

# UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y TEXTIL



## “EVALUACIÓN TECNOLÓGICA DE LOS PROCESOS DE PURIFICACIÓN DE SODA CÁUSTICA”

**INFORME DE SUFICIENCIA**

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

**INGENIERO QUÍMICO**

POR LA MODALIDAD DE ACTUALIZACIÓN DE CONOCIMIENTOS

PRESENTADO POR:

ERNESTO AURELIO BRAVO PICON

LIMA – PERÚ

2010

## RESUMEN

La soda cáustica o hidróxido de sodio, es uno de los insumos básicos más importantes para la industria en general y generalmente es comercializada en forma líquida como solución al 50%.

Existen tres tecnologías de producción ampliamente conocidas: Las celdas de Amalgama, Celdas de Diafragma y las de Membrana, siendo esta última la más nueva y la más eficiente; y que, desde el punto de vista ambiental, prevalece actualmente.

La soda cáustica producida por la vía de amalgama, también denominada de grado Rayón, es la de mejor calidad por su menor contenido de sales. Por este motivo se justifica su demanda en el mercado que, incluso, le asigna un valor adicional por ello.

El gran problema que afronta la soda producida con esta tecnología, es el arrastre del mercurio, que forma la amalgama, durante el proceso de electrolisis. Esta situación trae como consecuencia que deba ser eliminado antes de su comercialización. La primera forma de separarla es por medio del enfriamiento. A partir de aquí, las diferentes alternativas tecnológicas de separación pueden ser utilizadas.

Uno de los procesos más utilizados en la industria es la separación mecánica (filtración) utilizando filtros de carbón. También existen métodos alternativos, algunos de carácter experimental, como aparece en la bibliografía consultada [6] y cuyas ventajas y desventajas se analizan en el presente informe.

Una empresa de cloro soda peruana, que utiliza la tecnología de amalgama, desarrolló a inicios de la década un proyecto para implementar un sistema de filtración mecánica de última generación. Los detalles saltantes de su implementación y puesta en marcha; así como los resultados obtenidos, se mostrarán para comparar su excelente desempeño ante otras tecnologías similares existentes.

## INDICE

I.-	Introducción	
II.-	Tecnologías para la fabricación y Purificación de la Soda Cáustica	
2.1.-	La Industria de Cloro Soda .....	09
2.1.1.-	Usos del cloro.....	09
2.1.2.-	Usos de la Soda Cáustica.....	09
A.-	Industria de la Pulpa y Papel.....	09
B.-	Industria textil.....	10
C.-	Industria de la Alúmina.....	10
2.1.3.-	Comercio Mundial.....	10
2.2.-	Obtención de la Soda Cáustica.....	11
2.2.1.-	Procesos Químicos.....	12
A.-	El Proceso Le Blanc.....	12
B.-	El Proceso Solvay.....	12
2.2.2.-	Procesos Electroquímicos.....	13
A.-	El Proceso de celdas de Amalgama.....	14
a).-	La Celda de Electrólisis.....	15
b).-	El Desamalgamador.....	16
B.-	El proceso de celdas de Diafragma.....	17
C.-	El Proceso de celdas de Membrana.....	18
2.3.-	Consideraciones Ambientales.....	19
2.3.1.-	Regulaciones en la Industria de Cloro Soda.....	19

2.3.2.- Ciclo de Vida de las plantas de Cloro Soda.....	21
2.4.- La Separación Mecánica Sólido Líquido.....	21
2.4.1.- Introducción.....	22
2.4.2.- Teoría de la Filtración.....	25
A.- Marco Teórico.....	25
B.- Resistencia a la Filtración.....	26
C.- Medio Filtrante.....	27
D.- Resistividad de la torta.....	27
2.4.3.- Pruebas de Laboratorio y Escalamiento.....	28
2.5.- Tecnologías Comerciales de Purificación de la soda cáustica.....	30
2.5.1.- Evolución de las tecnologías de purificación mecánica.....	30
2.5.2.-Experiencias aplicadas en Europa.....	31
2.5.3.- Costo de Capital.....	32
III.- Evaluación Tecnologías de Purificación de Soda Cáustica Disponibles	
3.1.- Introducción.....	33
3.2.- Clasificación de tecnologías de Purificación.....	34
3.2.1.- Filtración Mecánica Convencional.....	36
A.- Principios de Operación.....	36
B.- Factores que influyen en la eficiencia de Filtración.....	38
a).- Los Factores Primarios.....	38
b).- Los Factores Secundarios.....	39
C.- Elementos Filtrantes.....	40
D.- Material Ayuda Filtrante.....	41
E.- Variables de Operación.....	45
a).- Temperatura.....	46

b).- Presión.....	46
c).- Caudal Específico.....	47
F.- Filtración por Etapas.....	48
3.2.2.- Micro Filtración.....	49
A.- Descripción del Proceso.....	49
B.- Diseño del Filtro.....	49
C.- Tamaño del Poro.....	50
D.- Materiales de Construcción.....	50
E.- Cartuchos Plegables.....	51
F.- Cartuchos de Profundidad.....	51
G.- Variables de Operación.....	52
a).- Temperatura.....	52
b).- Presión.....	52
c).- Caudal Específico.....	52
3.2.3.- Filtración Multi –Etapas Combinada.....	53
3.2.4.- Gas Stripping.....	55
3.2.5.- Electrocoagulación/Reducción Electrolítica.....	57
3.2.6.- Amalgamación metálica.....	58
3.2.7.- Intercambio Iónico.....	59
3.2.8.- Adsorción Selectiva.....	61
3.3.- Implementación Planta Filtración de Soda.....	62
3.3.1.- Desarrollo del Proyecto.....	65
3.3.2.- Implementación del Proyecto.....	67
A.- Ingeniería.....	67
B.- Instalaciones.....	68

3.3.3.- Puesta en Marcha.....	69
3.3.4.- Análisis de Laboratorio.....	69
3.3.5.- Resultados.....	70
IV.- Conclusiones y Recomendaciones	
4.1.- Conclusiones.....	77
A.- Temperatura.....	77
B.- Caudal Específico.....	78
C.- Reciclo.....	79
D.- Elementos Filtrantes.....	80
E.- Acondicionar los Elementos Filtrantes.....	80
F.- Diferencial de Presión.....	81
G.- Control de Presión.....	82
4.2.- Recomendaciones.....	82
V.- Bibliografía	

## I.- INTRODUCCIÓN

Si bien la tecnología de amalgama, desde el punto de vista ambiental, ha perdido competitividad ante la nueva tecnología de membrana. También es cierto que no existe una prohibición o dispositivo específico que obligue al cierre de las plantas que utilizan esta tecnología.

Existen compromisos voluntarios de la industria para llevar a cabo el cambio de tecnología. Sin embargo, existen fuertes consideraciones de tipo económico, que afectarían su competitividad y que hacen inviable este cambio por ahora. En Europa, en donde históricamente se ha concentrado la mayor cantidad de plantas que utilizan esta tecnología, mencionan al año 2020 como fecha límite para este cambio, aunque no existe ningún compromiso del tipo vinculante.

Lo cierto es que el cambio tecnológico por sí sólo no justifica la magnitud de inversión necesaria para hacerla. Por este motivo, en el viejo continente han optado por proseguir con la tecnología hasta que cumpla su ciclo económico de vida útil.

El presente informe surge en el contexto de adecuación de la calidad del producto obtenido por una empresa productora de soda cáustica, que utiliza la tecnología de amalgama, a los cada vez más exigentes niveles reducidos de contaminación del producto con el mercurio.

El objetivo del presente trabajo es mostrar, en una forma general, un panorama de la industria de cloro soda, las tecnologías de producción, en especial la de amalgama, y de las principales alternativas disponibles encontradas para el tratamiento de la soda cáustica líquida producida por esta vía. También, se revisarán las aplicaciones comerciales más usadas y exponer la aplicación de una de ellas como solución al

## **II.- TECNOLOGÍAS PARA LA FABRICACIÓN DE LA SODA CÁUSTICA**

La producción de soda cáustica está ligada al desarrollo de la industria de cloro soda y de sus tecnologías.

### **2.1.- LA INDUSTRIA DE CLORO SODA**

La industria de cloro soda actual está basada en los procesos de electrolisis. En ellos, el cloro y la soda cáustica se producen conjuntamente y en una proporción equimolar. Al igual que el petróleo y los metales; la soda cáustica y el cloro tienen sus precios fijados por el mercado global y están sujetos a las diversas situaciones de la economía y el comercio mundial.

#### **2.1.1.- USOS DEL CLORO**

La principal aplicación del cloro a nivel mundial es la producción del cloruro de polivinilo (PVC) que es considerado el segundo plástico más producido en el mundo, luego del polietileno. Tiene una aplicación intensiva en la industria de la construcción.

En el proceso de fabricación del PVC, en una primera etapa se obtiene el di-cloruro de etileno (EDC) luego de reaccionar al etileno con el cloro. Luego, mediante otro proceso, se retira cloruro de hidrógeno del EDC para obtener el monómero de cloruro de vinilo (VCM) que luego de polimerización se convierte en el cloruro de polivinilo (PVC).

#### **2.1.2.- USOS DE LA SODA CÁUSTICA**

La soda cáustica tiene una intensa y diversa aplicación en la industria química:

A.- Industria de La Pulpa y Papel.

Casi la décima parte de la producción mundial de la soda cáustica se deriva a esta industria. El proceso Kraft, desarrollado originalmente en 1879, sigue siendo predominante en la obtención de pulpa. Aquí, la soda es utilizada en las etapas de blanqueo.

#### B.- Industria Textil

Es otra aplicación importante, en donde la fibra rayón se produce a partir de la fibra de madera tratada con soda cáustica. En este proceso, la calidad de la soda es fundamental a tal punto que la obtenida a través de la tecnología de amalgama prevalece debido a la gran pureza que la caracteriza. Por este motivo, a veces, al producto obtenido por esta tecnología se le conoce como la soda grado Rayón.

#### C.- Industria de la Alúmina

La soda cáustica también ha sido importante para la industria del aluminio a partir del año 1900. La alúmina es recuperada de la bauxita mediante extracción con soda cáustica (Proceso Bayer).

### **2.1.3.- COMERCIO MUNDIAL**

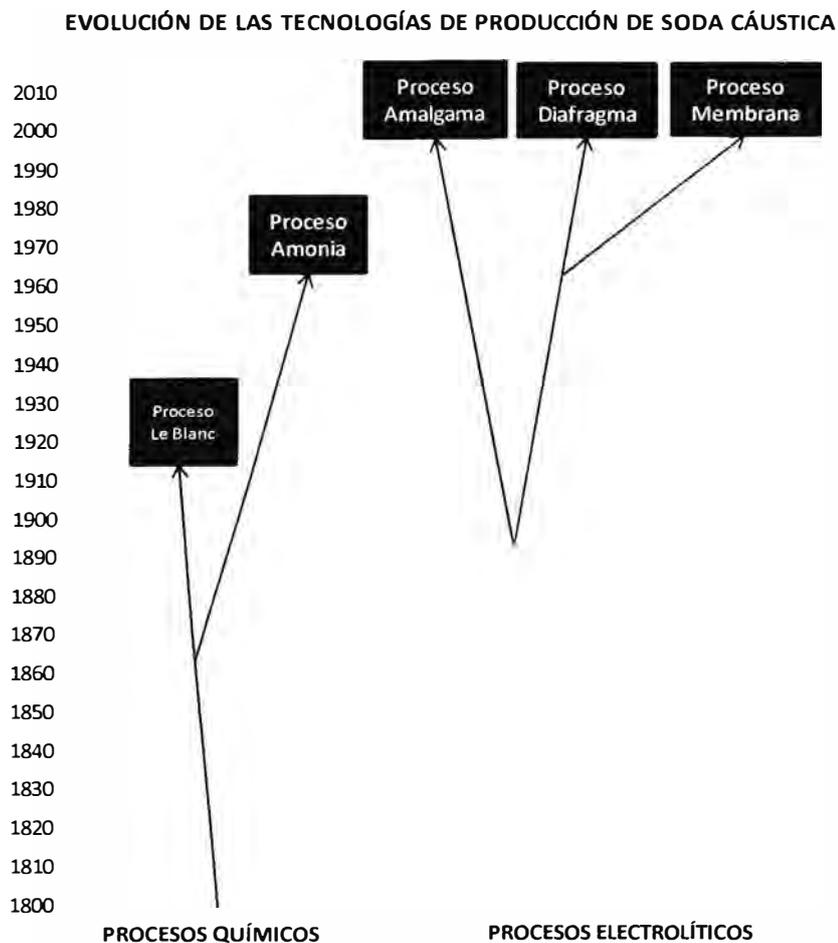
Si bien el cloro y la soda se producen en una relación equimolar fija, son consumidos separadamente y para diferentes propósitos. Por lo general, la demanda de ambos productos no se encuentra balanceada y aún más, en el tiempo está desfasada, con lo cual a menudo se generan excedentes de oferta a nivel mundial.

En los países en desarrollo, la demanda de soda cáustica supera a la demanda del cloro, debido a que el consumo de soda en las industrias básicas, tales como el papel, vidrio y textiles; normalmente precede al desarrollo de la industria de los plásticos y petroquímicos que consumen cloro. Por esta razón, países industrializados, como los de Europa, tienden a exportar soda cáustica a las regiones en desarrollo como el Asia.

## 2.2.- OBTENCION DE LA SODA CÁUSTICA

Tradicionalmente, dos tipos de procesos han sido definidos: Los procesos químicos inicialmente y luego los procesos electroquímicos

La figura 2.1 nos da una idea sobre la evolución de las diversas tecnologías utilizadas en la industria de cloro soda.



**Figura 2.1:** Evolución histórica de los procesos de obtención de soda cáustica. [3]

### 2.2.1.- PROCESOS QUÍMICOS

En los albores de la elaboración, a escala industrial, de los productos alcalinos, los procesos de fabricación se basaron en reacciones netamente químicas. Destacaron dos tipos de procesos:

#### A.- El Proceso Le Blanc

Considerado como el primer proceso químico industrial [3] de la historia (1736), permitió obtener el carbonato de sodio bajo las siguientes reacciones:



Sin embargo, también se generaban dos residuos contaminantes: el ácido clorhídrico (HCl) y el sulfuro de calcio (CaS). Los grandes problemas medioambientales y la dificultad que representaba su tratamiento, fueron las causas que finalmente condenaron a este proceso.

#### B.- El Proceso Solvay (Amonia)

Fue industrializado en 1861 por el químico belga Ernest Solvay, y representó una mejora al proceso Le Blanc a partir de las siguientes reacciones:



Tanto en el proceso de Le Blanc como en el de Solvay, con la obtención del carbonato de sodio (antiguamente denominada sosa) se atendía la demanda de las diversas industrias de cáusticos. Un proceso posterior de caustificación del carbonato de sodio con el hidróxido de calcio permite obtener la soda cáustica.

### 2.2.2.- PROCESOS ELECTROQUÍMICOS

A fines del siglo 18, como se puede apreciar en la figura 2.1, aparece el proceso electrolítico; un método, radicalmente diferente, para la producción de soda cáustica. Fueron un químico, Hamilton Castner y un ingeniero, Carl Kellner quienes se asociaron y pusieron en servicio una primera planta industrial de cloro soda en Run Corn, Gran Bretaña, 1897 [3].

En el proceso electrolítico; una solución acuosa de cloruro de sodio (NaCl), comúnmente llamada salmuera, es purificada convenientemente y luego se descompone mediante la aplicación de corriente continua directa para producir cloro gas, soda cáustica e hidrógeno.

Electroquímicamente, las cantidades producidas dependerán principalmente de la cantidad de corriente aplicada. Por esta razón, la industria de cloro soda se convierte en un gran usuario de energía eléctrica.

