

DESARROLLO DE UNA PROPUESTA PARA LA OBTENCIÓN DE CLORURO
FÉRRICO GRADO COMERCIAL A PARTIR DE LICORES DE DECAPADO POR
OXIDACIÓN QUÍMICA CON CLORO A NIVEL LABORATORIO

PABLO ENRIQUE CUERVO MELO

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2018

DESARROLLO DE UNA PROPUESTA PARA LA OBTENCIÓN DE CLORURO
FÉRRICO GRADO COMERCIAL A PARTIR DE LICORES DE DECAPADO POR
OXIDACIÓN QUÍMICA CON CLORO A NIVEL LABORATORIO

PABLO ENRIQUE CUERVO MELO

Proyecto integral de trabajo de grado de
INGENIERO QUÍMICO

ASESOR

Diego Nicolás Rodríguez Serrano
Ingeniero Químico

DIRECTOR

Luís Enrique Cuervo León
Ingeniero Químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2018

Nota De Aceptación

Jurado 1.

Jurado 2.

Jurado 3.

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro:

Dr. JAIME POSADA DIAZ.

Vice-rector de Desarrollo y Recursos Humanos:

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCA-PEÑA.

Vice-rectora Académica y de Posgrados:

Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS.

Secretario General:

Dr. JUAN CARLOS POSADA GARCIA-PEÑA.

Decano Facultad de Ingeniería:

Dr. JULIO CESAR FUENTES ARISMENDI.

Director Programa de Ingeniería Química:

Dr. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ.

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente al autor.

Con el más sincero sentimiento a mis padres y hermano por ser los primeros en dedicarme todo su tiempo, esfuerzo, conocimientos y apoyo incondicional en esta etapa y continuación de mi proyecto de vida.

Pablo Enrique Cuervo M.

AGRADECIMIENTOS

Expreso mis más profundos agradecimientos a:

Productora Química Colombiana Procol Ltda por todo el apoyo y continuidad en este proyecto, por permitirme formar parte de su equipo de trabajo para la innovación y desarrollo de alternativas de producción de coagulantes.

A todas esas personas que de una u otra forma brindaron apoyo emocional, técnico y académico, y que orientaron incondicionalmente la realización del proyecto.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	16
OBJETIVOS	17
1. MARCO CONCEPTUAL	18
1.1. OBTENCIÓN DE CLORURO FÉRRICO 42% EN PESO A PARTIR DE ÓXIDO DE HIERRO	18
1.1.1 Diagrama de proceso	19
1.1.2 Neutralización	20
1.1.3 Cloración primaria	20
1.1.4 Enriquecimiento	20
1.1.5 Filtración	21
1.1.6 Recirculación	21
1.1.7 Cloración secundaria	21
1.2. OBTENCIÓN DE CLORURO FÉRRICO AL 42% EN PESO A PARTIR DE LOS LICORES DE DECAPADO	22
1.2.1 Diagrama de proceso	24
1.2.2 Enriquecimiento	24
1.2.3 Filtración	24
1.2.4 Cloración	25
1.3. BALANCE DE MATERIA Y ENERGÍA	25
1.3.1 Balance de materia con reacción química	25
1.3.2 Calor de reacción y energía libre de Gibbs	26
1.3.3 Transferencia de calor	29
1.4. VELOCIDAD DE REACCIÓN	29
2. CARACTERIZACIÓN DEL LICOR DE DECAPADO	35
2.1. TOMA DE MUESTRA PARA EL ANÁLISIS	35
2.2. MÉTODO DE ANÁLISIS	36
2.2.1 Determinación de hierro total y hierro (III)	36
2.2.2 Determinación de hierro (II)	38
2.2.3 Determinación acidez	40
2.2.4 Determinación del material insoluble	42
2.3. RESULTADOS	43
2.3.1 Parámetros analizados	44

3.	CANTIDADES MÁNICAS DE REACTIVOS UTILIZADOS Y PRODUCTO OBTENIDO	45
3.1.	CANTIDADES TEÓRICAS REQUERIDAS	46
3.1.1	Concentración de cloruro ferroso	47
3.1.2	Concentración de cloruro férrico a obtener	49
3.1.3	Cantidad de cloro requerido	50
3.2.	DESARROLLO EXPERIMENTAL	50
3.2.1	Montaje del experimento y operación	52
3.2.2	Resultados	55
3.2.3	Comparativo de los resultados experimentales vs teóricos	57
3.2.4	Pérdidas de cloro	58
3.3.	CONSUMO DE REACTIVOS	60
3.3.1	Conversión de la reacción	60
3.3.2	Tiempo de reacción	63
3.3.3	Enriquecimiento del cloruro férrico	67
3.3.4	Consumos reales	69
3.4.	OPERACIÓN DEL REACTOR	70
4.	PROPUESTA DE UN PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE CLORURO FÉRRICO	71
4.1.	PROCESO PROPUESTO	71
4.1.1	Balance de materia	72
4.1.2	Descripción del proceso	77
4.2.	COMPARATIVO DE LOS PROCESOS	84
5.	COSTOS DEL CLORURO FÉRRICO	86
5.1.	COSTOS OPERACIONALES U OPEX	86
5.1.1	Costos de transporte	86
5.1.2	Costos de producción a partir de la materia prima	87
5.2.	COSTOS CAPITALES O CAPEX	88
5.2.1	Costos de equipos	88
6.	CONCLUSIONES	91
7.	RECOMENDACIONES	92
	BIBLIOGRAFÍA	93
	ANEXOS	95

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1 Información termodinámica	28
Tabla 2 Resultados composición de hierro muestra de licor de decapado	44
Tabla 3 Resultados composición de metales muestra de licor de decapado	44
Tabla 4 Pesos moleculares	47
Tabla 5 Relaciones másicas y molares	47
Tabla 6 Consumo de cloro requerido y cloruro férrico esperado	50
Tabla 7 Pesos iniciales	54
Tabla 8 Mediciones in situ	55
Tabla 9 Caracterización del progreso de la reacción	56
Tabla 10 Comparativo entre los resultados teóricos y experimentales	57
Tabla 11 Pérdidas de cloro en el transcurso de la reacción	59
Tabla 12 Conversión del cloruro ferroso en el tiempo	61
Tabla 13 Cambio de las concentraciones de reactivos y producto en el tiempo	63
Tabla 14 Características del cloruro férrico en solución y anhidro	67
Tabla 15 Enriquecimiento de cloruro férrico	68
Tabla 16 Caracterización final del cloruro férrico	69
Tabla 17 Consumos reales de reactivos.	69
Tabla 18 Operación del reactor	70
Tabla 19 Balance de materia en el reactor	74
Tabla 20 Balance de materia en la etapa de enriquecimiento	77

Tabla 21 Dimensiones tanques de recepción	78
Tabla 22 Dimensiones tanque de igualación	79
Tabla 23 Dimensiones reactores	80
Tabla 24 Condiciones de operación	80
Tabla 25 Dimensiones tanque de enriquecimiento	81
Tabla 26 Dimensiones tanques de almacenamiento	81
Tabla 27 Convenciones de equipos	83
Tabla 28 Comparativo de procesos	85
Tabla 29 Costos por kilo de materias primas y servicio	87
Tabla 30 Costo opex para la producción de cloruro férrico	87
Tabla 31 Costos de inversión de equipos	88

LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1 Representación gráfica de los órdenes de reacción	32
Gráfica 2 Solubilidad del cloro en agua a diferentes presiones en atm	51
Gráfica 3 Conversión del cloruro ferroso	62
Gráfica 4 Progreso de la reacción	65

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1 Producción convencional de cloruro férrico	19
Figura 2 Producción de cloruro férrico a partir de los licores de decapado	24
Figura 3 Esquema de un reactor semi-batch	29
Figura 4 Esquema montaje del experimento	52
Figura 5 Sistema en construcción	53
Figura 6 Construcción del difusor	53
Figura 7 Adecuación del sistema	54
Figura 8 Proceso propuesto para la obtención de cloruro férrico	72
Figura 9 Corrientes de flujo en el reactor	73
Figura 10 Corrientes de flujo en la etapa de enriquecimiento	75
Figura 11 Proceso para la producción de cloruro férrico a partir de los licores de decapado	82

GLOSARIO

CLORURO FÉRRICO (FeCl_3): sal química que es obtenido a nivel industrial por reacciones de neutralización entre un óxido con altos contenidos de Hierro (óxidos básicos) y ácido clorhídrico, estando el hierro en estado de oxidación +3.

CLORURO FERROSO (FeCl_2): sal química que es obtenido a nivel industrial por reacciones de neutralización entre un óxido con altos contenidos de Hierro (óxidos básicos) y ácido clorhídrico, estando el hierro en estado de oxidación +2.

DECAPADO: método mediante el cual se elimina el óxido y las cascarillas de la superficie de la pieza mediante disoluciones ácidas.

LICOR: se le conoce como licor la mezcla de compuestos antes, durante y después del lavado de metales.

LICORES DE DECAPADO: son las descargas provenientes de la limpieza de superficies metálicas. Generalmente este proceso lleva como nombre DECAPADO que consiste en la eliminación de impurezas formadas en las superficies metálicas, tales como manchas, contaminantes inorgánicos, herrumbres o escorias. Para este proceso se utiliza ácidos inorgánicos capaces de remover estas impurezas.

LICOR DE PASIVADO: solución de ácidos fuertes (inorgánicos) que se utiliza para la remoción de impurezas formadas en superficies metálicas y se utiliza para el proceso de decapado.

REACCIÓN QUÍMICA: transformación de uno o varios materiales (reactivos) en otro u otros completamente distintos, con propiedades y características diferentes; donde los materiales originales han perdido su identidad química.

RESUMEN

El presente trabajo muestra el desarrollo de una propuesta para la obtención de cloruro férrico por reacción directa entre el cloruro ferroso contenido en una solución denominada licor de decapado y cloro gaseoso.

Como primera medida se realizó la respectiva caracterización del licor de decapado generado por Emcocables S.A. bajo el protocolo de la NTC 3976.

Partiendo de la caracterización se realizó el balance de materia teórico, con el fin de estimar la cantidad de reactivos a utilizar para llevar a cabo la reacción química y llegar al producto final.

Se realizó el montaje experimental y se llevó a cabo la reacción química, monitoreando temperatura, gasto de cloro y formación de producto final. Luego se realizó el balance de materia experimental y los resultados fueron comparados con los teóricos.

Luego de realizada la experimentación y la nueva caracterización del producto obtenido se realizó una propuesta de proceso químico para obtener el cloruro férrico, así mismo evaluando los costos de producción.

PALABRAS CLAVE

- Cloruro férrico
- Cloruro ferroso
- Licor de decapado
- Cloro gaseoso
- Oxidación química
- Enriquecimiento del cloruro férrico

INTRODUCCIÓN

En la actualidad existen muchos problemas de impacto ambiental, en gran parte son ocasionados por la contaminación industrial. Se generan grandes cantidades de residuos que son vertidos a los cuerpos de agua, suelo y aire, pero se desconoce las propiedades de algunos de estos residuos que nos pueden ser útiles para otros fines.

En el caso de la recuperación de los licores de decapado hay una gran utilidad para transformarlo mediante reacciones de oxidación y obtener un producto que ayude a la potabilización del agua.

Se puede llegar a reducir el impacto ambiental generado por la industria del acero, tomando como piloto la empresa Emcocables S.A., haciendo provecho de un residuo industrial para convertirlo inicialmente en una materia prima para llegar a un producto comercial.

Al hacer uso de estos residuos se reduce los vertimientos a los cuerpos de agua, suelo y aire, además que la empresa Emcocables S.A. e industrias del acero se beneficiaría en que ya no tendrá que volver a pagar grandes sumas de dinero a terceros para que disponga de estos residuos y evitar sanciones por parte del ministerio del medio ambiente.

Emcocables es una empresa que produce alambre cobrizado para ceja de llanta, alambres y torones para postensionamiento en concreto, alambre galvanizado para centros de conductores eléctricos y cables de guardia y otros alambres de usos varios. Fue fundada en 1960 por un grupo de industriales colombianos y la compañía norteamericana Paulsen Wire Corporation, combinando el conocimiento del mercado y el uso eficiente de la tecnología para la fabricación de productos de la mejor calidad.

La empresa Productora Química Colombiana PROCOL LTDA es una comercializadora, productora e importadora de productos químicos para el tratamiento de aguas, tanto potables como residuales e industriales. Hace algunos años atrás la empresa empezó a incursionar en el área de investigación y desarrollo de coagulantes inteligentes y específicos capaces de hacer su trabajo en la remoción de cargas en el agua sin importar la época del año ni la fuente hídrica.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

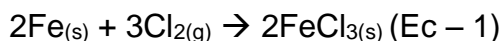
Desarrollar una propuesta para la producción de Cloruro Férrico grado comercial a partir de licores de decapado por oxidación química con Cloro a nivel laboratorio

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Caracterizar la composición de los licores de decapado que genera Emcocables S.A. por el lavado del acero.
2. Determinar las características mínimas requeridas para la obtención de Cloruro Férrico grado comercial a partir de los licores de decapado con Cloro gaseoso.
3. Determinar las operaciones unitarias base del proceso químico para la obtención de cloruro férrico grado comercial a partir de los licores de decapado con base a los resultados de laboratorio.
4. Determinar el costo de producción de cloruro férrico grado comercial a partir de los licores de decapado.

1. MARCO CONCEPTUAL

El Cloruro Férrico es una sal inorgánica producto de la reacción química entre el hierro y el cloro, reacción que está representada de la siguiente forma:



Puede encontrarse comercialmente en dos presentaciones, una en estado sólido y otra en solución. El cloruro férrico en estado sólido o también llamado cloruro férrico anhidro es un producto en polvo delicuescente que está a una concentración del 99% en peso, mientras que en solución o también llamado cloruro férrico hexahidratado presenta una apariencia viscosa de color café oscuro con una concentración entre el 40 y 45% en peso¹.

El cloruro férrico tiene muchas aplicaciones a nivel industrial, como, por ejemplo: es un eficiente coagulante en el tratamiento de aguas residuales, aguas industriales y agua potable. Además, ha sido utilizado por muchos años como un acondicionador de lodos, etapa previa a la filtración; fuera de su aplicación en tratamiento de aguas también es utilizado como agente lixiviante, donde tiene como objeto, la obtención y purificación de molibdeno y para el gravado y tratamiento de superficies metálicas².

1.1. OBTENCIÓN DE CLORURO FÉRRICO 42% EN PESO A PARTIR DE ÓXIDO DE HIERRO

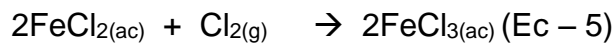
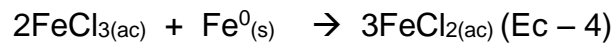
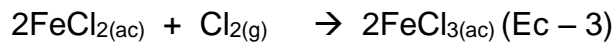
El proceso de producción de cloruro férrico hexahidratado propuesto por la Occidental Chemical Chile Limitada contempla las siguientes etapas:

- Neutralización: Reacción de óxidos de hierro con ácido clorhídrico obteniendo como producto intermedio el cloruro ferroso diluido. (Ec - 2)
- Cloración primaria: Oxidación con cloro gaseoso para obtener el cloruro férrico diluido. (Ec - 3)

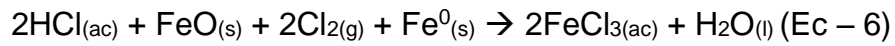
¹ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido*. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).

² OCCIDENTAL CHEMICAL CHILE LIMITADA. *Manual Cloruro Férrico (FeCl₃)*. Cloruro férrico en solución (tricloruro de hierro)

- Enriquecimiento: Adición de hierro (Fe^0) al cloruro férrico obtenido en el paso anterior, por el exceso de hierro hay formación de cloruro ferroso concentrado. (Ec - 4)
- Recirculación: Parte del cloruro ferroso concentrado es recirculado a la segunda etapa, con el fin de aumentar la concentración del cloruro férrico obtenido.
- Cloración secundaria. La otra parte del cloruro ferroso se oxida nuevamente con cloro gaseoso para obtener finalmente cloruro férrico hexahidratado al 42% p/p. (Ec - 5)



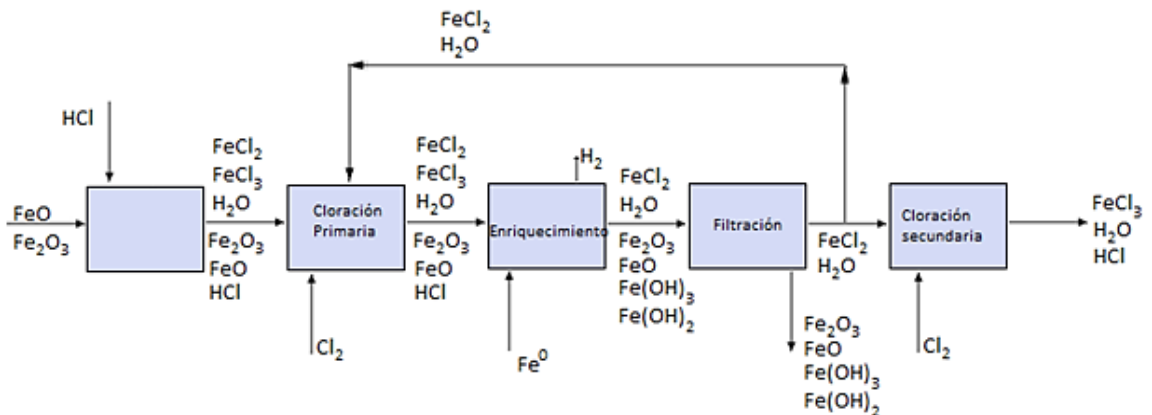
Reacción general de todo el proceso



Descripción de cada etapa del proceso:

1.1.1 Diagrama de proceso

Figura 1. Producción convencional de cloruro férrico



Fuente: adaptada de Manual cloruro férrico de la Occidental Chemical Chile limitada.

1.1.2 Neutralización. En esta etapa ocurre la formación de la primera sal de hierro, un producto intermedio que es obtenido a partir de la adición de ácido clorhídrico a los óxidos de hierro.

Considerando que los óxidos de hierro formados están constituidos por tres capas distintas:

- a) La capa más externa relativamente delgada, contiene la mayor proporción de oxígeno y consiste en óxido férrico. (Fe_2O_3)
- b) Una capa intermedia con un espesor mayor a la exterior está compuesta de óxido ferroso férrico. (Fe_3O_4) o ($\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$).
- c) Una capa relativamente compacta en la proximidad del hierro inalterado, contiene la mayor proporción de óxido ferroso (FeO)³.

Por los diferentes estados de oxidación que presenta el hierro (II y III) los productos obtenidos en la reacción son cloruro ferroso y cloruro férrico (*Ver Ec – 7 y Ec – 8*). La concentración depende de la composición de los óxidos adicionados en esta etapa de la reacción, por lo general la concentración de óxido ferroso (FeO) es mayor a la del óxido férrico (Fe_2O_3), por ende, la generación de cloruro ferroso será mayor.

El óxido ferroso férrico (Fe_3O_4) es difícilmente soluble en los ácidos.



1.1.3 Cloración primaria. Consiste en oxidar el hierro que aún permanece en estado de oxidación ferroso, como el cloruro ferroso y óxido ferroso, para así obtener el producto principal el cloruro férrico.

Como esta es una etapa de oxidación primaria aún no se obtiene el producto a la concentración comercial que es del 42% en peso.

1.1.4 Enriquecimiento. Consiste en aumentar la concentración de hierro mediante la adición de hierro puro, pero esta etapa es controlado puesto que hay liberación de hidrógeno originado por la reacción entre el ácido clorhídrico con el metal base (hierro puro), la posterior reducción del cloruro férrico a cloruro ferroso por efecto

³ Disponible en: http://fosfamet.cl/proceso_de_decapado_para_metalos_fosfamet_cl.pdf (consultado el 19 de octubre de 2015).

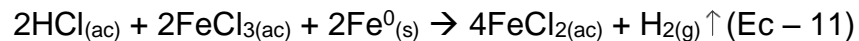
del hidrógeno naciente (*Ver Ec – 9 y Ec – 10*) y la formación de hidróxidos ferroso y férrico (*Ver Ec – 12 y Ec – 13*) y algunos óxidos que no habían terminado de reaccionar en las etapas anteriores, que estos al final por su baja solubilidad son material insoluble.

La razón por la que el enriquecimiento es realizado en un equipo diferente al de la cloración primaria está dado por la liberación de hidrógeno, la reacción entre estos dos gases es altamente explosiva.

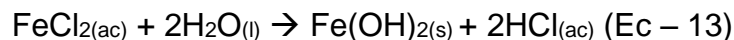
- *Enriquecimiento*



La reacción general es la siguiente:



- *Generación de insolubles*

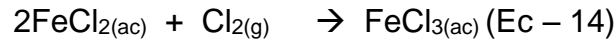


1.1.5 Filtración. En esta etapa son separados los sólidos sedimentables generados en las etapas anteriores por la presencia de los hidróxidos y óxidos de hierro de la fase líquida.

