3.10	0.84	KCl
Syngenite	-3.45	-9.78	-6.33	K ₂ Ca(SO ₄) ₂ :H ₂ O
Teepelite	-8.61	2.23	10.84	Na ₂ B(OH) ₄ Cl
Thenardite	-4.83	-5.10	-0.28	Na ₂ SO ₄

Figura 7.10: Índices de saturación flujo 6

-----Description of solution-----	
pH	= 0.340
pe	= 4.000
Specific Conductance (μS/cm, 20°C)	= 173337
Density (g/cm ³)	= 1.01550 (Iterated)
Volume (L)	= 1.02082
Activity of water	= 0.974
Ionic strength (mol/kgw)	= 7.392e-01
Mass of water (kg)	= 1.000e+00
Total alkalinity (eq/kg)	= -4.576e-01
Temperature (°C)	= 20.00
Electrical balance (eq)	= -5.631e-01
Percent error, 100*(Cat- An)/(Cat+ An)	= -38.09
Iterations	= 5 (25 overall)
Gamma iterations	= 3
Osmotic coefficient	= 0.98237
Density of water	= 0.99820
Total H	= 1.114701e+02
Total O	= 5.550622e+01

Figura 7.11: Output de simulación Flujo 7: HCl 1M

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

```
-----Description of solution-----
pH = 1.450
pe = 4.000
Specific Conductance (µS/cm, 20°C) = 65856
Density (g/cm³) = 1.01941 (Iterated)
Volume (L) = 1.02215
Activity of water = 0.982
Ionic strength (mol/kgw) = 6.420e-01
Mass of water (kg) = 1.000e+00
Total alkalinity (eq/kg) = -5.374e-02
Temperature (°C) = 20.00
Electrical balance (eq) = -9.963e-01
Percent error, 100*(Cat-|An|)/(Cat+|An|) = -82.60
Iterations = 11 (66 overall)
Gamma iterations = 4
Osmotic coefficient = 0.86760
Density of water = 0.99820
Total H = 1.110920e+02
Total O = 5.573430e+01
```

Figura 7.12: Simulación de Flujo 8: solución de eliminación de Ca-M

```
-----Description of solution-----
pH = 14.030      Charge balance
pe = 4.000
Specific Conductance (µS/cm, 20°C) = 172916
Density (g/cm³) = 1.04278 (Iterated)
Volume (L) = 0.99887
Activity of water = 0.965
Ionic strength (mol/kgw) = 1.040e+00
Mass of water (kg) = 1.000e+00
Total alkalinity (eq/kg) = 1.040e+00
Temperature (°C) = 20.00
Electrical balance (eq) = -6.468e-11
Percent error, 100*(Cat-|An|)/(Cat+|An|) = -0.00
Iterations = 15 (103 overall)
Gamma iterations = 4
Osmotic coefficient = 0.94812
Density of water = 0.99820
Total H = 1.120525e+02
Total O = 5.654630e+01
```

Figura 7.13: Output de simulación Flujo 10: NaOH 4% para regeneración de la resina

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

-----Saturation indices-----				
Phase	SI**	log IAP	log K(293 K, 1 atm)	
Arcanite	-7.69	-9.64	-1.95	K ₂ SO ₄
Borax	-29.81	-17.35	12.46	Na ₂ (B ₄ O ₅ (OH) ₄)·8H ₂ O
Boric_acid,s	-2.65	-2.68	-0.03	B(OH) ₃
Glaserite	-15.36	-19.24	-3.88	NaK ₃ (SO ₄) ₂
H ₂ O(g)	-1.69	-0.06	1.63	H ₂ O
K ₂ B ₄ O ₇ ·4H ₂ O	-30.98	-17.07	13.91	K ₂ B ₄ O ₇ ·4H ₂ O
KB ₅ O ₈ ·4H ₂ O	-21.09	-16.42	4.67	KB ₅ O ₈ ·4H ₂ O
Mirabilite	-8.68	-10.14	-1.46	Na ₂ SO ₄ ·10H ₂ O
Misenite	-37.39	-48.19	-10.81	K ₈ H ₆ (SO ₄) ₇
NaB ₅ O ₈ ·5H ₂ O	-22.34	-16.45	5.89	NaB ₅ O ₈ ·5H ₂ O
NaBO ₂ ·4H ₂ O	-15.59	-6.02	9.57	NaBO ₂ ·4H ₂ O
Thenardite	-9.29	-9.57	-0.28	Na ₂ SO ₄