El principal problema de la industria, desde sus inicios, fue la separación del cloro y la soda al momento de producirse. Por esta razón, existen tres tipos de procesos comerciales para la producción de cloro soda:

A.- Proceso de celdas de Amalgama

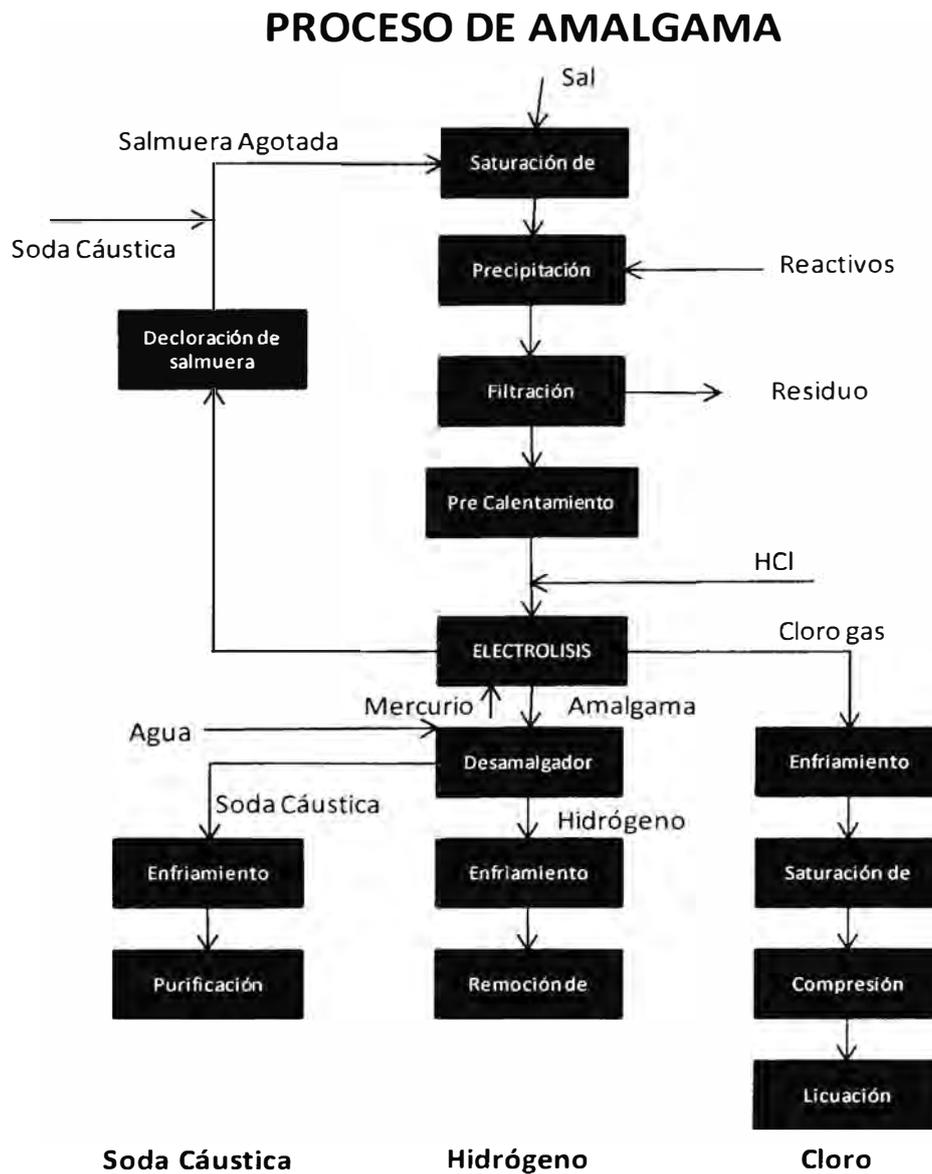
B.- Proceso de celdas de Diafragma

C.- Proceso de celdas de Membrana

En la actualidad, la distribución mundial del uso de estas tecnologías se ha diferenciado claramente de acuerdo a las regiones: En Europa predomina aún el proceso de mercurio, mientras que en USA el proceso de diafragma. En cambio, en el Japón y los países asiáticos predomina la nueva tecnología de membrana.

## A.- PROCESO DE CELDAS DE AMALGAMA

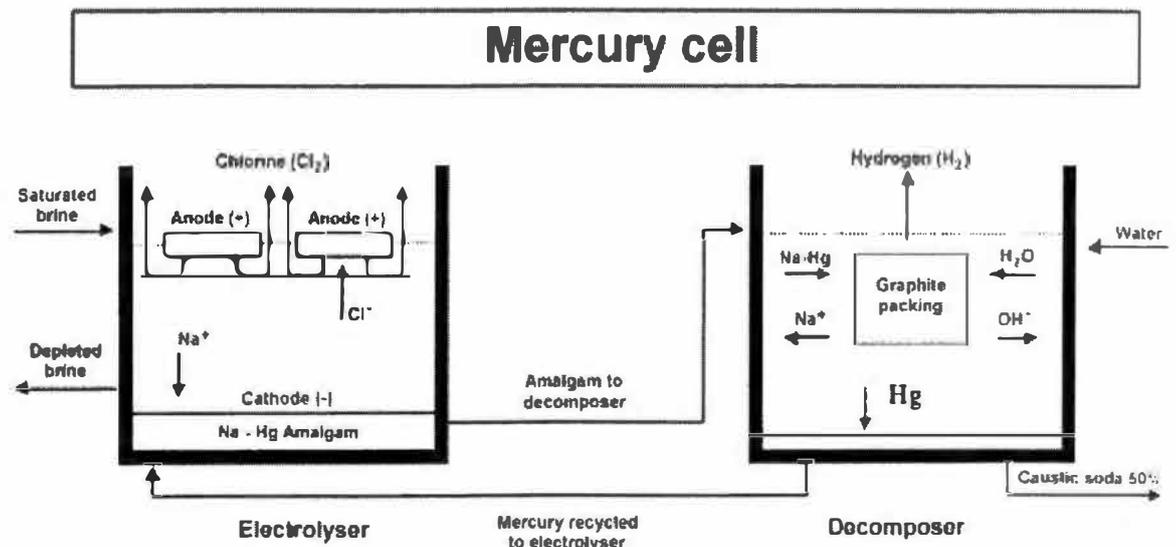
En la figura 2.2 se resume el proceso de amalgama de mercurio, aunque muchas de sus etapas son válidas tanto para el proceso de diafragma, como para el de membrana.



**Figura 2.2:** Proceso de celdas de Amalgama para la obtención de soda cáustica [3]

El proceso de celdas de amalgama, como se puede apreciar en la figura 2.3 está compuesto de dos unidades electrolíticas:

- La celda electrolítica propiamente dicha y,
- El descomponedor de amalgama de mercurio.



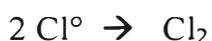
**Figura 3.3:** Esquema de la celda de Amalgama de mercurio mostrando sus componentes [1]

#### a).- LA CELDA DE ELECTROLISIS

En esta unidad, la salmuera purificada y caliente fluye por gravedad en la misma dirección que una película de mercurio metálico que funciona como cátodo. Por su parte, los ánodos, fabricados en material de titanio, se encuentran suspendidos en la salmuera y en su superficie se realiza la evolución del cloro que es común en los tres procesos.

A diferencia de los procesos de diafragma o membrana en donde el hidrógeno y la soda cáustica son descargados en el cátodo, en el caso de las celdas de amalgama, durante la reacción catódica, los iones  $\text{Na}^+$  son descargados sobre la fina película de mercurio para formar una amalgama.

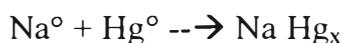
### REACCIÓN EN EL ÁNODO



### REACCIÓN EN EL CÁTODO

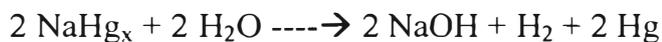


A continuación el sodio se disuelve en el mercurio para formar una amalgama:



### b).- EL DESAMALGAMADOR

En esta parte de la celda, la amalgama reacciona con el agua desmineralizada para formar la soda cáustica y el hidrógeno según la siguiente reacción:



Así, mientras que en los procesos de diafragma y membrana, una barrera física separa la producción de cloro y la soda cáustica; en el proceso de amalgama, el metal líquido desempeña este rol crucial. Por esta razón, las plantas son diseñadas para retornar a la celda, todo el mercurio posible luego que en el desamalgamador se ha retirado la soda cáustica.

Sin embargo, existe una pequeña fracción del mercurio que es emitido fuera del proceso contenido en los productos y desechos sólidos, lo cual crea la necesidad de instalar plantas de tratamientos en los puntos de salida de estas emisiones.

La tecnología de amalgama tuvo un amplio desarrollo tecnológico en Europa, e inicialmente fue una tecnología predominante en el mundo. En Europa, firmas muy reconocidas como Bayer, Basf y Hoechst desarrollaron el proceso de mercurio en Alemania. Por su parte en Italia, la firma De Nora desarrollo las celdas horizontales que luego se han instalado en diversas partes del mundo.

## **B.- EL PROCESO DE CELDAS DE DIAFRAGMA**

Las celdas de Diafragma fueron las primeras en utilizarse comercialmente a partir del año 1890. Luego de sucesivas mejoras, la tecnología alcanzó su máximo desarrollo cuando aparecieron las celdas con diafragma de asbesto.

El proceso difiere del de amalgama en que todas las reacciones se llevan a cabo dentro de una celda y como producto se tiene un licor de soda cáustica y salmuera. Para separar el cloro que se desprende en el ánodo del hidrógeno y la soda que lo hacen en el cátodo, se tiene instalado un diafragma. De no existir este dispositivo, el cloro mezclado con el hidrógeno podría formar una mezcla explosiva; mientras que la soda cáustica podría reaccionar con el cloro para formar hipoclorito. Ver Figura 2.4

La composición del licor cáustico formado es de 11% w/w de soda cáustica y 18% w/w de cloruro de sodio. Por este motivo, se instala una planta de evaporación para obtener un producto líquido al 50% w/w aunque de gran contenido de cloruros.

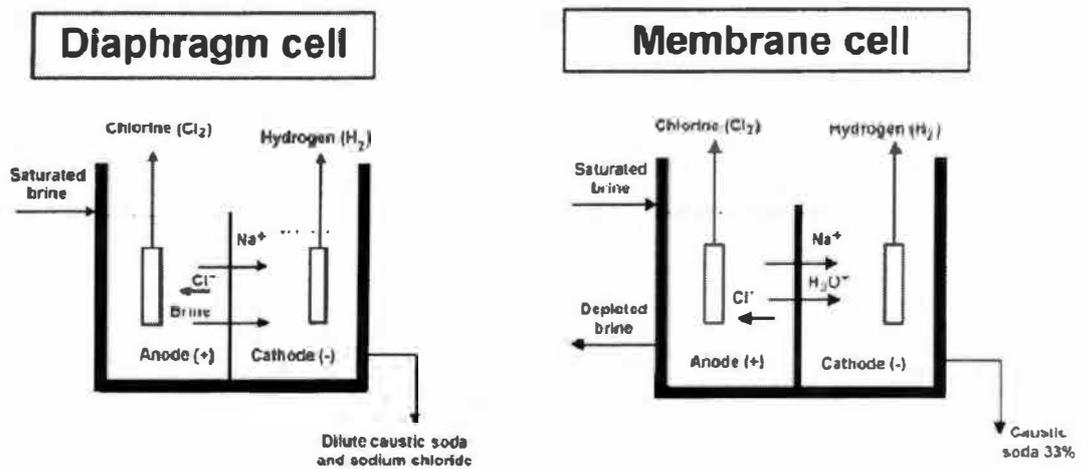
Por esta razón, casi para el 25% de las aplicaciones de la soda cáustica, la calidad del producto proveniente de las celdas de diafragma resulta inadecuada, especialmente

para la fabricación de fibras sintéticas como el Rayón. Esta fibra, del tamaño de una micra, se vuelve muy frágil cuando la soda cáustica contiene impurezas [3].

### C.- EL PROCESO DE CELDAS DE MEMBRANA

En el año de 1970, forzado por las preocupaciones medioambientales y producto del desarrollo tecnológico, apareció la tecnología más reciente la denominada celda de membrana. Aquí, el cátodo es de Níquel y una membrana de intercambio iónico sirve de medio para separar el anolito (salmuera más el cloro gas) del catolito (hidróxido de sodio más hidrógeno). Ver Figura 2.4.

La soda cáustica líquida obtenida se encuentra al 32% w/w y tiene que ser evaporada luego para obtener el producto comercial al 50% w/w. Su calidad es tan buena como la obtenida con las celdas de amalgama.



**Figura 2.4** Dibujo esquemático de las Celdas de diafragma y de membrana [1]

## **2.3.- CONSIDERACIONES AMBIENTALES**

En Mayo De 1956, en la localidad de Minamata, Japón; fueron reportados 4 casos de muerte de una enfermedad desconocida con síntomas nerviosos. La causa fue atribuida al metil mercurio que había envenenando los peces que alimentaban a los habitantes de la zona.

Si bien, la industria de cloro soda no fue la culpable de este accidente, el hecho de ser una gran consumidora de mercurio, la afectó grandemente.

### **2.3.1.- REGULACIONES EN LA INDUSTRIA DE CLORO SODA**

El incidente de Minamata trajo como una seria preocupación en Europa sobre los efectos del mercurio. Aunque ya algunas investigaciones evidenciaban los riesgos del mercurio inorgánico, este incidente no hizo más que extremar las regulaciones ambientales de las emisiones de estos contaminantes.

Así, ya en 1960, apareció el término “mejor tecnología disponible” para ser instaladas a las plantas de cloro soda de manera que pudiesen restringirse las emisiones de las plantas de cloro que usan la tecnología de amalgama. Estas medidas sólo fijaban niveles cualitativos de las emisiones en los efluentes líquidos.

En Europa, en la década de 1970, dos instituciones empezaron a trabajar en forma paralela sobre las regulaciones de este tipo: La Comisión de Paris y la Comunidad Europea. En 1974 se firmó la denominada convención de Paris con el objeto de prevenir la contaminación del mar desde fuentes de emisión en tierra.

En Junio de 1982, la comisión de Paris estableció los primeros límites para las emisiones en la denominada decisión PARCOM 80/2. Obligaba a implementar la

mejor tecnología disponible (nivel de emisión en 0.5 g de Hg por tonelada de cloro producido y/o alentar el uso de la tecnología de membrana)

Desde entonces, la legislación se volvió cada vez más exigente, llegando a proponerse el cierre de las plantas con tecnología de amalgama para el año 2010. Sin embargo, al no existir consenso entre los miembros de la comunidad europea, no ha podido ser aplicada por razones económicas y, más bien, las tecnologías han seguido mejorando su eficiencia al punto de reducir los niveles de emisión a valores muy cercanos a la emisión natural.

Adicionalmente, muchos productores europeos agrupados en la organización Eurochlor, han anunciado su compromiso voluntario de salir de la tecnología en el 2020 o al final del ciclo de vida útil de las plantas.

No obstante lo anterior, la comunidad Europea llevó a cabo una serie de medidas denominadas Directivas, siendo la más conocida la 96/91 EC a partir de la cual se promovió el intercambio de información entre los países miembros a fin de dar a conocer las mejores tecnologías disponibles (BATs) para controlar o combatir las emisiones.

Las tecnologías se desarrollaron para controlar las emisiones tanto en los residuos como en los productos terminados. En el caso de la soda cáustica, se desarrollaron una serie de tecnologías, básicamente filtraciones, para remover el mercurio contenido. Aunque los diversos tipos de filtro permiten obtener bajos niveles de mercurio en el producto, la tecnología predominante es la filtración mecánica que utiliza carbón como sustancia ayuda filtrante.

### **2.3.2.- CICLO DE VIDA DE LAS PLANTAS DE CLORO SODA**

Ha sido ampliamente demostrado, y no es materia del presente trabajo, los ahorros que podrían obtenerse por llevarse a cabo el proceso de conversión desde la tecnología de mercurio a la de membrana, no cubren los costos de inversión de capital necesarios. Por lo tanto, la implementación del cambio tecnológico impulsada por los organismo de regulación ha sufrido fuerte resistencia. Los productores han propuesto hacerlo al final del ciclo de vida de este tipo de plantas y que de acuerdo a la opinión de los expertos, dura aproximadamente entre 40-60 años (Eurochlor 1998).

Basada en estas premisas, la industria de cloro soda europea se ha opuesto de manera vigorosa al mencionado cierre de esta tecnología propuesta para el año 2010. Agrupados en la organización EuroChlor, han solicitado en todas las instancias políticas y reguladoras, dejar sin efecto esta decisión y, por el contrario, dejar que sea una acción voluntaria la política de no seguir operando plantas basadas en la tecnología de amalgama. De igual modo, se comprometen a seguir reduciendo las emisiones hasta llegar a los niveles indicados en las directivas mencionadas anteriormente. Como consecuencia, para Diciembre de 1997 se comprometen a llegar a niveles de emisión cuyo límite máximo debiera ser 0.5 gr de Hg por tonelada de capacidad instalada de cloro [1].

### **2.4.- LA SEPARACIÓN MECÁNICA SÓLIDO LÍQUIDO**

La mayoría del equipamiento utilizado para la separación sólido - líquido, especialmente en el caso de sólidos finamente divididos, fue desarrollado de manera independiente por los diversos sectores de la industria. No estamos muy alejados de la verdad, si afirmamos que mucho de su desarrollo se ha llevado a cabo teniendo en cuenta solamente consideraciones teóricas muy generales [2].

### 2.4.1.- INTRODUCCIÓN

Aún en épocas actuales, la selección de equipos, para las aplicaciones de separación sólido líquidas específicas, es generalmente un proceso de escalamiento basado en pruebas de experimentación directa con el material a ser procesado. que son realizadas en unidades piloto.