1.1.6 Recirculación. Parte del cloruro ferroso concentrado es recirculado a la segunda etapa del proceso (cloración primaria), esto con el fin de incrementar la concentración de cloruro férrico al final de la reacción.

1.1.7 Cloración secundaria. La otra parte del cloruro ferroso concentrado que no fue recirculado pasa a la etapa de cloración secundaria, allí todo el cloruro ferroso

es oxidado con cloro gaseoso, obteniendo finalmente el cloruro férrico grado comercial al 42% en peso (Ver Ec – 14).



1.2. OBTENCIÓN DE CLORURO FÉRRICO AL 42% EN PESO A PARTIR DE LOS LICORES DE DECAPADO (SEGÚN ACIDEKA S.A.)

Para la obtención de Cloruro Férrico es necesario contar con compuestos químicos con altos contenidos en hierro para oxidarlos y luego neutralizarlos con ácido clorhídrico y cloro gaseoso u otro agente oxidante.

Además de las reacciones con los óxidos de hierro existe la posibilidad de producir la sal partiendo del cloruro ferroso (FeCl_2) residual en disolución, procedente de los baños de Ácido Clorhídrico (utilizados para el decapado de metales) que hayan agotado su capacidad de tratamiento y que, en consecuencia, el industrial tiene que evacuar para proceder a la renovación del baño⁴.

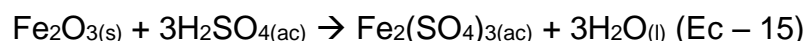
El proceso de decapado de los metales consiste fundamentalmente en la inmersión del acero en baños ácidos para eliminar las capas de óxido formado sobre la superficie del metal como consecuencia de los tratamientos térmicos y el herrín o escorias de óxidos de hierro que es originado en los procesos de soldadura. Los baños de decapado son realizados en algunos casos con ácido clorhídrico o ácido sulfúrico o con mezcla de ácidos entre el ácido sulfúrico y ácido fluorhídrico, este último se utiliza cuando hay contenidos de sílice fundida o silicatos de hierro⁵.

La eliminación del herrín o escorias es el resultado de:

- a) La disolución química de la capa de herrín en medios ácidos.
- b) El desprendimiento del gas originado al reaccionar el ácido con el metal base.

- **Disolución del herrín en ácido sulfúrico**

Con el ácido sulfúrico, las reacciones que tienen lugar están en gran parte limitadas a los óxidos ferroso y férrico, y el hierro metálico:



⁴ INGURU, Consultores S.A. Proyecto de ampliación de las instalaciones de producción de cloruro férrico de Acideka S.A.

⁵ FOSFAMET. Proceso de decapado de metales.



La reducción del sulfato férrico a sulfato ferroso está dada por la presencia del hidrógeno generado⁶:



- **Disolución del herrín en ácido clorhídrico**

Las reacciones, que tienen lugar con ácido clorhídrico son las siguientes:



La reducción del cloruro férrico por el hidrógeno generado está representada por la siguiente reacción:



En la actualidad los ácidos utilizados para los licores de decapado son soluciones de ácido sulfúrico y de clorhídrico, aunque en los procesos más modernos existe una clara tendencia a emplear el segundo⁷.

Para el caso de estudio, los licores de decapado a trabajar corresponden a la disolución del herrín en ácido clorhídrico.

Para la fabricación de 1 Kg. de cloruro férrico (FeCl_3) es necesario emplear 0,66 Kg de cloro utilizando el método tradicional (*Ver Ec - 1*), sin embargo, mediante el método desarrollado por Acideka, únicamente requerirían 0,22 Kg de cloro (*Ver Ec - 14*)⁸.

⁶ FOSFAMET. *Proceso de decapado de metales.*

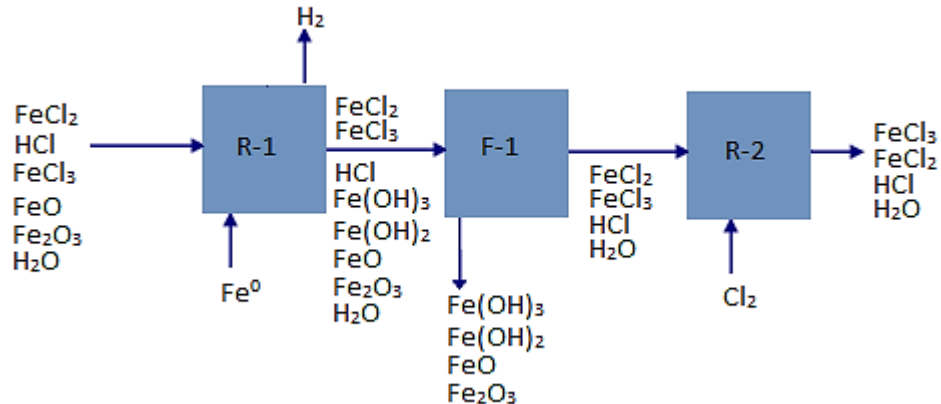
⁷ VILLALOBOS PEÑALOSA Mario, BEJAR MOSCONA Daniel, GUTIERREZ RUIZ Margarita, CRAM HEYDRICH Silke, MORENO AÑORVE Filis. *Opciones para el tratamiento y la disposición de los licores agotados provenientes del decapado de hierro.*

⁸ INGURU, Consultores S.A. *Proyecto de ampliación de las instalaciones de producción de cloruro férrico de Acideka S.A.*

Descripción del proceso

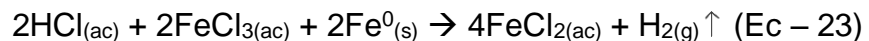
1.2.1 Diagrama de proceso:

Figura 2. Producción de cloruro férrico a partir de los licores de decapado



Fuente: Adaptada del estudio de impacto ambiental proyecto de ampliación de las instalaciones de producción de cloruro férrico de Acideka, s.a.

1.2.2 Enriquecimiento. Los licores de decapado de ácido clorhídrico son obtenidos a partir de los baños de decapado agotados procedentes de las distintas industrias que realizan esta etapa en los procesos de tratamiento del acero; estos son cargados directamente al reactor. Sus características pueden variar, pero en principio todas tendrán un contenido de ácido clorhídrico libre no superior al 5%, cloruro ferroso entre el 20 y 25% y cloruro férrico en un 5% aproximadamente⁹. Para el proceso es necesario emplear chatarra de hierro oxidado, donde tendrá lugar el agotamiento del ácido clorhídrico y aumentar la concentración de hierro en la solución como cloruro ferroso en el reactor R-1 (*Ver diagrama del proceso*), donde ocurre la siguiente reacción:



1.2.3 Filtración. La disolución de baños de decapado de ácido clorhídrico provenientes del reactor R-1 (*Ver diagrama del proceso*) que va a ser objeto de cloración contiene sólidos sedimentables por la formación de hidróxidos de hierro, óxidos sin reaccionar y algunos sólidos provenientes de la chatarra.

⁹ INGURU, Consultores S.A. Proyecto de ampliación de las instalaciones de producción de cloruro férrico de Acideka S.A.

La generación de este residuo es muy variable, puesto que depende de la calidad de la chatarra y de los baños de decapado de ácido clorhídrico recibidos, pero puede estimarse en un valor medio de 1,2 Kg por cada tonelada de cloruro férrico producido¹⁰.

1.2.4 Cloración. Tiene lugar en el reactor R-2 (*Ver diagrama del proceso*), donde el cloro gaseoso tiene contacto con los baños de decapado de ácido clorhídrico con alto contenido en cloruro ferroso, en esta etapa es obtenido el cloruro férrico comercial hexahidratado a una concentración que oscila entre el 40 y el 45% en peso.

1.3. BALANCE DE MATERIA Y ENERGÍA

Para el proceso descrito en el numeral 1.2 se describe las operaciones unitarias necesarias para llegar al producto final que es cloruro férrico hexahidratado a una concentración del 40 – 45% en peso.

Para llevar a cabo este proceso se tiene en cuenta el principio del balance de materia y energía, partiendo de la estequiometría de la reacción y los calores de reacción generadas, esto con el fin de tener control en el consumo de reactivos y producto generado y así mismo establecer los costos finales de producción.

1.3.1 Balance de materia con reacción química. La estructura del balance de materia con reacción química está definida de la siguiente manera:

$$\text{Entrada} = \text{Salida} + \text{Desaparición} + \text{Acumulación}$$

Para efectos del siguiente trabajo se establece un reactor ideal discontinuo, donde no existirán flujos de entrada y salida. Modificando la expresión anterior se tiene qué:

$$\text{Desaparición} = - \text{Acumulación}$$

O bien puede describirse:

$$\left(\begin{array}{l} \text{Velocidad de desaparición} \\ \text{del reactante A en el reactor} \\ \text{debido a la reacción química} \end{array} \right) = \left(\begin{array}{l} \text{Velocidad de acumulación} \\ \text{del reactante A en el reactor} \end{array} \right)^{11}$$

¹⁰ INGURU, Consultores S.A. Proyecto de ampliación de las instalaciones de producción de cloruro férrico de Acideka S.A.

¹¹ LEVENSPIEL Octave. Ingeniería de las reacciones químicas. Capítulo 8. Efectos de la temperatura y de la presión. Cálculos de los calores de reacción a partir de la termodinámica.

1.3.2 Calor de reacción y energía libre de Gibbs. Es el calor liberado o absorbido en una reacción química depende de la naturaleza de los reactivos, la cantidad de sustancia que reacciona y de la temperatura y presión del sistema, calculándose a partir del calor de reacción ΔH_r^{12} .

Cuando no se conoce el calor de reacción éste puede calcularse a partir de datos termoquímicos conocidos y tabulados de:

- Calores de formación ΔH_f .
- Calores de combustión ΔH_c .

Estos datos corresponden a cada uno de los componentes de la reacción.

El calor de reacción a la temperatura T_2 en función del calor de reacción a la temperatura T_1 se calcula por el principio de la conservación de energía del modo siguiente:

$$\left(\begin{array}{c} \text{Calor} \\ \text{absorbido por} \\ \text{la reacción a la} \\ \text{temperatura} \\ T_2 \end{array} \right) = \left(\begin{array}{c} \text{Calor} \\ \text{suministrado a} \\ \text{los reactivos} \\ \text{para llevarlos} \\ \text{desde } T_2 \\ \text{hasta } T_1 \end{array} \right) + \left(\begin{array}{c} \text{Calor} \\ \text{absorbido por} \\ \text{la reacción a} \\ \text{la temperatura} \\ T_1 \end{array} \right) + \left(\begin{array}{c} \text{Calor} \\ \text{suministrado a} \\ \text{los productos} \\ \text{para llevarlos} \\ \text{de nuevo} \\ \text{desde} \\ T_1 \text{ hasta } T_2 \end{array} \right)$$

Para calcular la energía de reacción se aplica la siguiente ecuación:

$$\Delta H_{T_2}^0 - \Delta H_{T_1}^0 = \int_{T_1}^{T_2} \Delta C_p^0 dT \quad (\text{Ec} - 24)^{13}$$

Para poder realizar la integración hay que conocer la dependencia de las capacidades caloríficas de productos y reactivos con la temperatura. Cuando el rango de temperaturas es pequeño se suele despreciar esta dependencia y podemos sacar de la integral la variación de C_p^0 , cuando no es así hay que integrar dicha variación con respecto a T.

Cuando la diferencia de temperaturas es muy pequeña o igual a cero se dice que está trabajando la reacción a condiciones estándar, por con siguiente la expresión queda de la siguiente forma:

¹² LEVENSPIEL Octave. Ingeniería de las reacciones químicas. Capítulo 8. Efectos de la temperatura y de la presión. Cálculo de los calores de reacción a partir de la termodinámica.

¹³ LEVENSPIEL Octave. Ingeniería de las reacciones químicas. Capítulo 8. Efectos de la temperatura y de la presión. Cálculos de los calores de reacción a partir de la termodinámica.

$$\Delta H^{\circ}_{298} = \Delta H = (\sum H_{PRODUCTOS} - \sum H_{REACTIVOS}) \text{ (Ec - 25)}$$

Cuando:

- $\Delta H > 0$: Reacción endotérmica: Requiere energía para que se dé la reacción química.
- $\Delta H < 0$: Reacción exotérmica: Cede energía como producto de la reacción química.

Así mismo, se tiene en cuenta la energía libre de Gibbs, que indica la espontaneidad de una reacción química, determinando a partir de este valor si la reacción es reversible o irreversible.

Para calcular la energía libre de Gibbs a condiciones estándar se aplica la siguiente ecuación:

$$\Delta G^{\circ}_{298} = \Delta G = (\sum G_{PRODUCTOS} - \sum G_{REACTIVOS}) \text{ (Ec - 26)}$$

Cuando:

- $\Delta G > 0$: Reacción y/o proceso es endergónico: La reacción no es espontánea en el sentido directo. Por el contrario, ocurrirá espontáneamente en el sentido inverso para producir más reactivos.
- $\Delta G < 0$: Reacción y/o proceso exergónico: La reacción se ocurrirá espontáneamente en sentido directo para formar más productos.
- $\Delta G = 0$: Reacción y/o proceso en equilibrio: Las concentraciones de productos y reactivos permanecerán constantes¹⁴.

Para el cálculo de calor de reacción y energía libre de Gibbs se tiene la siguiente información termodinámica:

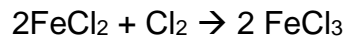
¹⁴ Disponible en: <https://es.khanacademy.org/science/chemistry/thermodynamics-chemistry/gibbs-free-energy/a/gibbs-free-energy-and-spontaneity>

Tabla 1. Información termodinámica

INFORMACIÓN TERMODINÁMICA		
Substancia Química	H°₂₉₈ (kcal/mol)	G°₂₉₈ (kcal/mol)
FeCl ₃	-128,5	-96,5
FeCl ₂	-100	-83
Cl ₂	0	0

Fuente: PERRY Robert., CHILTON Cecil H. Manual del Ingeniero Químico. Vol I. Segunda edición en español. Propiedades termodinámicas.

El calor de reacción es:



$$H^\circ_{298} = 2 H_{\text{FeCl}_3} - (2H_{\text{FeCl}_2} + H_{\text{Cl}_2})$$

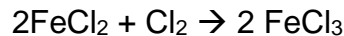
Reemplazando los valores de entalpia (*H*) de la tabla de Información Termodinámica en la ecuación de calor de reacción (Ec – 25) se tiene qué:

$$\Delta H = 2(-128.5) - (2(-100) + 0))$$

$$\Delta H = -57 \text{ Kcal}$$

La entalpia de referencia a condiciones estándar indica que hay una generación de energía de 57 Kcal.

La energía libre de Gibbs es:



$$G^\circ_{298} = 2 G_{\text{FeCl}_3} - (2G_{\text{FeCl}_2} + G_{\text{Cl}_2})$$

Reemplazando los valores de energía libre de Gibbs (*G*) de la tabla de Información Termodinámica en la ecuación (Ec – 26) se tiene qué:

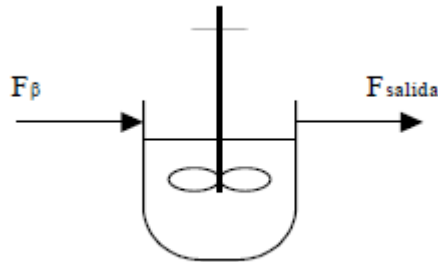
$$\Delta G = 2(-96.5) - (2(-83) + 0))$$

$$\Delta H = -27 \text{ Kcal}$$

El valor de la energía libre de Gibbs es de -27 Kcal, indicando que la reacción entre el cloruro ferroso y el cloro gaseoso es exorgónica, es decir, es una reacción irreversible y que no requiere de factores externos.

1.3.3 Transferencia de calor. El tipo de reactor a considerar es un reactor tipo semi-batch o semidescontinuo de mezcla perfecta no isotérmico, porque a la entrada sólo hay flujo de uno de los reactivos (β), y los demás están dentro del reactor.

Figura 3. Esquema de un reactor semi-batch



Para dicho reactor el modelo matemático que se ajusta para calcular el calor transferido del reactor al medio está definido por la siguiente ecuación:

$$Q = \frac{dU}{dt} + \sum F_S h_{S_K} - F_{\beta} h_{\beta} \quad (\text{Ec} - 27)^{15}$$

Donde:

- Q : Calor transferido
- $\frac{dU}{dt}$: Variación de la energía interna respecto al tiempo
- F_S : Flujo de salida
- F_{β} : Flujo de entrada del reactivo β

1.4. VELOCIDAD DE REACCIÓN

Para el diseño de un proceso químico donde se contemple un reactor químico o varios reactores es necesario hacer el estudio de la ley de velocidad, esto con el fin de hacer la mejor elección del equipo.

¹⁵ BORZACCONI Liliana. *Ingeniería de las reacciones químicas – reactores no isotérmicos.*: 2003. 50p.

Para el caso del presente proyecto la reacción que se lleva a cabo se encuentra en dos fases, donde un reactivo está en fase gaseosa y el otro en estado líquido, siendo esta una reacción heterogénea. El reactor es cargado inicialmente con el reactivo en estado líquido y el otro reactivo que está en estado gaseoso se va dosificando poco a poco, controlando el flujo de ingreso.

Para el cálculo de la velocidad de reacción se tomaron los valores de las concentraciones obtenidas a medida que iba ocurriendo la reacción, esto se hacía en el tiempo.

Para efectos de cálculo rápido con la información recolectada se considera un reactor semi-batch de mezcla perfecta por burbujeo, con enfriamiento, mas no es un reactor isotérmico.

Para el presente estudio se tuvo en cuenta la variación de la concentración de los reactivos en el tiempo. Donde en una reacción química la rapidez de consumo o desaparición de reactivos es denominada velocidad de reacción. Esta desaparición en el tiempo se define mediante la expresión (Ec – 28):

$$r_A = \frac{1}{y} \frac{dN_A}{dt} \text{ (Ec – 28)}$$

Siendo:

- r_A : velocidad de reacción del componente “A”.
- y : variable de referencia (volumen, masa o superficie).
- dN_A : diferencia de moles del reactivo “A”.
- dt : diferencia del tiempo.

Aunque casi siempre se utilizan unidades molares para medir las cantidades convertidas del componente que se sigue, N_A , también se aceptan las unidades de masa¹⁶.

Para el caso de la experimentación realizada, que es la producción de cloruro férrico a partir de cloruro ferroso mediante oxidación química se ajusta la velocidad de reacción (Ec – 28), teniendo como variable de referencia la masa del medio reactante, es decir, el peso neto del licor de decapado. Ya definido la variable de referencia la expresión de velocidad de reacción queda de la siguiente manera (Ec – 29):

$$r_A = \frac{1}{W} \frac{dN_A}{dt} \text{ (Ec – 29)}$$

¹⁶ PERRY Robert H., CHILTON Cecil H. *Manual del Ingeniero Químico. Vol I. Segunda edición en español. Cinética de las reacciones y diseño de reactores.*

Siendo W la masa neta del licor de decapado en kilogramos. Relacionando la masa del cloruro ferroso con la del licor neto tendríamos la concentración expresada de la siguiente forma (Ec – 30):

$$\frac{dN_A}{W} = \frac{\text{Kilogramos de cloruro ferroso}}{\text{Kilogramos de solución (licor de decapado)}} = C_A \text{ (Ec – 30)}$$

Dónde:

- C_A : Concentración de cloruro ferroso.

Reorganizando la definición de velocidad (Ec – 28) de reacción tenemos qué:

$$r_A = \frac{dC_A}{dt} = kC_A^a \text{ (Ec – 31)}$$

Siendo:

- k : constante de velocidad específica de reacción o constante de velocidad.
- a : orden de reacción.

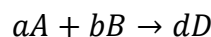
La constante de velocidad depende de la temperatura principalmente, su dependencia se representa a través de la ecuación de Arrhenius.

$$k = A * e^{\frac{-Ea}{RT}} \text{ (Ec – 32)}$$

Siendo:

- A : factor de frecuencia o factor de colisiones.
- Ea : energía de activación.
- R : constante universal de los gases.
- T : temperatura.

El orden de reacción concuerda con la molecularidad (es decir, el número de moléculas que realmente toma parte en la reacción)¹⁷, sólo en el caso de una reacción elemental.



