



EL SABER DE MIS HIJOS
HARÁ MI GRANDEZA

UNIVERSIDAD DE SONORA

DIVISIÓN DE INGENIERÍA

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
Y METALURGIA**

**MEJORAMIENTO DEL PROCESO DE
FILTRACIÓN Y ANÁLISIS QUÍMICO DEL
NITRATO DE CALCIO EN LA PLANTA
INDUSTRIAL DE LA EMPRESA QUÍMICA PIMA**

Memoria de Prácticas Profesionales

Que para obtener el título de:

INGENIERO QUÍMICO

Presenta

RAMÓN GERARDO ZAYAS BALDENEBRO

Hermosillo, Sonora

Marzo 2017

Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



**"El saber de mis hijos
hará mi grandeza"**



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

AGRADECIMIENTOS

Quiero empezar dándole gracias a Dios por bendecirme con esta gran oportunidad que se me presentó, y ponerme en mi camino a las personas correctas en el tiempo correcto.

Quiero agradecer a la empresa QUIMICA PIMA, en especial al Ing. Rodrigo Gutiérrez Brun, por haberme brindado la oportunidad de realizar estas prácticas profesionales en su empresa y estar laborando actualmente en ella. Por haberme hecho crecer de manera profesional con conocimientos nuevos. Agradezco al equipo de trabajo de QUIMICA PIMA que con su apoyo en todo momento, se realizaron de forma correcta y eficaz estas prácticas profesionales. Sin su ayuda esto no hubiera sido posible.

Le doy las gracias a mi tutor de prácticas profesionales, el Dr. Juan Antonio Noriega Rodríguez, por su apoyo incondicional en todo momento. Por sus correcciones, observaciones, disponibilidad, asesorías y consejos a lo largo de este trabajo. Muchas gracias Maestro.

Agradezco al M.A. Manuel Balcazar Meza y a los Drs. Guillermo del Carmen Tiburcio Munive y Alejandro Valenzuela Soto por su apoyo y correcciones a este trabajo de titulación.

Un agradecimiento especial a la Srta. Miriam Yolanda Valencia Quiroz por siempre brindarme en todo momento la ayuda necesaria para facilitar el trámite de desarrollo y presentación de este trabajo. Muchas gracias Miriam.

Por último quiero agradecer a mi familia, por siempre brindarme el apoyo necesario, a lo largo de mi vida, para cumplir con todos mis objetivos, metas y sueños. A mis padres Nora Patricia y Ramón Gerardo que con su amor y educación hicieron a un profesional honesto, responsable, solidario y respetuoso. A mis hermanos José Enrique y Andrea Patricia por siempre darme el cariño y motivación para ser un ejemplo a seguir. Muchas gracias por todo mi familia hermosa, los amo.

DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado a mis viejos.

Gracias papás por convertirme en el hombre que soy hoy en día, son un gran ejemplo a seguir.

Todo esto es por ustedes.

INDICE DE FIGURAS

	Página
Figura 1. Esquema transversal de un filtro prensa	9
Figura 2. Sección transversal de un filtro prensa	9
Figura 3. Partes de un filtro prensa	10
Figura 4. Imagen del cabezal de un filtro-ayuda	10
Figura 5. Imagen de la volanta del pistón	11
Figura 6. Imagen de marcos abiertos, listos para limpieza	11
Figura 7. Imagen de la tolva de descarga	12
Figura 8. Imagen de los platos del filtro prensa	12
Figura 9. Imagen de un plato de un filtro prensa	13
Figura 10. Filtro-ayuda tierra diatomea	15
Figura 11. Sistema de filtración al vacío	17
Figura 12. Diagrama de flujo para la aplicación de la pre capa	20
Figura 13. Diagrama de flujo del proceso de filtración	21
Figura 14. Densidad del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros-ayuda a nivel laboratorio.	24
Figura 15. Resultados de la apariencia del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros-ayuda	25
Figura 16. Apariencia de los lodos a nivel laboratorio	26
Figura 17. Resultado de la densidad del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros-ayuda a nivel industrial	27
Figura 18. Turbidez en NTU del nitrato de calcio en las pruebas industriales	28
Figura 19. Apariencia de los lodos en las pruebas industriales	29
Figura 20. Volumen filtrado de nitrato de calcio	30

INDICE DE TABLAS

	Página
Tabla I. Cuadro de comparación entre filtros industriales.	7
Tabla II. Densidad del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros ayuda a nivel laboratorio.	24
Tabla III. Apariencia del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros ayuda a nivel laboratorio.	25
Tabla IV. Apariencia de los lodos a nivel laboratorio.	26
Tabla V. Densidad del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros ayuda a nivel industrial.	27
Tabla VI. Turbidez del nitrato de calcio en las pruebas industriales.	28
Tabla VII. Apariencia de los lodos a en las pruebas industriales.	29
Tabla VIII. Volumen filtrado del nitrato de calcio en las pruebas industriales.	30
Tabla IX. Análisis Químico del Nitrato de Calcio (Calcio Soluble)	31
Tabla X. Promedio de los resultados del Calcio Soluble	31

RESUMEN

El trabajo aquí presentado corresponde a las memorias de prácticas profesionales realizadas en la empresa QUIMICA PIMA, cuya planta produce nitrato de calcio, el cual comercializan en forma líquida y a granel. El nitrato de calcio es un compuesto inorgánico de fórmula química $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ y se utiliza principalmente como componente de fertilizantes.

Las prácticas profesionales, tuvieron como objetivo mejora el proceso de filtración, eligiendo los productos y técnica que produjeran mayor calidad. Para lo cual, fue necesario realizar análisis químico del nitrato de calcio producido.

La metodología utilizada para el proceso de filtración, consistió en realizar pruebas a nivel laboratorio, con diferentes filtros ayudas, como las tierras diatomeas y perlita expandida, en un sistema de filtración al vacío, midiendo diferentes parámetros como por ejemplo: densidad, pH, turbidez, tiempo de filtración, entre otros. Posteriormente, a partir de los resultados obtenidos en el laboratorio, se llevaron a cabo pruebas a nivel industrial. Se utilizaron dos técnicas, la primera, que consistió en un tratamiento del nitrato de calcio, en una tina con agitadores, a la cual se le agregaron sacos de filtro-ayuda. Y la segunda técnica, consistió en un pre-tratamiento la cual forma una capa en los filtros prensa.

Los métodos utilizados, para el análisis químico del nitrato de calcio, principalmente para la determinación del calcio soluble, fueron: el Método Oficial AOAC 945.03, Determinación de Calcio en Fertilizantes y, el Método Oficial AOAC 955.04, Nitrógeno (Total) en Fertilizantes Método Kjeldahl.

Los resultados obtenidos indicaron que, se requieren utilizar filtro-ayuda cada 1.5 h, dependiendo del producto (4 sacos de tierras diatomeas o 2 sacos de perlita expandida).

Además, los análisis químicos del nitrato de calcio, calcio soluble, indican que el calcio, no es factor de la deformación de los pellets de nitrato de calcio, ya que los resultados del porcentaje de calcio soluble en los pellets esféricos y amorfos son muy similares.

ÍNDICE GENERAL

	Página
Índice de Figuras	iv
Índice de Tablas	v
Resumen	vi
Indice General	vii
1. Capítulo I Introducción	1
2. Capítulo II Objetivos	2
3. Capítulo III Antecedentes Bibliográficos	3
3.1. Nitrato de Calcio	3
3.2. Filtración	5
3.3. Filtros Prensa	7
3.4. Filtros Ayuda	13
3.5. Métodos AOAC	15
4. Capítulo IV Procedimientos Experimentales	17
4.1. Método Experimental para el proceso de filtración a nivel laboratorio	17
4.2. Metodología de pruebas a nivel industrial	19
4.3. Método Experimental para el Análisis Químico del Nitrato de Calcio	21
5. Capítulo V Resultados y Discusión	23
5.1. Resultados de las Pruebas a Nivel Laboratorio	23
5.2. Resultados de las Pruebas a Nivel Industrial	27
5.3. Resultados del Análisis Químico del Nitrato de Calcio (Calcio Soluble)	31
6. Capítulo VI Conclusiones	32
7. Capítulo VII Aporte Profesional de la Estancia	33
8. Bibliografía	34

CAPITULO I

INTRODUCCIÓN

Al principio de las prácticas profesionales la empresa planteó dos proyectos, el primero de ellos fue realizar pruebas en el área de filtración, el cual consiste de unos filtros prensa y una tina con agitadores, en la cual se agrega el nitrato de calcio producido en el reactor, para llevar a cabo la separación de sólidos, utilizando un tratamiento con filtros ayudas. Los filtros ayudas coadyuvan a los filtros prensa a, filtrar el nitrato de calcio líquido, que posteriormente se bombea al tanque de almacenamiento. La empresa presentaba muchos finos, en la sección de empaque, una vez que el nitrato de calcio salía de los secadores, en estado sólido y en forma de granos. La empresa quería comprobar, si esto se debía al uso de un filtro-ayuda del tipo perlita expandida, o si la cantidad de producto en el tratamiento de nitrato de calcio, era el adecuado o bien si se excedía, ocasionando que el filtro-ayuda no se quedara en los filtros prensa y se pasara junto con el nitrato de calcio. Al final se tenía que tomar una decisión para saber qué tipo de filtro-ayuda es el más apropiado para utilizar, si se debía utilizar una tierra diatomea o la de perlita expandida, todo esto, para cumplir con los parámetros que exige el producto, como una turbidez mínima (0 – 20 NTU), un pH de 4.0 a 7.0 y una densidad de 1.52 g/ml. En el caso de una turbidez alta, nos indica si el filtro-ayuda pasa al producto final, dando como resultado una baja eficiencia de los filtros prensa. Para este primer proyecto se realizaron pruebas a nivel laboratorio, con el uso de un sistema de filtración al vacío, utilizando distintos filtros-ayudas, tierras diatomeas y perlita expandida, además de probar con una técnica de capa. Una vez obtenidos los resultados esperados en el laboratorio, se realizaron las pruebas a nivel industrial, determinando cual filtro-ayuda es necesario utilizar, la cantidad adecuada para el tratamiento de nitrato de calcio en la tina y si es necesario utilizar un pretratamiento con capa de filtro-ayuda, en los filtros prensas.