La naturaleza y el dimensionamiento del equipamiento, para este servicio, depende principalmente de ciertos factores económicos y de las proporciones de las fases. De igual modo, también intervienen ciertas propiedades físicas que influyen en el movimiento relativo de líquidos y partículas.

A menudo, la presión es la principal variable de operación y sus efectos sobre las propiedades de las sustancias involucradas deberían ser conocidas.

**Tabla 2.1** Clasificación de la separación sólido - líquido [2].

<b>Medios Mecánicos principales para la separación Sólido - Líquido</b>	
Sedimentación	<ul style="list-style-type: none"> <li>a Por Gravedad               <ul style="list-style-type: none"> <li>i En espesadores</li> <li>ii En Clasificadores</li> </ul> </li> <li>b Por fuerza centrífuga</li> <li>c Por flotación con aire</li> <li>d Por flotación en un medio denso</li> <li>e Por propiedades magnéticas</li> </ul>
Filtración	<ul style="list-style-type: none"> <li>a En clasificadores, por gravedad</li> <li>b En filtros               <ul style="list-style-type: none"> <li>i En vacío</li> <li>ii En presión</li> <li>iii por centrifugación</li> </ul> </li> </ul>
Expresión	<ul style="list-style-type: none"> <li>a Procesos tipo batch</li> <li>b Procesos continuos               <ul style="list-style-type: none"> <li>i presión de tronillos</li> <li>ii rolos</li> <li>iii discos</li> </ul> </li> </ul>

La Tabla 2.1 muestra un esquema general de clasificación de los procesos de separación mecánica de sólidos y líquidos. De aquí, se puede concluir que siempre que sea posible, los sólidos deben separarse por gravedad o con la ayuda de la centrifugación.

No obstante ello, podemos recurrir a un parámetro general que nos indique el tipo de equipo que podría ser el adecuado para un proceso en estudio.

Dicho parámetro es la conducta de sedimentación o velocidad de filtración que se puede apreciar en las pruebas de laboratorio con equipos que generen vacío. La Tabla 2.2 nos muestra una clasificación generalizada del equipamiento que podría requerirse en función de los ensayos de laboratorio, estos es, pruebas de velocidad de formación de torta. Este rango puede variar desde algunos cm/segundo hasta fracciones de cm/hora.

**Tabla 2.2** Selección de equipo para separación mecánica en función de la velocidad de crecimiento o formación de la torta [2].

<b>SELECCIÓN DE EQUIPO DE SEPARACIÓN EN BASE A LA VELOCIDAD DE CRECIMIENTO DE LA TORTA</b>		
<b>Tipo de Proceso</b>	<b>Velocidad de crecimiento de torta</b>	<b>Equipo Adecuado</b>
Filtración Rápida	0.1 - 10 cm/seg	recipiente de gravedad, faja horizontal, centrifuga continua
Filtración Mediana	0.1 - 10 cm/min	Tambor o disco de vacío, centrifuga peeler
Filtración Lenta	0.1 - 10 cm/hora	filtro prensa, centrifugas de disco o tubular
Clarificación	torta despreciable	Cartuchos, tambores con ayuda filtrante, sistemas de ayuda de filtración

Una regla práctica aplicada en la industria nos dice que la selección final de un equipo de filtración debe hacerse a partir de las pruebas de laboratorio o planta piloto.

Comercialmente, en el procedimiento para la selección del equipo adecuado, los fabricantes suelen requerir de cierta información que aquí se resume:

Un diagrama del proceso del cual es parte la filtración, indicando las calidades y cantidades esperadas de la torta y el filtrado.

Las propiedades de la corriente de alimentación: cantidad, distribución de tamaño, densidades y análisis químicos

Las observaciones y ensayos de laboratorio sobre velocidades de sedimentación

Las opciones de pre tratamiento que pueden ser utilizados

Las opciones de lavado y secado posterior con aire

Los materiales de construcción

También es importante señalar que en la separación mecánica, un aspecto importante para mejorar el rendimiento del proceso de filtración, es el acondicionamiento del lodo a tratar para mejorar su filtrabilidad.

La tabla 2.3 resume la técnica de pre tratamiento para mejorar la concentración de sólidos mediante acciones sobre el lodo inicial.

**Tabla 2.3** Pre Tratamiento de lodos. Acciones y efectos.

<b>PRE TRATAMIENTO DE LODOS</b>		
Concentración de Sólidos	Incremento debido a un adecuado dispositivo como 1ra etapa, tal como un tanque sedimentador, celda flotación, espesador, etc.	Incremento de la velocidad de filtración si concentración inicial es menor de 2%
	Clasificación para eliminar finos usando sedimentación o ciclones	Incremento de velocidad de filtración/reducción de humedad
	Adición ayuda filtrante (diatomitas u otras sustancias que trabajen como ayuda filtrante)	incremento velocidad filtración por formación de torta más porosa.

## 2.4.2.- TEORIA DE LA FILTRACIÓN

### A.- MARCO TEORICO [2]

La filtrabilidad de un lodo depende marcadamente de pequeñas diferencias no identificadas de las condiciones de formación y crecimiento de la torta, al punto que aún no han podido establecerse correlaciones para explicar esta conducta.

En realidad, la situación es tan frustrante que inclusive se cuestiona la existencia de una teoría de filtración. Sin embargo, cualitativamente, la teoría de filtración es direccionalmente válida en una escala modesta y podría servir de base para una teoría muchos más sólida que pueda ser desarrollada en el futuro.

En la medida que la filtración se lleva a cabo, una torta porosa se va construyendo sobre un medio, que muchas veces la constituye una tela soportada. Debido a lo diminuto de los poros, el flujo es laminar y puede ser representado por la ecuación.

$$Q = \frac{dV}{dt} = \frac{A\Delta P}{\mu R} \quad (\text{Ecuación 2.1})$$

La resistencia  $R$  corresponde a la de la tela filtrante  $R_f$  y la de la torta  $R_c$ , lo cual podría asumirse que es proporcional al peso de la torta. Reemplazando se tiene:

$$Q = \frac{dV}{dt} = \frac{A\Delta P}{\mu(R_f + R_c)} = \frac{A\Delta P}{\mu(R_f + \frac{\alpha c V}{A})} \quad (\text{Ecuación 2.2})$$

En donde:

$\alpha$  = resistencia específica de la torta (m/kg),

$c$  = peso de sólidos/Volumen de líquido (kg/m<sup>3</sup>),

$\mu$  = viscosidad (N seg/m<sup>2</sup>),

$P$  = diferencial de presión (N/m<sup>2</sup>),

$A$  = Superficie de filtración (m<sup>2</sup>),

$V$  = Volumen de filtrado (m<sup>3</sup>),

$Q$  = Caudal de acumulación de filtrado (m<sup>3</sup>/seg)

Esta puede considerarse como una ecuación general básica en donde  $R_f$  y  $\alpha$  son constantes del equipo y el lodo respectivamente y deben evaluarse experimentalmente. La información más simple de analizar proviene de los ensayos de laboratorio desarrollados a condiciones de presión constante o de flujo constante.

## B.- RESISTENCIA A LA FILTRACIÓN

En la ecuación general 2.2 mostrada anteriormente,

$$Q = \frac{dV}{dt} = \frac{A\Delta P}{\mu(R_f + R_c)} = \frac{A\Delta P}{\mu(R_f + \frac{\alpha c V}{A})}$$

Se considera que la resistencia total al flujo del filtrado está constituido por la resistencia del medio filtrante  $R_f$  y de la torta con la resistencia específica  $\alpha$ .

### **C.- MEDIO FILTRANTE**

En la práctica, la medición de  $R_f$  incluye todos los factores que son independientes de la cantidad de torta formada, aunque la mayor parte de la resistencia, usualmente, se debe al medio mismo. El crecimiento de la torta y el consecuente incremento de su resistencia es una conducta reconocida especialmente en medios filtrantes hechos a partir de fibras. Las partículas se van ocluyendo gradualmente y de manera tan consistente, que incluso un lavado periódico no puede restablecer la condición inicial. El grado de penetración del medio dependerá de la porosidad, tamaño del poro, tamaño de partículas y velocidad. Normalmente se encuentra que  $R_f$  depende de la presión.

Data de algunos medios filtrante se muestran en Tabla 2.4. Aunque estas propiedades de porosidad y permeabilidad generalmente no se usan, los valores relativos pueden ser útiles a fines de comparar conductas bajo las mismas condiciones de filtración.

La permeabilidad ( $K_p$ ) se define como:

$$R_f = L/K_p \quad (\text{Ecuación 2.3})$$

En donde  $L$  es el espesor.. Valores típicos de  $R_f$  están en el orden de  $10^{10} \text{ m}^{-1}$ .

Así, la resistividad de filtración que ofrece un medio incluye su espesor.

### **D.- RESISTIVIDAD DE LA TORTA**

Debido a que la estructura de la torta es altamente dependiente de las condiciones de operación y de su formación, las ecuaciones teóricas para explicar esta conducta no tienen más que valor cualitativo.

Un incremento en la presión de operación traerá como consecuencia que las partículas o agregados que no están en la torta, podrían juntarse. El caudal específico también puede afectar a la estructura de la torta. Cuando los valores de los caudales son demasiado bajos, la estructura de la torta se encuentra relativamente suelta; mientras que cuando se manejan caudales altos, las partículas son arrastradas desde la torta que precisamente se está formando.

Se define a la presión de arrastre, en un punto de la torta, como la diferencia de presión entre la presión en el medio filtrante y la pérdida de presión debida a la fricción en ese punto. Como la presión de arrastre a una distancia definida de la tela filtrante se incrementa, aún cuando la presión de filtración se mantenga constante, la porosidad y la resistencia se ajustan ellos mismos continuamente.

### **2.4.3 PRUEBAS DE LABORATORIO Y ESCALAMIENTO**

Los ensayos de laboratorios pueden agruparse en tres tipos principales, enumerados en orden de complejidad:

. Utilizando equipos sencillos para observar las velocidades de sedimentación. Se puede decir que constituye una primera etapa de la investigación.

Utilizando filtros pequeños, del tipo de hoja, sometidos a presión o vacío

Utilizando una planta piloto que se encuentre equipada con el tipo de filtro que en primera instancia, se estima es el más adecuado para el servicio.

Industrialmente, esta última alternativa es la que se utiliza con mayor frecuencia, con la finalidad de asegurar los resultados esperados del sistema de filtración que se desca instalar. Además, se entiende que el proveedor en su experiencia ya ha realizado

pruebas iniciales de laboratorio y cuenta con el respaldo de contar con aplicaciones similares en la industria.

**Tabla 2.4** Porosidad y permeabilidad de algunas sustancias [2]

<b>Porosidad (%)</b>	
Plato Perforado	20
Malla reticular	
cruzada	15 - 25
cuadrada	30 - 35
Plásticos porosos, metales, cerámicos	30 - 50
Crudo kieselguhr	50 - 60
Cerámica pórosa especial	70
Membranas, espuma plástica	80
Asbesto, hojas de celulosa	80
Ayuda filtrante refinada (tierras diatomáceas)	80 - 90
Papel	60 - 95
<b>Permeabilidad, <math>10^{12} k_p</math> (m<sup>2</sup>) comparar ecuación 2.3</b>	
Ayuda filtrante	
Fina	0.05 - 0.5
Media	1 - 2
Grueso	4 - 5
Pulpa de fibra de celulosa	1.86
Fibra Celulosa + 5% asbestos	0.34
Hojas filtrantes	
Pulido	0.017
Fino	0.15
Clarificación	1.13
Material sinterizado	
Poro de 3 $\mu\text{m}$	0.2
Poro de 8 $\mu\text{m}$	1
Poro de 28 $\mu\text{m}$	7.5
Poro de 75 $\mu\text{m}$	70

## **2.5.- TECNOLOGIAS COMERCIALES DE PURIFICACION DE LA SODA CÁUSTICA**

Como producto del endurecimiento de la legislación en Europa, en el documento directiva de consejo 96/91 del IPPC se establecieron las mejores técnicas disponibles en la industria de producción de cloro soda.

El presente informe hace referencia de las tecnologías disponibles para afrontar la restricción de las emisiones en la soda cáustica proveniente de las plantas de cloro soda que utilizan la tecnología de amalgama. En la siguiente tabla se muestran los niveles alcanzados [1]:

Calidad de la Soda Cáustica:	Contenido de Hg
Luego de Tratamiento:	5-150 $\mu\text{g Hg/l}$ $\sphericalangle$ 10 -200 ppb (NaOH 100%)
Antes de Tratamiento:	2.5-25 mg Hg/l $\sphericalangle$ 3 - 33 ppm (NaOH 100%)

Vale la pena señalar que muchos de estos valores, son declarados por las mismas empresas, siendo bastante difícil su verificación. [1]

### **2.5.1.- EVOLUCIÓN DE LAS TECNOLOGÍAS DE PURIFICACION MECÁNICA**

En la tecnología de amalgama, la soda cáustica al 50% que deja las celdas, usualmente contiene mercurio metálico en el rango de 2.5 a 25 mg/l, dependiendo del tipo de desamalgamador y de la temperatura de operación.

Existen diversos tipos de filtros mecánicos pero los principales son los del tipo hoja y los del tipo vela. Los primeros utilizan sustancias ayuda filtrantes (recubren el área de filtración para mejorar su eficiencia). Los del tipo vela operan con sustancias ayuda filtrantes y también sin ellas. En la actualidad, a nivel industrial, ambos tipos de filtros son los predominantes para reducir los niveles de Hg en la soda cáustica.

Las ayudas filtrantes, usualmente, son fabricadas de un carbón especial. El mercurio es adsorbido sobre esta sustancia que actúa como una especie de pre capa y es descargado desde el filtro como una torta relativamente seca. Si bien, la soda cáustica sale casi pura, debe señalarse que la filtración con carbón activado genera un residuo sólido adicional contaminado con mercurio que tiene que ser enviado a un proceso de destilación para ser recuperado.

Esta técnica de purificación garantiza un contenido de Hg máximo de 0.05 ppm en la soda cáustica al 50%, siempre y cuando su contenido al inicio de la filtración se encuentre en el rango de 5-20 ppm. Los proveedores de esta tecnología han instalado estos sistemas en muchas plantas.

En resumen, podemos señalar que comercialmente, la filtración mecánica es el procedimiento más utilizado por las plantas de cloro soda que tienen la tecnología de amalgama, para su proceso de purificación de la soda cáustica.

### **2.5.2.- EXPERIENCIAS APLICADAS EN EUROPA [1]**

En las plantas de Europa, que utilizan las tecnologías de filtración mecánica se reportan las plantas con mejores niveles de eficiencia. La información disponible muestra lo siguiente:

- Hydro Polymers en Stenungsund y Akzo Nobel en Bohus (Suecia) ambos reportan para 1997 una concentración de mercurio residual en la soda (NaOH 100%) de 10-20 ppb.
- Akzo en Hengelo (Holanda) reporta para 1997 una concentración de mercurio residual en la soda cáustica (NaOH 100%) de 40-60 ppb.

### **2.5.3.- COSTO DE CAPITAL [1]**

La adquisición de un sistema de filtración con un área equivalente de unos 15 m<sup>2</sup> tiene un costo aproximado de 125 000 mil Euros y su instalación, incluyendo todos sus instrumentos, otros 250 000 mil Euros (Fuente FUNDA Filter). Debe notarse que la automatización es fundamental para la operación confiable de los filtros durante sus etapas de servicio y de lavado.

Debe anotarse que los valores de las concentraciones de mercurio residual en la soda cáustica alcanzados en Hydro Polymers en Stenungsund y Akzo Nobel en Bohus (Suecia) son alcanzadas con áreas filtrantes de 100 y 150 m<sup>2</sup> respectivamente. La capacidad de Hydro Polymers es de 100 000 toneladas de cloro por año, mientras que la de Akzo Nobel es de 120 000 toneladas de cloro por año.

En el caso de la instalación de la unidad de filtración de soda en la planta de cloro soda peruana, el costo de los filtros fue de USD 250 000 para un área de 20 m<sup>2</sup>. A ello se debieron sumar los costos de obras civiles, fabricación e instalación de estructuras, montajes, equipos complementarios y su automatización que alcanzaron hasta USD 500 00 adicionales.

### **III.- EVALUACIÓN DE TECNOLOGIAS DE PURIFICACIÓN DE SODA CÁUSTICA DISPONIBLES**

En la purificación de la soda cáustica producto de la tecnología de amalgama, se han efectuado esfuerzos para minimizar la contaminación en la celda misma; es decir, en el desamalgamador. Es posible minimizar, tanto como sea posible, su temperatura de operación para disminuir el arrastre de mercurio en los productos. Sin embargo, el desarrollo de la tecnología de amalgama para la producción de soda cáustica; en general, se ha visto frenada por el avance de la tecnología de membrana. Por esta razón, es muy poco lo que se ha avanzado sobre esta materia y cada vez resulta más complicada.