¹⁷ PERRY Robert H., CHILTON Cecil H. *Manual del Ingeniero Químico. Vol I. Segunda edición en español. Cinética de las reacciones y diseño de reactores.*

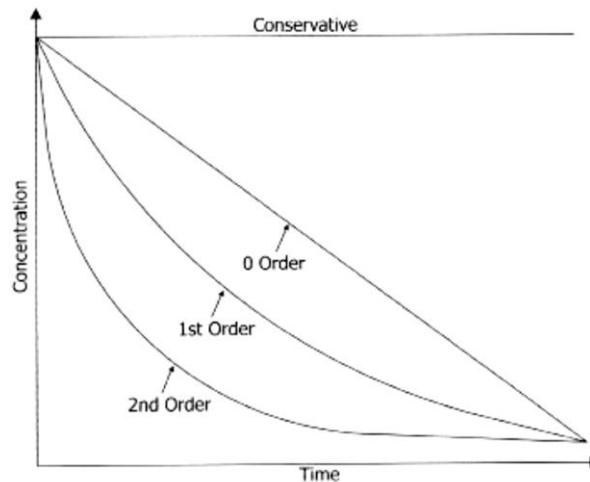
Teniendo esta reacción elemental la expresión de velocidad queda la siguiente forma:

$$-r_A = kC_A^a C_B^b \text{ (Ec - 33)}$$

Los exponentes “a” y “b” representan el orden de reacción por componente, en este caso como la expresión de velocidad está negativo se hace referencia a los reactivos. La suma de los exponentes de la ecuación (Ec - 33) es el orden de reacción global, estos son determinados experimentalmente.

La siguiente gráfica representa la variación de la concentración en el tiempo para los reactivos de una reacción de orden cero, uno y dos.

Gráfica 1. Representación gráfica de los órdenes de reacción



- Expresión para reacciones de orden cero:

$$r_A = \frac{dC_A}{dt} = kC_A^a \text{ (Ec - 34)}$$

Para las reacciones de orden cero el valor del exponente “a” es igual a cero, por ende, la expresión de velocidad (Ec - 34) queda de la siguiente forma:

$$r_A = k \text{ (Ec - 35)}$$

La expresión de velocidad se comporta como una constante en el tiempo.

- Expresión para reacciones de orden uno:

$$r_A = \frac{dC_A}{dt} = kC_A^a \text{ (Ec - 36)}$$

Para las reacciones de orden uno el valor del exponente “a” es igual a uno, por ende, la expresión de velocidad (Ec – 36) queda de la siguiente forma:

$$r_A = kC_A \text{ (Ec - 37)}$$

La nueva expresión de velocidad se puede resolver mediante el método integral de análisis así:

$$r_A = \frac{dC_A}{dt} = kC_A \text{ (Ec - 38)}$$

Organizando los términos, se separan las variables de la expresión anterior (Ec – 38).

$$\frac{dC_A}{C_A} = k dt$$

Luego se integra en ambos lados de la expresión.

$$\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{C_A} = k \int_0^t dt$$

Finalmente se tiene la expresión del cambio de la concentración del compuesto “A” en función del tiempo (Ec – 39).

$$C_A(t) = C_{A0} * e^{-kt} \text{ (Ec - 39)}$$

Siendo:

- $C_A(t)$: concentración del componente “A” en el tiempo “t”.

- C_{A0} : concentración del componente "A" en tiempo "t = 0".
- k : constante de velocidad.
- t : tiempo

Las variaciones de concentración en el tiempo son proyectadas en una gráfica, donde estos se ajustan de tal manera que se ajuste a cualquiera de las ecuaciones planteadas anteriormente.

2. CARACTERIZACIÓN DEL LICOR DE DECAPADO

Al tratarse de un residuo industrial y materia prima para la obtención de un producto comercial, es necesario determinar la concentración del material de interés, siendo en este caso el cloruro ferroso; así mismo, es importante controlar la presencia de otros metales, puesto que es un residuo proveniente de la industria electroquímica y cabe la posibilidad de encontrar los siguientes componentes:

- Cromo
- Mercurio
- Plomo

Estos metales son analizados por espectroscopía de absorción atómica (EAA) mediante el método de la llama en un laboratorio certificado, siendo el caso, la Universidad Nacional de Colombia.

Para la caracterización de los componentes de interés como lo son:

- Cloruro ferroso
- Cloruro férrico
- Ácido clorhídrico

El método a utilizar está dado por la norma AWWA. (ANSI/AWWA B407-98) y por la norma ICONTEC NTC 3976, este método consiste en determinar la concentración en unidades de porcentaje másico mediante titulación¹⁸.

2.1. TOMA DE MUESTRAS PARA EL ANÁLISIS

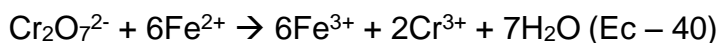
La empresa Emcocables S.A. genera mensualmente cuarenta toneladas (40 Tn/mes) de licor de decapado, donde para efecto del presente estudio esta empresa envió a las instalaciones de Procol Ltda cuatro canecas por 55 galones con contenido de licor de decapado.

Se tomó una muestra de 100 mililitros por envase en recipientes de vidrio, mezclándose entre sí para obtener el muestreo compuesto y que los resultados de la caracterización sea lo más representativo posible. Método establecido por la norma técnica colombiana “NTC 3976 Productos químicos para uso industrial. Cloruro Férrico líquido”.

¹⁸ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).*

2.2. MÉTODO DE ANÁLISIS

2.2.1 Determinación de hierro total y hierro (III). Este método aplica a productos con contenido de hierro mayor a 0,2%. El contenido de cloruro férrico se determina con base en el contenido de hierro (III). El contenido de hierro (III) se determina como la diferencia entre el contenido de hierro total y el contenido de hierro (II). El hierro es reducido por el cloruro de estaño (II) y subsecuentemente titulado con dicromato de potasio, de acuerdo con la siguiente reacción:



➤ **Reactivos**

- Ácido clorhídrico concentrado
- Ácido sulfúrico concentrado
- Ácido fosfórico concentrado
- Disolución de cloruro de estaño (II) 0,5 M
- Disolución de cloruro de mercurio (II) 0,27 M. (HgCl_2)
- Disolución de difenilaminosulfonato de bario 8 mmol/L. $\text{Ba}(\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-C}_6\text{H}_4\text{SO}_3)_2$
- Disolución de dicromato de potasio 16,66 mmol/L. ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)

➤ **Material**

- Matraz volumétrico de 200 mL
- Matraz erlenmeyer de 500 mL
- Bureta

➤ **Aparatos e instrumentos**

- Balanza analítica.

➤ **Procedimiento**

- Se midió exactamente lo más cercano a 10 g de la muestra ($\pm 0,1$ mg), transferirla a un matraz volumétrico de 200 mL, disolver y llevar al aforo con agua.
- Se tomó 10 mL de la disolución prueba en un matraz erlenmeyer de 500 mL, agregar algunas gotas de ácido clorhídrico concentrado y calentar a ebullición con agitación.
- Se agregó gota a gota la disolución de cloruro de estaño (II) hasta decoloración de la mezcla de reacción. Después de la decoloración agregar dos gotas más

de la disolución de cloruro de estaño (II). Tener cuidado de no agregar más de dos gotas.

- Se puso a enfriar rápidamente la mezcla de reacción en agua fría.
- Se agregó 10 mL de disolución de cloruro de mercurio (II) y diluir a 200 mL, mezclar y esperar tres minutos. Debe aparecer una ligera opalescencia blanca debido a la adición del cloruro de mercurio (II). Si aparece un precipitado, desechar la muestra problema y reducir otra alícuota menor de la disolución prueba, debido a que la presencia del precipitado es por efecto de un exceso de cloruro de estaño (II).
- Se vertió en esta mezcla de reacción, 10 mL de ácido sulfúrico concentrado y 10 mL de ácido fosfórico concentrado. Agregarle cinco gotas de disolución de difenilaminosulfonato de bario y proceder a su titulación con disolución de dicromato de potasio, hasta cerca del punto final. El punto final se reconoce cuando aparece un color morado persistente. Registrar el volumen (V) del dicromato de potasio requerido para la titulación.

➤ **Cálculos y expresión de los resultados**

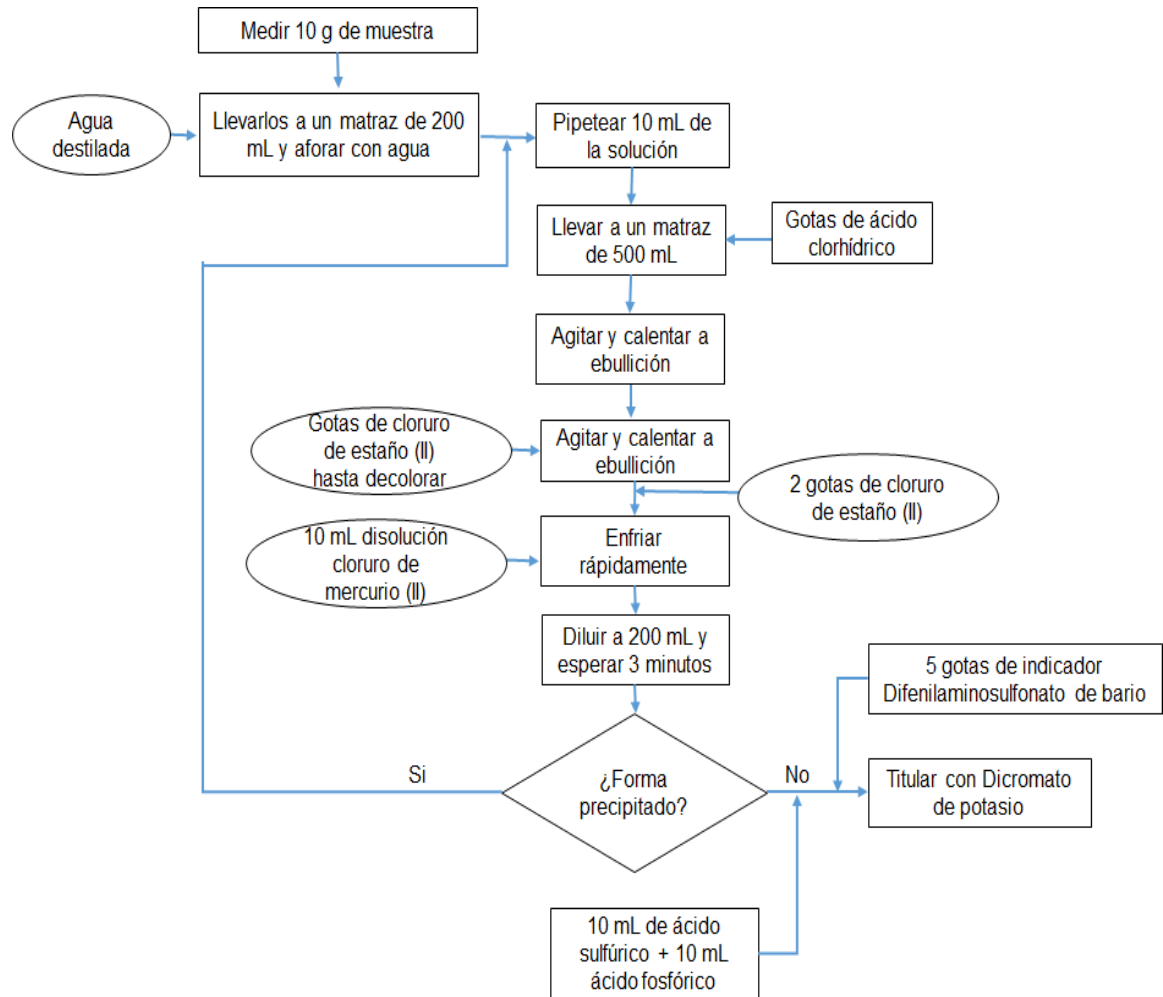
El contenido total de hierro, C_{tot} Fe, expresado en porcentaje, se obtiene por la siguiente ecuación:

$$C_{tot} = \frac{V * M * 6 * 200 \text{ mL} * 55,85 \frac{\text{g}}{\text{mol}} * 100}{m * 10 \text{ mL} * 1000 * 1000} \quad (\text{Ec} - 41)$$

Donde:

- M: es la molaridad de la disolución de la disolución dicromato de potasio, mmol/L
- V: es el volumen de disolución de dicromato de potasio en mL
- m: es la masa de la muestra en g
- 1 000: es el factor de conversión de mol a milimol
- 1 000: es el factor de conversión de mL a L.

➤ **Diagrama de flujo del procedimiento para determinación de concentración de hierro III.**



2.2.2 Determinación de hierro (II)

➤ **Reactivos**

- Ácido sulfúrico concentrado
- Ácido fosfórico concentrado
- Disolución de difenilaminosulfonato de bario 8 mmol/L. $\text{Ba}(\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-C}_6\text{H}_4\text{SO}_3)_2$
- Disolución de dicromato de potasio 16,66 mmol/L. $(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$

➤ **Material**

- Matraz erlenmeyer de 500 mL
- Bureta

➤ **Aparatos e instrumentos**

- Balanza analítica.

➤ **Procedimiento**

- En un matraz erlenmeyer de 500 mL, se vertieron 200 mL de agua, 10 mL de ácido sulfúrico concentrado y 10 mL de ácido fosfórico concentrado. Luego se enfrió esta disolución ácida con agua corriente hasta llevarla a temperatura ambiente, se agregó a la disolución de 3 a 10 g de la muestra ($\pm 0,1$ mg), por último, se mezcló hasta disolución total de la muestra, ésta es la disolución prueba.
- Se agregó a la disolución prueba, cinco gotas de disolución de difenilaminosulfonato de bario y se tituló con disolución de dicromato de potasio. El punto final de la titulación se reconoce cuando aparece un color morado persistente. El volumen (V) del dicromato de potasio requerido para la titulación es registrado.

➤ **Cálculos y expresión de los resultados**

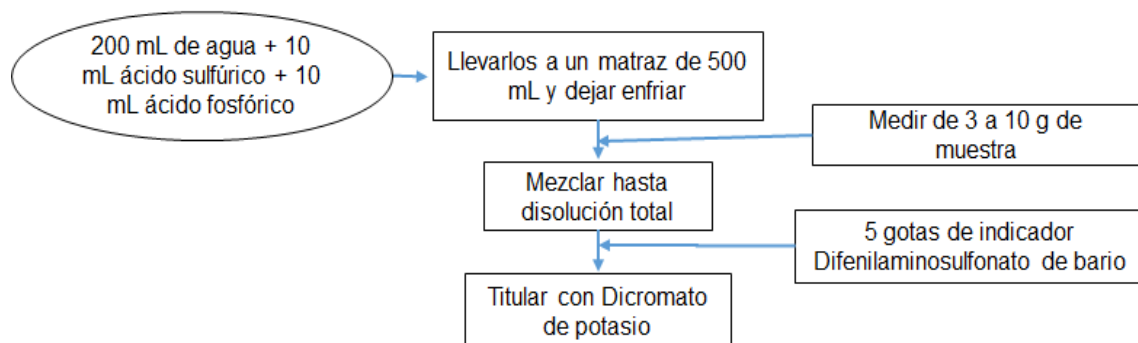
El contenido de hierro (II), $C_{(Fe II)}$ se expresa como porcentaje y se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$C_{(Fe II)} = \frac{V * M * 6 * 55.85 \frac{g}{mol} * 100}{m * 1000 * 1000} \quad (Ec - 42)$$

Donde:

- V: es el volumen de dicromato de potasio empleado en la titulación en mL
- M: es la molaridad del dicromato de potasio mmol/L
- m: es la masa de la muestra en g
- 1 000: es el factor de conversión de mmol a mol
- 1 000: es el factor de conversión de mL a L.

➤ **Diagrama de flujo del procedimiento para determinación de concentración de hierro II.**



2.2.3 Determinación de acidez. El ácido clorhídrico es neutralizado con hidróxido de sodio formando la sal, de acuerdo con la siguiente ecuación:



➤ **Reactivos**

- Disolución de hidróxido de sodio 0,2 M
- Disolución de ácido sulfúrico 0,25 M
- Disolución de fluoruro de potasio 3,5 M. Ajustar a pH 9,0
- Disolución de fenolftaleína 0,5 g en 100 mL de etanol.

➤ **Material**

- Matraz volumétrico de 250 mL
- Matraz erlenmeyer de 500 mL
- Bureta

➤ **Aparatos e instrumentos**

- Balanza analítica.

➤ **Procedimiento**

- Se pesaron 3 g de muestra homogeneizada y se transfirieron a un matraz de 250 mL. Se adicionó 50 mL de agua y fue necesario filtrar la muestra porque contenía partículas. Se agregó 5 mL de disolución de ácido sulfúrico.
- Se adicionaron 30 mL de disolución de fluoruro de potasio y 3 a 5 gotas de solución de fenolftaleína.
- Por último, se tituló inmediatamente con disolución de hidróxido de sodio 0,2 M hasta la aparición de color rosa permanente o a pH de 9,0.

➤ **Cálculos y expresiones de los resultados**

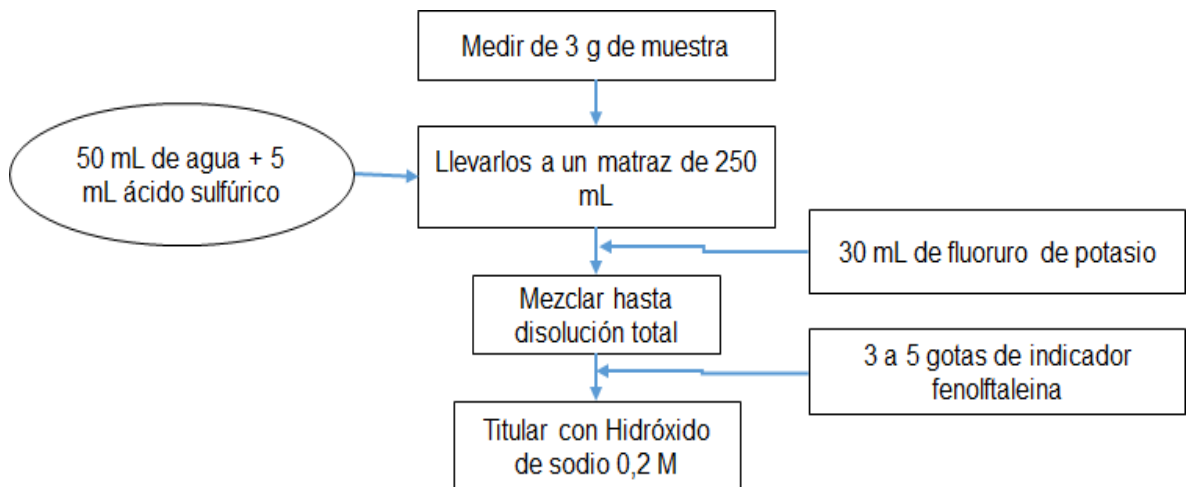
La acidez libre C_a se expresa como porcentaje y se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$C_a = \frac{(V_1 * C_1 - V_2 * 2C_2) * 36.46 * 100}{m * 100} \text{ (Ec - 44)}$$

Donde:

- V_1 : es el volumen de la disolución de hidróxido de sodio 0,2 M en mL
- C_1 : es la concentración de la disolución de hidróxido de sodio, mol/mL
- V_2 : es el volumen de la disolución de ácido sulfúrico en mL
- C_2 : es la concentración de la disolución de ácido sulfúrico, mol/mL
- m : es la masa de muestra en gramos.

➤ **Diagrama de flujo del procedimiento para determinación de acidez.**



2.2.4 Determinación del material insoluble. La muestra fue diluida con ácido clorhídrico, para mantener valores de pH menores a 2, filtrada a través de filtro de membrana de poro 0,22 μm . El filtro es lavado con ácido clorhídrico diluido y secado a 105 $^{\circ}\text{C}$. Se determina la masa del material retenido por el filtro.

➤ **Reactivos**

- Disolución de ácido clorhídrico 0,2 M
- Disolución de ácido clorhídrico 0,01 M

➤ **Material**

- Filtros de membrana con tamaño de poro 0,22 μm
- Desecador con gel de sílice

➤ **Aparatos e instrumentos**

- Balanza analítica.

➤ **Procedimiento**

- Secar un filtro de membrana con tamaño de poro 0,22 μm a 105 $^{\circ}\text{C}$ durante 30 min. Colocarlo en un desecador con gel de sílice para enfriarlo a temperatura ambiente. Medir la masa del filtro seco en balanza analítica, registrar dicha masa.
- Diluir cerca de 60 g de la muestra con 100 mL de ácido clorhídrico 0,01 M. Filtrar la muestra diluida a través del filtro de membrana seco. Lavar el filtro tres veces con porciones de 50 mL del ácido clorhídrico 0,01 M. Secar el filtro a 105 $^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas. Colocar el filtro en desecador con gel de sílice, medir la masa del filtro seco registrar dicha masa.