El segundo proyecto, fue realizar un análisis químico del nitrato de calcio, para conocer la cantidad del nitrógeno total, nitrógeno nítrico, nitrógeno amoniacal y calcio soluble, para así entender la morfología con la que sale el nitrato de calcio sólido. La empresa, quería comprobar si la morfología de los granos de nitrato de calcio, es afectado por la cantidad de nitrógenos y/o calcio soluble. Anteriormente, la empresa había enviado muestras del Nitrato de Calcio, que salía de forma esférica bien formada, a un laboratorio de análisis externo, para que llevara a cabo su análisis químico. En este caso, se estandarizaron las técnicas para el análisis del nitrato de calcio, que sale de forma amorfa, es decir, de forma irregular. Debido a la falta de infraestructura, en las instalaciones del laboratorio de la empresa, solo se realizaron análisis del calcio soluble en fertilizantes, mediante el método oficial AOAC 945.03, *Titulación indirecta con Permanganato de Potasio*. Los resultados obtenidos se compararon con los resultados de los laboratorios externos.

CAPITULO II

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL:

- Mejoramiento del proceso de filtración y análisis químico del nitrato de calcio, en la planta industrial de la empresa QUIMICA PIMA.

OBJETIVOS

- Establecer el tipo y concentración del filtro-ayuda en el proceso de filtración, en la planta que produce nitrato de calcio.
- Estandarizar las técnicas para el análisis químico del nitrato de calcio.
- Determinar la concentración de calcio en fertilizantes, por medio de la precipitación de este metal, como oxalato de calcio y la determinación de la cantidad de ácido oxálico, en la solución del mismo en ácido sulfúrico.

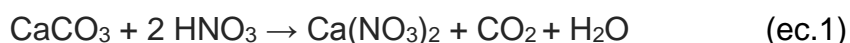
CAPITULO III

ANTECEDENTES

3.1 Generalidades del Nitrato De Calcio

El nitrato de calcio, también conocido como nitrato de cal de Noruega, es un compuesto inorgánico, formado por nitrógeno, oxígeno y calcio de fórmula $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. Es una sal incolora, que absorbe la humedad del aire y se encuentra comúnmente como tetrahidratado. Se utiliza principalmente como componente de fertilizantes, en aplicaciones técnicas en el tratamiento de aguas residuales, en explosivos y actúa como componente en la manufactura del concreto. Se puede obtener por diferentes procesos. [<https://www.thechemco.com/chemical/calcium-nitrate/>]

Se produce mediante el tratamiento de carbonato de calcio (caliza), con ácido nítrico, seguido por una neutralización con amoníaco.



Es también un producto intermediario del Proceso Odda.



Se puede preparar en una solución acuosa de nitrato de amonio e hidróxido de calcio.



Se puede producir también, como el metal alcalino-térreos relacionados con nitratos (así como LiNO_3), el nitrato de calcio se descompone al calentarse y libera dióxido de nitrógeno (*Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, "Nitrates and Nitrites")



El Nitrato de Calcio es utilizado como fertilizante, ya que contiene dos nutrientes muy importantes para las plantas, como lo son el nitrógeno y el calcio. Tiene una apariencia de gránulos incoloros, que se disuelven rápidamente en agua, y que puede ser absorbido fácil y rápidamente por las plantas. Tiene una combinación de 15.5% de nitrógeno y 26.5% de calcio. El nitrato de calcio es la mejor opción en fertilizantes para cualquier tipo de

plantas, suelo y clima. La combinación de estos dos nutrientes básicos tiene un efecto positivo en el suelo, ya que no deja residuos de sal. El efecto del nitrógeno, en forma de nitrato, en la raíz, es tal que el calcio soluble en agua es más fácil de absorber, también provee mejor el calcio requerido por las plantas.

Las ventajas de utilizar el nitrato de calcio se puede resumir en tres puntos:

1.- Contiene nitrógeno en forma de nitratos.

Las plantas prefieren este tipo de nitrógeno, les ayuda a absorber otros nutrientes adicionales además del calcio. Particularmente en suelos arcillosos, los fertilizantes en base a amoníaco tienden a tapar el suelo, impidiendo que la planta se alimente adecuadamente, por otra parte el nitrato de calcio no tapa el suelo y la planta se alimenta correctamente, permaneciendo en el área de la raíz recibiendo todos los nutrientes requeridos.

2.- El calcio es crítico para la alimentación de las plantas.

El calcio es un macronutriente que las plantas consumen mucho. La pared celular de las plantas está compuesta por calcio. Con frecuencia el calcio se encuentra en el suelo en formas compuestas que la planta no puede utilizar ya que no se transporta de manera correcta. Las plantas no pueden crecer sin calcio, es por eso que después del nitrógeno y potasio es el nutriente que más consumen las plantas.

3.- El nitrato de calcio beneficia al suelo

Además de servir como nutriente a las plantas, el nitrato de calcio mejora al suelo. Facilita la transformación de minerales en suelo arcilloso a minerales más fáciles de usar para las plantas. En suelos irrigados con menos calcio o con mayor cantidad de sodio, lo vuelve más compacto. Como resultado, la actividad del agua y el oxígeno es reducida, mejorando el desarrollo de la planta. El calcio fuerza la separación de la capa de arcilla y le da al suelo una apariencia más porosa. http://azottrans.com/en/products/mineral_fertilizers/nitrogen_fertilizer/calcium_nitrate)

El calcio soluble tiene por objetivo aumentar la resistencia de las paredes celulares de las plantas. Está comprobado que los productos que tienen una alimentación con fertilizantes ricos en calcio tienen una mejor apariencia y puede ser conservado por más tiempo. La aplicación del nitrato de calcio mejora en un rendimiento de 10 a 15%, mejorando considerablemente la calidad del producto y estimula el desarrollo del sistema de raíces de las plantas. Este fertilizante estimula el desarrollo de las membranas y

reforzando las paredes celulares de las plantas, inicia las actividades de las enzimas y el metabolismo, favorece la fotosíntesis, acelera la transportación de hidrocarburos y la asimilación de nitrógeno dentro de las plantas. Es de remarcar que las plantas se vuelven más resistentes a las condiciones del ambiente, a las enfermedades fungís y bacterianas provocadas por la carencia en calcio. El uso del nitrato de calcio es favorable a la mejor conservación de frutas y verduras. (<http://solar.uralchem.com/?p=9&l=fr>).

El nitrato de calcio se utiliza en diversas aplicaciones técnicas. La mayoría de las más importantes son las aguas residuales de acondicionamiento previo para la prevención de olores de emisiones, como sal de almacenamiento térmico y como aditivo para el acelerado del fraguado del hormigón.

El nitrato de calcio es utilizado en el pre tratamiento de aguas residuales para la prevención de las emisiones de olores. El pre tratamiento de las aguas residuales está basado en establecer una biología anóxica en el sistema de aguas residuales. En la presencia de nitratos, el metabolismo de los sulfatos se detiene, esto previene la formación de sulfuro de hidrógeno. Además materia orgánica de fácil degradación es consumida, previniendo condiciones anaeróbicas y emisiones de olores. Éste concepto también es aplicable para el tratamiento de lodos (<http://www.h2o2.com/products-and-services/us-peroxide-technologies.aspx?pid=114>)

También es utilizado para acelerar los componentes que forman al concreto. Éste uso del concreto y mortero está basado en dos efectos. El ion de calcio acelera la formación del hidróxido de calcio así como su precipitación y su asentamiento. El ion nitrato lleva a la formación de hidróxido de hierro, cuyo capa protectora reduce la corrosión del concreto (Justines H., 2010).

La mezcla de nitrato de calcio, sódico y potásico se utiliza como sal de almacenamiento térmico en las plantas termosolares. La adición de cálcico reduce el punto de fusión de las sales (131°C), es mucho menos corrosivo para los circuitos y es un componente fácilmente.

3.2 Operación de Filtración

La filtración es la operación unitaria en la cual partículas sólidas contenidas en un fluido pasan a través de un medio filtrante, sobre el que se depositan los sólidos. La filtración industrial va desde el simple colado hasta separaciones altamente complejas. El fluido puede ser un líquido o un gas; las partículas sólidas pueden ser gruesas o finas, rígidas o plásticas, redondas o alargadas, individualidades separadas o agregados. La

suspensión de alimentación puede llevar una fracción elevada o muy baja de sólidos. Puede estar muy fría o muy caliente, y estar sometida a vacío o alta presión. Todavía se introduce una nueva complejidad al considerar el valor relativo de las dos fases. A veces es el fluido la fase valiosa, a veces lo es el sólido y otras, ambos. En algunos casos la separación de las fases debe ser prácticamente completa; en otros solo se desea una separación parcial. Por consiguiente, se han desarrollado numerosos filtros para resolver los diferentes problemas.

Los filtros líquido-sólidos pueden dividirse en cuatro grupos, dependiendo del servicio que realicen: coladores, clarificadores, espesadores y filtros de torta. Los filtros de torta separan grandes cantidades de sólidos en forma de una pasta de cristales o lodo. A menudo están provistos de dispositivos para lavar los sólidos y retirar de ellos la mayor parte de líquido posible antes de la descarga.

Los líquidos fluyen a través de un medio filtrante en virtud de una presión diferencial a través del medio. Por consiguiente, los filtros se clasifican también en, aquellos que operan con una presión superior a la atmosférica en el lado de carga del medio filtrante y los que operan con presión atmosférica de este lado y con vacío en el opuesto. Las presiones superiores a la atmosférica pueden producirse por la fuerza de gravedad debida a una columna de líquido, con una bomba, o por una fuerza centrífuga.

La mayoría de los filtros industriales son equipos que operan a presión o a vacío. También son continuos o discontinuos, dependiendo de que la descarga de los sólidos sea continua o intermitente. Durante gran parte del ciclo de operación de un filtro discontinuo el flujo de líquido a través del aparato es continuo, pero debe interrumpirse periódicamente para permitir la descarga de los sólidos acumulados. En un filtro continuo, tanto la descarga de los sólidos y del líquido es ininterrumpida cuando el aparato está en operación (McCabe Smith, 1981).