#### **3.1.- INTRODUCCIÓN**

Luego de revisar brevemente la tecnología de producción de soda cáustica mediante el proceso de amalgama, es entendible hacia donde se han dirigido los esfuerzos para mejorar los procesos de su purificación. En primera instancia, los esfuerzos se han dirigido a profundizar el desarrollo de los procesos de separación mecánica para remover el mercurio elemental de la solución de soda cáustica al 50% procedente de las celdas. En segundo término, se trata de profundizar el desarrollo de una nueva generación de filtración/separación del mercurio del producto que ya ha sido filtrado y luego enfriado.

El presente trabajo se enfoca a la revisión de la información disponible sobre los esfuerzos que se viene desarrollando la industria de cloro soda para remover el mercurio de la soda cáustica empleando la separación mecánica. También, se incluye en la revisión la instalación de una planta de filtración de soda en una planta local.

Para la industria de cloro soda que utiliza la tecnología de amalgama, reducir los niveles de mercurio en la soda cáustica, a niveles tan bajos como sea posible, le permitirá mantenerse vigente en el mercado. La literatura indica que niveles de 30-50 ppb son posibles de obtener de manera consistente, aunque algunas señalan aisladamente la posibilidad de llegar a valores aún menores.

Si bien, las emisiones de mercurio, atribuibles al contenido en los productos como la soda cáustica, son mínimos; las preocupaciones de los organismos gubernamentales y agencias no gubernamentales acerca de estos niveles se han agudizado, obligando a los productores a mayores esfuerzos.

En el desarrollo del reporte, durante la revisión de las tecnologías disponibles de la época, queda evidenciado, de sobremanera, el hecho de que la filtración mecánica convencional y en especial, el empleo de los filtros de la firma R.P. Adams, es la tecnología que predomina en la industria de cloro soda de USA que utiliza la tecnología de amalgama.

Sin embargo, las conclusiones aplicadas a este tipo de filtros, son completamente válidas en otras partes del mundo donde se utilizan filtros similares, de otros fabricantes, con prácticamente los mismos resultados. En los siguientes párrafos, revisaremos dichas tecnologías, siguiendo la misma estructura presentada en el informe del Instituto de cloro.

### **3.2.- CLASIFICACIÓN DE TECNOLOGÍAS DE PURIFICACIÓN**

Existen diversos procesos de purificación de la soda cáustica. Las tecnologías más conocidas comercialmente se refieren a las de separación mecánica convencional. No obstante, existen otras, no muy conocidas, mostradas como el resultado de una investigación bibliográfica y del acceso a reportes de esfuerzos individuales

realizados por investigadores particulares o fueron desarrolladas por empresas del sector de cloro soda.

De lo anterior, podemos efectuar la siguiente clasificación [6]:

- 3.2.1. Filtración Mecánica Convencional (utilizando diferentes tipos de medios como el carbón activado, carbón impregnado con sulfuro, grafito, las polyolefinas, PTFE)
- 3.2.2 Microfiltración
- 3.2.3 Filtración Multi - Etapas Combinada
- 3.2.4 Gas Stripping
- 3.2.5 Electro-Coagulación / Reducción Electrolítica
- 3.2.6 Amalgamación Metálica
- 3.2.7 Intercambio Iónico
- 3.2.8. Adsorción Selectiva

Los procesos de gas stripping, electro coagulación y amalgamación metálica pueden llevarse a cabo conjuntamente con el uso de de agentes reductores que permitan asegurar que todo el mercurio en estado iónico pueda ser convertido y luego tratado, como metal elemental aplicando filtración mecánica. En la fuente [6] se menciona el uso de Hidrazina, hidroxilamina y sales de estaño para estos fines.

Por el contrario, en los procesos de intercambio iónico y adsorción selectiva, los agentes oxidantes pueden ser utilizados para convertir el mercurio elemental a su estado iónico, y a partir de allí, puedan ser combinados con el uso de tecnologías como la reducción electrolítica, el intercambio iónico o resinas afines.

### **3.2.1.- FILTRACIÓN MECÁNICA CONVENCIONAL**

Existen una serie de unidades de separación mecánica convencional para la filtración de la soda cáustica, siendo uno de los más conocidos los desarrollados por la firma R.P. Adams. Sin embargo, existen muchas plantas en el mundo que utilizan equipos del tipo *funda filter* (filtros tipo funda) o los del tipo *candle filter* (filtros tipo vela). Precisamente, este último tipo de filtro ha sido instalado en la planta de cloro soda local y cuyos datos serán presentados en el presente trabajo.

Básicamente, los tres filtros operan en similares condiciones y eficiencias. La performance de cada filtro es afectada por los mismos parámetros de operación. Por esta razón se ha tomado en cuenta el reporte del instituto de cloro acerca de los filtros de R.P. Adams, para generalizar un proceso de filtración de la soda cáustica que puede ser aplicado con las otras marcas.

La atracción de la filtración mecánica yace en su simplicidad y eficacia. La optimización de un sistema de filtración es posible si se toman en cuenta características como el medio de filtración, los materiales utilizados como ayuda de filtración (*precoat*), la temperatura, caudal específico, etc.

A pesar de la abundante literatura, el entendimiento de la operación de filtración se encuentra pobremente documentada. Resulta claro que el mercurio metálico, que se encuentra suspendido, pasa a ser colectado y aglutinado. Sin embargo, lo que no está claro es en que extensión varios substratos también absorben mercurio iónico.

#### **A.- PRINCIPIOS DE OPERACIÓN**

Los equipos de filtración mecánica, generalmente, están constituidos de un material adecuado para manejar la soda cáustica a alta temperatura y con un contenido de mercurio al ingreso que varía entre 2-20 ppm (base seca). En algunas ocasiones

incluso pueden manejar valores mayores a 20 ppm, dependiendo también del caudal de operación y el tipo de material ayuda filtrante (*precoat*) utilizado.

Existen algunos factores muy importantes que afectan a la eficiencia de la remoción de mercurio de la corriente de soda cáustica tales como:

- El caudal específico: entendido como el flujo de la soda cáustica a través del filtro (caudal/área unitaria), en el sistema americano se expresa en galones por minuto y por pie<sup>2</sup> de área superficial (gpm/ pie<sup>2</sup>) ó también, en el sistema métrico, en m<sup>3</sup>/h por m<sup>2</sup> de superficie filtrante (m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>).
- La temperatura: referida a la cual se desarrolla el proceso de filtración.
- Diferencial de presión a través del filtro: generada por el paso del fluido a través de los elementos filtrantes.

Los filtros de separación mecánica usualmente están constituidos de múltiples elementos filtrantes, del tipo reusables, que se encuentran dispuestos en un recipiente cerrado. Una configuración, normalmente utilizada en las plantas, para un proceso de filtración adecuado, se compone de dos o más filtros instalados en paralelo. Este arreglo, permite la alternancia de operación, manteniendo continuo el proceso de purificación del producto.

Para mejorar su eficiencia, en muchas aplicaciones de planta, los elementos filtrantes son recubiertos de materiales que actúan como ayudas de filtración y que adicionalmente, previenen el ensuciamiento (*fouling*) de los elementos filtrantes propiamente dichos. En este caso la ayuda filtrante, se utiliza como un medio para reducir el tamaño efectivo de poro de los elementos filtrantes.

Los elementos filtrantes necesitan, de forma periódica, salir de servicio para efectuar procesos de limpieza de la superficie de filtración. En esta etapa, los elementos filtrantes son lavado en flujo de contracorriente para luego ser añadidos de material

ayuda de filtración fresco, para nuevamente iniciar otro ciclo de filtración con la misma eficiencia.

Típicamente, los tiempos de ciclo de operación ininterrumpida de los filtros pueden llegar a durar desde unos días hasta tres semanas. Evidentemente, esta es una consideración importante durante la etapa de diseño y tiene un impacto económico al incrementarse el área filtrante. Durante la operación propiamente dicha, el tiempo de ciclo de operación se ve afectada por factores tales como el caudal específico, los niveles de mercurio ingresante, los niveles de sólidos ingresantes, la presión de operación, etc.

## **B.- FACTORES QUE INFLUYEN EN LA EFICIENCIA DE LA FILTRACIÓN**

De acuerdo a la experiencia de planta, como se muestra en el reporte del instituto de cloro, los principales factores que afectan a la eficiencia de filtración mecánica pueden clasificarse en dos categorías.

- a) Factores Primarios, que son controlados por el diseño y el arreglo físico del equipo. Incluyen:
- el caudal específico (gpm/pie<sup>2</sup> de área filtrante);
  - El arreglo de las etapas de filtración: simples o múltiples;
  - la porosidad del elemento filtrante,
  - la presión de operación del sistema;
  - el apropiado ensamble de los elementos filtrantes sobre el plato portatubos durante el proceso de instalación.

Si regresamos a la fórmula general aplicable a los procesos de filtración o de separación sólido líquido mostrados en la sección (ver Ecuación 2.2), encontramos

que estos factores son los mismos que cualitativamente indica la teoría; a los cuales, se les suma el arreglo seleccionado para la planta y los factores eminentemente prácticos como puede ser, el cuidado observado en el procedimiento de ensamble de los elementos que componen la unidad de filtración.

En el caso de la temperatura de la soda cáustica, su valor, por lo general, viene determinado por el diseño del sistema de enfriamiento. Un apropiado diseño del mismo evitará taponamiento por solidificación, y debe tomar en cuenta la influencia de la condición de reciclo de producto y de las diferencias de temperatura estacionales.

b) Los Factores secundarios, y no por ellos menos importantes, son aquellos que se relacionan con las variables de proceso a controlar o que están influenciados por los procedimientos de operación. Incluyen:

- La instrumentación y control para proporcionar una adecuada temperatura de ingreso de la soda cáustica hacia el filtro sobre un amplio rango de capacidades de producción y condiciones de reciclo.
- Los tipos y cantidad de ayuda filtrante utilizados,
- Los controles necesarios para asegurar que el máximo diferencial de presión a través del filtro no sea excedida.
- La etapa del contra lavado, que se convierte en un factor importante y debe realizarse estrictamente cada vez que se completa el ciclo de filtración: sea por desmejoramiento de la calidad del producto o por un excesivo diferencial de presión.

En muchas instalaciones, la diferencia de tiempo existente entre el momento cuando se realiza el muestreo y cuando se culminan los análisis en el laboratorio, pueden dar como resultado que producto, de mala calidad, podría estar pasando hacia los tanques de almacenamiento o esté siendo reciclado al tanque de alimentación al filtro. En el caso de esta última situación, la performance del filtro se verá afectada y al igual que

en el primer caso, se tendrá que reprocesar este producto hasta lograr los niveles prefijados.

La instalación de una instrumentación de análisis en línea permitirá observar continuamente el contenido de mercurio en el producto saliente, puede solucionar este problema.

Cuando los factores arriba mencionados son tomados en cuenta de manera apropiada en el diseño del equipo y además, se siguen los procedimientos de operación establecidos de manera correcta y se cuenta con un buen programa de mantenimiento, estos sistemas de filtración mecánica convencional típicamente alcanzan eficiencias de remoción del mercurio entre 98-99%.

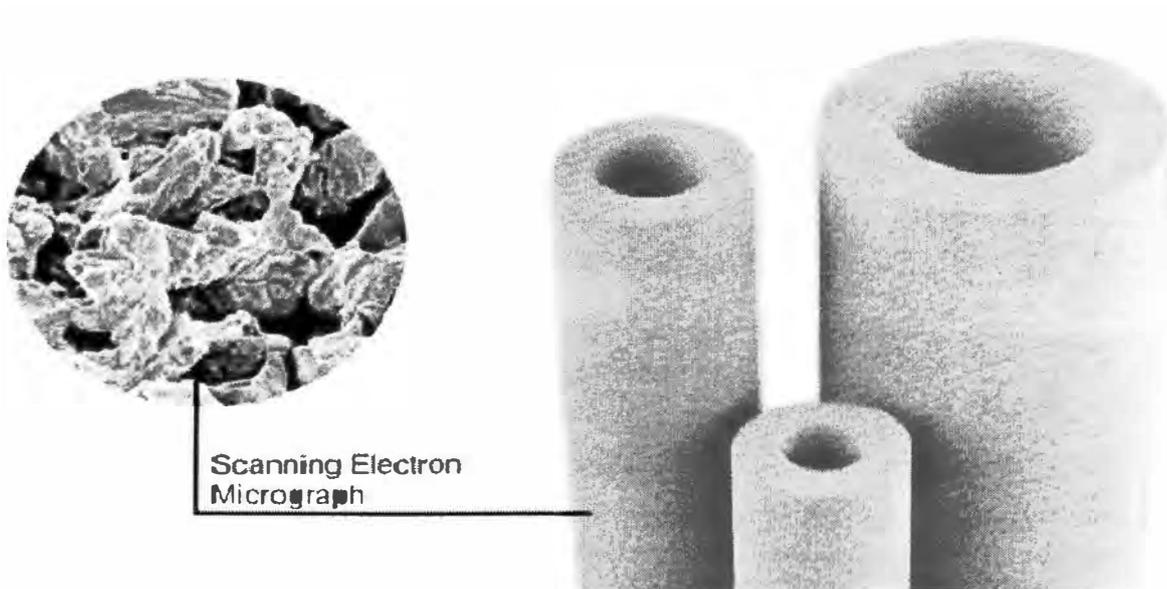
Este nivel de remoción ha sido alcanzado sobre un amplio rango de concentraciones de mercurio en la entrada de los filtros desde 2-20 ppm. En caso sea necesario lograr concentraciones de mercurio por debajo de 0.030 ppm de manera consistente, etapas complementarias de enfriamiento de la soda cáustica y la instalación de filtros múltiples operando en serie han sido propuestos.

### **C.- ELEMENTOS FILTRANTES**

Cada unidad de filtración está compuesta por una serie de múltiples elementos filtrantes, generalmente de una geometría tubular concéntrica, instalados en un recipiente cerrado. Ellos se encuentran suspendidos, en un arreglo circular, por una placa metálica porta elementos. Estos tubos concéntricos están contruidos sobre un substrato de carbón poroso, grafito, encontrándose el tamaño típico de los poros de cada elemento en un rango que varía entre 05-50 micrones. Ver figura 3.1

En USA, la mayoría de las plantas utiliza elementos vendidos por R.P. Adams como Porocarbon 200. En el caso del sistema de filtración instalado en la planta local, los elementos filtrantes (velas) instalados pertenecen a la firma *Pall Corporation* y son

comercializados como la serie *Pall®Carbo* en diversos tipos de grano. Por ejemplo el *Carbo 20* y *Carbo 5*, que permiten filtrar líquidos que tienen contaminantes con tamaños de partícula de 10 y menos de 1 micra, respectivamente.



**Figura 3.1** Elementos filtrantes de la serie *Pall®Carbo* [5]

#### **D.- MATERIAL AYUDA FILTRANTE**

En muchas aplicaciones, los elementos filtrantes necesitan de estar recubiertos de un material denominado ayuda filtrante, para mejorar la eficiencia de filtración y prevenir su ensuciamiento (*fouling*). Algunas ayudas filtrantes, particularmente el carbón activado en forma de polvo fino, reducen el tamaño efectivo del poro de los elementos filtrantes hasta 0.5-2 micras.

En la filtración de la soda cáustica que utiliza la tecnología de amalgama, a fin de mantener la eficiencia de la filtración, los elementos filtrantes son lavados periódicamente en contra corriente, para remover los sólidos filtrados.

Conjuntamente con el mercurio, generalmente se deposita también el polvo de grafito generado por la fricción del flujo de mercurio sobre el empaque de grafito activado que constituye el desamalgamador. Al momento de realizar la operación de contralavado, también se elimina la sustancia ayuda filtrante utilizada que se encuentra depositada sobre la superficie de cada elemento filtrante.

Por esta razón, luego de culminar la etapa de remoción de sólidos, los elementos filtrantes son recubiertos nuevamente con ayuda filtrante fresca, previamente preparada, antes de ser puestos en servicio.

a) Materiales de pre capa (Ayuda filtrante)

Existe una gran variedad de materiales que se utilizan en los procesos de filtración de la soda cáustica. Sin embargo, los tres materiales más comúnmente usados son:

- Pulpa de madera, químicamente blanqueada (alfa celulosa). A menudo es usada como la capa base que recubre el elemento filtrante y, frecuentemente, aunque no siempre, cubierta con una capa de carbón activado.
- Carbón activado en polvo. Se utiliza también en forma individual como pre capa y en combinación con otros materiales.
- Las tierras diatomáceas (DE) que por lo general son usadas en combinación con otros materiales.