➤ **Cálculos y expresiones**

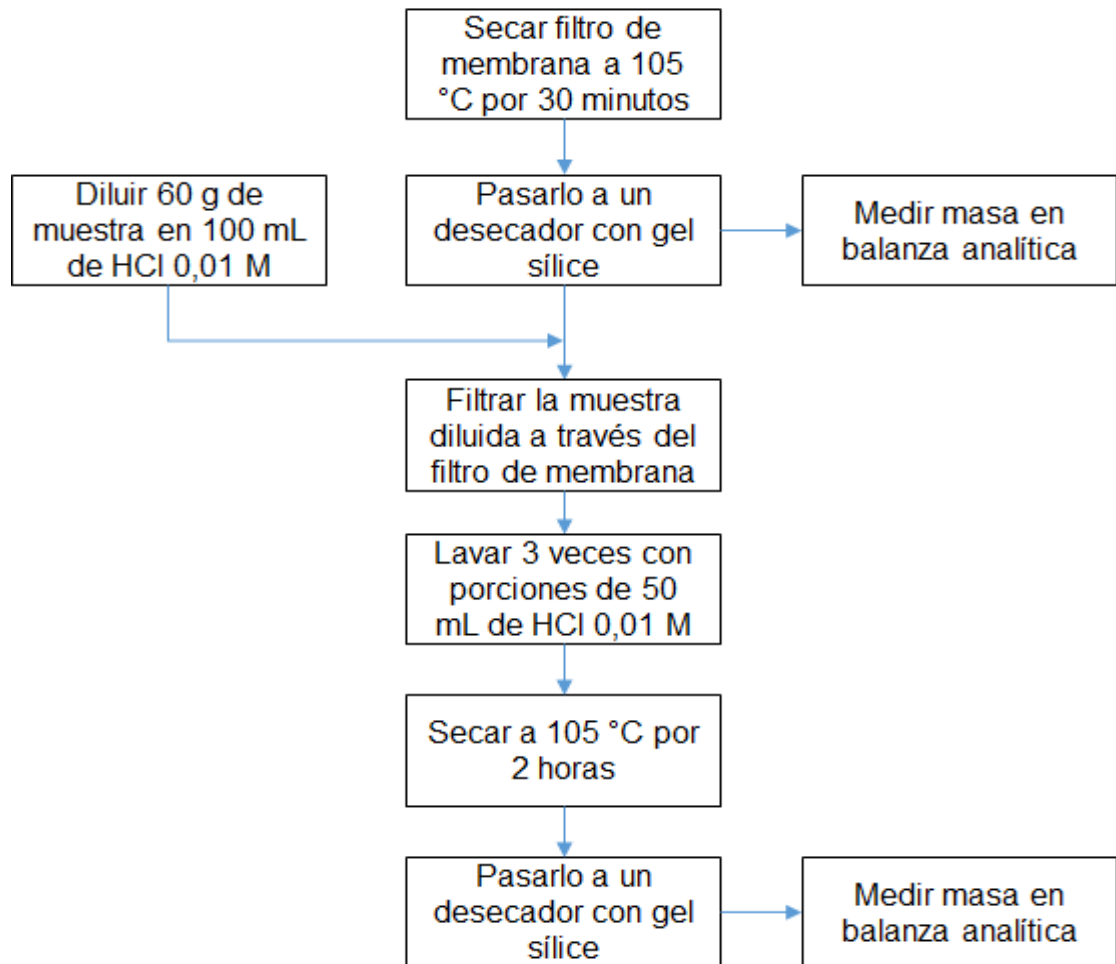
El contenido de material insoluble (m_i) se expresa como porcentaje y se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$m_i = \frac{(m_2 - m_1) * 100}{m_0} \text{ (Ec - 45)}$$

Donde:

- m_0 : es la masa en gramos de la porción tomada de muestra
- m_1 : es la masa en gramos del filtro seco
- m_2 : es la masa en gramos del filtro con residuo secado

➤ **Diagrama de flujo del procedimiento para determinación de material insoluble.**



2.3. RESULTADOS

Los resultados reportados a continuación son de la muestra compuesta del licor de decapado.

Este mismo protocolo se aplica para caracterizar el producto terminado que es el cloruro férrico.

2.3.1 Parámetros analizados. Los resultados obtenidos para la muestra compuesta del licor de decapado generado por Emcocables S.A. son los siguientes:

Tabla 2. Resultados composición de hierro muestra de licor de decapado

Parámetro analizado	Unidades	Valor	Valor permitido (NTC 3976)
Cloruro ferroso	% p. FeCl_2	23,069	<0,92
Hierro (II)	%p. Fe^{+2}	10,150	<0,40
Cloruro férrico	% p. FeCl_3	4,748	40 – 45
Hierro (III)	%p. Fe^{+3}	1,633	13,75 – 15,47
Acidez	% p. HCl	3,560	<1,0
Densidad	g/cm^3	1,275	1,418 – 1,485
Grados Baumé	$^{\circ}\text{Be}$	31,000	43,70 – 46,80

Tabla 3. Resultados composición de metales muestra de licor de decapado

Parámetro analizado	Unidades	Valor	Límite máx. (NTC 3976)
Mercurio	mg/Kg	0,23	1,00
Cromo	mg/Kg	18,52	65,00
Plomo	mg/Kg	0,56	7,00
Material insoluble	%p.	0,09	0,50

El licor de decapado tiene un contenido de cloruro ferroso considerable, siendo este el de mayor proporción en la solución (23,069 %p). Este contenido es favorable para llevar a cabo la reacción de oxidación con cloro para obtener el cloruro férrico.

Así mismo, el licor de decapado contiene cloruro férrico, aunque en menor proporción (4,748 %p).

La determinación de los metales pesados tiene valores de concentración por debajo de lo que estipulado la NTC 3976, de igual forma que el material insoluble. Con base a estos resultados no se exige un proceso de acondicionamiento químico para la remoción de estos componentes.

El licor de decapado tiene un contenido total del 31,66 %p. en solutos, y un contenido de agua del 68,34 %p.

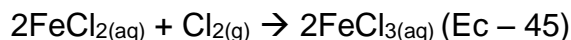
3. CANTIDADES MÁNICAS DE REACTIVOS UTILIZADOS Y PRODUCTO OBTENIDO

El Cloruro Férrico es una sal que por su contenido de hierro tiene como principal aplicación en los procesos de tratamiento de aguas potables y residuales, cuyas especificaciones técnicas son descritas en la NTC3976¹⁹. Convencionalmente este producto es obtenido a partir de la reacción entre el cloro gaseoso y óxido de hierro.

El método propuesto para la obtención de cloruro férrico considera el uso del licor de decapado en lugar del óxido de hierro, con la presencia de cloro gaseoso como agente oxidante. El producto obtenido por éste método debe cumplir con las especificaciones técnicas descritas en la norma mencionada.

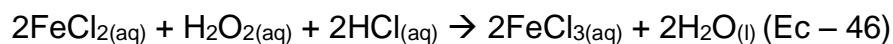
Por efectos de control en la masa de inyección de cloro se toma una masa considerable de licor de decapado a oxidar, estableciendo una masa de 43,4 kilogramos netos de licor o su equivalente a 34 litros. Esta base de cálculo se estableció debido a que el reactor se carga con un 80% de su capacidad total.

El uso de cloro gaseoso como agente oxidante fue seleccionado dado que la reacción que genera es directa con la menor cantidad de subproductos, es decir que se puede obtener conversiones altas en la reacción comparadas con otros métodos, como lo es con el uso de peróxido de hidrógeno y ácido clorhídrico; además que se evita el uso de ácidos para ayudar a la reacción.



Suponiendo que la reacción sea completa y con una conversión del 100% se obtiene un producto con una concentración del 100% en peso como cloruro ferroso puro.

A continuación, se presenta la reacción general con peróxido de hidrógeno como agente oxidante y ácido clorhídrico como donador de cloro al cloruro ferroso para llegar al producto final que es el cloruro férrico.



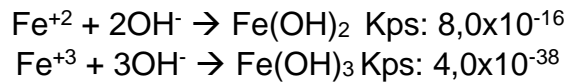
Suponiendo que la reacción sea completa y con una conversión del 100% se obtiene un producto con una concentración del 90% en peso, la concentración del producto

¹⁹ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).*

disminuye dependiendo de la cantidad de productos y subproductos generados en la reacción.

Desglosando la reacción con peróxido por pasos tenemos que:

- El cloruro ferroso se encuentra en un medio ácido, pero a su vez hay presencia de agua. El peróxido en contacto con el agua se disocia aportando grupos hidroxilos (OH^-).
- Parte de estos grupos hidroxilos entran en contacto con iones libres de hierro formando hidróxidos de hierro.



Estos hidróxidos son insolubles debido a que sus constantes de producto soluble (Kps) son muy bajas y se precipitan en forma de lodos.

- Si el ácido presente en la mezcla del licor de decapado se llegase a consumir por completo, toda la reacción generará hidróxidos de hierro únicamente, perdiendo el objeto principal del proceso.

3.1. CANTIDADES TEÓRICAS REQUERIDAS

Partiendo de un balance de materia teórico, como lo es la estequiometría de una reacción, se puede estimar las cantidades en masa o volumen de reactivos requeridos y productos a obtener.

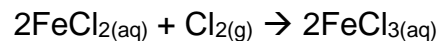
Los análisis estequiométricos no contemplan factores que afectan a una reacción química como lo son:

- Temperatura
- Presión
- Cambios de masa
- Equilibrio de fases
- Estado de los reactivos y productos
- Pérdidas

3.1.1 Concentración de cloruro ferroso. Con base en la caracterización del residuo se hace la determinación de la cantidad de cloro puro necesario para oxidar de cloruro ferroso a cloruro férrico, estimando una reacción ideal que cumpla las siguientes condiciones:

- La reacción tiene una conversión del 100%.
- No hay pérdidas de reactivos ni productos por efectos de generación de subproductos (lodos).
- No hay cambios de temperatura.
- No se tiene en cuenta la presión del sistema.
- La solubilidad del cloro en el licor de decapado es del 100%
- No hay cambios de masa.

Para la estimar las cantidades másicas de los reactivos y del producto deseado se toma como base la reacción general:



Los pesos moleculares de cada componente son:

Tabla 4. Pesos moleculares

Componente	Peso molecular (g/mol)
Cloruro ferroso (FeCl_2)	126,751
Cloro (Cl_2)	70,906
Cloruro férrico (FeCl_3)	162,204

Basados en la reacción general y los pesos moleculares se puede estimar las respectivas relaciones másicas y molares entre reactivos y productos para llegar a un balance de materia teórico, estas relaciones se pueden apreciar en las siguientes tablas:

Tabla 5. Relaciones másicas y molares
RELACIONES MÁSICAS DADA EN KILOGRAMOS

Componente	1 Kg FeCl ₂	1 Kg Cl ₂	1 Kg FeCl ₃
Kg FeCl ₂	1	3,575	0,782
Kg Cl ₂	0,280	1	0,219
Kg FeCl ₃	1,279	4,575	1
RELACIONES MOLARES DADA EN MOLES			
Componente	1 mol FeCl ₂	1 mol Cl ₂	1 mol FeCl ₃
mol FeCl ₂	1	2	1
mol Cl ₂	0,5	1	0,5
mol FeCl ₃	1	2	1

Al final del proceso se desea obtener cloruro férrico en solución de una concentración mínima del 40% y máxima del 45% en peso de acuerdo a lo descrito en la norma técnica colombiana NTC 3976²⁰; es decir que, la cantidad mínima de cloruro ferroso debe ser:

- Tomando una base de cálculo de 43,4 Kg de cloruro férrico al 40% en peso, se refiere a que hay 17,36 Kg de cloruro férrico puro en la solución.

$$m_{FeCl_2} = \frac{1 \text{ Kg } FeCl_2}{1,279 \text{ Kg } FeCl_3} * 17,36 \text{ Kg } FeCl_3$$

$$m_{FeCl_2} = 13,573 \text{ Kg } FeCl_2$$

La cantidad de cloruro ferroso mínima requerida es de 13,573 Kg.

La concentración de mínima contenida de cloruro ferroso en el licor de decapado se calcula de la siguiente manera:

$$\% \frac{p}{p_{FeCl_2}} = \frac{13,573 \text{ Kg } FeCl_3}{43,4 \text{ Kg } Solución} * 100\%$$

$$\% \frac{p}{p_{FeCl_2}} = 31,274\%$$

Para obtener una solución de cloruro férrico en solución a una concentración del 40% en peso se requiere que la solución inicial de licor de decapado tenga una concentración inicial del 31,724%p. en cloruro ferroso.

²⁰ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).*

3.1.2 Concentración de cloruro férrico a obtener. Como las concentraciones determinadas en la caracterización están dadas como porcentajes en peso se toma como base de cálculo la masa de licor a oxidar, siendo en este caso 43,4 Kg; es decir que:

- 10,012 Kg como cloruro ferroso.
- 2,061 Kg como cloruro férrico.
- 1,545 Kg como ácido clorhídrico.

Dado la relación másica entre cloruro férrico y cloruro ferroso se puede conocer la cantidad de producto deseado al final de la reacción.

$$m_{FeCl_3} = \frac{1,279 \text{ Kg } FeCl_3}{1 \text{ Kg } FeCl_2} * 10,012 \text{ Kg } FeCl_2$$

$$m_{FeCl_3} = 12,805 \text{ Kg } FeCl_3$$

La cantidad de cloruro férrico a obtener teóricamente suponiendo una conversión del 100% respecto al cloruro ferroso son 12,805 Kg de cloruro férrico producto de la reacción, a este valor se le suma la cantidad inicial:

$$m_{FeCl_3 \text{ tot}} = (12,805 + 2,061) \text{ Kg } FeCl_3$$

$$m_{FeCl_3 \text{ tot}} = 14,866 \text{ Kg } FeCl_3$$

Dando una cantidad final de 14,866 Kg de cloruro férrico. Manteniendo la base de cálculo de 43,4 Kg de licor la concentración de cloruro férrico al final sería:

$$m_{FeCl_3} = \left(\frac{14,866 \text{ Kg } FeCl_3}{43,4 \text{ Kg } \text{Solución}} \right) * 100\%$$

$$m_{FeCl_3} = 34,253\% \text{ p.}$$

La concentración final esperada de cloruro férrico es del 34,253 %p.

3.1.3 Cantidad cloro requerido: dado la relación másica entre cloruro ferroso y cloro se puede conocer la cantidad de cloro a consumir en la reacción.

$$m_{Cl_2} = \frac{1 \text{ Kg } Cl_2}{3,575 \text{ Kg } FeCl_2} * 10,012 \text{ Kg } FeCl_2$$

$$m_{Cl_2} = 2,801 \text{ Kg } Cl_2$$

Para oxidar 10,012 Kg de cloruro ferroso, se requieren 2,801 Kg de cloro.

Los consumos de reactivos y la cantidad de producto obtenido se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 6. Consumo de cloro requerido y cloruro férrico esperado.

Componente	Kg FeCl ₂	Kg Cl ₂ (requerido)	Total Kg FeCl ₃ (esperado)
10,01 Kg FeCl₂	-	2,801	14,866

3.2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Se realiza el montaje de un sistema para llevar a cabo la reacción entre el cloro y el cloruro ferroso. El cloro se encuentra almacenado en contenedores por 68 Kg y la cantidad de licor de decapado que se dispone es de 750 Kg.

La base de cálculo para llevar a cabo la reacción es de 43,4 Kg de licor de decapado, es decir:

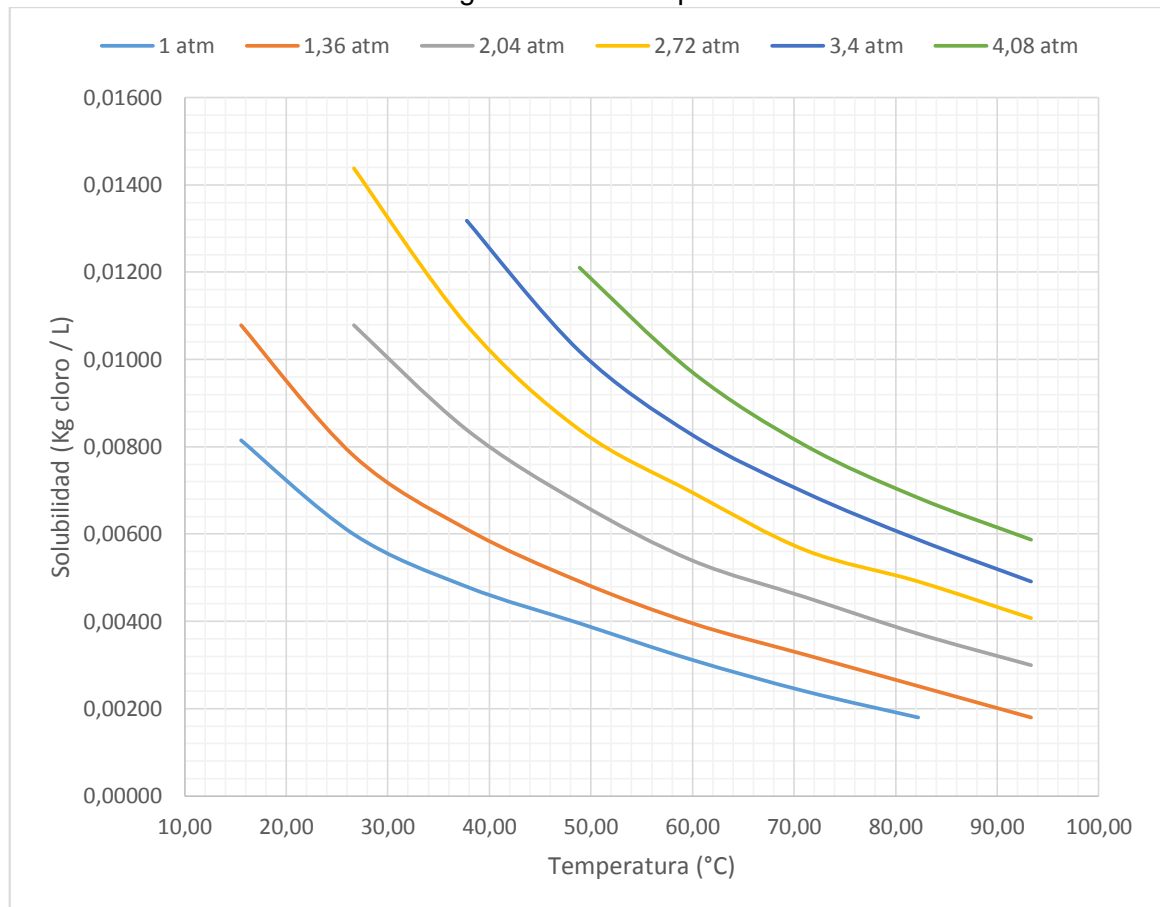
- 10,012 Kg como cloruro ferroso.
- 2,061 Kg como cloruro férrico.
- 1,545 Kg como ácido clorhídrico.

Basados en los cálculos teóricos se estima que:

- La cantidad de cloro requerido es de 2,801 Kg.
- La cantidad total de cloruro férrico a obtener son 14,866 Kg

La reacción entre el cloro y el licor de decapado se llevó a cabo en un reactor con chaqueta de enfriamiento, esto con el fin de evitar un incremento en la temperatura en el medio reactante, dado que la solubilidad del cloro se ve afectado por la temperatura. La siguiente gráfica representa la solubilidad del cloro en el agua a diferentes valores de temperatura y presión:

Gráfica 2. Solubilidad del cloro en agua a diferentes presiones en atm



HERNÁNDEZ, Miguel. Datos técnicos del cloro. En: Manual del cloro. México. P. 18.

Con base a la gráfica anterior se tiene en cuenta los valores de solubilidad de cloro a 1 atm de presión, teniendo un control en la temperatura donde se pueda obtener la mejor solubilidad del gas en el medio.

Por efectos de disponibilidad de equipos, la reacción se lleva a cabo a la presión atmosférica de Bogotá, siendo esta de 560 mmHg (0,74 atm). Debido a que este valor de presión la solubilidad de cloro es muy baja, es compensado enfriando el reactor con hielo, bajando a una temperatura de 5 °C.

3.2.1 Montaje del experimento y operación. El sistema está conformado por los siguientes elementos:

- 2 básculas romanas con resolución de 0,2 Kg.
- Una caneca por 55 galones (chaqueta de enfriamiento).
- 2 canecas por 11 galones (reactor y sello hidráulico).
- Un cilindro por 68 kilogramos de cloro gaseoso.
- Tubería en PVC y accesorios de ½ pulgada.

El montaje fue realizado de tal manera que se pueda monitorear la masa de los reactivos y estar tomando muestras en intervalos de tiempo.

En la Figura 4 se observa un plano del sistema para llevar a cabo la reacción entre el cloro gaseoso y el licor de decapado con contenido en cloruro ferroso.