Debido a la gran variedad de equipos en que se efectúa la filtración, no es posible hacer una clasificación sencilla que incluya todos los tipos de filtros conocidos (Badger y Banchemo, 1977). Estos son los filtros más comunes:

1.- Filtros de arena

- a) Abiertos
- b) A presión

2.- Filtros prensa

- a) De cámaras
- b) De platos y marcos

3.- Filtros de hojas

- a) Moore
- b) Kelly
- c) Sweetland

4.- Filtros continuos rotativos

- a) De tambor
- b) De hojas
- c) De alimentación superior

Tabla I. Cuadro de comparación entre filtros industriales

Filtro	Eficiencia (%)	Operación	Temp (°C)	Presión (psi)	Material de filtración
Arena	51 – 83	Continuo	1 - 95	28-70	Arena/gravilla
Prensa	99 (sólido) 15 - 20 (humedad)	Batch	1 - 287	42.67 -142.23	Polietileno, poliéster, poliamida
De hojas	99	Batch	1 - 125	Vacío (Moore) < 142.23	Malla de acero inoxidable, Lonas de polietileno, poliéster
Rotativos	30 - 70	Continuo	1 - 100	Vacío	Lonas de polietileno, poliéster, nylon

3.3 Filtros Prensa

Un tipo de filtro más satisfactorio y mucho más flexible es el filtro prensa de platos y marcos (algunas veces llamado plato embutido). Este se compone de platos muy ligeramente rebordeados y de marcos huecos, montados alternativamente en una estructura la cual tiene una cabeza fija pesada de fundición que va montada sobre un marco adecuado y que lleva las conexiones necesarias de tuberías. Saliendo de esta cabeza hay dos barras horizontales, soportadas por el otro extremo del marco. Estas barras soportan los marcos de la prensa por medio de orejas (Badger y Banchemo, 1977). Los marcos son normalmente de fundición y están recubiertas con un medio filtrante tal como lona. La suspensión entra a presión en cada

compartimiento; el líquido pasa a través de la lona y sale por un tubo de descarga, dejando detrás una pasta húmeda de sólidos.

Las placas de un filtro prensa pueden ser cuadradas o circulares, verticales u horizontales. En algunos diseños los compartimientos para sólidos están formados por rebajes en la caras de las placas. Las dimensiones de las placas varían desde 15 cm a 140 cm, con marcos abiertos. Las placas tienen un espesor de 0.6 a 5 cm y los marcos de 0.6 a 12 cm. Las placas y marcos están colocados verticalmente en un canal metálico, estando cubiertas las caras de las placas con tela, y muy apretados entre sí por medio de un tornillo o una prensa hidráulica. La suspensión entra por un extremo del conjunto de placas y marcos y pasa a través de un canal longitudinal situado en una esquina del filtro. Unos canales auxiliares llevan la suspensión desde el canal de entrada principal hasta cada marco, donde se depositan los sólidos sobre las caras recubiertas de las placas. El líquido pasa a través de la tela, desciende por canales o rugosidades practicados en las caras de las placas y finalmente sale del filtro.

Una vez montado el filtro prensa, la suspensión se introduce mediante una bomba o desde un tanque elevado a una presión de 3 a 10 kg/cm². Se continúa la filtración hasta que no salga líquido por la descarga o hasta que la presión de filtración se eleve repentinamente. Esto ocurre cuando los marcos están llenos de sólido y no puede entrar más suspensión. Puede entonces introducirse líquido de lavado para eliminar las impurezas solubles contenidas en el sólido, después de lo cual se puede “insulfar” la torta con vapor o aire para desplazar todo el líquido residual que sea posible. Se abre la prensa y se retira la torta de sólidos del medio filtrante y se lleva a un transportador o a una tolva de almacenamiento (McCabe Smith, 1981).

El medio filtrante de cualquier filtro debe cumplir los siguientes requisitos:

- 1.- Retener los sólidos que han de filtrarse, dando un filtrado suficientemente claro.
- 2.- No debe obstruirse o cegarse.
- 3.- Ser químicamente resistente y tener la suficiente consistencia física para resistir las condiciones del proceso.
- 4.- permitir la descarga limpia y completa de la torta formada.
- 5.- no tener un coste prohibitivo.

En la filtración industrial el medio filtrante ordinario es lona. Existen muchos tipos y espesores diferentes de tejidos para las distintas aplicaciones. Los líquidos corrosivos requieren el uso de otros medios filtrantes, tales como tela de lana, tela metálica de acero inoxidable o metal monel, tela de vidrio, o papel. Los tejidos sintéticos tales como nylon, Saran, polipropileno, Dacron, etc., son también químicamente muy resistentes. (McCabe & Smith, 1981).

En la Figura 1 y 2 presentan la parte transversal de un filtro prensa. Se observa como los marcos van soportados en las barras horizontales de hierro fundido.

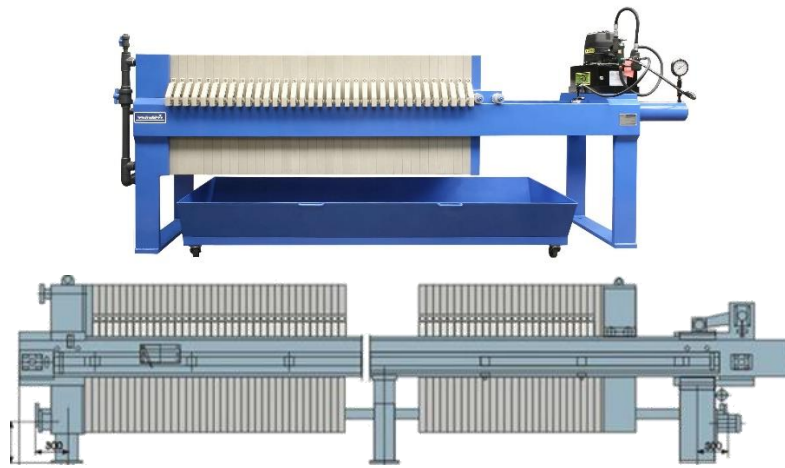


Figura 1. Esquema transversal de un filtro prensa
[Fuente: Badger y Banchero, 1977]



Figura 2. Sección transversal de un filtro prensa
[Fuente: QUIMICA PIMA, 2016]

La Figura 3 muestra el esquema de un filtro prensa con sus partes principales, como lo son: sistema de cierre, prensa hidráulica, cabezal móvil, medio filtrante, placa, cabezal fijo, entrada de la suspensión y la salida del filtrado.

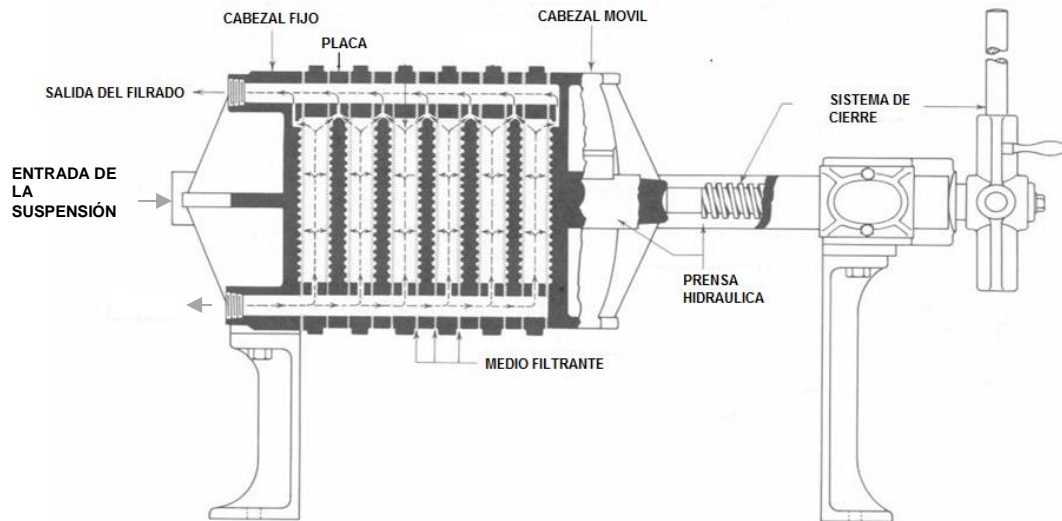


Figura 3. Partes de un filtro prensa
(<http://www.quiminet.com/articulos/el-funcionamiento-del-filtro-prensa-23843.htm>)

En la Figura 4 se muestra la imagen del cabezal fijo de un filtro prensa. Se puede apreciar que en el cabezal fijo se encuentra la línea que alimenta al filtro con la suspensión (línea que entra por el medio del cabezal) y las líneas de salida del filtrado (líneas que salen de las esquinas del cabezal).



Figura 4. Imagen del cabezal de un filtro prensa
[Fuente: QUIMICA PIMA (2016)]

La Figura 5 presenta la imagen de la volante de un filtro prensa. Al girar esta volante el pistón hidráulico comienza a presionar los marcos. Una vez presionados los marcos se puede comenzar la filtración.



Figura 5. Imagen de la volante del pistón
[Fuente: QUIMICA PIMA (2016)]

En la Figura 6 se aprecia una imagen con los marcos del filtro prensa abiertos. Una vez que los marcos están abiertos se puede proceder a limpiarlos. De igual manera podemos observar como los marcos están sujetos, con sus orejas, a las barras de hierro verticales.



Figura 6. Imagen de marcos abiertos, listos para limpieza.
[Fuente: QUIMICA PIMA (2016)]

En la Figura 7 se ve claramente la tolva de descarga del filtro prensa. Por esta tolva pasan los lodos de desecho que salen del filtro prensa, por gravedad, al momento de la limpieza del filtro. Los lodos caen a un contenedor de desechos.



Figura 7. Imagen de la tolva de descarga
[Fuente: QUIMICA PIMA (2016)]

En la Figura 8 y 9 se tiene una mejor perspectiva de como son los marcos de los filtros prensa. En la Figura 9 se ven claramente los agujeros por donde pasan la suspensión (centro del marco) y el filtrado.