La celulosa utilizada sola o en combinación con cualquiera de los otros materiales puede dejar un trazo de celulosa soluble residual en el producto soda cáustica. Sin embargo, este residual, aunque insignificante, desde el punto de vista del producto o la performance de la ayuda filtrante (*precoat*), puede ser suficiente para taponear y

disminuir fuertemente el rendimiento de los equipos de micro filtración que algunas plantas suelen instalar como una etapa de filtración complementaria para reducir aún más el tenor de mercurio.

La preparación de la solución de ayuda filtrante es una etapa crítica. En algunos casos, los tres materiales mencionados arriba son mezclados y alimentados como un material compuesto. Algunas formas de tierras diatomáceas son solubles en soda cáustica caliente y hay que tomar precauciones. Se ha sugerido que tierras diatomáceas de procedencia marina pueden ser mejores que las de procedencia de agua dulce, para filtrar la soda cáustica.

#### b) Aplicación de la Ayuda de filtración

Los materiales que sirven como ayuda de filtración y que actúan como una pre-capa adherida sobre los elementos filtrantes, usualmente se preparan como una suspensión sólida sobre una solución de soda cáustica limpia o agua desmineralizada. La limpieza es fundamental, para no alterar la performance del filtro. Esta suspensión de ayuda filtrante, que constituye la pre capa, típicamente se prepara con una concentración de sólidos de 2-5% w/w. y se mantiene almacenado en un tanque de dosificación para su uso en la etapa de lavado del filtro, previo a su puesta en servicio.

El lodo formado por la suspensión de pre capa es bombeado, en modo de recirculación, hacia el filtro que en esos momentos se encuentra fuera de línea de operación. Previamente, los elementos filtrantes deberían de estar cubiertos con soda cáustica limpia (preferiblemente) o agua, en caso de ser necesario.

Una vez que el filtro queda inundado, el lodo debe continuar siendo recirculado a través del filtro, hasta que el tanque, en donde se encuentra la suspensión preparada de pre capa, se vuelva completamente claro. Este efecto nos indicará que toda la

sustancia, ayuda de filtración, ha sido depositada sobre la superficie de los elementos filtrantes.

Una velocidad recomendada para recircular la solución pre capa a través del filtro debería estar en el orden de 0.65-0.75 gpm/pie<sup>2</sup> siempre que la soda cáustica al 50% se utilice como base de la suspensión. Es importante tener en cuenta, que un excesivo caudal de recirculación pueda generar un gran diferencial de presión a través de los elementos filtrantes. Es preferible, en este caso, reducir el caudal aún a costa de un mayor tiempo de recirculación.

Cuando sea necesario utilizar el agua como medio de dilución, la velocidad de recirculación a través del filtro puede incrementarse hasta 0.9-1.0 gpm/pie<sup>2</sup>.

Un momento sumamente crítico de la aplicación del material ayuda de filtración, es el momento de la transición entre la etapa de recirculación de la suspensión de pre capa a través del filtro y su puesta en línea de operación. El flujo a través de los elementos filtrantes no debe interrumpirse por ningún motivo.

Cualquier variación súbita de la presión de alimentación, o del caudal de recirculación o en el caso extremo, de una inversión del flujo, puede alterar la integridad de la fina película que conforma la pre-capa (pudiendo desprenderse parcial o totalmente) y con ello, alterar, grandemente, la duración y la eficacia del ciclo de la filtración. Debe tenerse en cuenta que los elementos filtrantes están contenidos en un recipiente cerrado y por lo tanto, no hay forma práctica de asegurar el correcto y uniforme espesor de la pre capa sobre cada uno de los elementos.

En la práctica industrial, el espesor sugerido para el material ayuda de filtración sobre la superficie exterior de los elementos filtrantes es de aproximadamente 1/8". Sin embargo, dicho espesor, probablemente, puede variar grandemente de acuerdo a cada aplicación. En realidad, poder medir esta variable, durante la operación práctica, resulta muy complicado.

Cuando se trate de unidades de filtración que tengan arreglos instalados en paralelo, esta operación de formación de pre capa sobre los elementos filtrantes que comprenden un filtro, debe ser efectuada sobre un filtro a la vez. Sólo así, se puede asegurar la apropiada aplicación de la pre-capa sobre los elementos filtrantes.

La cantidad de material ayuda filtrante que se aplica sobre los elementos filtrantes dependerá del producto seleccionado. A continuación se muestran algunos valores de Aplicación:

- En la celulosa varía entre 0.13-0.25 libras/pie<sup>2</sup> de área filtrante.
- Para el carbón activado varía entre 0.005-0.27 libras/ pie<sup>2</sup> de área filtrante.
- En las tierras diatomáceas varía aproximadamente entre 0.15 - 0.20 libras/ pie<sup>2</sup> de área filtrante.

De nuevo, las pruebas de campo son las que permitirán establecer las dosis adecuadas de adición en función de los costos y de la eficiencia del proceso.

Finalmente, no por ello menos importante, es recomendable mantener tanto el lodo que conforma la suspensión de pre capa, como el fluido de contralavado utilizado, a una temperatura adecuada. Es decir, unos 30 - 40 °C por debajo de la temperatura normal de operación durante la filtración.

## **E.- VARIABLES DE OPERACIÓN**

En términos generales, las principales variables que afectan a la operación del filtro son:

- a) La temperatura de la soda cáustica,
- b) La presión de operación y el diferencial de presión a través del filtro
- c) El caudal específico y el caudal de reciclo del producto a través del filtro

**a).- TEMPERATURA**

El enfriamiento de la soda cáustica, hasta valores de temperatura por debajo de los que tiene la soda cáustica a la salida del desamalgamador, mejora significativamente la remoción del mercurio. Cuanto más baja es la temperatura, mayor es la tensión superficial, dando como resultado que mayor cantidad de mercurio pueda ser retenido a través de la torta de pre capa si se mantiene un diferencial de presión constante.

Una temperatura más baja, también reduce la cantidad de mercurio disuelto que pasa a través del filtro si se mantiene una presión constante del sistema. Para obtener mejores resultados, la experiencia práctica nos indica que valores de temperatura entre 60 - 75 °C resultan los más adecuados para la filtración mecánica de las partículas de mercurio metálico suspendidas sobre la soda cáustica al 50%.

Otra propiedad que se ve afectada por la temperatura, es la viscosidad de la soda cáustica. A mayor temperatura, es menor su viscosidad y con ello se reduce el diferencial de presión generado por el paso de la soda cáustica. Como veremos a continuación, este factor, incide grandemente en la eficiencia del filtro.

**b).- PRESIÓN**

La presión de sistema, aunque es un factor que incide sobre la cantidad de vapor de mercurio que puede ser disuelto en la solución de soda cáustica, tiene un impacto más determinante sobre la estabilidad de la capa acumulada sobre los elementos filtrantes (torta).

Esta situación se vuelve más crítica cuando ocurren cambios abruptos en el caudal específico de la soda, especialmente en los momentos que se pasa desde la etapa de recirculación para aplicación de la pre-capa, a su puesta en línea. Una situación inversa ocurre cuando se producen situaciones anormales o de emergencia en la planta. El rango de presión a la entrada de los filtros puede variar entre 15-80 psig.

La presión diferencial que se genera a través del filtro es un factor que claramente afecta la eficacia del filtro desde un punto de vista operacional. Un exceso de esta presión puede dar lugar al arrastre de la torta formada y con ello el mercurio retenido por el filtro. En las aplicaciones comerciales, el diferencial de presión a través del filtro, típicamente, se encuentran entre 5-30 psi y son altamente dependientes de:

- El tiempo que se mantienen en línea y;
- El tipo de pre-capas empleado.

En las aplicaciones prácticas, la caída de presión a través del filtro no debe exceder los 30 psi para obtener mejores resultados. Sin embargo, debe tenerse en cuenta que cuanto más bajo se prefije el diferencial de presión, menor será la duración del ciclo de filtración. Ello conllevará, a más ciclos de lavado y a un mayor consumo de material ayuda filtrante. A la larga, estos factores también traen como consecuencia una reducción de la eficiencia global de la filtración.

### **c).- CAUDAL ESPECÍFICO**

El caudal por unidad de área de filtración, definitivamente, está ligado a las características de los elementos filtrantes, en especial su porosidad así como también la velocidad con que se depositan los elementos a remover sobre los mismos.

Los resultados observados en las plantas evaluadas arrojan que un mejor rendimiento puede obtenerse si se utilizan caudales específicos de 0.15-0.25 gpm/pie<sup>2</sup> de área filtrante, en el caso de efectuar la filtración de una sola etapa utilizando filtros tipo cartuchos (R.P. Adams).

Para el caso de la aplicación en la planta de cloro soda local, con filtros tipo de vela de la firma Pall Schumacher, los mejores resultados se obtienen con valores muchos más restringidos en el rango de 0.10 – 0.13 gpm/pie<sup>2</sup> de área filtrante. Un

incremento de caudal, origina una fuerte presión de arrastre en la torta y un fuerte incremento del diferencial de presión a través de los elementos filtrantes.

La cantidad de reciclo hacia el filtro, de alguna manera, ayuda a mejorar su performance mediante el mantenimiento de un flujo mínimo a través del filtro. Esta circulación, garantiza la estabilidad de la torta durante su ciclo de operación aun cuando se produzcan interrupciones momentáneas de la producción.

#### **F.- FILTRACIÓN POR ETAPAS**

La filtración mecánica de una sola etapa es capaz de alcanzar concentraciones de mercurio de que varían entre 0.030-0.050 ppm cuando se utilizan elementos filtrantes de un tamaño de poro muy reducido en el orden de 10 micras.

La adición de una segunda etapa en serie de la filtración puede reducir aún más las concentraciones de salida del mercurio hasta los niveles de 0.010-0.030 ppm. Al parecer el nivel de 0.010 ppm es el límite promedio más bajo alcanzable con filtros tipo cartucho (R.P. Adams). Pero esta es información del fabricante.

El sistema de filtración instalado en la planta de cloro soda local, el arreglo instalado es de dos etapas, con elementos filtrantes de diferente porosidad. La primera etapa actúa como barrera inicial y la segunda, como un pulidor, manejando caudales específicos de 0.10-0.12 gpm se pueden obtener valores de 0.020-0.030 ppm.

En el caso de los elementos Carbo 10 de Pall Schumacher, cuya capacidad de filtración de líquidos es de 1 micra, si incrementamos el caudal específico hasta valores de 0.20 -0.25 gpm/pie<sup>2</sup> área filtrante, el contenido de mercurio varía entre 0.050-0.070 ppm. Sin embargo, si disminuimos el caudal específico a valores de 0.10-0.12 gpm/pie<sup>2</sup> área filtrante, podemos llegar a valores de 0.020-0.030 ppm.

Pruebas de laboratorio sugieren que en los niveles de 0.010 ppm de contenido de mercurio en la soda cáustica; aproximadamente el 50% del contenido se encuentra en forma iónica y el 50% restante es una suspensión finamente dividida de mercurio elemental.

### **3.2.2.- MICROFILTRACIÓN**

#### **A.- DESCRIPCIÓN DEL PROCESO**

La microfiltración de la soda cáustica al 50% ha probado cierta efectividad en las pruebas piloto o laboratorio. Sin embargo, ella se ve muy limitada en las pruebas de planta, cuando se realizan pruebas para la reducción de la concentración del mercurio hasta los niveles de 0.005 ppm.

Un indicador del nivel de avance de esta tecnología en las plantas de cloro soda se puede inferir en el reporte del Instituto del cloro, en donde no aparece mencionada en ninguna de las plantas que fueron evaluadas.

La configuración básica de las unidades operacionales de micro filtración nos muestra arreglos recipientes cerrados que contienen elementos filtrantes únicos, sujetos en placas porta elementos. Después que los filtros son cargados, los sólidos acumulados son removidos ya sea quitando y reemplazando los elementos filtrantes o lavándolos.

#### **B.- DISEÑO DEL FILTRO**

Existen dos tipos de filtros que pueden obtenerse fácilmente: Los del tipo de Profundidad y los del tipo cartucho con pliegues.

Los cartuchos de los filtros de profundidad se fabrican con un vendaje del tipo filamento convencional constituido de fibra sintética que tiene un espesor promedio menor de 1/2".

Por su parte, los filtros de cartucho plegados se construyen con una tela sintética tejida que se va doblando en forma de pliegues alrededor de una estructura de soporte con un espesor promedio máximo de 1/16".

### **C.- TAMAÑO DEL PORO**

Este tipo de filtros se encuentran disponibles con tamaños de poro que varían entre 0.02 -10 micras. Los estudios pilotos sugieren que los tamaños de poro menores que 0.45 micras no mejoran más la remoción del mercurio y que este tamaño puede ser el recomendado para una óptima filtración de soda cáustica.

Al respecto, durante las pruebas de laboratorio, realizada en las instalaciones de la planta local, utilizando fibras fabricadas con tamaño de poro del orden de 0.45 micras y menores, no se pudo apreciar una ventaja significativa. No se continuó las investigaciones, pues no estaba en el alcance, para comprobar que el mercurio remanente se encontraba en forma iónica.

### **D.- MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN**

Los elementos filtrantes se encuentran disponibles en una amplia variedad de materiales, especialmente plásticos. Los filtros fabricados en material de polipropileno y polisulfónicos han sido probados con cierta eficacia para trabajar en la filtración de la soda cáustica. Estos materiales no sólo son resistentes a la soda cáustica al 50%, sino también que son conocidos por que interactúan con el mercurio, aumentando la eficacia del filtro. Las membranas de Flouropolimeros también se han probado con relativo éxito.

Al igual que la filtración convencional, las carcasas de este tipo de filtros pueden construirse del níquel o acero inoxidable dependiendo de la temperatura de operación.

### **E.- CARTUCHOS PLEGABLES**

En este tipo de filtros, los elementos filtrantes poseen una gran área de superficie, típicamente presentan 7-8 pie<sup>2</sup>/pie de longitud. Su característica de tener un medio filtrante de mínimo espesor, trae como resultado un camino de filtración corto, lo cual hace este tipo de filtros más idóneos para grandes flujos y de bajo contenido de mercurio.

Unidades de filtración grandes, que cuentan con filtros de cartucho plegables, son capaces de manejar caudales de hasta 250 gpm (56 m<sup>3</sup>/h), con muy poca caída de presión, típicamente se obtienen valores de 2-3 psi. Las pruebas de laboratorio y planta piloto han mostrado que los filtros de cartucho plegable son efectivos para la remoción de mercurio con corrientes que tengan un contenido de mercurio inicial de hasta 0.80 ppm.

### **F.- CARTUCHOS DE PROFUNDIDAD**

Este tipo de elementos filtrantes poseen poca área de superficie, típicamente no más de 1 pie<sup>2</sup>/pie de longitud. El medio filtrante, que en este caso es de mayor espesor y da como resultado un largo camino de filtración, sólo permite corrientes con bajos caudales y altos contenidos de mercurio. Los filtros de profundidad pueden manejar velocidades de filtración de hasta 50-100 gpm (11 – 22 m<sup>3</sup>/h), con caídas de presión típicas de 3-4 psi con filtro limpio.

Las pruebas de laboratorio y pilotos han mostrado que los filtros de profundidad son efectivos para la remoción de mercurio con un contenido de mercurio de 0.80 ppm.

## **G.- VARIABLES DE OPERACIÓN**

Al igual que en la filtración convencional, las principales variables de operación que afectan la filtración de la soda cáustica son la temperatura, el caudal específico, presión de alimentación y diferencial de presión a través del filtro

### **a).- TEMPERATURA**

En este caso, las temperaturas situadas en el rango de 50-65°C son preferibles para la filtración de la soda cáustica. Si bien menores temperaturas facilitan la filtración de la soda cáustica, en caso que la temperatura llegue a ser demasiado baja, pueden aparecer problemas de restricción del caudal debido al incremento de viscosidad.

### **b).- PRESIÓN**

La información suministrada nos muestra que las presiones de alimentación típicas varían entre 15-60 psig, en tanto que, la caída de presión típica varía entre 3-10 psi.

### **c).- CAUDAL ESPECÍFICO**

La información suministrada también nos sugiere caudales específicos normales para este tipo de filtros. Sean de cartucho plegable o de profundidad, los caudales se encuentran en el orden de 0.12-0.16 gpm/pe<sup>2</sup> de área de filtro. Equivale a 0.30-0.40 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup> de área filtrante.

### 3.2.3.- FILTRACIÓN MULTIETAPAS COMBINADA

En su búsqueda de reducción de los niveles de mercurio en la soda cáustica, los productores y los fabricantes de filtros han propuesto complementar la filtración mecánica convencional con una segunda etapa de microfiltración. Sin embargo, las referencias de aplicación comercial son escasas y principalmente provienen de los fabricantes de los filtros. En el reporte del Instituto de cloro, se remarca también este hecho y resaltan que los resultados obtenidos se encuentran a nivel de planta piloto o ensayos de laboratorio.