Figura 4. Esquema montaje del experimento

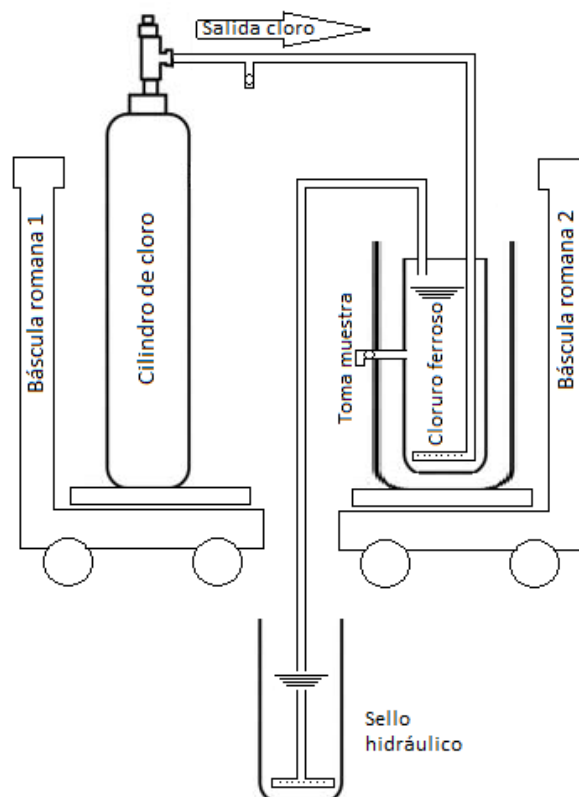


Figura 5: Sistema en construcción



Figura 6: Construcción del difusor



Figura 7: Adecuación del sistema



El reactor a trabajar es tipo semi-batch o semidescontinuo con agitación por burbujeo, donde el cloro gaseoso sale por el difusor distribuyéndose por todo el licor de decapado.

Luego de tener el sistema completamente instalado y ensamblado se procede a realizar la experimentación, tomando como valores iniciales el peso bruto del cilindro de cloro y peso tara del reactor con su respectiva chaqueta de enfriamiento como se puede observar en la Tabla 7.

Tabla 7. Pesos iniciales
Datos iniciales

Datos iniciales	Unidades	Valor
Peso bruto cilindro de cloro	Kg	123,4
Peso tara del reactor con su respectiva chaqueta de enfriamiento	Kg	36,8
Peso neto del hielo seco	Kg	37,8
Peso bruto del reactor cargado	Kg	80,2
Peso neto del licor de decapado	Kg	43,4

Como medio de enfriamiento se utilizó hielo seco, al ser la densidad del hielo seco superior a 1,5 Kg/dm³ y la densidad del hielo de agua igual a 0,95 Kg/dm³, resulta que, a igualdad de volumen de hielo utilizado, éste posee una capacidad refrigerante equivalente a un 170% respecto al hielo tradicional. Esto implica que en aquellas aplicaciones en las que el volumen ocupado por el hielo es un factor crítico, el hielo seco constituye la mejor elección²¹.

El arranque del sistema consiste en abrir la válvula del cilindro de cloro apenas en un cuarto (¼) de giro, esto con el fin de regular una velocidad de salida baja e ir controlando la reacción y mitigar pérdidas de cloro en el sistema.

3.2.2 Resultados. Se estableció intervalos de tiempo de 10 minutos para tomar muestras y analizarlas, recolectando volúmenes de 100 mililitros por cada muestreo. El parámetro de medición in situ fue la temperatura, y se iba registrando el peso del sistema. Los valores fueron registrados en la tabla 8.

Tabla 8. Mediciones in situ

Tiempo (min)	Peso bruto del reactor (Kg)	Peso neto del licor (Kg)	Peso bruto cilindro Cloro (Kg)	Temperatura (°C)
0	80,2	43,4	123,4	5
10	80,2	43,4	122,6	6
20	80,4	43,6	122,4	11
30	80,6	43,8	122,2	15
40	80,6	43,8	122,0	15
50	81,2	44,4	121,9	18
60	81,2	44,4	121,7	20
70	81,2	44,4	121,6	20
80	81,2	44,4	121,3	21
100	81,7	44,9	121,1	22
120	81,8	45,0	120,7	22
150	82,2	45,4	120,6	28

La reacción se llevó a cabo por un tiempo de 150 minutos, equivalentes a 2 horas y 30 minutos; donde se estuvo monitoreando los cambios de masa del licor, el cloro consumido y la temperatura.

Respecto al cloro suministrado, no todo reaccionó con el licor de decapado, el cloro excedente fue consumido por el sello hidráulico.

²¹ Disponible en: <http://www.hieloseco.es/caracteristicas-del-hielo-seco/>

Las muestras tomadas en cada intervalo de tiempo se colocaban en una nevera con hielo seco para reducir la temperatura y finalizar la reacción lo más rápido posible, para así caracterizarlas y observar el comportamiento del proceso.

La determinación de la composición de cada muestra se realizó con el mismo procedimiento descrito en el capítulo 2 de acuerdo a la NTC 3976²², donde se analiza los siguientes parámetros:

- Cloruro ferroso (%p/p FeCl₂)
- Cloruro férrico (%p/p FeCl₃)

Como parámetro complementario también se tuvo en cuenta el cambio de la densidad, pues este es un indicativo indirecto en el incremento en la concentración de cloruro férrico. Para realizar la medición de este parámetro se tenía que enfriar la muestra de cloruro férrico a una temperatura de 20 °C, haciendo uso del método por hidrometría.

En la tabla 9 se registra los resultados de laboratorio respecto a la caracterización de cada muestra obtenida.

Tabla 9. Caracterización del progreso de la reacción.

Tiempo (min)	Densidad (g/mL) a 20 °C	%p. FeCl ₂	Peso del FeCl ₂ (Kg)	%p. FeCl ₃	Peso del FeCl ₃ (Kg)
0	1,275	23,069	10,012	4,748	2,061
10	1,275	21,836	9,477	6,326	2,745
20	1,280	19,137	8,344	9,780	4,264
30	1,285	16,985	7,439	12,534	5,490
40	1,285	14,912	6,531	15,187	6,652
50	1,285	13,650	6,061	16,802	7,460
60	1,290	12,163	5,400	18,704	8,305
70	1,295	10,901	4,840	20,319	9,022
80	1,295	10,040	4,458	21,421	9,511

²² INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).*

Tabla 9. Continuación

Tiempo (min)	Densidad (g/mL) a 20 °C	%p. FeCl ₂	Peso del FeCl ₂ (Kg)	%p. FeCl ₃	Peso del FeCl ₃ (Kg)
100	1,295	8,283	3,719	23,670	10,628
120	1,300	6,208	2,794	26,325	11,846
150	1,305	4,009	1,820	29,139	13,229

Con base a los resultados obtenidos y registrados en la tabla 9 se observa que existe una relación muy estrecha entre la concentración del cloruro férrico y la densidad, a medida que dicha concentración aumenta la densidad también lo hace.

De los resultados obtenidos en las tablas 8 y 9 se puede extraer la siguiente información:

- Consumo de cloro neto: 2,80 Kilogramos
- Incremento masa del reactor: 2,0 Kilogramos
- Cloruro férrico producido: 13,229 Kilogramos

No todo el cloro reaccionó con el cloruro ferroso presente en el licor de decapado, esto se debe a efectos del incremento de la temperatura, dado que el gas pierde solubilidad en el medio y sale hacia el sello hidráulico.

3.2.3 Comparativo de los resultados experimentales vs teóricos. En la experimentación se evidencia diferencias en los resultados al momento de compararlos con los teóricos, siendo este caso la estequiometria (balance de materia).

Las cantidades másicas de reactivos consumidos y producto obtenido están en la tabla 10, dónde se compara los valores teóricos y experimentales tomando la base de cálculo de 43,4 kilogramos de licor de decapado.

Tabla 10. Comparativo entre los resultados teóricos y experimentales

Parámetro	Teórico	Experimental	%Error
FeCl ₂ inicial (Kg)		10,012	-
FeCl ₂ inicial (%p/p)		23,069	-
FeCl ₂ final (Kg)	0,000	1,820	100%
FeCl ₂ final (%p/p)	0,000	4,009	100%

Tabla 10. (Continuación)			
Parámetro	Teórico	Experimental	%Error
Cl ₂ consumido (Kg)	2,801	2,800	0,036%
FeCl ₃ inicial (Kg)		2,061	-
FeCl ₃ inicial (%p/p)		4,748	-
FeCl ₃ final (Kg)	14,866	13,229	11,012%
FeCl ₃ final (%p/p)	34,253	29,139	14,93%
Masa neta de licor inicial (Kg)		43,400	-
Masa neta de licor final (Kg)	43,400	45,400	4,61%

Con base en los resultados comparativos de la tabla 10 se observa que se requiere una masa mayor de cloro para consumir el cloruro ferroso completamente, este fenómeno se da por las siguientes razones:

- El contacto del cloro con el cloruro ferroso no era el más óptimo.
- El incremento en la temperatura reduce la solubilidad del cloro en el licor de decapado.
- Las características ácidas del licor no permitían una buena estabilidad del cloro en el mismo.

Otras consideraciones que no se tienen en cuenta al momento de hacer los cálculos teóricos son los cambios en la temperatura y cambios de masa, dado que el cloro inyectado incrementa la masa neta inicial de licor, mientras que la masa de hierro total se mantiene constante.

3.2.4 Pérdidas de cloro. La aplicación de cloro se hizo de acuerdo a un balance de materia teórico partiendo de la estequiometría, donde las cantidades de reactivos a utilizar y producto obtenido se relacionan en la tabla 9.

La estimación teórica planteaba un consumo total de 2,8 kilogramos de cloro para consumir 10,012 kilogramos de cloruro ferroso y obtener 14,866 kilogramos de cloruro férrico total; sin embargo, este balance no se cumplió del todo, ya que aplicando la cantidad de cloro mencionada se logró oxidar 8,192 kilogramos de cloruro ferroso, dejando un residual de 1,820 kilogramos del mismo.

Teóricamente el cloro necesario para consumir 8,912 kilogramos de cloruro ferroso se calcula nuevamente como se hizo en el subíndice 2.1.2, de la siguiente forma:

$$m_{Cl_2 \text{ reaccionante}} = \frac{1 \text{ Kg } Cl_2}{3,575 \text{ Kg } FeCl_2} * 8,912 \text{ Kg } FeCl_2$$

$$m_{Cl_2 \text{ reaccionante}} = 2,291 \text{ Kg } Cl_2$$

$$m_{Cl_2 \text{ sin reaccionar}} = (2,8 - 2,291) \text{ Kg } Cl_2$$

$$m_{Cl_2 \text{ sin reaccionar}} = 0,509 \text{ Kg } Cl_2$$

La masa de cloro que oxidó los 8,912 kilogramos de cloruro ferroso fue de 2,291 kilogramos. También se calculó la cantidad de cloro sin reaccionar, siendo este un valor de 0,509 kilogramos, un equivalente a un 22,19%.

En la tabla 11 se registra la cantidad de cloro sin reaccionar en el transcurso de la reacción, observando el porcentaje de pérdida.

Tabla 11. Pérdidas de cloro en el transcurso de la reacción

t (min)	Temp. (°C)	FeCl ₂ (Kg)	Cloro dosificado (Kg)	Cloro requerido (Kg)	Cloro no reaccionante (Kg)	% Pérd.
0	5	10,012	-	-	-	-
10	6	9,477	0,1	0,150	-0,050	-33,1%
20	11	8,344	0,5	0,467	0,033	7,15%
30	15	7,439	0,7	0,720	-0,020	-2,72%
40	15	6,531	1,0	0,974	0,026	2,72%
50	18	6,061	1,1	1,105	-0,005	-0,48%
60	20	5,400	1,3	1,290	0,010	0,78%
70	20	4,840	1,4	1,447	-0,047	-3,23%
80	21	4,458	1,6	1,554	0,046	2,99%
100	22	3,719	1,8	1,760	0,040	2,26%
120	22	2,794	2,0	2,019	-0,019	-1%
150	28	1,820	2,8	2,291	0,509	22,2%

Los valores negativos hacen referencia a que la cantidad de cloro consumido experimentalmente fue menor a la que se calcula de forma teórica, partiendo del contenido de cloruro ferroso oxidado en el intervalo de tiempo medido.

La masa de cloro que no reaccionó con el cloruro ferroso se consumió en el sello hidráulico, teniendo las siguientes características:

Sello hidráulico:

- Masa inicial licor de decapado: 15 Kilogramos
- Masa final licor de decapado: 15 Kilogramos
- %FeCl₂ inicial: 23,069 %p.
- %FeCl₂ final: 19,412 %p.
- Masa FeCl₂ inicial: 3,460 Kilogramos
- Masa FeCl₂ final: 2,912 Kilogramos
- Masa FeCl₂ consumida: 0,548 kilogramos

Fueron consumidos 0,548 kilogramos de cloruro ferroso en el sello hidráulico para obtener cloruro férrico. El objeto de este equipo es aprovechar el cloro en exceso que no reacciona con la masa de licor de decapado principal. De acuerdo a la estequiometría para consumir estos 0,548 kilogramos de cloruro ferroso se requieren 0,153 kilogramos de cloro.

El resto del cloro que no reaccionó en el reactor y en el sello hidráulico permaneció en el área libre del reactor y tubería, un excedente de 0,356 kilogramos. De los 0,509 kilogramos de cloro excedentes apenas un 30% se aprovechó en el sello hidráulico, el 70% restante no reaccionó.

3.3. CONSUMO DE REACTIVOS

En esta sección se hace el análisis del consumo de reactivos con base a los resultados experimentales, realizando el balance de materia a partir de la conversión, estableciendo el cloruro ferroso como el reactivo limitante y el cloro como el reactivo en exceso.

Como complemento del proceso también se incluye la etapa de enriquecimiento, que consiste en incrementar la concentración de cloruro férrico de la solución proveniente del reactor. Esto con el fin de obtener una concentración final del 40 al 45 %p. de cloruro férrico.

3.3.1 Conversión de la reacción es una variable adecuada para los cálculos de ingeniería que sustituye muchas veces a la concentración. La conversión de X_A de un reactivo "A", se define como la fracción de ese reactivo convertido en producto. Definición expresada por la siguiente ecuación²³:

$$X_A = \frac{N_{A0} - N_A}{N_{A0}}$$

²³ LEVENSPIEL Octave. *Ingeniería de las reacciones químicas. Capítulo 3. Interpretación de los datos obtenidos en un reactor discontinuo. Conversión fraccional.*

Dónde:

- X_A : Conversión del reactivo "A"
- N_{A0} : Moles del reactivo "A" en el tiempo cero o al inicio de la reacción.
- N_A : Moles del reactivo "A" en un momento determinado o al final de la reacción.

La conversión también se puede calcular a partir de la concentración, modificando la expresión anterior de la siguiente forma:

$$X_A = \frac{C_{A0} - C_A}{C_{A0}}$$

Dónde:

- X_A : Conversión del reactivo "A".
- C_{A0} : Concentración del reactivo "A" en el tiempo cero o al inicio de la reacción.
- C_A : Concentración del reactivo "A" en un momento determinado o al final de la reacción.

Para este caso tenemos que los reactivos son el cloro y el cloruro ferroso, donde se analiza la conversión del cloruro ferroso debido a que es el reactivo de interés que se desea consumir en la reacción.

En la tabla 12 se describe la conversión en cada intervalo de tiempo, donde esta se puede relacionar con la temperatura.

Tabla 12. Conversión del cloruro ferroso en el tiempo

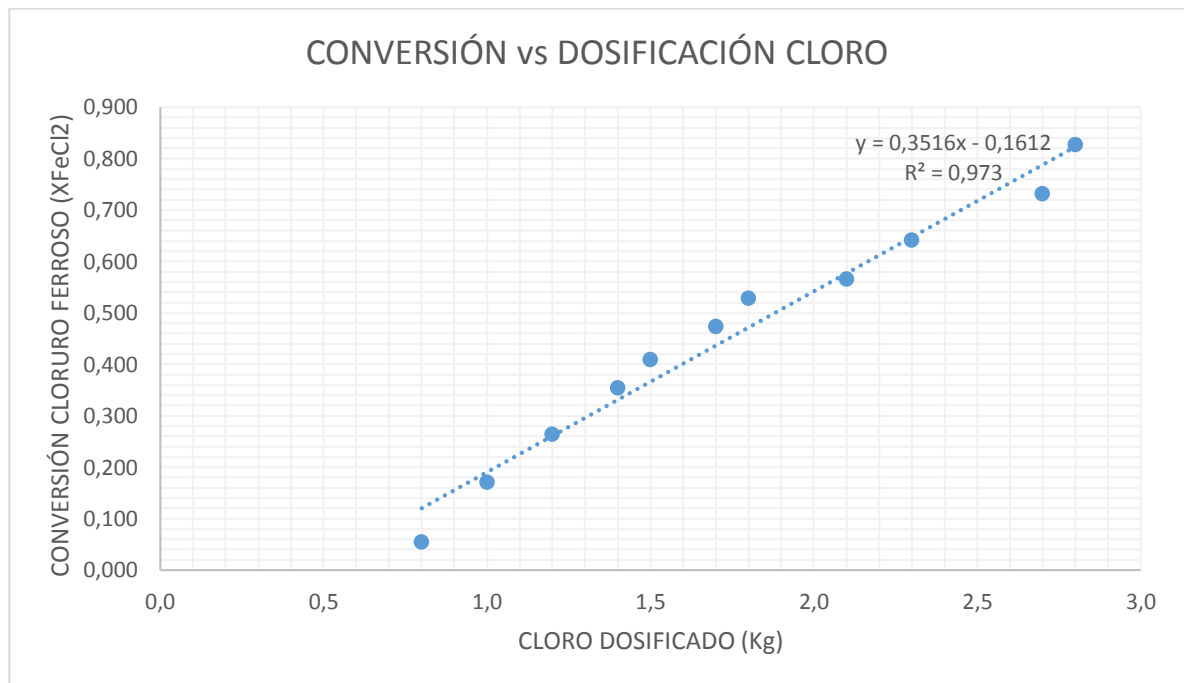
Tiempo (min)	%p. FeCl ₂	XFeCl ₂
0	23,069	0,000
10	21,836	0,053
20	19,137	0,170
30	16,985	0,264
40	14,912	0,354
50	13,65	0,408
60	12,163	0,473
70	10,901	0,527
80	10,04	0,565
100	8,283	0,641
120	6,208	0,731
150	4,009	0,826

Para determinar la conversión en cada intervalo de tiempo el valor de C_{A0} siempre fue constante, con un valor de 23,069 %p/p; mientras que el valor de C_A es la concentración de cloruro ferroso en cada intervalo.

Teóricamente basados en la estequiometría se requieren 2,8 kilogramos de cloro para oxidar 43,4 kilogramos de cloruro ferroso al 23,069 %p/p; suponiendo una conversión del 100% o equivalente a la unidad. En la experimentación, aplicando la cantidad de cloro calculada se llegó a una conversión máxima del 82,6%, o equivalente a 0,826.

Para el cálculo más aproximado de cloro necesario se relaciona la conversión con la dosificación de cloro, representado en la siguiente gráfica a partir de la tabla 12:

Gráfica 3. Conversión del cloruro ferroso



Con los diferentes puntos obtenidos y graficados se obtiene un modelo matemático por regresión lineal, donde se puede tener un estimativo del consumo de cloro requerido para llegar a la máxima conversión del cloruro ferroso y así obtener un cloruro férrico más concentrado. El modelo matemático es el siguiente:

$$Y = 0,3516X - 0,1612$$

Dónde:

- Y: Conversión del cloruro ferroso
- X: Cantidad de cloro dosificado

La conversión del cloruro ferroso esperada para cumplir con los valores estipulados en la norma técnica colombiana (NTC 3976²⁴) debe ser mínimo del 96,10%, obteniendo una concentración final del 0,9% p/p en cloruro ferroso (FeCl₂). Para haber logrado este valor de conversión se requeriría un gasto de cloro de 3,33 kilogramos.

Además del faltante de cloro, otro factor que afecta la conversión en la reacción es la temperatura, este parámetro afecta la solubilidad del cloro como se mencionó anteriormente.

El incremento en la temperatura está dado a que es una reacción exotérmica, con un valor de entalpía o calor de reacción de -57 Kcal.

3.3.2 Tiempo de reacción: los cambios de concentración en el tiempo basados en la experimentación están representados en la siguiente tabla:

Tabla 13. Cambio de las concentraciones de reactivos y producto en el tiempo.