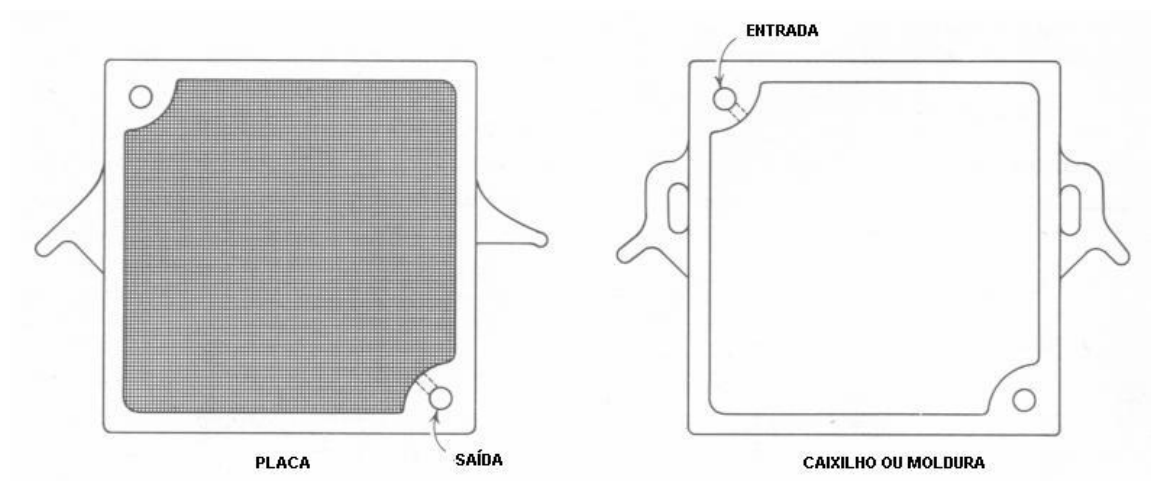


Figura 8. Imagen de los platos del filtro prensa
[Fuente: Badger y Banchemo (1977)]



Figura 9. Imagen de un plato de un filtro prensa
[Fuente: QUIMICA PIMA (2016)]

3.4 Filtros Ayuda

Para lodos que son difíciles de filtrar se emplean varios coadyuvantes de filtración. Un filtro-ayuda es un material sólido finamente dividido formado por partículas duras y fuertes, que cuando están en masa son incompresibles. El filtro-ayuda más importante, utilizado comercialmente es la tierra de diatomeas o kieselguhr. Consiste en esqueletos silíceos de organismos marinos muy pequeños, conocidos como diatomeas. Estos esqueletos están caracterizados por, primero, el hecho de que consisten en sílice prácticamente pura, y segundo, por el hecho de que los esqueletos individualmente, aunque de pequeño tamaño, son excesivamente complejos en sus estructuras y por consiguiente ofrecen una superficie enorme para la adsorción de los coloides. El material se extrae como una roca blanda que se pulveriza si se va a usar como filtro-ayuda. Ciertas clases de tierras de diatomeas se han tratado de forma especial para aumentar su poder de adsorción de los coloides.

Otro filtro ayuda también utilizado es la perlita expandida. Consiste en un vidrio volcánico amorfo que tiene un contenido de agua relativamente alto. Es un mineral que aparece en la naturaleza y tiene la propiedad poco común de expandirse cuando se la calienta lo suficiente. Cuando alcanza temperaturas de 850 – 900 °C, la perlita se ablanda. El agua atrapada en la

estructura del material escapa y se vaporiza, y esto causa la expansión del material hasta 20 veces su volumen original.

Los filtro-ayuda se pueden utilizar en tres formas. La primera consiste en utilizar el filtro-ayuda para formar una torta previa, prerrevestido de filtro ayuda, o una capa de poco espesor del material que se deposita sobre el filtro antes de que se empiece a bombear el lodo propiamente dicho al aparato. El prerrevestido evita que las partículas coloidales del lodo se apelmacen contra la tela filtrante haciendo que la resistencia de la tela sea muy elevada. También facilita la remoción de la torta al final de la operación. Con un prerrevestido, el medio filtrante es realmente el material del revestimiento en lugar de serlo la tela filtrante. Este método de operar es corriente cuando la filtración es simplemente una operación de acabado, que elimina pequeñas turbideces que no forman nunca una torta filtrante verdadera.

El segundo método de utilizar de los filtro-ayudas es su incorporación en un determinado porcentaje al lodo antes de ser enviado a la prensa. La presencia del filtro-ayuda aumenta la porosidad del lodo, disminuye su compresibilidad y reduce la resistencia de la torta durante la filtración.

Un tercer método de utilizar los filtros ayudas es el emplear un filtro de prerrevestido especial. Esencialmente es un filtro al vacío de tambor giratorio. Se alimenta una suspensión del filtro-ayuda sólo al filtro, hasta que se forma una capa de prerrevestido de unos 5 cm o más de espesor. Seguidamente se alimenta el lodo que se quiere filtrar. El arrancador se coloca de forma que en cada vuelta del tambor arranque la capa sólida depositada y una película muy fina de revestimiento (0.01 a 0.005 mm por revolución). El cuchillo lleva un avance micrométrico automático, por el que avanza continuamente hasta que se termina la capa de revestimiento. En este momento se interrumpe la filtración, se deposita una nueva capa de revestimiento y se continúa la filtración. Puede aplicarse una capa de revestimiento durante una hora y durará desde un día hasta algunas semanas. Este método se utiliza para precipitados gelatinosos o limos que nunca pueden formar una torta, pero tienen que ser eliminados cuando el filtro tiene sobre sí una capa muy fina de precipitado.

La naturaleza del filtro-ayuda limita normalmente el uso de este método a aquellos casos en que la torta no tiene utilidad. La separación del precipitado del filtro-ayuda solo es posible cuando se pueden emplear métodos químicos (Badger y Banchemo, 1977)



Figura 10. Filtro-ayuda tierra diatomea [FUENTE: QUÍMICA PIMA (2016)]

3.5 Métodos de Análisis Oficiales

La AOAC es la Association of Official Agricultural Chemists, la cual es una asociación científica no lucrativa que publica métodos estandarizados de análisis químicos diseñados para elevar la confiabilidad en los resultados de los análisis químicos y microbiológicos. Las agencias gubernamentales y organizaciones civiles requieren seguidamente que sus laboratorios usen métodos oficiales de la AOAC (<http://aoac latina.com.ar>).

La AOAC desarrolla diferentes métodos analíticos para distintos campos como los son: alimentos y bebidas, suplementos alimenticios, fertilizantes, suelo y agua, medicinas veterinarias, fármacos, etc. La AOAC cuenta con diferentes tipos de miembros que incluyen: agencias gubernamentales, academias, organizaciones internacionales, laboratorios, industrias, etc.

El programa de métodos oficiales de la AOAC está diseñado para proveer métodos evaluados que se pueden usar con confianza por las industrias reguladas, agencias, organizaciones de investigación e instituciones académicas. Los métodos oficiales pasar por un escrutinio científico riguroso y demuestra un alto nivel de confiabilidad. Estos métodos son publicados en el Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. Estos métodos

son reconocidos como métodos oficiales por el Departamento de Alimentos y Medicamentos de los Estados Unidos de América y otras agencias.
(http://www.aoac.org/iMIS15_Prod/AOAC/AB/CO/AOAC_Member/AOACACF/AOACOCF/AOCA14.aspx?hkey=9cd80c97-5808-4245-855e-b2cce1f0fdb0)

CAPITULO IV

PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

4.1 Operación de Filtración a Nivel Laboratorio.

Se realizaron pruebas en el laboratorio para conocer qué tipo de filtro-ayuda, cantidad y técnicas son necesarias aplicar a nivel industrial para obtener una óptima filtración. El procedimiento experimental para realizar dichas pruebas se basa en un sistema de filtración al vacío. El sistema comprende de un embudo de Büchner, papel filtro circular de 20-25 micras, pinza metálica, matraz de Kitasato, adaptador de goma, conexión a un sistema de vacío (bomba de succión). Para su instalación se conecta el sistema de vacío al matraz de Kitasato por medio de una manguera. Se coloca el adaptador de goma al embudo de Büchner y éste a su vez al matraz de Kitasato, fijándolo al matraz con las pinzas metálicas. Posteriormente se coloca el papel filtro en el embudo de Büchner y el sistema de filtración de vacío está listo para funcionar.



Figura 11. Sistema de Filtración al vacío.
Fuente: (Ding Xin Yi International Trading Co., Ltd)

Una vez instalado el sistema de filtración al vacío se toma una muestra del nitrato de calcio (sin filtrar), de la tina de agitación proveniente del reactor. El nitrato de calcio es colocado en un recipiente de plástico de aproximadamente un litro. El nitrato de calcio que se recolecta para realizar

las pruebas en el laboratorio son de una apariencia muy turbia, es un líquido de color negro y con bastantes sólidos suspendidos. Se tiene que manejar con mucho cuidado ya que sale a una temperatura elevada, aproximadamente 120°C, por lo que una vez en el recipiente éste debe ser enfriado rápidamente con agua.

Antes de empezar la prueba de filtrado, en el sistema de filtración al vacío, en el laboratorio, se debe establecer si el sistema de filtrado llevara una técnica de pre-capa o si solamente se le dará un acondicionamiento al nitrato de calcio, con los filtros-ayudas. Si se opta por la técnica de pre-capa, el acondicionamiento al nitrato de calcio se llevara a cabo de igual manera. También se debe establecer qué tipo de filtro-ayuda se usara (tierra diatomea, perlita expandida o una combinación de las dos) y la cantidad de filtro-ayuda. Lo que se busca en estas pruebas es obtener un líquido lo más transparente posible, exento de turbidez, lodos gruesos y secos, que el filtro no se tape, un pH de 4 a 7 y una densidad de aproximadamente 1.52 g/ml.

Si en la prueba se establece utilizar una técnica de pre-capa, se elige el tipo de filtro-ayuda a utilizar y posteriormente se pesa la cantidad de que llevara la pre-capa. Después el filtro-ayuda se vierte en un vaso de precipitado con 100ml de agua y se agita vigorosamente hasta formar una solución. La solución es vertida en el embudo de Büchner y se pone en marcha el sistema de filtración al vacío. Una vez que la solución es filtrada totalmente, se para el sistema de filtración, quedando formada una capa de filtro-ayuda en el papel filtro. Se desmonta con cuidado el embudo de Büchner del matraz de Kitasato para recuperar el filtrado, se vierte en el vaso de precipitado y se monta de nuevo el embudo al matraz. El filtrado vuelve a verterse al embudo Büchner y se pone en marcha el sistema de filtración, esto simula una recirculación en el sistema y recupera parte del filtro-ayuda que el papel filtro no pudo retener. Una vez formada la pre-capa, se pasa a acondicionar el nitrato de calcio. El nitrato de calcio, contenido en el recipiente de almacenamiento, es agitado vigorosamente y se pasan 100ml a un vaso de precipitado. Se elige el tipo de filtro-ayuda a utilizar y se pesa cierta cantidad, posteriormente se vierte al vaso de precipitado, con los 100ml de nitrato de calcio, y se agita vigorosamente con una varilla de vidrio. El nitrato de calcio acondicionado con el filtro-ayuda se vierte en el embudo de Büchner, que ya cuenta con la pre-capa en el papel filtro, y se pone en marcha el sistema de filtración al vacío. Una vez terminada la filtración se registran las características del lodo que queda en el papel filtro, la cantidad de volumen filtrado, color del líquido, pH, densidad y tiempo.