Sin embargo, es interesante tomar nota del arreglo propuesto para este tipo de filtración, en donde se utilizaron los filtros de R.P.Adams:

- Paso 1. 1<sup>ra</sup> Etapa Filtración mecánica
- Paso 2. 2<sup>da</sup> Etapa Filtración mecánica
- Paso 3. Enfriamiento
- Paso 4. 1<sup>ra</sup> Etapa de Microfiltración
- Paso 5. Almacenamiento
- Paso 6. 2<sup>da</sup> Etapa de Microfiltración

La Tabla 3.1 mostrada resume las concentraciones de salida del mercurio (en ppm) típicas para cada etapa de filtración observada en este proceso. La eficiencia global de la remoción de mercurio de este proceso es de 99.80-99.98 %.

**Tabla 3.1** Filtración Multi etapas en filtros tipo velas de R.P. ADAMS [6]

<b>Contenido de mercurio esperado para cada etapa</b>					
	Tanque receptor de Soda	1ra Etapa Filtración mecánica	2da Etapa Filtración mecánica	1ra Etapa Micro Filtración	2da Etapa Micro Filtración
ppm de Hg	2.0 – 6.0	0.020 – 0.080	0.015 – 0.030	0.004 – 0.010	0.001 – 0.004

Para la unidad de filtración instalada en la planta de cloro soda local, el proveedor Pall Schumacher también ofreció un arreglo de filtración multi-etapas combinada compuesta por una filtración mecánica convencional utilizando filtros con elementos de la serie Carbo®, seguidos de una etapa de microfiltración.

La planta en mención, reportó el siguiente arreglo utilizando los filtros de USF Schumacher:

Paso 1. 1<sup>ra</sup> Etapa Filtración mecánica con Filtro tipo Vela, Carbo® 20 o Carbo® 10

Paso 2. 2<sup>da</sup> Etapa Filtración mecánica con Filtro tipo vela, Carbo® 05

Paso 3. 1<sup>ra</sup> Etapa de Microfiltración con Filtro de profundidad, Nexis® A de 0.5 micras

Paso 4. Almacenamiento

Paso 5. 2<sup>da</sup> Etapa de Microfiltración con filtro de cartucho plegable, Poly-Fine® II de 0.45 micras

La tabla 3.2 mostrada resume las concentraciones de salida del mercurio (ppm) típicas para cada etapa de filtración observada en este proceso.

**Tabla 3.2** Filtración Multi etapas en filtros tipo vela de Pall Schumacher

Contenido de mercurio esperado para cada etapa					
	Tanque receptor de Soda	1ra Etapa Filtración mecánica Carbo 20	2da Etapa Filtración mecánica Carbo 05	1ra Etapa Micro Filtración Profundidad Nexis 0.5 micra	2da Etapa Micro Filtración Cartucho PFT 0.45 micra
ppm de Hg	2.0 -6.0	0.020 – 0.080	0.015 – 0.030	0.004 – 0.010	0.001 – 0.004

Si bien, estos resultados satisfacen los mejores valores esperados de la tecnología, presenta una limitante de su confiabilidad. El proveedor no pudo demostrar una aplicación industrial probada en donde se utilizara este arreglo.

Adicionalmente, en las pruebas de laboratorio efectuadas localmente para filtrar la soda cáustica, se observó que a pesar de instalar elementos de retención del orden de 0.45 micras, no se observaba mejora sustancial en el tenor de mercurio con relación al obtenido con la filtración mecánica convencional.

Las etapas de microfiltración son bastantes sensibles a la performance de la etapa anterior de filtración convencional. Cualquier perturbación de la operación normal traerá como resultado que se acorte el ciclo de la microfiltración y con ello el tiempo de vida de sus elementos filtrantes. A diferencia de los elementos de la filtración mecánica, en los filtros de cartuchos, cada vez que los elementos se saturan deben ser cambiados. Su limpieza se vuelve impráctica y por consecuencia se genera un desecho contaminado adicional.

En nuestra opinión, estos últimos factores operacionales, vuelven económicamente inviable seguir adelante con este tipo de filtración.

### **3.2.4.- GAS STRIPPING**

La purificación de la soda cáustica proveniente de las celdas de amalgama mediante el uso de la tecnología del gas stripping se basa en la peculiarmente alta presión del vapor de mercurio.

Una corriente de gas, lo suficientemente grande, es pasada a través de la solución de soda cáustica para volatilizar el mercurio metálico. En este caso, el mercurio iónico no es afectado y permanece en la corriente líquida. Por este motivo, es necesario el uso de agentes reductores como se mencionó anteriormente (ver sección 3.2).

Como todo el mercurio metálico que se encuentra diluido en la soda cáustica pasa en el mismo estado a la corriente gaseosa, obviamente será necesario un paso adicional de tratamiento con algún tipo de carbón activado de este gas para retirar el mercurio.

Un factor clave en esta tecnología es la elección del gas de stripping. Lamentablemente, un gas, tan fácilmente disponible como el aire, no puede ser utilizado debido a que puede oxidar el mercurio metálico a iónico y de esta manera no poder ser absorbido por la corriente gaseosa.

En las plantas de cloro soda resulta interesante utilizar el gas hidrógeno como gas de stripping. Como hemos indicado anteriormente, en la tecnología de amalgama, el hidrógeno se produce en los desamalgamadores de las celdas y por lo tanto, se encuentra ya disponible. Además, existen sistemas, debidamente probados, para remover el mercurio de este gas. Sin embargo, el hidrógeno tiene un peso molecular muy bajo y por lo tanto será necesario manejar grandes volúmenes de gas en relación a otros gases candidatos como podrían ser el aire o el nitrógeno.

La principal ventaja de la tecnología del gas stripping radica en que es posible alcanzar el nivel de remoción de mercurio deseado. Las variables de operación a tomar en cuenta son:

- Temperatura,
- Relación gas/liquido,
- Calidad del contacto gas liquido y
- Tiempo de residencia.

Por el contrario, la principal desventaja radica en la necesidad de un sistema de remoción adicional del mercurio que ha sido transferido al gas. Otro aspecto adicional, y no por ello menos importante, es la complejidad que podría representar la puesta en práctica de este proceso teniendo en cuenta que el hidrógeno es un gas altamente inflamable.

Si bien, algunas plantas podrían querer utilizar los sistemas de purificación de hidrógeno existentes, es altamente probable que no estén sobredimensionadas lo

suficiente como para manejar el flujo adicional y definitivamente grande, de gas requerido para la operación de stripping.

### **3.2.5.- ELECTRO COAGULACIÓN – REDUCCIÓN ELECTROLÍTICA**

El concepto de electrocoagulación toma ventaja de la carga intrínseca que arrastran las pequeñas gotas de mercurio suspendidas en la corriente líquida, como es el caso de la soda cáustica proveniente de las celdas de amalgama. En esta tecnología, la corriente a tratar es conducida hacia un electrodo en donde las finas gotas del metal pueden coagularse en una masa de mercurio metálico recuperable. Las gotas, con carga eléctrica, se mueven bajo la acción de un campo eléctrico de alto voltaje hacia un electrodo “con capacidad de humedecimiento”, es decir, un electrodo en cuya superficie se pueda ir acumulando el metal líquido.

El uso de esta tecnología demanda, sin lugar a dudas, de electrodos con grandes áreas de contacto, que tendrían que instalarse en el electro coagulador. Por lo tanto, la reducción del mercurio iónico a metálico, utilizando agentes reactivos químicos se hace necesaria para alcanzar la máxima remoción posible de mercurio por electrocoagulación. No existe demasiada información bibliográfica al respecto y luce simplemente, debido a sus dificultades prácticas, como una aplicación teórica o restringida a nivel de laboratorio.

En el caso de la reducción electrolítica, la tecnología se basa en la reducción de mercurio iónico a mercurio metálico sobre la superficie de un cátodo. Para una mejor efectividad de este proceso, el todo el mercurio metálico debería ser pasado a estado iónico mediante un agente oxidante.

Esta tecnología se ha desarrollado para la remoción de metales en el control de efluentes. Estos sistemas de tratamiento de efluentes líquidos, a menudo, utilizan grandes áreas de superficie de cátodos del tipo tridimensional. Los cátodos compuestos de lechos de carbón aparecen en la literatura comercial.

La compañía americana *PPG Industries*, líder en el sector de la industria de cloro soda, tiene instalada una celda de eliminación de metales aplicada a la purificación de soda cáustica y que utiliza como cátodo un tubo de grafito poroso.

En esta planta, la celda de remoción de metales se utiliza para el tratamiento de soda cáustica proveniente de celdas de diafragma y su objetivo principal es la eliminación de los iones de Fe, Ni, Pb y Cu. Se estima que podría trabajar con el mercurio iónico, pero podría tornarse impráctico debido a la gran cantidad de área de superficie requerida.

Para la remoción electrolítica de contenidos de mercurio en la soda cáustica, el cátodo debería tener una superficie de cátodo bastante grande, debido a que la transferencia de masa del mercurio iónico hacia la superficie del electrodo juega un rol crítico en la eficacia de esta técnica.

Adicionalmente, otros cálculos también demuestran que se generarían caídas de presión extremadamente altas como consecuencia de pasar volúmenes de solución de soda cáustica tan grandes como los requeridos. Debido a la pobre transferencia de masa y las consecuentemente grandes áreas de superficies requeridas, el número de celdas electrolíticas requeridas o cualquier diseño parece ser imprácticos. Aparentemente no hay ventajas en el método electrolítico.

### **3.2.6.- AMALGAMACIÓN METÁLICA**

En la investigación de la posibilidad de utilizar la amalgamación, se toma en cuenta la ventaja que resulta de la facilidad con que el mercurio metálico se amalgama con ciertos metales seleccionados. Como el mercurio iónico no podría intervenir en este proceso, será necesario utilizar en forma paralela un agente reductor con este método. El oro aparece ser el metal adecuado para seleccionar, pero como es obvio, su costo

puede resultar prohibitivo. De cualquier manera, la información bibliográfica acerca de este método es escasa.

### **3.2.7.- INTERCAMBIO IÓNICO**

La tecnología es ampliamente conocida y existe una gran variedad de resinas, tanto comerciales como experimentales. Muchas de ellas fueron consideradas para la reducción del contenido de mercurio en la solución de soda cáustica al 50% hasta valores por debajo de 0.002 ppm. Esta posibilidad, desde ya, la volvió muy interesante.

Sin embargo, como ya lo hemos descrito anteriormente, la gran mayoría de mercurio en la soda cáustica 50% no está presente en forma iónica sino metálica. Por lo tanto, el intercambio iónico por sí sólo y sin el concurso de un sistema de filtración eficiente, probablemente no alcanzará su objetivo.

También, existe otro problema que quizá sea mucho más importante. Muchas resinas, con capacidad para capturar el mercurio metálico en estado iónico, no permanecen estables en soluciones de soda cáustica al 50% operando a las temperaturas típicas de proceso. Cuando por efecto de la temperatura estas resinas se fracturan, pierden eficiencia de remoción y se generan ciertos residuos, del tipo orgánicos, que permanecen remanentes en la soda cáustica.

Ante la eventualidad anterior, es decir, la contaminación del producto, podrían presentarse dos problemas:

- Podría afectar al proceso de amalgama si se tiene que reciclar parte de estas corrientes tratadas. En los procesos de amalgama no se permite el ingreso de compuestos orgánicos en la salmuera que sirve de materia prima.

- Tampoco sería posible predecir el impacto de estos residuos en los procesos y productos de los clientes que utilicen esta soda cáustica.

Una vez que se encuentren resinas física y químicamente estables a las condiciones de proceso, y que puedan ser capaces de ser regeneradas, podrían ser consideradas como alternativas realmente viables como lo puede ser la microfiltración.

En la Tabla 3.3 se encuentra resumida los resultados, poco optimistas, de la investigación efectuada sobre el uso de las resinas de intercambio iónico para la remoción de mercurio contenido en la soda cáustica líquida.

Se puede apreciar el desempeño de los diversos tipos de resinas de intercambio iónico. Debe indicarse que, para estas pruebas, el contenido inicial de mercurio en la soda cáustica estuvo en el orden de 20-100 ppm de mercurio.

**Tabla 3.3** Resinas de intercambio iónico para remoción de mercurio [6]

<b>Fabricante</b>	<b>Resina</b>	<b>Performance</b>
IBC Technologies	SuperLig 117	0.003-0.005 PPM, Un solo uso (*)
Mitsubishi	Diaion CR020A	0.005 PPM, Inestable
Mitsubishi	Diaion CR-11	Inestable
Purolite	SS-920	0.010 PPM, Un solo uso
Purolite	SS-930	No efectivo
Purolite	SS-940	0.008 - 0.009 PPM, Un solo uso
Purolite	SS-950	No efectivo
Rohm & Haas	Duolite GT-73	0.010 PPM, Un solo uso
Calgon	MC140	Inestable

(\*) No puede utilizarse nuevamente la resina pues presenta deterioro.

### **3.2.8.- ADSORCIÓN SELECTIVA**

La adsorción selectiva del mercurio, desde la soda caustica, da a lugar una serie de precipitados sólidos cuya naturaleza dependerá si es que el mecanismo con el que lleva a cabo la separación es verdaderamente adsorción, captura de iones o amalgamación.

En el proceso de adsorción física, considerado como el mecanismo de separación llevado a cabo por el carbón activado, y aunque en realidad lo que ocurre es una desorción, la dependencia a las variaciones de las concentraciones de mercurio en la corriente a tratar es un factor clave a tomar en cuenta.

Estos cambios pueden afectar las propiedades físicas de la soda cáustica y pueden dar como resultado, un final inesperado: la desorción del mercurio sobre la soda cáustica.

En el caso de los sistemas de captura de iones, esta tecnología pueden verse afectada de la mismos problemas de inestabilidad que se han descrito para las resinas de intercambio, lo cual, potencialmente lleva a la contaminación del producto.

La Adsorción o Chemisorción de mercurio para formar una amalgama con un metal precioso se basa entre otras cosas, en la eliminación de la movilidad del metal precioso. El mismo proceso de formación de amalgama, o los procedimientos seguidos para la regeneración, pueden dar como resultado que partículas de la amalgama con el metal precioso permanezcan en la solución de soda cáustica.

Nuevamente, como en el caso de las resinas de intercambio, resulta imposible predecir el impacto de estos remanentes en la soda cáustica sobre los diversos procesos en caso de ser reutilizados en la misma planta y en los productos de los potenciales clientes que la utilicen. Una vez que se tengan sistemas o materiales que

permanezcan fijos y puedan ser regenerados de manera práctica, podrán ser considerados como una alternativa a evaluar.

### **3.3.- IMPLEMENTACIÓN DE PLANTA DE FILTRACIÓN DE SODA**

Tomando como referencia la información anteriormente mencionada, así como las presiones de los organismos de regulación ambiental y la exigencia misma del mercado, sirvieron como antecedentes para que una empresa peruana, productora de cloro soda, desarrolle proyectos de instalación de filtros de separación mecánica en sus plantas en los años 2002- 2003.

En forma paralela, también se recurrió al concurso de la experiencia de compañías como Uhdenora, propietarias de la tecnología de amalgama para la producción de soda cáustica, para suministrar y/o contactar con empresas serias que pudiesen suministrar tecnología de filtración mecánica.

El resultado de todo este proceso de investigación y consulta desarrollado para la selección de un proveedor del sistema de filtración de soda cáustica, fue asignar la implementación a la firma USF Schumacher, que posteriormente fue absorbida por la firma *Pall Corporation*.

Dicha firma, con base en Alemania, poseía una tecnología de filtración mecánica para la remoción del mercurio desde la soda cáustica, utilizando elementos filtrantes del tipo vela. Otras aplicaciones desarrolladas en plantas de cloros soda similares a la existente, indicaban experiencia probada para llegar a reducir los niveles de mercurio por debajo de los 0.050 ppm.

Previamente, en los años anteriores, se habían ya efectuado pruebas de laboratorio y de planta piloto, con este tipo de filtros. Inclusive, fueron instalados pequeñas baterías de filtros, del tipo de vela, que removían el mercurio de la soda cáustica. si

bien los niveles aún eran altos por la poca área filtrante que se tenía instalada, los resultados eran bastante alentadores como se puede apreciar en la Tabla 3.4 que muestra la situación en el 2001. Los niveles obtenidos ya se encontraban en el orden de los requerimientos de la legislación.