Tiempo (min)	Valores experimentales		
	%p. FeCl ₂	%p. FeCl ₃	%p. Cl ₂
0	23,069	4,748	6,452
10	21,836	6,326	6,221
20	19,137	9,78	5,275
30	16,985	12,534	4,795
40	14,912	15,187	4,110
50	13,65	16,802	3,829
60	12,163	18,704	3,378

²⁴ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).*

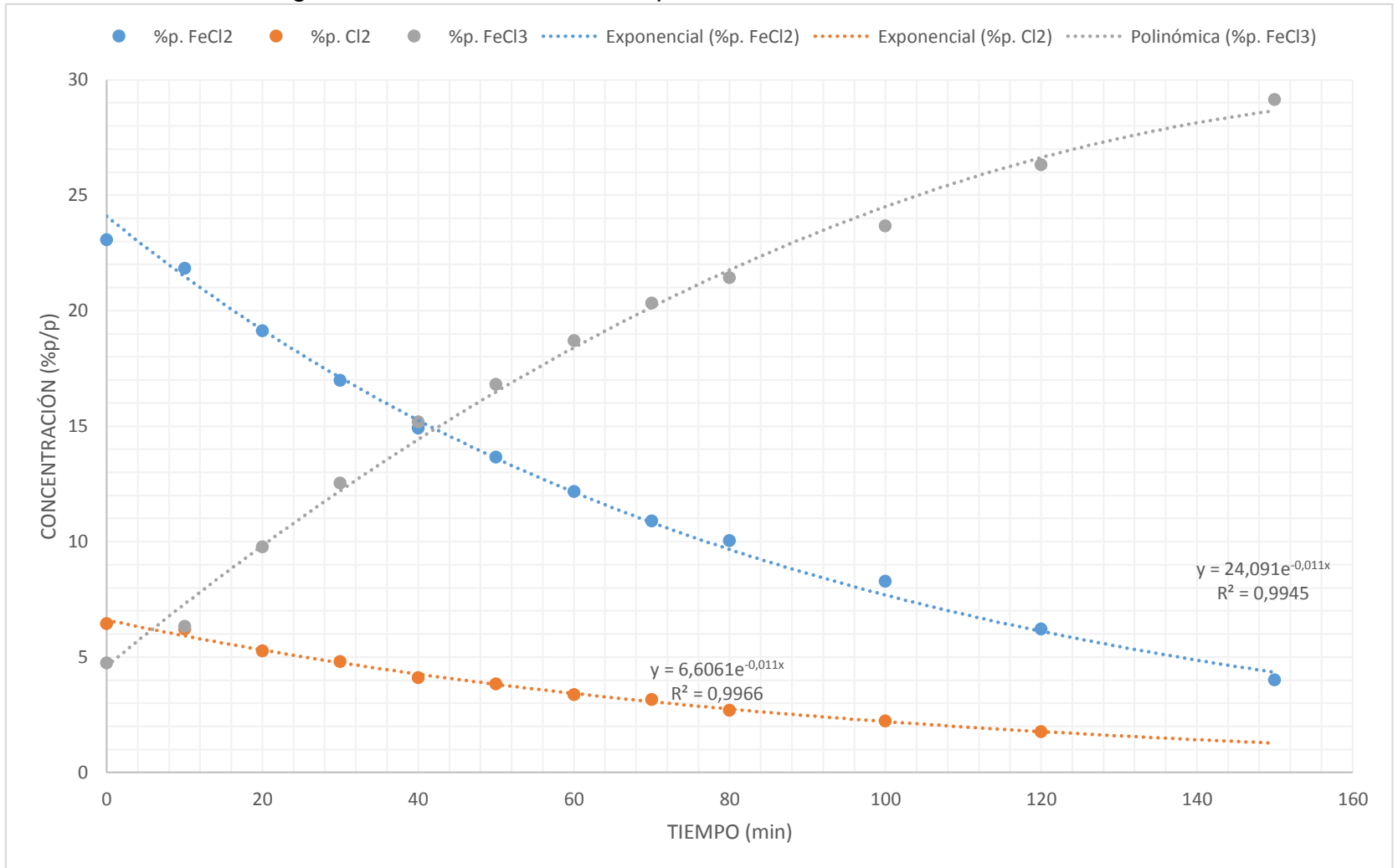
Tabla 13. (Continuación)

Tiempo (min)	Valores experimentales		
	%p. FeCl ₂	%p. FeCl ₃	%p. Cl ₂
70	10,901	20,319	3,153
80	10,04	21,421	2,703
100	8,283	23,67	2,227
120	6,208	26,325	1,778
150	4,009	29,139	

Para el cálculo de la concentración de cloro en la solución se tomaron los valores registrados en la tabla 11, invirtiéndolos como si al principio de la reacción se hubiera cargado el reactor con los 2,8 kilogramos de cloro, y que así mismo se fuese consumiendo en el transcurso del tiempo.

Partiendo de estas variaciones se hace una regresión, donde el modelo matemático resultante representa la cinética y el orden de reacción para los reactivos. El modelo obtenido parte de los puntos graficados en un plano cartesiano:

Gráfico 4. Progreso de la reacción en el tiempo.



Partiendo del gráfico 4 se sacan los modelos matemáticos que se ajustan a la dispersión de puntos, siendo estas, una regresión exponencial. Para los reactivos cloro y cloruro ferroso se tienen las siguientes expresiones:

- Cloro:

$$y = 6,6061e^{-0.011x}$$

Siendo:

- y : Concentración de cloro en el tiempo “ t ”
- x : Tiempo de reacción dado en minutos.
- $6,6061$: es la concentración en el tiempo cero “ t_0 ” de cloro dado en unidades de %p.
- $-0,011$: es la constante de velocidad con unidades de “ t^{-1} ”.

Reorganizando la expresión quedaría de la siguiente manera:

$$C_{Cl_2}(t) = 6,6061e^{-0.011t}$$

- Cloruro ferroso:

$$y = 24,091e^{-0.011x}$$

Siendo:

- y : Concentración de cloro en el tiempo “ t ”
- x : Tiempo de reacción dado en minutos.
- $24,091$: es la concentración en el tiempo cero “ t_0 ” de cloruro ferroso dado en unidades de %p.
- $-0,011$: es la constante de velocidad con unidades de “ t^{-1} ”.

Reorganizando la expresión quedaría de la siguiente manera:

$$C_{FeCl_2}(t) = 24,091e^{-0.011t}$$

El tiempo requerido para consumir el cloruro ferroso hasta llegar a una concentración máxima del 0,9% p. se determina con la expresión anterior, siendo este un valor aproximado de 300 minutos, equivalente a 5 horas.

Las expresiones de los cambios de concentración en el tiempo de los reactivos corresponden a orden uno para cada uno, dado que cumple la estructura descrita en el marco teórico, sección 1.4, ecuación N° 11 (Ec – 39).

La reacción global tiene un orden de reacción 2, cumpliendo con la siguiente estructura:

$$r = -K C_{FeCl_2} C_{Cl_2}$$

3.3.3 Enriquecimiento del cloruro férrico. La etapa de enriquecimiento consiste en la adición de una fuente de hierro para incrementar la concentración de cloruro férrico. En los procesos convencionales se utiliza la chatarra de hierro o hierro puro, liberando hidrógeno como consecuencia de la reducción total de cloruro férrico a cloruro ferroso, que, por ende, el consumo de cloro como agente oxidante se incrementa para llegar al producto final.

Para el presente proyecto la fuente de hierro utilizada para el enriquecimiento fue el de cloruro férrico anhidro, un producto en estado sólido que tiene la siguiente composición:

Tabla 14. Características del cloruro férrico en solución y anhidro.

PARÁMETRO	UNIDAD	LÍQUIDO 42%		SÓLIDO ANHIDRO		MÉTODO DE ANÁLISIS
		ESPECIFICACIÓN	VALOR TÍPICO	ESPECIFICACIÓN	VALOR TÍPICO	
Apariencia		Líquido	Líquido	Cristales	Cristales	Visual
Color		Café oscuro	Café oscuro	Verde oscuro	Verde oscuro	Visual
Cloruro férrico (FeCl ₃)	% p/p	40 - 45	42.5	Min 98	99.2	LJ – 006 - *
Cloruro ferroso (FeCl ₂)	% p/p	< 0.92	< 0.2	<0.3	<0.20	LJ – 006 - *
Acidez (HCl)	% p/p	< 1.0	< 0.3	<0.5	<0.1	LJ – 006 - *
Insolubles	% p/p	< 0.2	< 0.1	<0.5	0.15	LJ – 006 - *
Densidad (20 °C)	g / mL	1.418 - 1.485	1.45			Hidrometría

Nota: La especificación de cloruro ferroso es equivalente a < 2.5 % de hierro total, referenciado por la norma NTC 3976

Fuente: Quimpac S.A. Disponible en: <http://www.quimpac.com/index.php/cloruro-ferrico>

El cloruro férrico obtenido al final de la reacción tiene una concentración no mayor del 29,139 %p. (ver tabla 13), valor que se aleja bastante a lo contemplado en la normatividad. Si todo el cloruro ferroso se hubiera consumido en la reacción, la máxima concentración de cloruro férrico obtenido hubiera sido del 34,269 %p, valor que se aproxima más a la norma NTC 3976²⁵, sin embargo, no es suficiente para ser un producto comercial.

²⁵ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).*

Para llevar a cabo el enriquecimiento del cloruro férrico se hace un balance de masa basados en la concentración del mismo, aplicando el siguiente balance:

$$C_{FeCl_3 \text{ final}} = \frac{m_{FeCl_3(ac)} * C_{FeCl_3(ac)} + m_{FeCl_3(s)} * C_{FeCl_3(s)}}{\sum m_{FeCl_3}} \quad (\text{Ec} - 47)$$

Donde:

- $C_{FeCl_3 \text{ final}}$: Concentración de cloruro férrico deseada al final, debe estar en el intervalo estipulado en la norma.
- $m_{FeCl_3(ac)}$: Masa de la solución de cloruro férrico obtenido.
- $C_{FeCl_3(ac)}$: Concentración de cloruro férrico obtenido.
- $m_{FeCl_3(s)}$: Masa de cloruro férrico anhidro.
- $C_{FeCl_3(s)}$: Concentración de cloruro férrico anhidro.).
- $\sum m_{FeCl_3}$: Masa total de la solución.

Los valores de las concentraciones están dados en porcentajes peso (%p $FeCl_3$).

A partir del modelo anterior se puede calcular la cantidad de cloruro férrico anhidro a adicionar. En la tabla 15 se muestran las relaciones, tomando como base de cálculo 100 g de solución final a una concentración deseada del 42 %p.

Tabla 15. Enriquecimiento de cloruro férrico

%p. $FeCl_{3(ac)}$	Masa $FeCl_{3(ac)}$ (g)	Masa $FeCl_{3(s)}$ (g)
5,000%	60,722	39,278
10,000%	64,126	35,874
15,000%	67,933	32,067
20,000%	72,222	27,778
25,000%	77,089	22,911
29,139%	81,643	18,357
30,000%	82,659	17,341
34,269%	88,094	11,906
35,000%	89,097	10,903
40,000%	96,622	3,378

Para el caso de la experimentación, la concentración final de cloruro férrico fue del 29,139 %p, es decir, que para una solución final a una concentración del 42 %p. y una masa de 100 gramos, se requieren 18,357 gramos de cloruro férrico anhidro.

De esta manera el producto final tiene las siguientes características:

Tabla 16. Caracterización final del cloruro férrico

Parámetro analizado	Unidades	Valor	Valor permitido
Cloruro ferroso	% p. FeCl ₂	3,207	<0,92
Hierro (II)	%p. Fe ⁺²	1,411	<0,40
Cloruro férrico	% p. FeCl ₃	42,030	40 – 45
Hierro (III)	%p. Fe ⁺³	14,458	13,75 – 15,47
Acidez	% p. HCl	1,346	<1,0
Densidad	g/cm ³	1,450	1,418 – 1,485
Grados Baumé	°Be	45	43,70 – 46,80

Con base a los resultados registrados en la tabla 16 se tiene que el cloruro ferroso está a una concentración por encima a los que contempla la normatividad, esto se debe a que la cantidad de cloro suministrado no oxidó todo el cloruro ferroso por factores de temperatura y presión, sin embargo, partiendo de los datos experimentales se puede hacer las respectivas correcciones y hacer los estimativos de los consumos reales para oxidar todo el cloruro ferroso y que así el producto final esté dentro de los parámetros contemplados por la NTC 3976²⁶.

3.3.4 Consumos reales. Para la obtención de cloruro férrico a partir de los 43,4 Kg de licor de decapado se requieren de las siguientes cantidades másicas de reactivos:

Tabla 17. Consumos reales de reactivos.

Componente	Unidad	Valor
Cloruro ferroso	Kg	10,01
Cloruro férrico	Kg	2,06
Cloro requerido	Kg	3,33
Cloruro férrico anhidro	Kg	9,76
Masa final de producto	Kg	55,16

Donde:

- Los 10,01 Kg de cloruro ferroso y los 2,06 Kg de cloruro férrico son los que están contenidos en el licor de decapado.
- El cloro requerido fue determinado mediante el cálculo de la conversión de cloruro ferroso a la que se debía llegar.

²⁶ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).*

- Los 9,76 Kg de cloruro férrico anhidro fueron calculados a partir del balance de masa del cloruro férrico.
- La masa final contempla el licor al final de la reacción (45,4 Kg), el cloruro férrico anhidro adicionado (9,76 Kg).

3.4. OPERACIÓN DEL REACTOR

Las condiciones de operación que se llevaron a cabo fue el monitoreo de la temperatura y control de la velocidad de flujo de cloro, manteniendo una masa constante de licor de decapado en un reactor semidescontinuo o semi-batch.

El sistema refrigerante mitigaba las pérdidas de cloro debido a la exotermia de la reacción, puesto que el cloro no es estable en una solución si la temperatura de ésta supera los 30 °C.

El flujo másico de cloro en el reactor es de 18,667 gramos por minuto (g/min), equivalente a 1,120 kilogramos por hora (Kg/h) por un tiempo de operación de 150 minutos.

La masa de licor de decapado se mantuvo constante en 43,4 kilogramos, a esta masa se le suma el cloro que se le aplica para llevar a cabo la reacción.

El proceso se realizó a presión atmosférica, no se hace medición de esta variable.

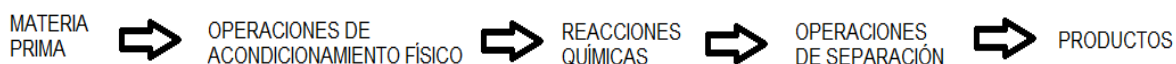
Tabla 18. Operación del reactor

Parámetro	Unidades	Valor
Masa licor	Kg	43,500
Masa cloruro ferroso	Kg FeCl ₂	10,012
Masa cloruro férrico anhidro	Kg FeCl ₃	5,932
Inyección cloro	Kg/h	1,120
Concentración cloro como reactivo	%p/p Cl ₂	99,900
Tiempo operación	min	150
Temperatura operación	°C	5 – 28
Presión operación	mmHg	560

4. PROPUESTA DE UN PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE CLORURO FÉRRICO

El proceso a proponer para la producción de cloruro férrico a partir del licor de decapado se establece partiendo de los resultados obtenidos en las pruebas de laboratorio y/o experimentos específicos. La propuesta del proceso está conformada por la siguiente estructura:

1. Materias primas.
2. Operaciones físicas de acondicionamiento.
3. Reacciones químicas.
4. Operaciones de separación.
5. Productos²⁷.



No todos los procesos químicos incluyen todas las operaciones unitarias, pues esto depende del objeto principal que es el producto a obtener y de los estudios realizados en la experimentación.

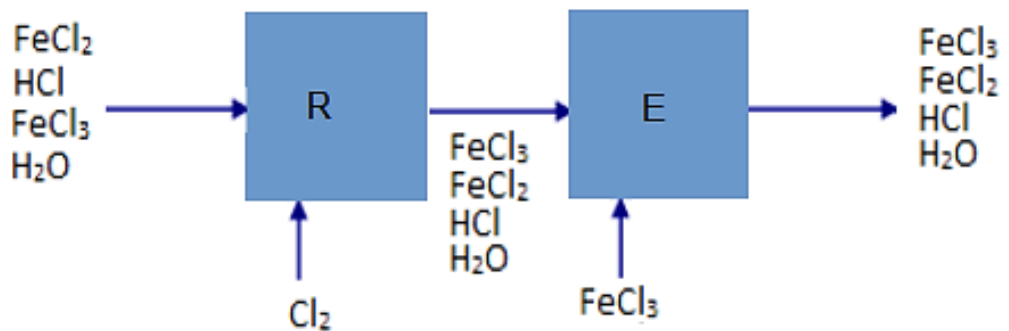
4.1. PROCESO PROPUESTO

Basados en los resultados obtenidos en el capítulo 3 en la experimentación se establece una opción del proceso químico que se ajustaría a la producción de cloruro férrico grado comercial a partir de los licores de decapado.

El volumen de control estimado para este proceso es de cuarenta (40) toneladas de licor de decapado al mes, siendo este un equivalente de 31.373 litros.

²⁷ Disponible en: <https://es.slideshare.net/acazro/operaciones-unitarias-30783593>

Figura 8. Proceso propuesto para la obtención de cloruro férrico



El proceso tiene la siguiente conformación general:

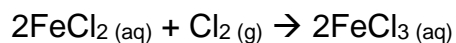
- Cloración: El proceso de cloración tiene lugar en el reactor “R” (*Ver Figura 5*), donde el cloro gas tiene contacto con los baños de decapado de ácido clorhídrico con alto contenido en cloruro ferroso (23,069 %p.).

En esta etapa se obtuvo cloruro férrico a una concentración del 29,139 %p y un consumo de cloro de 2,8 kilogramos.

- Enriquecimiento: El cloruro férrico proveniente del reactor “R” es enriquecido con cloruro férrico anhidro, una sal que tiene una concentración mínima del 98 %p.

4.1.1 Balance de materia: Emcocables S.A. genera 40 toneladas de licor de decapado al mes, donde sí se asume una concentración de cloruro ferroso del 23 %p sería el equivalente a 9,2 toneladas/mes de cloruro ferroso puro, de igual forma también contiene cloruro férrico a una concentración del 4,748 %p., equivalentes a 1,9 toneladas/mes de cloruro férrico puro. La conversión del cloruro ferroso debe ser del 96,1% para cumplir con los estándares de calidad contemplados en la NTC 3976. El cloro utilizado como agente oxidante tiene una concentración del 99,8 %p y el cloruro férrico anhidro como material para enriquecer tiene una concentración del 99,2 %p.

La reacción contemplada es la siguiente:



Los pesos moleculares son:

- Cloruro ferroso (FeCl_2): 126,751 Kg/Kmol
- Cloruro férrico (FeCl_3): 162,204 Kg/Kmol
- Cloro (Cl_2): 70,906 Kg/Kmol

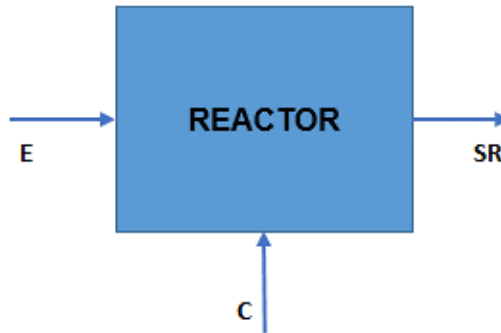
El proceso propuesto contempla dos etapas, una primera etapa que es la reacción y una segunda etapa que es el enriquecimiento.

La etapa de enriquecimiento depende de la concentración de cloruro férrico obtenido a la salida del reactor.

➤ Balance en el reactor

Con base a la información recolectada se tiene el siguiente esquema:

Figura 9. Corrientes de flujo en el reactor



La ecuación general para el balance de materia en el reactor está definida por la siguiente expresión:

$$SR = E + C \quad (\text{Ec} - 48)$$

Donde:

- E: Corriente de entrada del licor de decapado (Kg/mes)
- C: Corriente de entrada de cloro gaseoso (Kg/mes)
- SR: Corriente de salida del reactor (Kg/mes)

En cuanto a la cantidad de cloruro férrico producido en la reacción se hace uso de la siguiente ecuación:

$$SR_{FeCl_3} = E_{FeCl_3} + E_{FeCl_2} * \frac{PM_{FeCl_3}}{PM_{FeCl_2}} * X \quad (Ec - 49)$$

Donde:

- SR_{FeCl_3} : Flujo másico de cloruro férrico total en la corriente SR (Kg/mes).
- E_{FeCl_3} : Flujo másico de cloruro férrico a la entrada
- E_{FeCl_2} : Flujo másico de cloruro ferroso a la entrada (Kg/mes).
- X : Conversión de la reacción.
- $\frac{PM_{FeCl_3}}{PM_{FeCl_2}}$: Relaciones de pesos molares del cloruro férrico y cloruro ferroso (Kg/Kmol)

El consumo de cloro se determina con la diferencia de flujos másicos de las corrientes "E" y "SR":

$$C = SR - E \quad (Ec - 50)$$

Tabla 19. Balance de materia en el reactor

Corriente	Flujo (Kg/Mes)	Componente	Fracción	Flujo (Kg/Mes)	P.M. (Kg/Kmol)	
E	40.000,00	Cloruro ferroso	0,230690	9.227,60	126,751	
		Cloruro férrico	0,047480	1.899,20	162,204	
		Ácido clorhídrico	0,035600	1.424,00		
		Material insoluble	0,000900	36,00		
		CONVERSIÓN				
		Mercurio	0,000023	0,92		
		Cromo	0,001852	74,08		
		Plomo	0,000056	2,24		
		Agua	0,683399	27.335,96		
		Total	1	40.000,00		
C	2.480,35	Cloro	0,998	2.475,39	70,906	
SR	42.480,35	Cloruro ferroso	0,008472	359,88		
		Cloruro férrico	0,311845	13.247,28		
		Ácido clorhídrico	0,033521	1.424,00		
		Material insoluble	0,000847	36,00		
		Mercurio	0,000022	0,92		
		Cromo	0,001744	74,08		
		Plomo	0,000053	2,24		
		Agua	0,643497	27.335,96		
		Total	1	42.480,35		

Para procesar las 40 toneladas de licor de decapado se requiere un consumo de 2.480 kilogramos de cloro gaseoso, teniendo una conversión del 96,1%, determinando que:

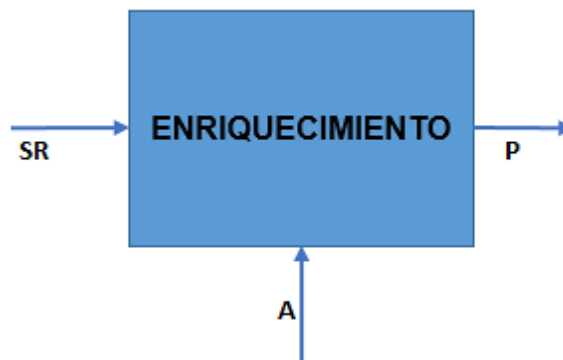
- Se oxidarían 8.867,72 kilogramos/mes de los 9.227,6 kilogramos/mes de cloruro ferroso puro que ingresan al reactor.
- La producción de cloruro férrico puro es de 13.247,28 kilogramos/mes, siendo el equivalente del 31,185 %p en la solución.