Si en la prueba se opta sólo por acondicionamiento al nitrato de calcio, se omite el procedimiento de pre-capa

En las primeras pruebas de filtración a nivel laboratorio no se tenía un dato exacto de la cantidad de filtro-ayuda que se debía utilizar para la pre-capa ni tampoco para el acondicionamiento al nitrato de calcio. Se hacían pruebas con cantidades de 0.5g hasta 1g, haciendo diferentes combinaciones. Después se consultó bibliografía, de los proveedores, para saber la cantidad necesaria de filtro-ayuda que se ocupa utilizar en un sistema de filtración. Los distintos proveedores indican que para la técnica de pre-capa es necesario utilizar 10 lb por cada 100 ft² es decir 0.487 kg por cada metro cuadrado. (http://www.beaverchemicals.com/how_filteraid_works.html). Y para el acondicionamiento directo al nitrato de calcio indican que es necesario utilizar 100 lb por cada 1,000 gal es decir 0.0119 kg por cada litro. (http://www.metchem.com/Filter_Press_PreCoat_Body_Feed_System.html)

Es necesario medir el diámetro del papel filtro para conocer el área de filtración total y así determinar la cantidad de filtro-ayuda que es necesario utilizar. El papel filtro, en nuestro caso, tiene un diámetro de 3 cm dando un área total de filtración de 7.06×10^{-4} m² por lo que para la pre capa se ocupa 0.343 g. Anteriormente, se mencionó que se utilizan 100 ml de nitrato de calcio para llevar acabo las pruebas, por lo que, es necesario 1.19 g de filtro ayuda para el tratamiento de nitrato de calcio.

Todos los días se tomaban muestras de 200ml de nitrato del calcio del tanque de almacenamiento en recipientes de plástico. Se le hacían pruebas de pH con la ayuda de un potenciómetro, se medía su densidad con un densímetro y se registraba la apariencia del nitrato además de medir su turbidez, con un turbidímetro. El pH debía estar entre 4 y 7, la densidad alrededor de 1.52 g/ml y una turbidez máxima de 50 NTU.

4.2 Pruebas a Nivel Industrial

Una vez obtenidos los resultados en el laboratorio se hacen las pruebas a nivel industrial. Para empezar con las pruebas, en la planta, se mide el área de filtrado de los filtros prensa. La cara de cada plato tiene un área de filtración de 1 m², es decir 2 m² por cada plato, en nuestro caso. Cada filtro prensa tiene un total de 36 platos lo que nos da un área de filtración total de 72 m². Se mencionó anteriormente, que para la técnica de pre capa es necesario utilizar 0.49 kg de filtro-ayuda, por cada metro cuadrado de área de filtración, esto quiere decir que, para los 72 m² es necesario utilizar 35.28 kg de filtro-ayuda. Los filtro-ayuda que se utilizan en la planta vienen en sacos de aproximadamente 11 kg, por lo que para la técnica de pre capa es necesario utilizar 3 sacos. Para saber la cantidad de filtro-ayuda que se debe utilizar en el tratamiento del nitrato de calcio, primero se toman las medidas

de la tina. Las dimensiones de la tina son: 3.54 m de largo, 1.40 m de alto y 1.41 m de ancho, esto nos da un volumen total de 6.98 m³ o 6,980 litros. La empresa no llena completamente la tina por seguridad, se trabaja con 5,000 litros de nitrato de calcio. Anteriormente, se mencionó que para llevar a cabo el tratamiento, al nitrato de calcio con filtro-ayuda, era necesario 0.01198 kg por cada litro de nitrato de calcio. Por lo tanto se necesitan 60 kg, aproximadamente 5 sacos, para el tratamiento en la tina. Tomando en cuenta la técnica de pre capa y el tratamiento en la tina, es necesario un total de 95 kg, es decir aproximadamente 8 sacos. A partir de esta cantidad se hicieron las pruebas hasta lograr obtener una buena calidad del producto con la menor cantidad de sacos posibles.

Para la técnica de pre capa a nivel industrial se usó un contenedor metálico de un metro cúbico el cual se le llenó de agua y se le vertió el filtro-ayuda. Se adaptaron dos mangueras, una que iba del contenedor hacia el filtro prensa y otra manguera que salía del filtro prensa hacia el contenedor para la recirculación. Un operador debía llevar a cabo una agitación con una pala, para evitar que el filtro-ayuda se sedimentara en el contenedor metálico y se disolviera de manera correcta en el agua. Se dejaba recirculando entre 10 y 15 minutos. La pre capa s

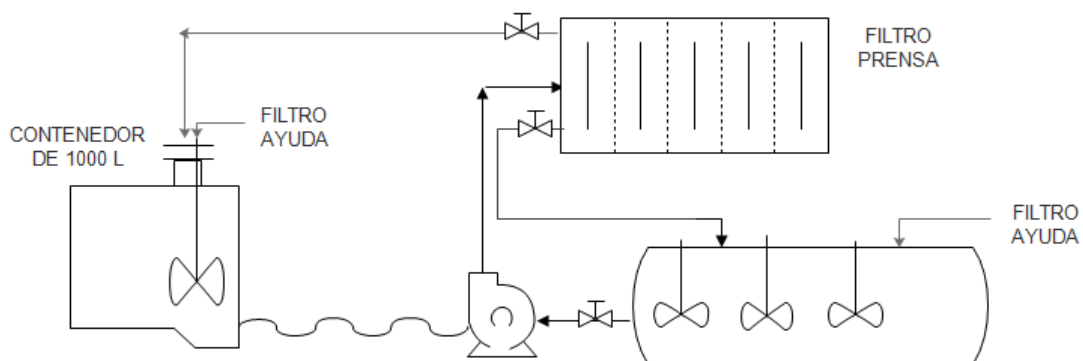


Figura 12. Diagrama de flujo para la aplicación de la pre capa.

Para el tratamiento en la tina, simplemente se vertieron los sacos de filtro ayuda y el operador lo distribuía un poco con la pala, para que se disolviera de forma uniforme por toda la tina, con la ayuda de los agitadores. Una vez que las bombas mandaban el nitrato de calcio de la tina hacia el filtro, este tenía que recircular a la tina una vez más hasta observar un filtrado amarillo – transparente, posteriormente se mandaba al tanque de almacenamiento.

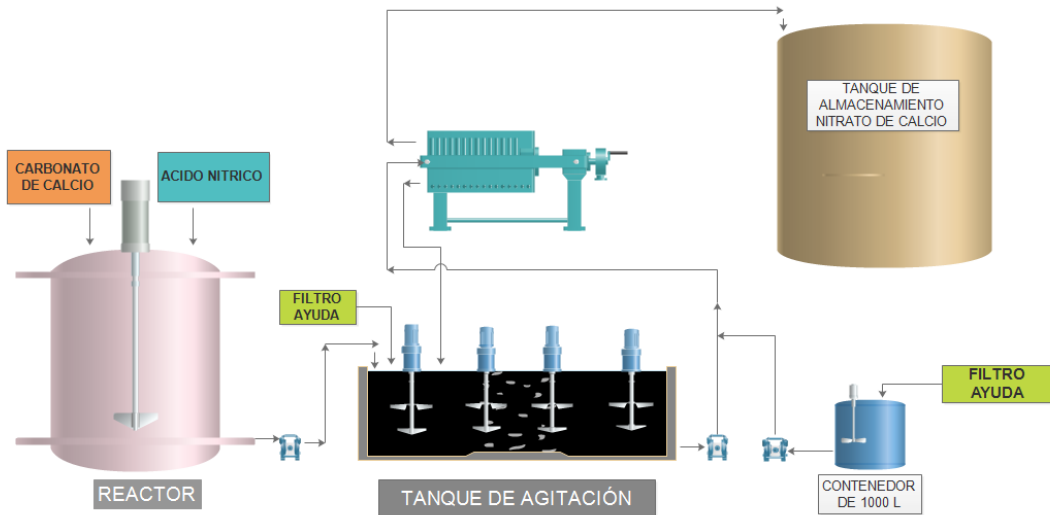


Figura 13. Diagrama de flujo del proceso de filtración.

El pH del nitrato de calcio se monitoreó con un potenciómetro en línea. El pH debía estar entre 4.0 y 7.0, si el pH bajaba el operador le echaba cal a la tina y si el pH subía se abría la válvula del amoníaco. Durante el proceso de filtración se registró el volumen total filtrado por el filtro prensa, el tiempo de filtración, el pH, la densidad, apariencia del nitrato de calcio y una vez que se llevaba a cabo el secado de los filtros y se abrían los platos se registró las condiciones y características de la torta.

4.3 Análisis Químico del Nitrato de Calcio.

El método experimental realizado para el análisis de calcio en el nitrato de calcio fue el Método Oficial AOAC 945.03 “Determinación de Calcio en Fertilizantes” *Titulación indirecta con Permanganato de Potasio*.

Tiene por objetivo determinar la concentración de calcio en fertilizantes por medio de la precipitación de este metal como oxalato de calcio y la determinación de la cantidad de ácido oxálico en la solución del mismo en ácido sulfúrico.

Se pesa 2.3 g de muestra de nitrato de calcio y se afora a 250 ml. De ahí se toma una alícuota de 25 ml y agregamos 3 gotas del indicador anaranjado de metilo.

Se añade HCl (1+4) hasta que el indicador cambia de amarillo a anaranjado (no rosa). Si vira a rosa, se agrega NH₄OH (1+4) hasta que vira a anaranjado de nuevo. (Esto le da un pH de 3.5 - 4.0). Se diluye hasta 150 ml

en un vaso de precipitado de 250 ml, posteriormente se calienta hasta el punto de ebullición (se revisa que el pH siguiera entre 3.5 – 4.0).

Se agrega lentamente 30 ml de una solución caliente y saturada de $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (5.2 g en 50 ml de agua), revolviendo constantemente. Si el color cambia otra vez de anaranjado a amarillo, se ajusta a anaranjado con HCl (1 + 4). Si es rosa, se ajusta a anaranjado con NH_4OH .

Se digiere en baño maría por 1 h y se deja enfriar a temperatura ambiente. El sobrenadante es filtrado a través de papel filtro No. 41 o más fino y se lava muy bien el precipitado con NH_4OH (1 + 50). El papel es colocado con el precipitado en el vaso original y se agrega la mezcla de 125 ml de H_2O y 5 ml de H_2SO_4 .

Se calienta a más de 70°C y se valora con KMnO_4 0.02 M (0.1 N) hasta que se observa un ligero tono rosado por primera vez. El Ca soluble se calcula con la siguiente fórmula. La solución se debe de titular a una temperatura mayor a los 60°C .