**Tabla 3.4** Resultados de la Filtración de la soda cáustica en el año 2001

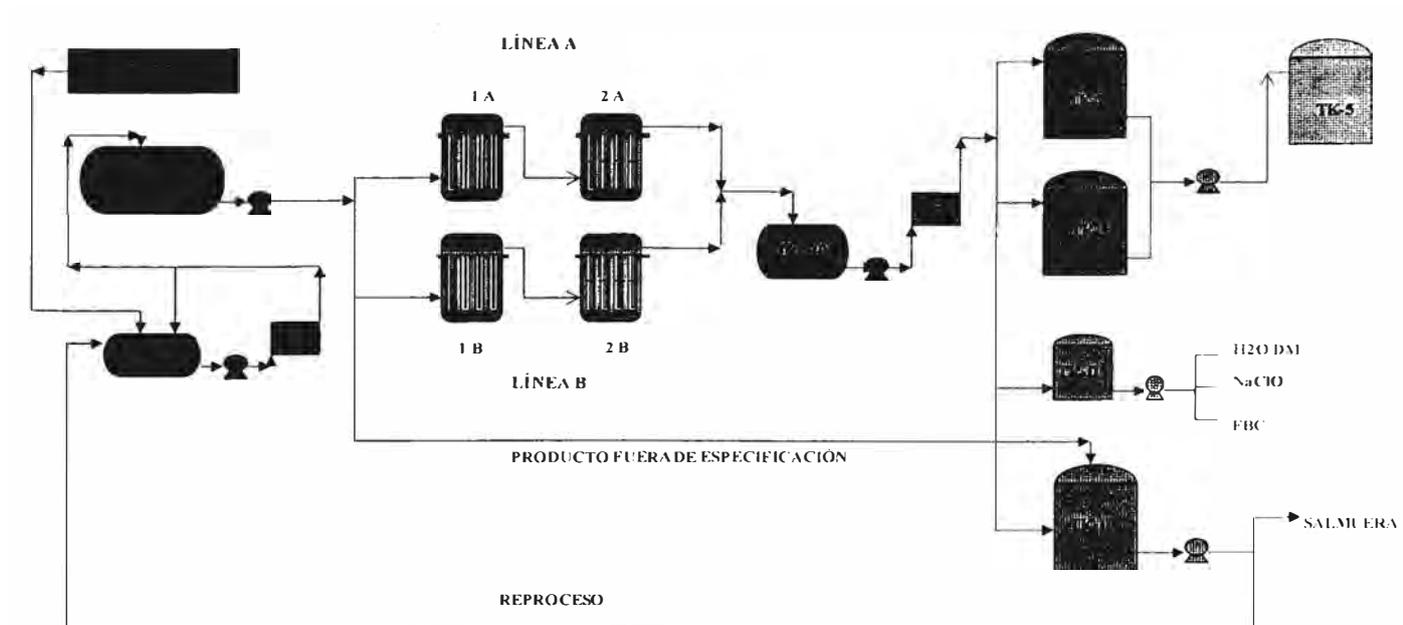
<b>FILTRACIÓN DEL MERCURIO CONTENIDO EN LA SODA CAÚSTICA</b>										
FECHA	HORA	Caudal	ENTRADA FILTROS			SALIDA FILTROS		Area m2	Caudal Especifico	
		m3/h	PSI	T °C	Hg(ppm)	PSI	Hg (ppm)		m3/h/m2	GPM/pie2
10-ago-01	08:00	7.23	82	64		15	0.09	15.84	0.46	0.18
11-ago-01	08:00	7.34	88	64		16	0.10	15.84	0.46	0.18
12-ago-01	08:00	7.34	90	64		11	0.20	15.84	0.46	0.18
13-ago-01	08:00	7.23	72	64	11	18	0.08	15.84	0.46	0.18
15-ago-01	10:30	0.00	88	64	11	24	0.09	15.84	0.00	0.00
16-ago-01	08:00	7.28	40	54	33	0	0.11	15.84	0.46	0.18
22-ago-01	08:00	7.34	76	64	10	16	0.09	15.84	0.46	0.18
23-ago-01	08:00	3.73	66	40		16	0.08	15.84	0.24	0.09
26-ago-01	08:00	7.58	74	65	17	19	0.09	15.84	0.48	0.19
27-ago-01	08:00	7.82	86	62		18	0.08	15.84	0.49	0.20
04-sep-01	08:00	7.58	66	64	17	15	0.10	15.84	0.48	0.19
05-sep-01	08:00	7.58	88	64		15	0.15	15.84	0.48	0.19

Si bien, se lograba una efectiva reducción del contenido de mercurio y los niveles alcanzados para la época eran satisfactorios para atender las exigencias de los mercados, sus valores todavía se encontraban altos en comparación con lo ofrecido por la tecnología de punta de ese entonces. En la Figura 3.2 se muestra un diseño conceptual de los que sería la planta de filtración de soda cáustica utilizando los filtros tipo vela. Se puede apreciar las dos líneas de filtración y cada una de ellas con dos etapas. También se indican los tanques de los diferentes servicios como son el lavado, reproceso y almacenamiento.

Una de las principales ventajas que mostraba el diseño de USF Schumacher, fue que no era necesario el uso de material ayuda de filtración para lograr los niveles de mercurio ofrecidos. Este factor, resultaba interesante si se tenía en cuenta la experiencia de plantas de cloro soda localizadas en el Brasil en donde la inclusión de material ayuda filtrante incrementaba el tamaño del sistema de filtración.

Era necesaria la instalación de un sistema de preparación y dosificación del material de ayuda de filtración hacia los filtros. Adicionalmente, añade el problema de tener que manejar un residuo sólido considerado peligroso y que es necesario enviar a la unidad de destilación, para su tratamiento, antes de ser desechado de planta.

## FILTRACIÓN DE SODA CÁUSTICA DESCRIPCIÓN DEL PROCESO



**Figura 3.2** Diagrama conceptual de la planta de filtración de soda.

### 3.3.1.- DESARROLLO DEL PROYECTO

Basadas en la capacidad nominal de la planta, la firma USF Schumacher suministró un sistema de filtración mecánica de la soda cáustica denominada FT 3 – 1000 (2+0) completamente automatizada, cuyo diseño básico se muestra en la figura 3.3.



También incluía este diseño, un tanque auxiliar para almacenar el producto fuera de especificación, otro tanque de para recibir la descarga de soda cáustica durante la etapa de lavado y un tanque de suministro de agua caliente a utilizar para la limpieza del filtro.

La unidad de filtración también se encontraba totalmente automatizada, con válvulas electroneumáticas que comandan las etapas de operación y de limpieza. Toda esta lógica de control fue configurado en el DCS existente. Así, la etapa de operación era monitoreada a través del diferencial de presión y/o el tiempo de ciclo de filtración pre establecido. Cuando se alcanzaban los niveles prefijados, automáticamente se iniciaba el proceso de lavado del filtro actuando sobre válvulas respectivas.

### **3.3.2.- IMPLEMENTACION DEL PROYECTO**

#### **A.- INGENIERÍA**

Una vez definida la tecnología a implementar y el suministro de la ingeniería básica por parte de la firma *Pall Schumacher*, la ingeniería de detalle de la nueva planta de filtración fue realizada por una firma local. Los puntos a resolver fueron:

- Desarrollo de la ingeniería de proceso para los *utilities* (aire de proceso, aire de instrumentos, agua desmineralizada), del nuevo sistema de filtración de soda así como las interconexiones con la planta existente.
- Desarrollo de la ingeniería para las cimentaciones y obras civiles,
- Desarrollo de la ingeniería estructural, en donde se tenía que instalar los filtros,
- Desarrollo de la ingeniería de detalle y constructiva de todos los tanques de proceso.

- Ingeniería de detalle para el sistema de tuberías de proceso e interconexiones con planta existente.
- Desarrollo de la ingeniería de detalle eléctrica para alimentar los motores de la nueva planta, energizar los tableros del sistema de control distribuido DCS.
- Ingeniería para la implementación de los lazos y lógica de control en el DCS. Al no existir aún, se tuvo que implementar una nueva sala de control.

## **B.- INSTALACIONES**

- Obras Civiles y estructuras: desarrollados por firmas locales y basadas en las normas del reglamento nacional de construcciones del Perú.
- Tanques de Proceso: desarrollados por firmas locales siguiendo las normas establecidas en el código *ASME Boiler and Pressure Vessels, Section VIII, Division 1*.
- Filtros de soda: equipo importado de Alemania en donde fue construido según código de diseño PED (97/23/EC), AD2000. Para las siguientes condiciones: Presión de diseño 6 Barg, temperatura de diseño -10/+80 °C. Certificado TUV de inspección. Fabricado en material AISI 316L.
- Bombas de proceso: se utilizaron las bombas centrífugas fabricadas según norma ISO 2858/DIN 24256, ANSI B 73.1
- Tuberías de proceso: todo el tendido de tuberías y accesorios se realizó en material AISI 316L sin costura. Todas las válvulas tenían recubrimiento plásticos en material PTFE para todas las partes en contacto con la soda cáustica.
- Sistema de control: La planta existente no contaba con ningún tipo de centro control. Con la ejecución de este proyecto, conjuntamente se instaló un sistema de control distribuido DCS. Se instaló un procesador micro I/A series de *Invensys Foxboro* con su respectiva estación de operador. Allí se

instalaron todas las estrategias de control para la operación automática del filtro. Todos los transmisores instalados fueron del tipo inteligente con salida de 4-20 mA.

### **3.3.3.- PUESTA EN MARCHA**

Efectuadas las pruebas de comisionamiento de tanques y tuberías, así como eléctricas y de instrumentación, el sistema de filtración de soda cáustica fue puesto en servicio por personal a cargo del proyecto.

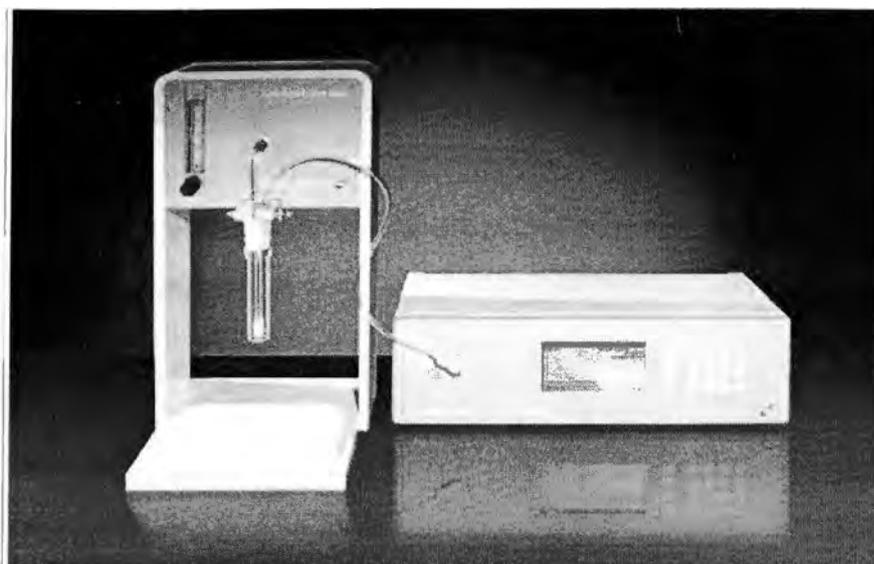
Como suele suceder en proyectos de implementación de nueva tecnología, luego de la puesta en servicio, siguió un proceso de aprendizaje primero, para luego continuar con las pruebas de campo, a fin de establecer los parámetros más óptimos en términos de temperatura, caudal, diferencial de presión a través del filtro, etc.

### **3.3.4.- ANALISIS DE LABORATORIO**

Una de las fases más críticas del proyecto, que inicialmente no fue dimensionada en su real magnitud, fue la capacidad de análisis del mercurio en la soda cáustica. Los niveles esperados, en realidad eran extremadamente bajos, del orden de las partes por billón (ppb). A este nivel de detección, son necesarias técnicas y procedimientos de análisis mucho más elaborados, así como el uso de equipos extrema precisión.

A nivel de laboratorio se tuvieron que realizar las inversiones necesarias para adquirir los equipos adecuados para este servicio. También fue necesario establecer procedimientos de análisis más cuidadosos y entrenar al personal a cargo del muestreo y ensayo.

Para el análisis del contenido de mercurio en la soda cáustica se adquirió un equipo de última generación Modelo Lab Analyzer LA 254, de la firma Mercury Instruments que es un instrumento para análisis en laboratorio utilizando el método del vapor frío. (Ver figura 3.4).



**Figura 3.4:** Lab Analyzer LA 254 para detección de mercurio en líquidos [4]

### 3.3.5.- RESULTADOS

En la Tabla 3.5 se puede apreciar un resumen de los resultados obtenidos en los primeros días de operación del filtro. Cabe señalar que, en esta primera semana, se fueron ajustando gradualmente los parámetros de operación buscando la mejora en su performance y su sostenibilidad en el tiempo tal cual es el objetivo trazado por los directivos de la empresa.

A modo de comparación, tomando como base los cuadros disponibles en el reporte del Instituto del cloro, presentamos los resultados obtenidos en nuestra planta de filtración de soda cáustica, luego de hacer las mejoras del caso tras su puesta en servicio.

En primera instancia, en la Tabla 3.6 se pueden observar una serie de parámetros que particularizan la operación de cada planta. Sin embargo, si nos centramos en la perspectiva del objetivo principal de remoción del mercurio, a pesar de la diversidad de los resultados, se puede decir que sus procesos de remoción de mercurio trabajan más o menos acertadamente. En este punto, vale la pena señalar, que los valores obtenidos a partir de la instalación de los filtros de USF Schumacher presentan los mejores resultados.

En la Tabla 3.7 se muestra dos unidades auxiliares importantes: La primera de ellas, el tanque de recepción de soda cáustica, desde donde se alimentan a los filtros, y en seguida, la unidad de bombeo utilizada para trasladar la soda a través de los elementos filtrantes. Los volúmenes de los tanques y de los equipos de bombeo son similares en función a la capacidad instalada de la planta de producción de cloro soda.

Sin embargo, en el cuadro, también aparece incluida una característica importante que será desarrollada con mayor detalle. El reciclaje de la corriente filtrada, sea desde la salida del filtro o desde los tanques de almacenamiento. Una manera de asegurar la continuidad de la torta sobre cada uno de los elementos filtrantes pero que demanda mayores áreas filtrantes debido al volumen de líquido a tratar.

En la Tabla 3.8 se muestran las características de las unidades de filtración propiamente dichas, señalando las áreas filtrantes, los tipos y modelos así como el arreglo de instalación, es decir si opera en serie o paralelo. En la segunda parte de la tabla se referencian los diversos tipos de elementos de ayuda de filtración que se

utilizan para mejorar la performance. En el caso de la planta en el Perú, cuya tecnología no utiliza ayuda de filtración muestra resultados bastante similares y mejores en algunos casos, con relación a los mejores desempeños observados en las plantas de USA.

No obstante, queda claro, que hay una serie de factores que afectan de una u otra manera afectan el proceso de separación y que se han resumido en las conclusiones que analizaremos en función de los resultados obtenidos en la planta de filtración instalada localmente cuya performance se encuentra a la altura de estas plantas y también consigue reducir el nivel de contaminación en la soda cáustica a los niveles que la regulación y los mercados exigen.