Figura 7.14: Índices de saturación del flujo 22, salida de SX

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE
HIDRÓXIDO DE LITIO*

Tabla 7.7: Balance de masas del caso de estudio

Flujo	PM g/mol	6,94	22,99	39,098	61,83	40,078	24,305	96,07	35,45	1	17,01	18				
	Total	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	B	Ca ²⁺	Mg ²⁺	SO ₄ ²⁻	Cl ⁻	H ⁺	OH ⁻	H ₂ O	pH	°C	Densidad t/m3	Balance
1	t/h	5,00	0,47	0,00	0,04	0,06	0,00	0,01	3,31	0,02	0,00	0,00		20	2,03***	100%
	%p/p		9,38%	0,01%	0,70%	1,27%	0,09%	0,13%	66,19%	0,32%	0,00%	0,00%				
2	t/h	24,71	0,00	0,01	0,03	0,05	0,00	0,00	2,39	0,02	0,00	0,01		20	1,10**	100,00%
	m3/h	22,41	0,00	0,01	0,02	0,04	0,00	0,00	2,17	0,02	0,00	0,00	7,0 [16]			
	mg/L		0,00	609,38	1154,68	2035,16	62,32	0,73	106533,20	914,05	0,00	225,15				
	%p/p		0,00%	0,06%	0,10%	0,18%	0,01%	0,00%	9,66%	0,08%	0,00%	0,02%				
3	t/h	3,62	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	3,62		20	0,99 [8]	100,00%
	m3/h	3,63	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	3,63	7,0 [8]			
	mg/L		0,00	303,00	32,90	0,00	92,27	34,48	212,00	418,20	0,00	998257,15				
	%p/p		0,00%	0,03%	0,00%	0,00%	0,01%	0,00%	0,02%	0,04%	0,00%	99,89%				
4	t/h	33,33	0,47	0,02	0,06	0,11	0,01	0,01	5,70	0,04	0,00	26,93		20	1,10*	100,00%
	m3/h	28,91	0,41	0,01	0,05	0,09	0,01	0,01	4,94	0,03	0,00	23,36	8,5*			
	mg/L		16219,98	527,58	2109,48	3773,40	215,50	229,68	197048,66	1314,21	0,00	931193,08				
	%p/p		1,41%	0,05%	0,18%	0,33%	0,02%	0,02%	17,10%	0,11%	0,00%	80,79%				
11	t/h	34,41	0,00	1,50	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		20	1,19***	0,00%
	m3/h	28,91	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	9-11***			
	mg/L		0,00	24016,67	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00				
	%p/p		0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%				
5	t/h	37,75	0,05	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01	0,57	0,00	0,00	2,69		20	1,19***	100,00%
	m3/h	31,81	0,04	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01	0,49	0,00	0,00	2,34	9-11***			
	mg/L		391,37	12,73	50,90	91,05	39,47	55,27	4754,51	35222,04	992,68	977282,79				
	%p/p		1,40%	0,05%	0,18%	0,33%	0,14%	0,20%	17,04%	0,11%	0,00%	80,55%				
6	t/h	29,99	0,42	0,01	0,05	0,10	0,00	0,00	5,13	0,03	0,00	24,23		20	1,10*	100,00%
	m3/h	26,03	0,37	0,01	0,05	0,09	0,00	0,00	4,45	0,03	0,00	21,04	8,88*			
	mg/L		16216,54	527,47	2109,03	3772,59	57,67	0,69	197006,81	1313,93	0,00	930995,27				
	%p/p		1,41%	0,05%	0,18%	0,33%	0,01%	0,00%	17,10%	0,11%	0,00%	80,82%				
7	t/h	118,76	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	4,22	0,12	0,00	114,42	0,34	20	1,02	100,00%