Para los Cálculos

[Ca] utilizado: $V \times N \times 0.2$

V= Volumen gastado de permanganato de potasio (ml)

N= Normalidad del permanganato de potasio

$$\%Ca \text{ Soluble} = \frac{[Ca] \text{ utilizado (g)}}{[Ca] \text{ muestra (g)}} \times 100$$

CAPITULO V

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A continuación se presentan los resultados obtenidos de las pruebas de filtración en el laboratorio y posteriormente los resultados a nivel industrial. En los resultados se busca un pH de 4.0 a 7.0, una densidad aproximada de 1.52 g/ml, un filtrado con un color amarillo claro, una turbidez máxima de 10 NTU y un lodo lo más seco posible. Se utilizaron filtros-ayuda de perlita expandida de la marcas Celatom, SF1, SF1.5 y SF2. También se utilizó el filtro-ayuda de tierra diatomea de la marca Dicalite.

5.1 Pruebas a Nivel Laboratorio

En las pruebas de laboratorio se utilizó principalmente el filtro-ayuda de la marca Celatom, que era la marca que se utilizaba en la planta en ese momento. A partir de la prueba 5 en adelante se hizo uso de los datos bibliográficos.

Los resultados de densidad mostrados en la tabla II y en la figura 14 son muy irregulares, independientemente de la concentración y marca de filtro ayuda que se utilizó. Demostrando que los filtros-ayuda no afectan la densidad del nitrato de calcio, ya que en promedio nos da una densidad de 1.48 g/ml muy cerca de 1.52 g/ml.

En la tabla III y figura 15 se observa que la concentración uno es la que dio mejor resultado al igual que la cinco, seis y ocho, en estos tres últimos se utilizaron los datos de la bibliografía. En la concentración número cinco el filtro-ayuda SF1 no tuvo un buen resultado a pesar de tener la misma concentración que el Dicalite. En el caso de la concentración número siete la combinación de filtros ayuda no dieron buenos resultados.

Los lodos que presentaron mayor regularidad en los resultados como se puede observar en la figura 16, es a partir de la concentración número cuatro en adelante, siendo los de concentración cinco los que mostraron el mejor resultado.

Tabla II. Densidad del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros-ayuda a nivel laboratorio

CONCENTRACIONES		CELATOM (g/ml)	DICALIT E (g/ml)	SF1 (g/ml)	SF1.5 (g/ml)	SF2 (g/ml)
1	Pretratamiento: 100ml agua + 0.5g Tratamiento: 100ml nitrato de calcio+0.5 g	1.45	1.40	-	-	-
2	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio+0.5 g	1.47	-	-	-	-
3	Pretratamiento: 100ml agua + 0.042 g Tratamiento: 100ml nitrato de calcio+0.042 g	1.48	-	-	-	-
4	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio + 1 g	1.49	-	-	-	-
5	Pretratamiento: 100ml agua + 0.341 g Tratamiento: 100ml nitrato de calcio+1.198 g	1.48	-	1.59	-	-
6	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio+1.198 g	1.44	-	-	-	-
7	Pretratamiento: 100ml agua + 0.220 g Dicalite Tratamiento: 100ml nitrato de calcio+0.453 g Celatom	1.47	1.47	-	-	-
8	Pretratamiento: 100ml agua + 0.194 g Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.6 g	1.58	-	-	-	-

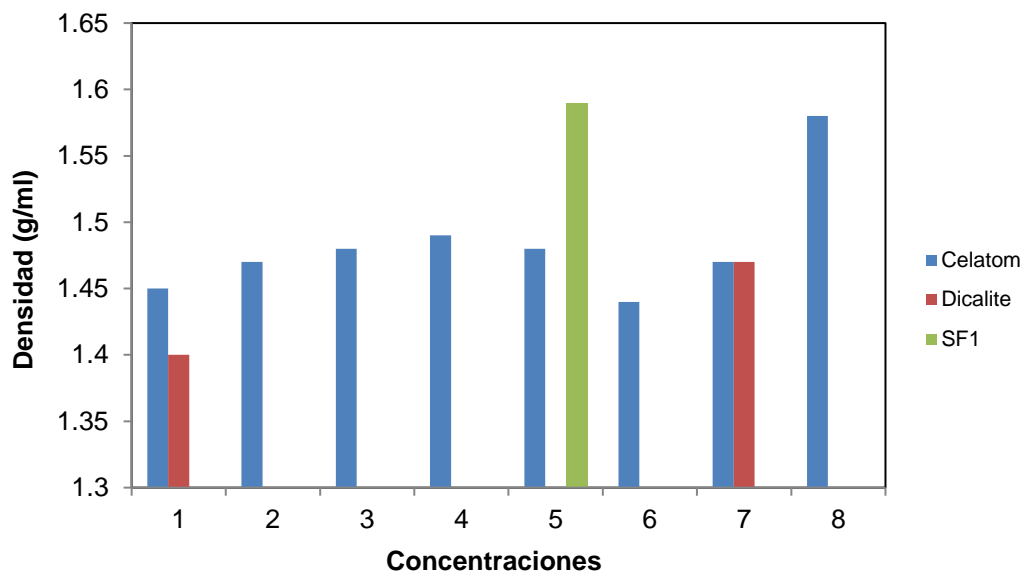


Figura 14. Densidad del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros-ayuda a nivel laboratorio.

Tabla III. Apariencia del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros- ayuda a nivel laboratorio.

	CONCENTRACIONES	CELATOM	DICALITE	SF1	SF1.5	SF2
1	Pretratamiento: 100ml agua + 0.5 g Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.5 g	Transparente	Transparente	-	-	-
2	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio + 0.5 g	Amarillo - transparente	-	-	-	-
3	Pretratamiento: 100ml agua + 0.042 g Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.042 g	Amarillo (NO FILTRO)	-	-	-	-
4	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio + 1 g	-	-	-	-	-
5	Pretratamiento: 100ml agua + 0.341 g Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 1.198 g	Amarillo muy claro - transparente	-	Amarillo claro con turbidez	-	-
6	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio + 1.198 g	Amarillo muy claro - transparente	-	-	-	-
7	Pretratamiento: 100ml agua + 0.220 g Dicalite Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.453 g Celatom	Amarillo claro con turbidez	Amarillo claro con turbidez	-	-	-
8	Pretratamiento: 100ml agua + 0.194 g Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.6 g	Amarillo muy claro - transparente	-	-	-	-

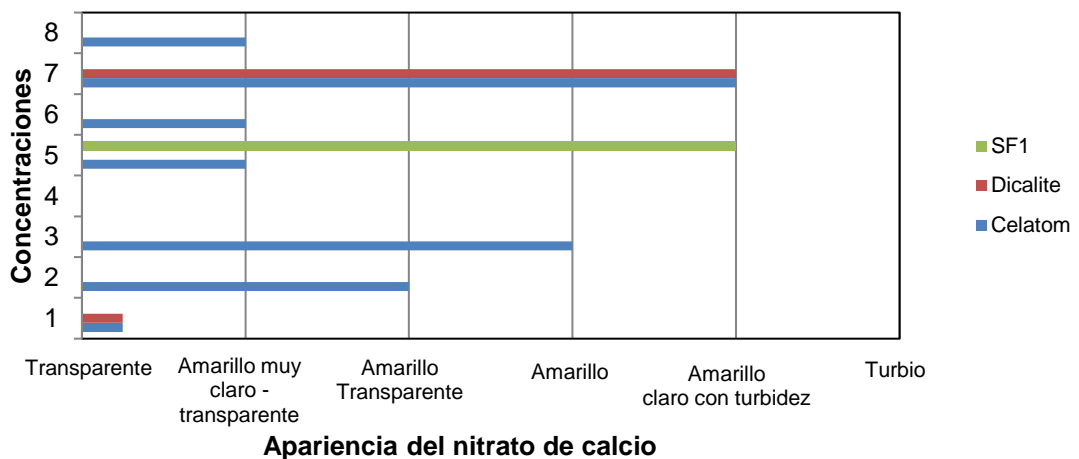


Figura 15. Resultados de la apariencia del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros-ayuda.

Tabla IV. Apariencia de los lodos a nivel laboratorio.

	CONCENTRACIONES	CELATOM	DICALITE	SF1	SF1.5	SF2
1	Pretratamiento: 100ml agua + 0.5 g	Pasta húmeda	Lodos húmedos	-	-	-
	Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.5 g					
2	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio + 0.5 g	Pasta muy húmeda	-	-	-	-
3	Pretratamiento: 100ml agua + 0.042 g	Pasta mojada (NO FILTRO)	-	-	-	-
	Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.042 g					
4	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio + 1 g	Lodos húmedos	-	-	-	-
5	Pretratamiento: 100ml agua + 0.341 g	Gran cantidad de lodos, semi húmedos y cristalinos	-	Lodos semi húmedos y cristalinos	-	-
	Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 1.198 g					
6	Tratamiento: 100 ml nitrato de calcio + 1.198 g	Lodos húmedos	-	-	-	-
7	Pretratamiento: 100ml agua + 0.220 g Dicalite	Lodos húmedos	Lodos húmedos	-	-	-
	Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.453 g Celatom					
8	Pretratamiento: 100ml agua + 0.194 g	Lodos húmedos	-	-	-	-
	Tratamiento: 100ml nitrato de calcio + 0.6 g					

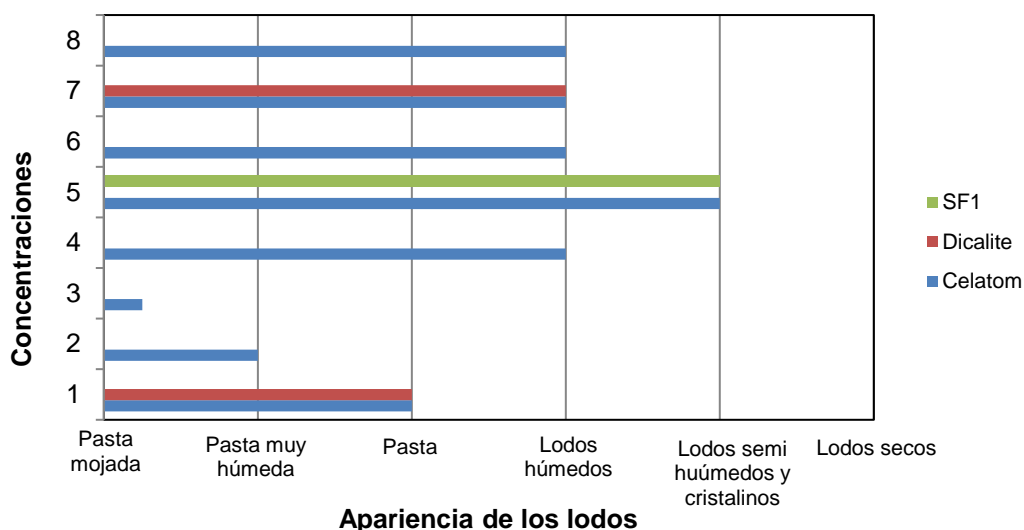


Figura 16. Apariencia de los lodos a nivel laboratorio

5.2 Pruebas a Nivel Industrial

Tabla V. Densidad del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros-ayuda a nivel industrial.