➤ Enriquecimiento

En esta etapa se adiciona el cloruro férrico anhidro, haciendo uso del balance de hierro (Ec – 47) planteado en el capítulo anterior.

Para el balance general se hace uso del siguiente esquema:

Figura 10. Corrientes de flujo en la etapa de enriquecimiento



La ecuación general para el balance de materia en esta definida por la siguiente expresión:

$$P = SR + A \text{ (Ec – 51)}$$

Donde:

- P: Corriente de salida del producto (Kg/mes)
- SR: Corriente de entrada proveniente del reactor (Kg/mes)
- A: Corriente de entrada de cloruro férrico anhidro (Kg/mes)

En cuanto a la cantidad de cloruro férrico anhidro a adicionar a la solución de cloruro férrico proveniente del reactor se hace uso de la siguiente ecuación:

$$C_{FeCl_3} = \frac{SR_{FeCl_3} + A_{FeCl_3}}{P} \text{ (Ec - 52)}$$

Donde:

- C_{FeCl_3} : Concentración de cloruro férrico deseada al final, siendo este un valor promedio del 42 %p.
- SR_{FeCl_3} : Flujo másico de cloruro férrico proveniente del reactor (Kg/mes).
- A_{FeCl_3} : Flujo másico de cloruro férrico anhidro (Kg/mes).
- P : Corriente total de salida (Kg/mes).

Realizando el despeje " A_{FeCl_3} " de la ecuación Ec – 52 se puede determinar la cantidad de cloruro férrico anhidro a adicionar:

$$P * C_{FeCl_3} - SR_{FeCl_3} = A_{FeCl_3} \text{ (Ec - 53)}$$

Como la corriente "P" depende de la variación de la corriente "A" entonces se da un valor inicial a la corriente "P", se puede iniciar con el valor de la corriente "SR".

Una vez calculado el valor de " A_{FeCl_3} " se reemplaza en la ecuación Ec – 52, y la corriente "P" toma un nuevo valor, siendo " P' ":

$$P' = P + A_{FeCl_3}$$

Modificando la ecuación Ec – 52 tendríamos:

$$C_{FeCl_3} = \frac{SR_{FeCl_3} + A_{FeCl_3}}{P'} \text{ (Ec - 54)}$$

Si el valor de " C_{FeCl_3} " se ajusta en el rango entre 40 – 45 %p. de cloruro férrico en solución, ya se ha determinado la cantidad de cloruro férrico anhidro a adicionar. Si aún no se ha ajustado se debe seguir con la iteración.

Una vez realizada la iteración se tiene el balance de masa para la etapa de enriquecimiento, valores registrados en la siguiente tabla:

Tabla 20. Balance de materia en la etapa de enriquecimiento

Corriente	Flujo (Kg/Mes)	Componente	Fracción	Flujo (Kg/Mes)
A	8.016,23	Cloruro férrico anhidro	0,992	7.952,10
		Cloruro ferroso	0,007127	359,88
		Cloruro férrico	0,419818	21.199,38
		Ácido clorhídrico	0,028200	1.424,00
		Material insoluble	0,000713	36,00
P	50.496,59	Mercurio	0,000018	0,92
		Cromo	0,001467	74,08
		Plomo	0,000044	2,24
		Agua	0,542613	27.335,96
		Total	1	50.432,46

Para llegar a una concentración del 42 %p. de cloruro férrico en la solución es necesario adicionar 8.016,23 kilogramos/mes de cloruro férrico anhidro, dando así una masa final de 50.496,59 kilogramos/mes de cloruro férrico en solución.

4.1.2 Descripción del proceso. Luego de haber establecido una descripción general de cómo debería ser el proceso y el respectivo balance de materia, a continuación, se hace un desglose más detallado, partiendo desde el punto de recepción de la materia hasta el punto de almacenamiento del producto.

- Recepción: esta es la primera etapa del proceso, aquí se contempla la recepción de la materia prima requerida para obtener el cloruro férrico.
 - a. Licor de decapado: es el reactivo con mayor contenido en cloruro ferroso disponible para ser oxidado. Emcocables genera un promedio de cuarenta (40) toneladas al mes, que basados en la caracterización realizada en el capítulo 2, equivale a unas 9,2276 toneladas de cloruro ferroso puro. Para su transporte y al tratarse de un residuo peligroso por ser una sustancia corrosiva, para su transporte y manipulación es necesario contar con el permiso de la Autoridad Nacional de Licencias Ambientales (ANLA).

La recepción de esta materia prima se realizará en dos tanques de veinte metros cúbicos (20 m³) cada uno, donde a estos llegarán dos carros tanques de 20 toneladas cada uno y mediante trasiego por bombeo se dará inicio al llenado.

Los licores que llegan son caracterizados, analizando los parámetros de interés como lo son:

- Cloruro ferroso (%FeCl₂).
- Cloruro férrico (%FeCl₃).
- Acidez (%HCl).
- Densidad (g/mL).

Tabla 21. Dimensiones tanques de recepción

Descripción	unidad	Valor
Volumen total	m ³	20
Volumen aprovechable (80%)	m ³	16
Masa a contener ($\rho= 1.275 \text{ Kg/m}^3$)	Kg	20.400
Diámetro	m	2,257
Altura	m	5
Área superficial	m ²	4

- b. Cloro gaseoso: este es el agente oxidante, el que genera el cambio en el estado de oxidación del hierro (II) al hierro (III), convirtiendo el cloruro ferroso contenido en los licores de decapado a una solución de cloruro férrico.

Esta materia prima viene en contenedores por 900 y 1.000 kilogramos peso neto de cloro gaseoso. Son transportados en camiones especiales y su descargue puede ser con montacargas y/o polipasto con su diferencial.

Estos contenedores descansarán sobre unos soportes o rodillos trunions cada uno, dónde el contenedor que se encuentre en uso descansará sobre una báscula.

- c. Cloruro férrico anhidro: esta materia prima no se considera como un reactivo químico, debido que en el proceso solo se utilizará para concentrar la solución de cloruro férrico, producto salida del reactor.

Este producto viene empacado en bultos por 25 kilogramos, estos pueden ser transportados en camiones con carrocerías de estacas o furgones. Este producto debe ser almacenado en un lugar seco, fresco y debidamente estibado.

El consumo estimado es de 8.000 kilogramos/mes, siendo estos equivalentes a 320 bultos por 25 kilos cada uno. Estos bultos reposarán sobre estibas plásticas, donde cada estiba almacenará 100 bultos.

- Igualación: esta etapa consiste básicamente en homogenizar el licor de decapado en un tanque de igualación, donde la mezcla se da por el trasiego de los dos tanques de 20 m³ a un tanque de igualación de 10 m³.

El objeto de este tanque de igualación es mantener constante las concentraciones de cloruro ferroso a oxidar, teniendo así un control en la operación del reactor en cuanto al consumo de cloro, tiempo de reacción y temperatura.

Tabla 22. Dimensiones tanque de igualación

Descripción	unidad	Valor
Volumen total	m ³	10
Volumen aprovechable (80%)	m ³	8
Masa a contener ($\rho = 1.275$ Kg/m ³)	Kg	10.200
Diámetro	m	2,06
Altura	m	3
Área superficial	m ²	3,332

- Reacción: aquí ocurre la transformación química del cloruro ferroso contenido en los licores de decapado a una solución de cloruro férrico. La reacción está dada entre el cloro gaseoso y el cloruro ferroso (reacciones estudiadas en el capítulo 3) en un reactor tipo semi-batch o semidescontinuo.

En este proceso unitario se tiene el control de la cinética, dada por el cambio de la concentración de cloruro ferroso en el transcurso del tiempo, donde la reacción química que se da es una reacción directa irreversible y exotérmica (análisis realizado en el marco teórico).

Los parámetros a monitorear para llevar a cabo esta operación son:

- Cambios de temperatura.
- Cambios en la concentración de cloruro ferroso en el tiempo.
- Rata de flujo de cloro gaseoso.
- Densidad y grados Baumé.

Esta reacción se lleva a cabo en dos reactores (R.1. – R.2.) semidescontinuos o semi-batches en paralelo de dos metros cúbicos (2 m³), donde se carga inicialmente con un volumen de licor de decapado proveniente del tanque de igualación T.K.3., mediante un trasiego por bombeo. El cloro se va adicionando lentamente, esto con el fin de mitigar pérdidas del mismo e incrementos de temperatura que superen los 30 °C que puedan desestabilizar la solubilidad del cloro en el medio.

De igual forma los reactores estarán equipados con un sello hidráulico (S.H.1.) donde éste estará cargado con una cantidad pequeña de licor de decapado. El objetivo de este sello hidráulico es consumir el cloro no reaccionante en los reactores.

Tabla 23. Dimensiones reactores

Descripción	unidad	Valor
Volumen total tanque de contención	m ³	2
Volumen aprovechable (80%)	m ³	1,6
Masa a contener ($\rho = 1.275 - 1.310 \text{ Kg/m}^3$)	Kg	2.040 – 2.100
Diámetro	m	1
Altura tanque de contención	m	2,546
Descripción	unidad	Valor
Altura absorbedor	m	2
Altura total	m	4,546
Área superficial	m ²	0,785

Al considerarse una reacción heterogénea gas – líquido se debe operar el reactor de acuerdo a la solubilidad del cloro, esto con el fin de reducir al mínimo las pérdidas del gas y así mismo mejorar la conversión del cloruro ferroso:

Tabla 24. Condiciones de operación.

Condición	Unidad	Valor
Temperatura	°C	27
Presión	Atm	2,72
Concentración cloruro ferroso	%p.	$\geq 23,069$

- Mezclado: el cloruro férrico obtenido en la reacción química sale con una concentración inferior a la contemplada en la norma técnica colombiana (NTC 3976²⁸), y para dar cumplimiento a dicha normatividad se hace necesario incrementar su concentración.

Esta etapa se realiza en un tanque de acondicionamiento (A.S.1.) de dos metros cúbicos (2 m³) con agitación, donde el cloruro férrico saliente de los reactores es enriquecido con cloruro férrico anhidro. Las cantidades a adicionar dependen de la concentración de cloruro férrico proveniente de los reactores.

²⁸ INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. *Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996. 2h.: il. (NTC 3976).*

Tabla 25. Dimensiones tanque de enriquecimiento

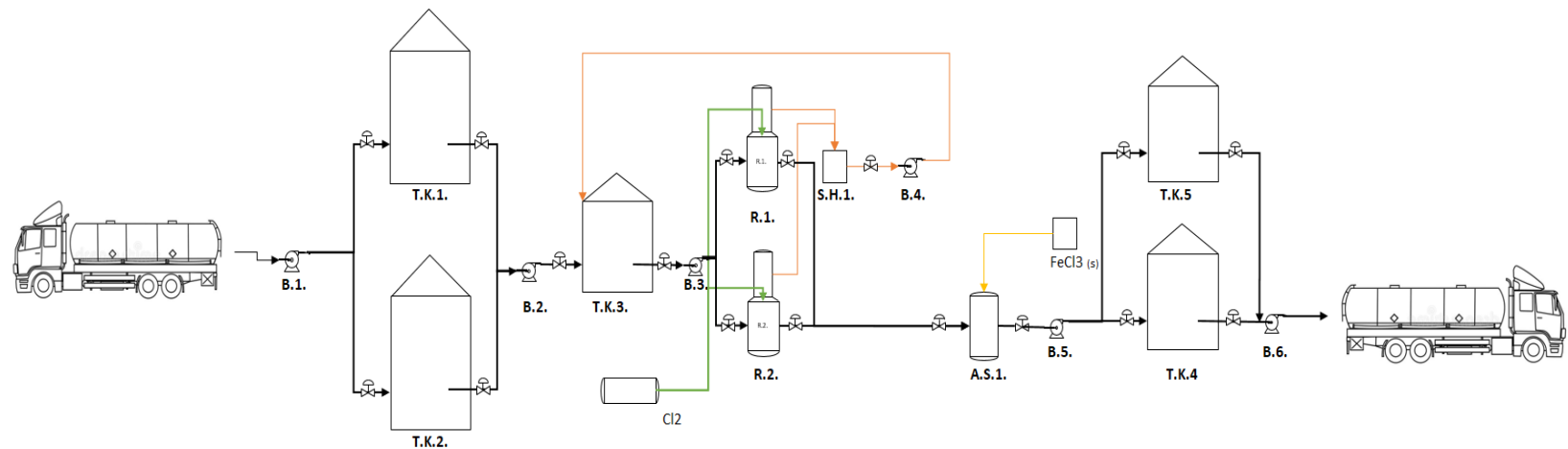
Descripción	unidad	Valor
Volumen total	m ³	2
Volumen aprovechable (80%)	m ³	1,6
Masa a contener ($\rho= 1.400 - 1.450 \text{ Kg/m}^3$)	Kg	2.240 – 2.320
Diámetro	m	1
Altura	m	2,546
Área superficial	m ²	0,785

- Producto: esta es la última etapa del proceso, aquí el producto final es almacenado en dos tanques denominados tanques de almacenamiento (T.K.4 – T.K.5) con una capacidad de diez metros cúbicos cada uno (20 m³). El producto cumple con las especificaciones técnicas contempladas en la normatividad y listo para ser cargado y entregado al cliente.

Tabla 26. Dimensiones tanques de almacenamiento

Descripción	unidad	Valor
Volumen total	m ³	20
Volumen aprovechable (80%)	m ³	16
Masa a contener ($\rho= 1.400 - 1.450 \text{ Kg/m}^3$)	Kg	22.400 – 23.200
Diámetro	m	2,257
Altura	m	5
Área superficial	m ²	4

Figura 11. Proceso para la producción de cloruro férrico a partir de los licores de decapado.



Capacidad de recepción: 40 toneladas/mes

- Cloruro ferroso puro: 9.227,60 Kg/mes
- Cloruro férrico puro: 1.899,2 Kg/mes

Reactor:

- Cloro requerido: 2.480,35 Kg/mes
- Cloruro férrico puro producido: 13.247,28 Kg/mes
- Cloruro ferroso puro sin reaccionar: 359,88 Kg/mes

Enriquecimiento:

- Cloruro férrico anhidro requerido: 8.016,23 Kg/mes
- Cloruro férrico puro total: 21.199,38 Kg/mes
- Cloruro férrico producido en solución al 42 %p.: 50.496,59 Kg/mes.

Tabla 27. Convenciones de equipos

Convención	Descripción	Convención	Descripción
B.1.	Bomba centrífuga para la recepción del licor de decapado. Recepción y trasiego para los tanques de recepción.	T.K.3.	Tanque de igualación.
B.2.	Bomba centrífuga para el trasiego del licor de decapado al tanque de igualación.	T.K.4.	Tanque de almacenamiento para el cloruro férrico.
B.3.	Bomba centrífuga para el trasiego del licor de decapado del tanque de igualación a los reactores.	T.K.5.	Tanque de almacenamiento para el cloruro férrico.
B.4.	Bomba centrífuga para la recirculación del cloruro férrico producido en el sello hidráulico al tanque de igualación.	R.1.	Reactor
B.5.	Bomba centrífuga para el trasiego del cloruro férrico del tanque de acondicionamiento secundario a los tanques de almacenamiento.	R.2.	Reactor
B.6.	Bomba centrífuga para el cargue del cloruro férrico al carro tanque.	S.H.1.	Sello hidráulico
T.K.1.	Tanque de recepción del licor de decapado.	A.S.1.	Tanque de mezcla.
T.K.2.	Tanque de recepción del licor de decapado.		

El proceso se constituye por los siguientes equipos:

- 4 tanques de 20 m³ en fibra de vidrio con resistencia a la corrosión (tanques de recepción y almacenamiento).
- 1 tanque de 10 m³ en fibra de vidrio con resistencia a la corrosión (tanque de igualación).
- 3 tanques de 2 m³ en fibra de vidrio con resistencia a la corrosión (reactores y acondicionamiento secundario).
- 6 bombas centrifugas de un caballo de potencia (1 HP) con sello en vitón.

El sistema se interconecta con tubería en cloruro de polivinilo (PVC), un material de bajo costo y muy alta resistencia química, compatible e inerte con sustancias a base de cloro.

Los tanques y reactores estarán contruidos en fibra de vidrio tipo E-CR, material diseñado para el uso en ambientes ácidos/corrosivos. Este material debe cumplir con la normatividad internacional ISO 2078 y designación ASTM²⁹.

4.2. COMPARATIVO DE LOS PROCESOS

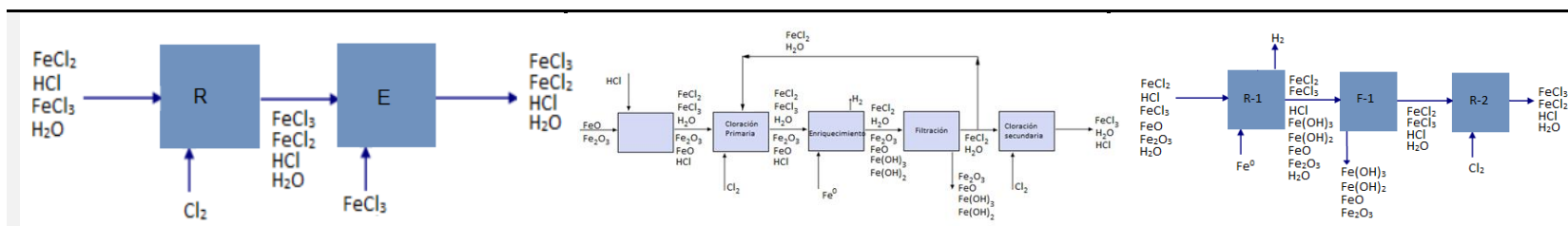
La propuesta presentada en el presente proyecto tiene modificaciones en cuanto al proceso para la producción de cloruro férrico a partir de los licores de decapado, donde se presentan ventajas frente a los procesos convencionales:

²⁹ Disponible en: <http://www.owenscorning.com.br/pdf/guia-corrosao-es.pdf>

Tabla 28. Comparativo de procesos
Proceso Propuesto

Occidental Chemical Chile Ltda.

Acideka S.A.



No hay generación de material insoluble y/o lodos, por ende no se requiere una operación de filtración.

El producto final se obtiene en dos pasos:

- Cloración
- Enriquecimiento

La etapa de enriquecimiento se realiza con la adición de cloruro férrico anhidro, producto 100% soluble.

No hay generación de hidrógeno

En la etapa de enriquecimiento hay generación de lodos, por ende se requiere la operación de filtración.

El producto final se obtiene en cinco pasos:

- Neutralización
- Cloración primaria
- Enriquecimiento
- Filtración
- Cloración secundaria

La etapa de enriquecimiento se realiza con adición de hierro puro, en donde no se solubiliza por completo y hay generación de hidrógeno.

Hay generación de hidrógeno. Un gas altamente explosivo, con un rango de explosividad de 4,2% a 70%³⁰

El producto final se obtiene en tres pasos:

- Enriquecimiento
- Filtración
- Cloración

³⁰ INGURU, Consultores S.A. Proyecto de ampliación de las instalaciones de producción de cloruro férrico de Acideka S.A.

5. COSTOS DEL CLORURO FÉRRICO

Partiendo del balance de materia y el estimativo de los equipos a utilizar se puede llegar a un costo aproximado del producto. En este aspecto no se tiene en cuenta gastos energéticos, gastos operativos (personal) y logísticos debido a que se parte de resultados experimentales; solo se contempla el gasto de insumos y reactivos químicos involucrados directamente en el proceso e inversión aproximada en los equipos a utilizar.