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE
HIDRÓXIDO DE LITIO*

	m3/h	116,95	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	4,15	0,12	0,00	112,68	**	**
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	36060,42	1017,22	0,00	978422,36		
	%p/p		0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	3,55%	0,10%	0,00%	96,35%		
8	t/h	122,10	0,05	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01	0,57	4,22	0,12	0,00	117,11	1,45 *	20
	m3/h	119,84	0,05	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01	0,56	4,14	0,12	0,00	114,94		
	mg/L		391,37	12,73	50,90	91,05	39,47	55,27	4754,51	35222,04	992,68	0,00	977282,79		
	%p/p		0,04%	0,00%	0,00%	0,01%	0,00%	0,01%	0,47%	3,46%	0,10%	0,00%	95,92%		
9	t/h	34,41	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	11-9 ***	20
	m3/h	28,91	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
	%p/p		0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%		
10	t/h	64,95	0,00	1,50	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,11	62,34	14,03 **	20
	m3/h	62,28	0,00	1,43	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,06	59,79		
	mg/L		0,00	24016,67	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	17769,62	1000993,71		
	%p/p		0,00%	2,30%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	1,70%	95,99%		
12	t/h	63,45	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,11	62,34	14,03 **	20
	m3/h	62,28	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,09	61,20		
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	17769,62	1000993,71		
	%p/p		0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	1,74%	98,26%		
13	t/h	0,05	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,03	14 ***	20
	m3/h	0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
	mg/L		0,00	287375,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	212625,00	897,44		
	%p/p		0,00%	18,91%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	13,99%	67,11%		
14	t/h	30,03	0,42	0,02	0,05	0,10	0,00	0,00	5,13	0,03	0,00	0,01	24,26	11 *	20
	m3/h	24,76	0,35	0,02	0,05	0,08	0,00	0,00	4,23	0,03	0,00	0,01	20,00		
	mg/L		17050,61	898,93	2217,50	3966,63	60,64	0,72	207139,53	1381,51	0,00	254,77	980101,67		
	%p/p		1,41%	0,07%	0,18%	0,33%	0,00%	0,00%	17,08%	0,11%	0,00%	0,02%	80,79%		
15	t/h	10,44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	11 *	20
	m3/h	12,38	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00		
	%p/p		0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%		

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE
HIDRÓXIDO DE LITIO*

16	t/h	0,36	0,00	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,05	0,24	14 ***	20	1,52 ***	100,00%
	m3/h	0,24	0,00	0,05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,16				
	mg/L		0,00	287375,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	212625,00	1020000,00				
	%p/p		0,00%	18,91%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	13,99%	67,11%				
17	t/h	10,44	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	11 *	20		0,00%
	m3/h	12,38	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00				
	mg/L		0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00				
	%p/p		0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%				
18	t/h	0,36	0,00	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,05	0,24	14 ***	20	1,52 ***	100,00%
	m3/h	0,24	0,00	0,05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,16				
	mg/L		0,00	287375,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	212625,00	1020000,00				
	%p/p		0,00%	18,91%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	13,99%	67,11%				
19	t/h	29,61	0,00	0,02	0,05	0,10	0,00	0,00	5,13	0,03	0,00	0,01	24,26	7 [16]	20	1,10 **	100,00%
	m3/h	23,52	0,00	0,02	0,04	0,08	0,00	0,00	4,07	0,03	0,00	0,01	19,27				
	mg/L		0,00	945,01	2331,60	4165,13	63,83	0,76	218041,61	1454,23	0,00	268,17	1031685,97				
	%p/p		0,00%	0,08%	0,19%	0,33%	0,01%	0,00%	17,32%	0,12%	0,00%	0,02%	81,95%				
20	t/h	10,82	0,42	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	11 *	20	-	0,00%
	m3/h	12,38	0,48	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00				
	mg/L		34101,22	2,34	4,98	19,52	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00				
	%p/p		3,90%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%				
21	t/h	13,92	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	2,38	0,00	0,05	0,00	11,42	0,36 **	20	1,12	100,00%
	m3/h	12,38	0,06	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	2,11	0,00	0,04	0,00	10,16				
	mg/L		5451,34	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	192140,00	0,00	4040,00	0,00	922978,66				
	%p/p		0,48%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	17,09%	0,00%	0,36%	0,00%	82,07%				
22	t/h	14,34	0,49	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	2,38	0,00	0,05	0,00	11,42	0,28 *	20	1,19 **	100,00%
	m3/h	11,76	0,40	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	1,95	0,00	0,04	0,00	9,37				
	mg/L		41634,27	2,46	5,24	20,54	0,00	0,00	202252,63	0,00	4252,63	0,00	971556,48				
	%p/p		3,41%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	0,00%	16,58%	0,00%	0,35%	0,00%	79,65%				

* propiedad medida en laboratorio, ** propiedad simulada, *** propiedad entregada o reportada en ficha técnica.