	CONCENTRACIONES	CELATOM (g/ml)	DICALITE (g/ml)	SF1 (g/ml)	SF1.5 (g/ml)	SF2 (g/ml)
1	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg					
	Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 45.32 kg	1.49	-	-	-	-
2	Pretratamiento: 1,000 L agua + 11.33 kg					
	Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 22.66 kg	1.57	-	-	-	-
3	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg					
	Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	1.45	-	-	-
4	Pretratamiento: 1,000L agua + 11.33 kg					
	Tratamiento: 6,239 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	1.56	-	-	-
5	Tratamiento: 6,000 L nitrato de calcio + 45.32 kg	-	1.58	-	-	-
	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg					
6	Tratamiento: 6,000 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	1.6	-	-	-
	Pretratamiento: 1,000 L agua + 16.99 kg Dicalite					
7	Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 33.99 g Celatom	1.5	1.5	-	-	-
	Tratamiento: 5,565 L nitrato de calcio + 45.32 kg	1.54	1.54	-	1.54	1.54

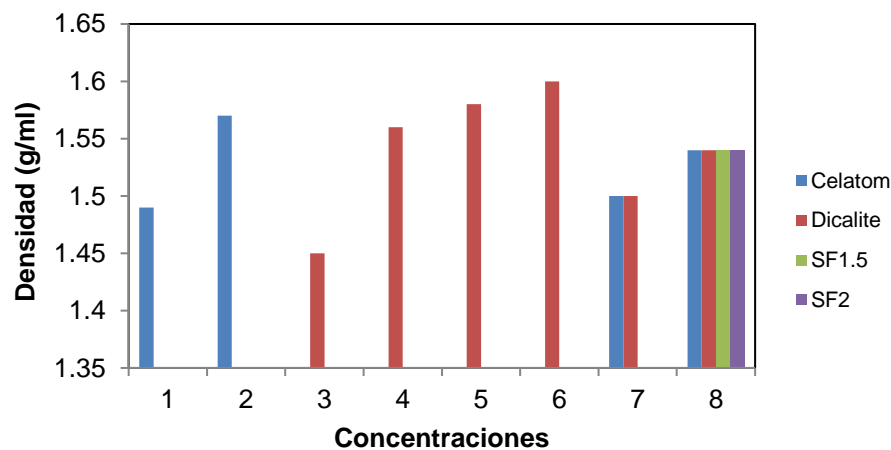


Figura 17. Resultado de la densidad del nitrato de calcio a diferentes concentraciones y filtros-ayuda a nivel industrial.

La gráfica demuestra que, con los resultados de laboratorio, el tipo y concentraciones de filtros-ayuda no afecta mucho en la densidad del producto. Estos van desde 1.45 hasta 1.6 g/ml cuya media seria 1.52 g/ml el cual es la densidad ideal. La concentración #8 es la que más cerca estuvo de esa densidad ideal.

Tabla VI. Turbidez del nitrato de calcio en las pruebas industriales

	CONCENTRACIONES	CELATOM (NTU)	DICALITE (NTU)	SF1 (NTU)	SF1.5 (NTU)	SF2 (NTU)
	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg					
1	Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 45.32 kg	25.6	-	-	-	-
	Pretratamiento: 1,000 L agua + 11.33 kg					
2	Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 22.66 kg	17.3	-	-	-	-
	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg					
3	Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	2.5	-	-	-
	Pretratamiento: 1,000L agua + 11.33 kg					
4	Tratamiento: 6,239 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	0.57	-	-	-
	Tratamiento: 6,000 L nitrato de calcio + 45.32 kg					
5		-	1.52	-	-	-
	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg					
6	Tratamiento: 6,000 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	1.3	-	-	-
	Pretratamiento: 1,000 L agua + 16.99 kg Dicalite					
7	Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 33.99 g Celatom	10.8	10.8	-	-	-
	Tratamiento: 5,565 L nitrato de calcio + 45.32 kg					
8		5.10	3.39	-	2.22	301

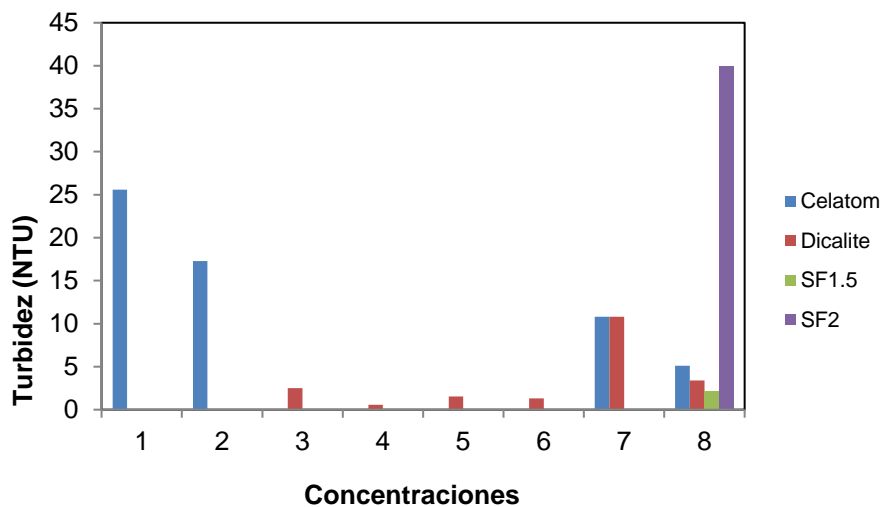


Figura 18. Turbidez en NTU del nitrato de calcio en las pruebas industriales.

La turbidez del nitrato de calcio es esencial para el control de calidad ya que este no debe ser mayor a 20 NTU. En la gráfica se observa que independientemente cual sea la concentración, el producto Dicalite es el que presenta mejores resultados de turbidez, por debajo de los 5 NTU. Solamente con la combinación con Celatom la turbidez rebasa los 10 NTU. De igual forma la gráfica demuestra la ineficiencia del producto SF2 al presentar una turbidez de 40 NTU.

Tabla VII. Apariencia de los lodos en las pruebas industriales

	CONCENTRACIONES	CELATOM	DICALITE	SF1	SF1.5	SF2
1	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 45.32 kg	Secos – mono capa visible	-	-	-	-
2	Pretratamiento: 1,000 L agua + 11.33 kg Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 22.66 kg	Húmedos	-	-	-	-
3	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	Secos – mono capa gruesa	-	-	-
4	Pretratamiento: 1,000L agua + 11.33 kg Tratamiento: 6,239 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	Semi húmedos - gruesos	-	-	-
5	Tratamiento: 6,000 L nitrato de calcio + 45.32 kg	-	Semi húmedos - gruesos	-	-	-
6	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg Tratamiento: 6,000 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	Secos, gruesos – pre capa visible	-	-	-
7	Pretratamiento: 1,000 L agua + 16.99 kg Dicalite Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 33.99 g Celatom	Secos, gruesos – pre capa visible	Secos, gruesos – pre capa visible	-	-	-
8	Tratamiento: 5,565 L nitrato de calcio + 45.32 kg	Secos - gruesos	Secos - gruesos	-	Secos - gruesos	Secos - gruesos

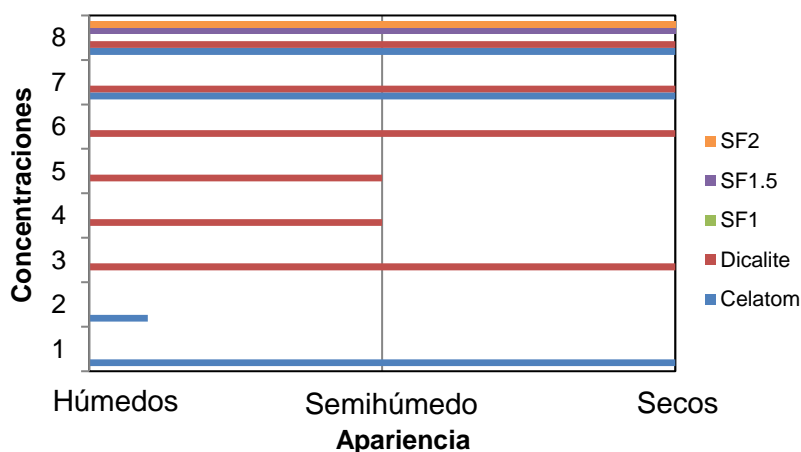


Figura 19. Apariencia de los lodos en las pruebas industriales.

Esta gráfica demuestra que los lodos son secos en la mayoría de las concentraciones y filtros-ayuda, a excepción de la concentración #2, muy probablemente porque las lonas del filtro prensa se botaron, esto ocasiona que los lodos queden muy húmedos.

Tabla VIII. Volumen filtrado de nitrato de calcio en las pruebas industriales

	CONCENTRACIONES	CELATOM (Litros)	DICALITE (Litros)	SF1 (Litros)	SF1.5 (Litros)	SF2 (Litros)
1	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 45.32 kg	4,800	-	-	-	-
2	Pretratamiento: 1,000 L agua + 11.33 kg Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 22.66 kg	3,000	-	-	-	-
3	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	4,400	-	-	-
4	Pretratamiento: 1,000L agua + 11.33 kg Tratamiento: 6,239 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	3,700	-	-	-
5	Tratamiento: 6,000 L nitrato de calcio + 45.32 kg	-	4,200	-	-	-
6	Pretratamiento: 1,000 L agua + 22.66 kg Tratamiento: 6,000 L nitrato de calcio + 33.99 kg	-	4,300	-	-	-
7	Pretratamiento: 1,000 L agua + 16.99 kg Dicalite Tratamiento: 5,000 L nitrato de calcio + 33.99 g Celatom	4,400	4,400	-	-	-
8	Tratamiento: 5,565 L nitrato de calcio + 45.32 kg	5,100	5,100	-	4,400	4,800

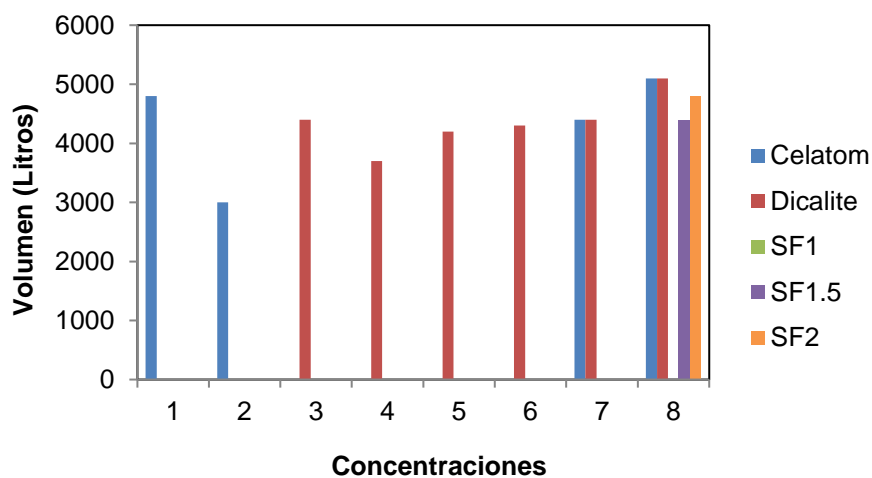


Figura 20. Volumen filtrado de nitrato de calcio en las pruebas industriales.