5.1. COSTOS OPERACIONALES U OPEX

Los costos OPEX están relacionados con el presupuesto para el mantenimiento y operación de un proceso. Este presupuesto es usado por los departamentos de operaciones para cubrir desembolsos requeridos para apoyar las actividades inmediatas, tales como salarios, materiales, pago de rentas y alquiler de equipos³¹.

5.1.1. Costos de transporte. El costo del flete para transportar el licor de decapado desde Zipaquirá Cundinamarca (ubicación de Emcocables) hasta Mosquera (ubicación de Procol Ltda) en un carro tanque de veinte (20) toneladas de capacidad es de \$1'300.000.

El costo de la logística por kilo de licor de decapado se calcula de la siguiente forma:

$$\frac{\$}{Kg_{licor}} = \frac{\$ flete}{Kg_{licor}}$$

$$\frac{\$}{Kg_{licor}} = \frac{\$1'300.000}{20.000 Kg_{licor}}$$

$$\frac{\$}{Kg_{licor}} = 65$$

El costo del licor de decapado por efecto del flete es de \$65/Kg.

³¹ VILLOTA Elizabeth. *Planeamiento del capital y presupuesto. Tipos de presupuestos.*

5.1.2. Costos de producción a partir de la materia prima. Los costos de la materia prima para el proceso son los siguientes:

- Licor de decapado: No tiene costo comercial.
- Cloro gaseoso: \$3.690/Kg. + I.V.A. (19%) para contenedor por 900 kilogramos. Precio para un consumo mínimo de 5 contenedores por pedido.
- Cloruro férrico anhidro: \$1.600/Kg. + I.V.A. (19%) bulto por 25 kilogramos. Precio para un consumo mínimo de 5 toneladas por pedido.

Tabla 29. Costos por kilo de materias primas y servicio

Ítem	Unidad	Valor
Transporte licor	\$/Kg	65
Cloro gaseoso	\$/Kg	3.690
Cloruro férrico anhidro	\$/Kg	1.600
Cloruro férrico 42%	\$/Kg	1.050

Las cantidades másicas de los reactivos e insumos para obtener cloruro férrico están descritas en la siguiente tabla, dónde se relaciona los costos de los mismos, dónde para producir 55,16 Kg de cloruro férrico al 42% se requiere:

Tabla 30. Costo opex para la producción de cloruro férrico

Componente	Unidad	Valor	Vr. Unit (\$/Kg)	Vr. Total (\$/Kg)
Licor de decapado	Kg	43,4	65	2.821
Cloro requerido	Kg	3,33	3.690	12.287,7
Cloruro férrico anhidro	Kg	9,76	1.600	15.616
Masa final de producto	Kg	55,16	557,01	30.724,7

La obtención de 55,16 Kg de cloruro férrico en solución al 42% en peso es de \$30.724,7, siendo este el equivalente a \$ 557,01 por kilogramo.

Este valor de costo del producto comparado con el comercial deja una diferencia de \$492,99 por kilogramo, permitiendo la competitividad en el mercado en cuanto a precio y calidad.

5.2. COSTOS CAPITALES O CAPEX.

Este es usado para adquirir ítems principales de la planta y equipamiento, requiriendo de un análisis de las necesidades del negocio y las opciones de inversión, seguido por planeamiento detallado e implementación³².

5.2.1. Costos de equipos. Los equipos requeridos para este proceso están descritos en la tabla 26 del capítulo 4, teniendo los siguientes costos de inversión:

Tabla 31. Costos de inversión de equipos

Convención	Descripción Equipo	Precio
B.1.	Bomba centrífuga de 1 HP de fuerza trifásica a 220/440 – V de 60 GPM de caudal. Construida en polipropileno para trasiego de líquidos corrosivos (cloruro férrico). Con diámetros de succión y descarga de 1 ½”.	\$3'780.000
B.2.	Bomba centrífuga de 1 HP de fuerza trifásica a 220/440 – V de 60 GPM de caudal. Construida en polipropileno para trasiego de líquidos corrosivos (cloruro férrico). Con diámetros de succión y descarga de 1 ½”.	\$3'780.000
B.3.	Bomba centrífuga de 1 HP de fuerza trifásica a 220/440 – V de 60 GPM de caudal. Construida en polipropileno para trasiego de líquidos corrosivos (cloruro férrico). Con diámetros de succión y descarga de 1 ½”.	\$3'780.000
B.4.	Bomba centrífuga de 1 HP de fuerza trifásica a 220/440 – V de 60 GPM de caudal. Construida en polipropileno para trasiego de líquidos corrosivos (cloruro férrico). Con diámetros de succión y descarga de 1 ½”.	\$3'780.000
B.5.	Bomba centrífuga de 1 HP de fuerza trifásica a 220/440 – V de 60 GPM de caudal. Construida en polipropileno para trasiego de líquidos corrosivos.	\$3'780.000

³² VILLOTA Elizabeth. *Planeamiento del capital y presupuesto. Tipos de presupuestos.*

Tabla 31. (Continuación)

Convención	Descripción Equipo	Precio
B.6.	Bomba centrífuga de 1 HP de fuerza trifásica a 220/440 – V de 60 GPM de caudal. Construida en polipropileno para trasiego de líquidos corrosivos	\$3'780.000
T.K.1.	Tanque fabricado en fibra de vidrio PFVR tipo E-CR con capacidad de almacenamiento (20 m ³).	\$12'000.000
T.K.2.	Tanque fabricado en fibra de vidrio PFVR tipo E-CR con capacidad de almacenamiento de veinte metros cúbicos (20 m ³).	\$12'000.000
T.K.3.	Tanque fabricado en fibra de vidrio PFVR tipo E-CR con capacidad de almacenamiento de diez metros cúbicos (10 m ³).	\$6'800.000
T.K.4.	Tanque fabricado en fibra de vidrio PFVR tipo E-CR con capacidad de almacenamiento de veinte metros cúbicos (20 m ³).	\$12'000.000
T.K.5.	Tanque fabricado en fibra de vidrio PFVR tipo E-CR con capacidad de almacenamiento de veinte metros cúbicos (20 m ³).	\$12'000.000
R.1.	Reactor fabricado en fibra de vidrio PFVR tipo E-CR con doble recubrimiento con capacidad de almacenamiento de 2 metros cúbicos (10 m ³).	\$4'250.000
R.2.	Reactor fabricado en fibra de vidrio PFVR tipo E-CR con doble recubrimiento con capacidad de almacenamiento de 2 metros cúbicos (10 m ³).	\$4'250.000
S.H.1.	Tanque fabricado en polietileno de alta densidad (PEHD) con una capa extra que es la resistencia química con capacidad de cien litros (100 L).	\$80.000
A.S.1.	Tanque fabricado en fibra de vidrio PFVR tipo E-CR con capacidad de almacenamiento (2 m ³).	\$3'400.000

Tabla 31. (Continuación)

Convención	Descripción Equipo	Precio
Agitador para el A.S.1.	Agitador mecánico, moto reductor, álabes y caña en polipropileno.	\$2'500.000
Accesorios	Tubería en PVC, válvulas, codos, TEE's, uniones de 1 ½" (diámetros definidos por las bombas).	\$1'700.000
Contenedores de cloro	(2) contenedores para el llenado de cloro	\$46'500.000
Báscula	(1) Báscula para un contenedor de cloro con capacidad hasta 2000 Kg	\$24'345.000
Trunnions	(2) Trunnios en aleación de hierro para soporte de los contenedores	\$2'593.250
	SUBTOTAL	\$167'098.250
	I.V.A. 19%	\$31'748.667,50
	TOTAL	\$198'846.917,50

El costo de inversión en equipos y accesorios estimado es de \$198'846.917⁵⁰.

6. CONCLUSIONES

- El licor de decapado tiene un contenido de cloruro ferroso considerable, siendo este el de mayor proporción en la solución (23,069 %p). Este contenido es favorable para llevar a cabo la reacción de oxidación con cloro para obtener el cloruro férrico.
- La muestra analizada del licor de decapado proveniente de la empresa Emcocables S.A. es apta para llevar a cabo la reacción, dado que la concentración de metales pesados está por debajo de los límites contemplados en la NTC 3976.
- La reacción entre el cloro gaseoso y el cloruro ferroso contenido en el licor de decapado fue directa, con una conversión del 82,6%. No hubo generación de lodos ni subproductos.
- Para evitar pérdidas de cloro durante la reacción es importante mantener temperaturas por debajo de los 30 °C, puesto que la temperatura es un factor que afecta la solubilidad del gas, donde la velocidad de reacción puede disminuir por la reducción en la concentración de cloro.
- No todo el cloruro ferroso se oxidó, debido a que la temperatura se incrementaba y la solubilidad del cloro en el licor decaía, generando escapes del reactor hacia el sello hidráulico.
- El tipo de reactor seleccionado para el proceso es un semi-batch o semidiscontinuo, esto con el fin de tener control en el consumo de cloro gaseoso y concentración de cloruro ferroso y férrico en el tiempo, y así hacer el primer acercamiento al progreso de reacción.
- El enriquecimiento del cloruro férrico proveniente de la reacción con cloruro férrico anhidro es estable, no hay generación de lodos ni cambios en la apariencia. Este es un nuevo método de enriquecimiento dado que en las bibliografías consultadas siempre se habla de usar hierro (Fe^0).
- El costo de producción opex del cloruro férrico partiendo de las materias primas es de \$557,01 por kilogramo, donde comparado con el costo comercial del producto que es de \$1.050 por kilogramo hace que el producto tenga una posición en el mercado, compitiendo con el cloruro férrico comercial producido por Quimpac de Colombia S.A., Mexichem, P.Q.P. y Sulfoquímica S.A.

7. RECOMENDACIONES

- Realizar el análisis de metales como cobre y zinc en el licor de decapado, evaluando posibles efectos sobre el exceso de consumo de cloro en el proceso de obtención de cloruro férrico.
- Evaluar los efectos del incremento de la temperatura de la reacción sobre la eficiencia del cloro como agente oxidante, determinando la temperatura y presión óptima para llevar a cabo este proceso.
- Establecer los parámetros de diseño de un reactor semi-batch gas-líquido, estableciendo el estudio de los fenómenos de transferencia de masa entre el cloro gaseoso y el licor de decapado.
- Evaluar el efecto de cinética de la reacción sobre el coeficiente de transferencia de masa para el sistema gas-líquido entre el cloro gaseoso y el cloruro ferroso contenido en el licor de decapado.
- Mejorar la eficiencia de la columna de burbujeo planteada en el proyecto, reduciendo las pérdidas de cloro durante la reacción con el licor de decapado.
- Realizar el diseño conceptual de una planta para la producción de cloruro férrico a partir de los licores de decapado.

BIBLIOGRAFÍA

AGUILAR Miguel. Potabilización del agua para uso y consumo humano – cloruro férrico – especificaciones y métodos de prueba. México D.F.: 2006. 23p.

ANSI/AWWA B407-98. Awwa standard for liquid ferric chloride. Denver.: 1998.

BORZACCONI Liliana. Ingeniería de las reacciones químicas – reactores no isotérmicos.: 2003. 50 p.

CABANELAS, AZNAR. Ingeniería de reacciones. Universidad Carlos III de Madrid.

CORTÉS CAÑAS, Natalia. Propuesta de un proceso para el aprovechamiento del hierro 5 en la empresa Macma S.A.S. Bogotá, 2013. Designación de trabajo de grado (Ingeniera Química). Fundación Universidad de América. Facultad de Ingeniería. Departamento de Ingeniería Química.

EMCALI. Cloruro férrico (FeCl_3) líquido para el proceso de potabilización de agua para consumo humano. Cali – Valle del Cauca.: 2012. 16 p.

FOUST Alan. S., WENZEL Leonard. A., CLUMP Curtis. W., MAUS Louis, ANDERSEN L. Bryce. Principios de operaciones unitarias. México D.F.: Editorial continental, 1978. 704 p.

FRÍAS C, PÉREZ O. Recuperación de ácidos y metales en baños agotados del decapado de aceros inoxidables.

HERNÁNDEZ, Miguel. Datos técnicos del cloro. En: Manual del cloro. México.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIONES. Productos químicos para uso industrial. Cloruro férrico líquido. Bogotá: ICONTEC, 1996.

_____. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Sexta actualización. Bogotá: El Instituto, 1998.

_____. Referencias bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 5613. Bogotá: El Instituto, 1998.

_____. Referencias documentales para fuentes de información electrónica. NTC 4490. Bogotá: El Instituto, 1998.

INGURU, Consultores S.A. Proyecto de ampliación de las instalaciones de producción de cloruro férrico de Acideka S.A.

LEVENSPIEL, Octave. Ingeniería de las reacciones químicas. 2 ed. New York.: Reverté, 1981. 638 p. ISBN 84-291-7325-0.

OCCIDENTAL CHEMICAL CHILE LIMITADA. Manual Cloruro Férrico (FeCl_3). Cloruro férrico en solución (triclorigenato de hierro).

PEÑALOSA Mario, MOSCONA Daniel, GUTIERREZ Margarita, HEYDRICH Silke, AÑORVE Filis. Opciones para el tratamiento y la disposición de los licores ácidos agotados provenientes del decapado de hierro. México D.F.: 1990. 22 p.

PERRY Robert H., CHILTON Cecil H. Manual del ingeniero químico. 5 ed (2 ed. En español). Bogotá D.C.: McGraw-Hill, 1982. Volumen I. ISBN 968-451-321-6.

RIVERA Rosario, LOMELÍ Juana, REYES Adolfo, CRUZ Juan. Obtención a nivel laboratorio de cloruro ferroso a partir de residuos de hierro. Aguascalientes – México.: 2003. 4 p.

SAMANIEGO Hernán. Valoración de efluentes de decapado ácido metálico, recuperación de zinc. Tesis de doctorado Cantabria (España): Universidad de Cantabria. 2006. 33 p.

SMITH., NESS Van. Introducción a la termodinámica en ingeniería química. México D.F.: McGraw Hill, 1980. 668 p. ISBN 0-07-058701-9.

TREYBAL Robert E. Operaciones de transferencia de masa. 2 ed. México D.F.: McGraw Hill, 1980. 858 p. ISBN 968-6046-34-8.

ZAVALETA Jack, NUÑEZ Yesenia, RAMOS Estela, YALÍ Efraín. Filtros industriales. Bellavista – Callao.: 2007.

ANEXOS

ANEXO A

COTIZACIÓN CLORO GASEOSO

Brinsa

NIT 800.222.789-2

Medellín, 02 de junio de 2017.

Señores
Pablo Cuervo Melo
Mosquera (Cundinamarca)

Referencia: Solicitud de cotización

Atentamente nos permitimos presentar nuestra oferta para el suministro de Cloro gaseoso, puesto en Mosquera (Cundinamarca).

Producto:	Cloro gaseoso
Presentación:	Contenedor x 900 Kg
Precio:	\$ 3'321.000 (\$ 3.690 / t)
Lugar de Entrega:	Mosquera (Cundinamarca)
Despacho mínimo:	5 contenedores
Flete:	Por cuenta de Brinsa
Forma de Pago:	Contado
Tiempo de entrega:	3 días hábiles
Validez de la oferta:	Enero 31 de 2018

Nota: Nuestra oferta económica no incluye el IVA asociado a cada uno de los productos.

Cordialmente,

Daniel Restrepo Álvarez
UEN Industria
BRINSA S.A
daniel.restrepo@brinsa.com.co
Cel: 317 405 2335



BETANIA: km 6 vía Cajicá – Zipaquirá Tel: (57)-(1)4846000 Fax: (57)-(5) 4846002. MEDELLÍN: Carrera 33 # 7-41 Edificio Blanco, Piso 2. Tel: (57)-(4)4846000-2102. PBX: 3355060. Fax: 4846000 Ext. 210. SERVICIO AL CLIENTE NACIONAL: Tel: (57)-(2) 4846038, Cel. 3122599194. Email: información@brinsa.com.co



www.brinsa.com.co

ANEXO B COTIZACIÓN BOMBAS



Fecha 17 Octubre de 2017 COTIZACION No.18424

Ingeniero PABLO CUERVO
Ciudad

DE ACUERDO A SU AMABLE SOLICITUD LE COTIZAMOS LO SIGUIENTE

BOMBA		MOTOR	
TIPO	: Centrifuga	MARCA	: US MOTORS
MARCA	: Finish Thompson	POTENCIA	: 1 HP
MODELO	: DB10P	VELOCIDAD	: 3450 RPM
CONSTRUCCIÓN	: Polipropileno	TIPO	: Trifásico
DIAMETRO SUCCION	: 1.1/2"	VOLTAJE	: 220/440- V
DIAMETRO DESCARG	: 1.1/2"		
SELLO	: Acole Magnético		
POTENCIA REQUERIDA:	1 HP		
LÍQUIDO BOMBEO	: Cloruro férrico		
CAUDAL	: 60 GM		
A.D.T.	: 10 metros		
ACOPLAMIENTO	: Monoblock		

Precio Unitario Bomba	\$4.200.000
Descuento 10%	<u>\$ 420.000</u>
	\$3.780.000 MAS IVA 19%


CONDICIONES COMERCIALES

VALIDEZ DE LA OFERTA : 15 días
ENTREGA : 3 días
FORMA DE PAGO : CONTADO
GARANTIA : 12 meses contra defectos de fabricación

Cordialmente. Ing. José Antonio Cabra
Ventas Industriales

TELEFONOS. 277 55 93- 277 69 09- 562 92 90

**ANEXO C
COTIZACIÓN EQUIPOS BÁSICOS PARA EL MANEJO DE CLORO**

		EQUIPOS - SUMINISTROS - ASESORIA MANTENIMIENTO - INSTALACIÓN - CAPACITACIÓN		
NIT 860.353.061-4		Carrera 47A N° 103 - 40 PBX: 623 5670 Fax: 6213852 - www.servicloro.com E-mail: info@servicloro.com - Bogotá, D.C.		
SEÑORES: PROCOLT LTDA Ing.Pablo Cuervo ing.pablo@procoltlda.com Cel: 3166181537 Mosquera,Cundinamarca		Fecha: Noviembre 13 de 2017		
		Oferta # WP-0232/13/17 PAG. 1/2		
		Entrega:		
		E. de pago:		
Solicitado por: Ing.Pablo Cuervo				
ITEM	DESCRIPCION	CANT.	VALOR UNIT.	VALOR TOTAL
Cilindro de cloro de 1 TON				
1.	Container en acero sin costura para almacenar y transportar cloro gaseoso, marca Columbiana Boiler, de fabricación Americana con capacidad hasta 2200 lbs (1000kg), completo, con tubos eductores, válvulas, capuchon protector, marcados con el nombre del propietario, construido bajo normas Americanas DOF - 500X, vacio, puesto en Bogotá.	2	\$23.250.000	\$46.500.000
Bascula para cilindro de cloro de 1 TON				
2.	Báscula para pesar un (1) contenedor de cloro de tonelada, marca SCALETRON, modelo 3001, de fabricación americana, con capacidad hasta 2000 Kg, fabricada en materiales de alta resistencia a la corrosión y diseñada especialmente para el manejo de contenedores de cloro de 1000kg. A medida que se consume el gas cloro, el display indicará la cantidad restante en el contenedor. La báscula incluye: * Indicador digital con lectura en Kg/lbs con unidad propia del usuario e indicación del peso	1	\$24.345.000	\$24.345.000

ITEM	DESCRIPCION	CANT.	VALOR UNIT.	VALOR TOTAL
	<p>bruto y tara, 120 VAC., 60Hz, con salida analógica de 4-20 mA</p> <ul style="list-style-type: none"> * Encerramiento NEMA 4X para proteger el indicador del ataque de ácidos. * Dos (2) alarmas de contacto para bajo nivel de gas cloro. * Resolución: 0,1 lb * Precisión: 0,5% * Una (1) celdas de carga compensada por temperatura en acero inoxidable * Estructura metálica para instalar trunnions, contenedor y celda. * Trunnions con rodillos en polietileno sobre ejes en acero inoxidable para fácil movimiento de los contenedores. * El controlador puede ser instalado a una distancia máxima de 62m. * 20 pies de cable entre la base de la báscula y el indicador digital. * Dimensiones: <ul style="list-style-type: none"> - Longitud: 45 1/2" - Ancho: 24 1/4" * Peso: 110 lb <p>3. SOPORTE DE CILINDROS Y MOVILIZACIÓN</p> <p style="text-align: center;">Trunnions</p> <p>Trunnions en aleación de hierro con (2) rodachines con sus respectivos graceras para el soporte de los containers de 900 y/o 1000 Kg</p>	2	\$1.296.625	\$2.296.625
<p>OBSERVACIONES:</p> <p style="text-align: center;">Adicional el IVA</p>				
Gerencia	<p>Ing. Mauricio Pizón J. Gerente Comercial</p>	<p>Ing. Wilmar Fernando Peña Salas Asesor Técnico Comercial</p>		