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

Información fisicoquímica	
Punto de ebullición	135 °C (1013 hPa)
Densidad	1.52 g/cm ³ (20 °C)
Punto de fusión	12 °C
Valor de pH	14 (89 g/l, H ₂ O, 20 °C)
Presión de vapor	2 hPa (20 °C)

Figura 7.15: Información fisicoquímica de NaOH 50% obtenida de su ficha técnica

Ficha técnica de resina Monoplus TP208



Descripción General

Forma de suministro	Na ⁺
Grupo funcional	ácido iminodiacético
Matriz	poliestireno reticulado
Estructura	macroporosa
Aspecto	beige, opaco

Propiedades Especificadas

Coeficiente de uniformidad		máx.	1,1
Tamaño de partícula medio	d50	mm	0,65 (+/- 0,05)
Capacidad total (Forma H ⁺)		min. eq/l	2,5

*PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA
GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO*

**INFORMACIÓN DE PRODUCTO
LEWATIT® MonoPlus TP 208**



Propiedades físicas y químicas típicas

Densidad aparente para el envío	(+/- 5%)	g/l	700
Densidad		approx. g/ml	1,19
Retención de agua en forma de envío		aprox. peso %	58-64
Cambio de volumen (Na ⁺ - H ⁺)		máx. aprox. %	-30
Estabilidad rango pH			0-14
Estabilidad rango temperatura		°C	1-80
Rango temperaturas para almacenaje		°C	-20 - +40

Funcionamiento

Temperatura de trabajo		máx. °C	80
Rango de pH de trabajo	Durante agotamiento		2-12
Altura de lecho para una columna		min. mm	1000
Expansión de lecho de contralavado por m/h (20 °C)		%	5
Pérdida de presión específica (15 °C)		kPa*h/m ²	1,0
Máxima pérdida de presión durante trabajo		kPa	250
Consumo específico		máx BV/h	5-25
Zona libre	durante contralavado	mín. vol %	100

Regeneración

Regeneración HCl	concentración	approx. wt. %	4-10
Regeneración HCl	cantidad co-corriente	min. g/l resin	150
Tiempo de contacto en Regeneración		min. minutes	20
Enjuague lento al flujo de regeneración		min. BV	4

Acondicionamiento

Acondicionamiento con NaOH	concentración	approx. Wt. %	4
Acondicionamiento con NaOH, di-Na ⁺	cantidad	min. g/l resin	80-96
Tiempo de contacto del acondicionamiento		mín. minutos	20
Enjuague lento al flujo de acondicionamiento		min. BV	4

PROPUESTA DE PROCESO PARA LA PURIFICACIÓN DE SULFATO DE LITIO PARA LA GENERACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDRÓXIDO DE LITIO

Ficha técnica resina MDS TP208



PRODUCT INFORMATION
LEWATIT® MDS TP 208

Common Description

Delivery form	Na ⁺
Functional group	Iminodiacetic acid
Matrix	Styrenic
Structure	Macroporous
Appearance	Beige, opaque

Specified Data

Uniformity coefficient		max.	1.15
Mean bead size	d50	mm	0.38 (+/- 0.04)
Total capacity (H ⁺ form)		min. eq/L	2.8



PRODUCT INFORMATION
LEWATIT® MDS TP 208

Typical Physical and Chemical Properties

		Metric Units	
Bulk density for shipment	(+/- 5%)	g/L	700
Density		approx. g/mL	1.16
Water retention (delivery form)		approx. weight %	59-65
Volume change (Na ⁺ - H ⁺)		max. approx. %	-35
Stability pH range			0-14
Stability temperature range		°C	1-80
Storability temperature range		°C	-20 - +40

Operation

		Metric Units	
Operating temperature		max. °C	80
Operating pH range	during exhaustion		2-12
Bed depth for single column		min. mm	1000
Back wash bed expansion per m/h (20°C)		%	12
Specific pressure loss (15°C)		kPa*h/m ²	3
Max. pressure loss during operation		kPa	250
Specific flow rate		max. BV/h	5-25
Freeboard	during backwash	min. vol. %	100

Regeneration

		Metric Units	
HCl regeneration	concentration	approx. wt. %	4-10
HCl regeneration	quantity co-current	min. g/L resin	150
Regeneration contact time		min. minutes	20
Slow rinse at regeneration flow rate		min. BV	4

Conditioning

		Metric Units	
NaOH conditioning	concentration	approx. wt. %	4
NaOH conditioning, di-Na ⁺	quantity	min. g/L resin	80-96
Conditioning contact time		min. minutes	20
Slow rinse	at conditioning flow rate	min. BV	4