La gráfica anterior demuestra que los volúmenes producidos de nitrato de calcio son muy parecidos, aunque cabe resaltar que la concentración #8 fue la que tuvo un mayor volumen de producción, siendo esta la más óptima.

Se descartó por completo el filtro-ayuda de la marca SF1 por los resultados negativos obtenidos en la prueba de laboratorio. El pH del nitrato de calcio no es afectado de ninguna manera por el filtro-ayuda.

Podemos observar en la gráfica 4 que la densidad se vuelve regular en la concentración ocho donde la densidad es 1.54 g/ml.

En la figura 18 se puede observar que el filtro-ayuda que presenta menos turbidez es el de la marca Dicalite (Tierra Diatomea). La gráfica también demuestra que se pueden utilizar los filtros-ayuda de las marcas Dicalite, Celatom y SF1.5 a la concentración ocho.

5.3 Resultados del Análisis Químico del Nitrato de Calcio (Calcio Soluble)

Tabla IX. Análisis Químico del Nitrato de Calcio (Calcio Soluble).

Prueba	Morfología	Muestra (g)	Vol. de Permanganato (ml)	Calcio (%)
1	esfera	2.299	37.3	32.44
2	esfera	2.299	31.45	27.35
3	esfera	2.299	33.2	28.88
4	amorfa	2.998	40	26.88
5	amorfa	2.998	42.5	28.35
6	amorfa	2.998	47.8	28.97

Tabla X. Promedio de los resultados de Calcio Soluble

Morfología	Promedio (%)
esfera	29.55
amorfa	28.97

CAPITULO VI

CONCLUSIONES

Los resultados en el laboratorio demuestran que las cantidades de filtro-ayuda sugeridas por la bibliografía fueron las que tuvieron mejores resultados. Se obtuvieron una gran cantidad de lodos secos, lo cual indicaba que la mayor parte del nitrato de calcio fue filtrado.

Para llevar a cabo el proceso de filtración en esta planta es necesario utilizar un total de 90.64 kg de filtro-ayuda (8 sacos), 33.99 kg para la capa (3 sacos) y 56.65 kg para el tratamiento en la tina (5 sacos), según lo consultado por la bibliografía. A partir de esta cantidad se realizaron las pruebas en la planta.

Los resultados demuestran que no hay mucha diferencia entre la técnica de la capa y el tratamiento en la tina, los resultados son muy similares en cuestión de turbidez y volumen filtrado. La única diferencia es en el grosor de los lodos donde es mayor en la pre capa, por lo que no es necesario hacer una instalación para llevar a cabo la técnica de pre capa, esto llevaría a un mayor gasto de producción y de tiempo y los resultados del producto final no son de gran diferencia. Por tanto llevando a cabo una optimización del número de sacos de filtro-ayuda, se concluyó que 45.32 kg (4 sacos) del filtro-ayuda de la marca Dicalite (Tierra Diatomea) o bien 2 sacos de la marca SF1.5 (Perlita Expandida) cada hora y media son los adecuados para llevar a cabo el proceso de filtración del nitrato de calcio según los resultados obtenidos. Estas cantidades son las que presentan una mayor regularidad en la calidad del producto final.

Es importante cuidar las condiciones a las que se lleva a cabo el proceso de filtración como lo es el pH (4.0 – 7.0), una buena y completa agitación del filtro-ayuda, una recirculación del filtrado de aproximadamente 15 minutos y evitar que las lonas se boten.

En los resultados del %Ca se concluyó que no afecta la morfología de los granos del nitrato de calcio sólido ya que la diferencia entre el promedio de porcentaje de calcio entre los granos de forma esférica y los granos amorfos es mínima.

CAPITULO VII

APORTE PROFESIONAL DE LA ESTANCIA

Estas prácticas profesionales me ayudaron a estudiar y conocer el funcionamiento de una planta industrial, en este caso una planta industrial que produce nitrato de calcio. Observar el funcionamiento completo de un proceso industrial. Conocer de cerca algunos equipos que se utilizan en los procesos como lo fueron el reactor, bombas, válvulas, filtros, evaporadores, caldera, tanques enchaquetados, secadores, etc. Manejar instrumentos de medición como el potenciómetro y turbidímetro.

De igual manera estas prácticas me ayudaron a conocer el mercado en el área en que participé ya que tuve que relacionarme con proveedores de todo el país. Aprendí a solicitar y estudiar cotizaciones y de igual manera a negociar con los proveedores siempre buscando una mejor opción, un mejor precio para el beneficio de la empresa.

Me llevo la experiencia de haber formado una relación laboral sana y trabajar en equipo. Saber escuchar y realizar los trabajos que me pidieron mis jefes inmediatos, como lo era el responsable de planta y el gerente de la empresa, pero además también el saber trabajar con los operadores. Aprendí a liderar un equipo de trabajo conformado por operadores, saberles dirigir, hablando les siempre con una actitud respetuosa y humilde.

Pero sobre todo me llevo la experiencia y satisfacción de haber podido ayudar en el mejoramiento de una pequeña parte del proceso de la planta y saber que mi trabajo, con buena actitud, responsabilidad y perseverancia, ayudó un poco en el beneficio de la empresa y en mi desarrollo profesional.

BIBLIOGRAFÍA

- **Referencia de recursos electrónicos e internet**

- **Documento obtenido de un sitio web**

ANATOLIEVICH, KIPER RUSLAN. "Properties of substance: calcium nitrate". Recuperado de <http://chemister.ru>

AO AHK URALCHEM SOLAR 2007 – 2016 "Nitrate de calcium concentré." Recuperado de <http://solar.uralchem.com/?p=9&l=fr>

AOAC INTERNATIONAL 2015 "About AOAC." Recuperado de http://www.aoac.org/iMIS15_Prod/AOAC/AB/CO/AOAC_Member/AOACACAF/AOACOCF/AOACA14.aspx?hkey=9cd80c97-5808-4245-855e-b2cce1f0fdb0

AOAC – SECCIÓN LATINOAMÉRICA Y EL CARIBE 2008 "AOAC LATINA." Recuperado de <http://aoaclatina.com.ar>

AZOT – TRANS TRADING COMPANY "Calcium Nitrate." Recuperado de http://azottrans.com/en/products/mineral_fertilizers/nitrogen_fertilizer/calcium_nitrate

BEAVER CHEMICALS LTD. 2012 "How Filteraid Works." Recuperado de http://www.beaverchemicals.com/how_filteraid_works.html

FFP SYSTEMS INC. 2006 "A Basic Introduction to Filter Presses for Sludge Dewatering, Filtration and Process Fluid Polishing." Recuperado de http://www.ffpsystems.ca/filter_press.html

GENERAL FILTRATION 2016 "Filter Aid Filtration." Recuperado de http://www.generalfiltration.com/assets/uploads/Filter_Aid_Filtration.pdf

METCHEM 2015 "Pre – Coat/ Acid Wash/ Body Feed System for Filter Presses." Recuperado de http://www.metchem.com/Filter_Press_Pre-Coat_Body_Feed_System.html

NATIONAL CENTER FOR BIOTECHNOLOGY INFORMATION, U.S. NATIONAL LIBRARY OF MEDICINE. "PubChem Open Chemistry Database – Calcium Nitrate." Recuperado de https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/calcium_nitrate#section=Top

RESEARCH GATE. "What is the importance of calcium nitrate in plant growth?" Recuperado de https://www.researchgate.net/post/what_is_the_importance_of_calcium_nitrate_in_plant_growth

ROYAL SOCIETY OF CHEMISTRY 2015 "ChemSpider – Calcium Nitrate." Recuperado de <http://www.chemspider.com/Chemical-Structure.23336.html>

THE CHEMICAL COMPANY 2014 "Calcium Nitrate $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$." Recuperado de <https://www.thechemco.com/chemical/calcium-nitrate/>

UNIVERSITAT DE BARCELONA "Filtración al Vacío." Recuperado de http://www.ub.edu/oblq/oblq%20castellano/filtracio_buit.html#

USP TECHNOLOGIES 2016 « Nitrate Applications fo Hydrogen Sulfide Control. » Recuperado de <http://www.h2o2.com/products-and-services/us-peroxide-technologies.aspx?pid=114>

WESTFALL MANUFACTURING CO. "D.E. Filter Facts." Recuperado de http://westfallmfg.com/files/Westfall_DE_Filter_Facts.pdf

- **Referencia de recursos bibliográficos**

- Documento obtenido de un libro de texto**

- Badger y Banchemo (1977) *Introducción a la ingeniería química. Filtración* pp. 575 – 593. Editorial McGraw – Hill

- Justines, H. (2010) "Calcium Nitrate as a Multifunctional Concrete Admixture" *Concrete Magazine*, Vol 44, No. 1, p.34

- McCabe / Smith (1981) *Operaciones Básicas de Ingeniería Química Vol II. Separaciones mecánicas (Filtración)* pp. 911 – 921. Editorial Reverté, S.A.

Wolfgang Laue, Michael Thiemann, Erich Scheibler, Karl Wilhelm Wiegand (2002) *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, "Nitrates and Nitrites" Wiley-VCH, Weinheim

Documento obtenido de un método oficial

Método Oficial AOAC 945.03 *Determinación de Calcio en Fertilizantes*
Titulación indirecta con Permanganato de Potasio