**TABLA 3.5 NUEVO SISTEMA DE FILTRACIÓN DE PALL SCHUMACHER**

Fecha	Hora	Condiciones de Ingreso				Filtro A				Condiciones de Ingreso			Filtro B			
						Salida 1ra Etapa (1A)		Salida 2da Etapa (2A)					Salida 1ra Etapa (1B)		Salida 2da Etapa (2B)	
		Contenido Hg ppm	Flujo m3/hr	Temp °C	Presión Psig	Contenido Hg ppm	Caida Presión Psig	Contenido Hg ppm	Caida Presión Psig	Flow m3/hr	Temp °C	Presión Psig	Contenido Hg ppm	Caida Presión Psig	Contenido Hg ppm	Caida Presión Psig
day 1	13:30		-	-		-		0.09		-	-	-	F/S		F/S	
	16:30		-	-	13	-		0.08		-	-	13	-		0.06	
day 2	02:00		-	-	-	-		0.07		-	-	-	-		0.09	
	04:00		-	-	-	-		0.07		-	-	-	-		0.08	
	02:00		4.6	60		0.79		0.07	5.36	4.6	60	-	0.91		0.07	5.44
day 3	08:00		-			0.85		0.06		-	-	-	0.79		0.04	
	15:30	8	4.52	60	13.5	0.91	1.7	0.03	5.23	4.31	60	13.8	0.68	0.81	0.03	5.48
	01:30		-			0.33		0.02		-	-	-	0.30		0.03	
day 4	08:00		-			0.37		0.02		-	-	-	0.42		0.02	
	20:00		-					0.02		-	-	-	-		0.02	
day 5	00:00		4.5	60	13.47	0.38	5.1	0.02	5.48	4.3	60	13.64	0.30	0.81	0.03	5.48
	16:30					0.42		0.02					0.36		0.02	
day 6	00:00		4.6	60	18.8	0.82	4.84	0.02	5.41	4.6	60	17.12	0.70	3.25	0.02	5.49

Referirse al diagrama 3.2 para apreciar las líneas de filtración (A y B) así como las etapas (1 y 2) de cada una de ellas

**TABLA 3.6 COMPARACIÓN PERFORMANCE DE FILTRACIÓN**

<b>GENERAL</b>	Planta 1	Planta 2	Planta 3	Planta 4	Planta 5	Planta 6	Planta 7	Perú 1
Capacidad de Cloro	455	305	330	99	540	366	250	182
Capacidad de Soda	513	344	372	112	609	412	282	205
Tipo de celda	E-812	E-510	E-510	Denora	UHDE	Denora	Denora	Denora
# de Celdas	48	58	60	24	52	36	32	40

**DESAMALGAMADOR**

Temperatura salida NaOH (°C)	130	130	130	102-104	125-130	107-118	104	120
Caudal de salida de NaOH (GPM)	114	76	83	26	133	90	60	44
Tipo enfriamiento Hidrógeno	Directo	Directo	Directo	Indirecto	Indirecto	Indirecto	Indirecto	Indirecto
Hg salida desamalgamador ppm	10-15	10-15	10-15	4-6	6-10	5-15	17-23	10-20
Hg entrada a los filtros ppm	10-15	10-15	10-15	2-3	6-11	5-16	10-15	4-10
Hg salida de los filtros ppb	70-120	70-120	60-120	30-40	160	50	50-100	20-40

Para información de las plantas 1-7, referirse a [7]; la información de Perú 1 corresponde a la planta de cloro soda local en donde se instaló la unidad de filtración

**TABLA 3.7 COMPARACION EQUIPOS AUXILIARES**

	Planta 1	Planta 2	Planta 3	Planta 4	Planta 5	Planta 6	Planta 7	Perú 1
<b>TANQUE RECEPTOR DE SODA</b>								
Volumen	2280	2280	1385	1500	4000	4200	2000	1 321
Tiempo de residencia (min)	8	9	9	19	15	23	8	60
Reciclo al tanque recepción (S/N)	No	No	No	No	Si	No	No	No
Reciclo desde: (Filtros/Almto)	---	---	---	Filtros	---	Almto	Almto	---
Caudal de Reciclo	0	0	0	25	0	0	75	0
Nivel de Hg en el Reciclo	---	---	---	0.03	---	---	0.03	---
Control de Nivel (S/N)	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si	Si
Si-(descarga de bomba o reciclo)	Bombeo	Bombeo	Bombeo	Bombeo	Bombeo	Bombeo	Bombeo	Bombeo
<b>BOMBA TRANSFERENCIA SODA</b>								
Capacidad (GPM)	120	80	100	50	133	90	130	44
Fabricante	Goulds	Goulds	Goulds	Durco	Durco	Durco	Durco	Flowserve
Tipo	Magnética	Centrífuga						
Presión de descarga (psig)	85	85	80	72	95	N/A	42	70
Presión entrada al filtro (Psig)	50-80	50-80	50-75	60	78-95	30-60	22	60

Para información de las plantas 1-7, referirse a [7]; la información de Perú 1 corresponde a la planta de cloro soda local en donde se instaló la unidad de filtración

**TABLA 3.8 COMPARACION DE EQUIPOS DE FILTRACIÓN**

	Planta 1	Planta 2	Planta 3	Planta 4	Planta 5	Planta 6	Planta 7	Perú 1
<b>FILTROS DE SODA</b>								
Fabricante	Adams IWF	USF Schumacher						
Elemento filtrante	C 200	Carbo®						
Area de filtración primaria (pie2)	197	197	197	94	238	189	169	200
Número de filtros primarios	1	1	1	2	2	1	1	2
Arreglo de filtros primarios	Unico	Unico	Unico	Paralelo	Paralelo	Unico	Unico	Paralelo
Area de filtro secundario (pie2)	197	197	N/A	N/A	N/A	189	53	N/A
Número de filtros secundarios	1	1				1	2	
Arreglo de filtro secundario	Unico	Unico				Unico	Paralelo	
Caudal específico filtro primario GPM/pie2	0.58	0.39	0.42	0.27	0.28	0.48	0.8	0.12
Caudal específico filtro secundario GPM/pie2	0.58	0.39	N/A	N/A	N/A	0.48	1.27	N/A

**OPERACIÓN DEL FILTRO**

Mterial de precoat (1)	Solca-floc BW40	Solca-floc BW41	Solca-floc BW42	Darco premium	E.P. Dial FW- 60	E.P. PB33	Celite	No usa
Mterial de precoat (2)			Norit D-10		Norit Azo	Eagle Picher	Nuchar SA	No usa
Mterial de precoat (3)							E.P. PB33	No usa
Carga (1) lb/pie2	0.254	0.254	0.127	0.005	0.084	0.132	0.296	---
Carga (2) lb/pie2			0.254		0.084		0.266	---
Carga (3) lb/pie2							0.237	---
Fluido para precoat	agua	agua	NaOH 50%	NaOH 50%	AguaDM	Agua DM	Agua DM	---
Calidad del precoat	*1	*1	*1	*2	*3	*1	*1	---

\*1

Descarga de filtro enviado a Tk fuera de especificación hasta tener niveles aceptables de Hg en la soda

\*2

Descarga de filtro es enviado a Tk de check hasta verificación de laboratorio de niveles aceptables de Hg en la soda

\*3

Descarga de filtro es reciclado al tanque receptor de soda cáustica hasta tener niveles aceptables de Hg en la soda

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

En esta parte, tomaremos como referencia las conclusiones presentadas en el reporte del Instituto del cloro, que contiene información relacionada a las plantas de USA y le añadiremos los resultados obtenidos con la implementación del sistema de filtración en la planta de cloro soda local.

De acuerdo a la experiencia del sector, un adecuado sistema de filtración de soda caustica debería otorgar un producto cuyo contenido de mercurio se encuentre en el rango de 30-50 ppb. Al momento de del estudio en referencia y aún en los momentos actuales, se cree que este rango es la mejor calidad sostenible en la industria de cloro soda, utilizando sólo equipamiento de separación mecánica.

### **4.1.- CONCLUSIONES**

Analizaremos los diversos factores:

#### **A.- TEMPERATURA**

Existe un rango de valores para la soda cáustica proveniente del desamalgamador que permite optimizar el proceso de filtración. Valores de temperatura en el rango de 104 a 110 °C. otorgan mejores resultados, porque evidentemente permiten reducir el contenido de contaminante a remover durante la filtración.

Este criterio nos impulsa a tratar de reducir, tanto como sea posible, la temperatura de la corriente de soda que está saliendo del desamalgamador, pero teniendo la precaución de no afectar las condiciones mismas del desamalgamador o inclusive, de la eficiencia de la celda electrolítica misma, pues se podría afectar las eficiencias de producción.

En la planta instalada localmente, como se ve en la figura 3.2, el tanque receptor de la soda proveniente desde el desamalgamador tiene una corriente de reciclo que mediante un controlador fija la temperatura en 90 °C. De esta manera, se reduce el nivel de mercurio en la soda cáustica y también permite manejar materiales más económicos al tener que soportar una menor temperatura de operación. En este nivel de temperaturas podemos utilizar el acero inoxidable 316L en vez del níquel que en términos de costo son mucho más costosos.

## **B.- CAUDAL ESPECÍFICO**

Existe un valor de flujo específico límite que no debe ser superado a fin de garantizar un adecuado comportamiento de los filtros R.P Adams: 0.30 gpm por pie<sup>2</sup>, aproximadamente 0.75 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup> de área filtrante.

Este valor de flujo específico resulta bastante alto en relación a los parámetros de operación indicados por la firma USF Schumacher. Ellos consideran en su diseño caudales de 0.10 gpm por pie<sup>2</sup>; unos 0.25 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup> de área filtrante como los más óptimos.

Los valores de operación en la planta de cloro soda local muestran que los mismos niveles de remoción de mercurio se pueden mantener manejando caudales de hasta 0.17 gpm/pie<sup>2</sup> unos 0.43 m<sup>3</sup>/h/m<sup>2</sup>. Estos valores siguen siendo bajos en relación a los utilizados en los filtros Adams lo cual supone una desventaja de los primeros.

Cabe señalar que cuando se ha intentado aumentar los valores del caudal específico, se aprecia un gran incremento del diferencial de presión a través del filtro excediendo con largueza los valores máximos prefijados para los elementos filtrantes que son 30-40 psi.

### C.- RECICLO

El retorno del producto filtrado hacia el tanque receptor o de alimentación a los filtros de soda cáustica para ayudar a mejorar su eficiencia. Mediante esta acción de mezcla, se reduce el promedio del contenido de mercurio en la entrada a los elementos filtrantes, pero tiene como contraparte el incremento del volumen de soda cáustica que pasa a través de los elementos filtrantes y como ya hemos visto en el punto anterior, existen limitaciones para el flujo a tratar por cada elemento filtrante. La aplicación de este criterio obliga a incrementar la cantidad de área filtrante disponible en el sistema de filtración.

Otra ventaja del reciclaje de la soda filtrada es que permite mantener la continuidad de la operación, en caso se produzcan perturbaciones en el sistema e inclusive que la alimentación se suspenda temporalmente. Como ya hemos descrito anteriormente, la clave en este tipo de filtración es mantener la estabilidad del medio de filtración sobre cada uno de los elementos filtrantes.

En el caso de los filtros Adams que utilizan ayuda filtrante, manteniendo la corriente de reciclaje se asegura que la capa de ayuda filtrante se mantenga adherida sobre los elementos de grafito.

Para el sistema de filtración de soda local se consideró la instalación de un tanque de alimentación hacia los filtros, con capacidad de almacenar una hora de producción. De esta manera, ante cualquier variación en el flujo de alimentación de soda proveniente de las celdas, el sistema manejará el volumen de este tanque. Adicionalmente, en forma posterior, se han instalado válvulas de mando manual, para poder reciclar la soda cáustica desde la salida de los filtros, y de esta manera, mantener la estabilidad del medio filtrante sobre los elementos de grafito en situaciones de variación más prolongada de las condiciones de operación en la planta.

#### **D.- ELEMENTOS FILTRANTES**

Efectivamente, el grafito ha sido probado como un buen elemento para retener en sus poros interiores las partículas de mercurio. Evidentemente, las aplicaciones comerciales requieren que este grafito sea tratado, mecánicamente, para aumentar el área disponible de sus poros.

En la planta local que utiliza la tecnología de USF Schumacher los elementos filtrantes son del tipo vela, de diferente porosidad, agrupados en la serie Carbo®. Estos elementos aún siguen siendo comercializados a través de Pall Corporation. Básicamente, se comercializan en forma de cilindros concéntricos con diámetro de 40/70 mm y longitudes de 0.5 y 1 metro.

En el caso de los filtros de R.P. Adams se utilizaron los elementos Porocarbon 200.

#### **E.- ACONDICIONAR LOS ELEMENTOS FILTRANTES**

Para los elementos filtrantes, de los filtros del tipo R.P. Adams, se recomienda la adición material ayuda filtrante sobre su superficie externa, previo a su puesta en servicio.

Para ello es preciso utilizar un material de carbón, finamente dividido, que se añadirá al área filtrante como material ayuda de filtración (precoat). El tamaño de partícula de este carbón debería ser de malla 325 o menor.

Mediante este procedimiento se rellenan los poros de los elementos filtrantes. Sin embargo, esta acción no significa que se añada otro medio de separación para

remover el mercurio elemental. Lo que realiza este procedimiento es acondicionar a los elementos filtrantes haciéndolos menos porosos y así más eficientes.

En el caso de los elementos filtrantes de USF Schumacher, ellos no requieren la adición de un material ayuda de filtración. El medio filtrante está compuesto por fino carbón generado por la fricción del grafito activado ante el paso de la amalgama cuando fluye a contracorriente en los desamalgamadores de las celdas.

Sin embargo, en las pruebas, cuyos resultados se muestran en la Tabla 4.1 también se intentó mejorar la eficiencia del sistema de filtración mediante la adición de un material ayuda filtrante. En este caso, el mismo proveedor USF Schumacher, suministró el material ISOGRAFITO con el que se realizaron una serie de pruebas para ver efectividad.

Como se puede ver en la Tabla 4.1, los resultados no muestran ninguna mejora espectacular por lo que no se siguió adelante con su implementación. Para llevar a cabo esta prueba, la misma firma USF Schumacher, proporcionó un filtro piloto que fue instalado, justamente, a la salida de las unidades de filtración existente como se puede apreciar en la Figura 4.1.

## **F.- DIFERENCIAL DE PRESIÓN**

Para el tipo de filtro utilizado en las plantas americanas, se propone un valor máximo para la caída de presión a través de los elementos filtrantes y que no debe superar el valor de 15 psi, para no poner en riesgo la integridad de estos elementos.

En el filtro de USF Schumacher, el máximo valor recomendado para el diferencial de presión es 30-40 psi. Entran en juego dos factores que se contraponen: por un lado, la idea es maximizar el diferencial de presión, siempre y cuando se mantenga la calidad

de la soda filtrada, para volver más espaciados los periodos de lavado, es decir incrementar el tiempo del ciclo de filtración.

Por el lado contrario, si se incrementa demasiado el valor del diferencial, se pone en riesgo la integridad de los elementos filtrantes mismo. Estos elementos son fabricados en material grafito cuya característica es su fragilidad.

### **G.- CONTROL DE PRESIÓN**

Se recomienda también establecer o fijar una presión constante de la corriente de soda cáustica a la salida del filtro. Este control de presión servirá para minimizar los cambios de presión que ocurran en los procesos subsiguientes y que generalmente son causadas por los cierres automáticos de válvulas durante las operaciones de cambio de tanque de recepción de producto final.

Una manera de fijar esta presión de operación es instalando el tanque de soda filtrada a la salida de los filtros, de modo que pueda ser enviado allí por efecto de la gravedad. Desde tanque, se puede reciclar producto o enviar hacia los tanques de almacenamiento, previo paso de enfriamiento.

### **4.2.- RECOMENDACIONES**

A raíz de las experiencias diversas en aplicaciones de filtración de soda cáustica, la principal recomendación es la adquisición de un sistema piloto de filtración. Si bien, significa un costo adicional, un buen programa de pruebas requiere de la inversión en equipamiento y la asignación de recursos para diseñar e interpretar la data del plan experimental. Otras recomendaciones y no por ello menos importantes son:

- a) Instalar analizadores de mercurio en línea, tanto en la línea de salida de producto final como en las corrientes de reciclo hacia el filtro.
- b) Optimizar los caudales de alimentación al filtro así como la cantidad de soda cáustica que se debe reciclar.
- c) Instalar capacidad adicional necesaria para reciclo del filtro, bombas y área filtrante para atender los resultados de las mejoras a obtener durante las prueba piloto.
- d) Estandarizar las actuales técnicas de análisis de laboratorio para análisis de mercurio

Un programa de pruebas, por un periodo definido de tiempo, y que utilice sólo los equipos de la planta existente, podría ser la manera económicamente más idónea de realizarlo. Al final de las mismas, se podría haber verificado en campo algunas de las conclusiones que se han vertido en este reporte.

Sin embargo, debido a una serie de factores operacionales, sólo una limitada cantidad de pruebas pueden ser hechas sin interrumpir la producción normal. Inevitablemente, será necesaria la instalación de equipamiento adicional. Por lo tanto, una combinación de prueba piloto y prueba de campo, podría proporcionar la mejor aproximación para determinar con mayor precisión los requerimientos necesarios para la filtración de la soda cáustica.

Los resultados de estos estudios permitirían precisar el monto de inversión de capital, la calidad del producto final así como también proporcionar más conocimiento de la operación del filtro de soda cáustica.

TABLA 4.1 FILTRO PILOTO - EVALUACION DE AYUDA FILTRANTE

FECHA	HORA	FLUJO DE NaOH		INGRESO A FILTRO			SALIDA DE FILTRO			CAIDA DE PRESION Bar
		Lect Rot	Medido	PRESION IN (bar)	TEMP. IN ( °C )	ENTRADA(B1) Hg ppm	PRESION OUT (bar)	TEMP. OUT ( °C )	SALIDA Hg ppm	
		Lt/lr	Lt/hr							
<b>18-ene-05</b>										
	7,50 AM	40	170	1.03	62	0.104	0.7	74	0.038	0.33
	12,00 AM	40	170	1.0	60.5	0.069	0.72	66.5	0.038	0.28
	16,00 PM	40	170	1.15	60	0.068	0.88	67.5	0.042	0.27
	20,00 PM	40	170							
<b>20-ene-05</b>										
	16,00 PM	40	170	1.14	62	0.102	1.15	75	0.033	-0.01
	20,00 PM			0.5	56	0.455	0.3	68	0.042	0.20
<b>21-ene-05</b>	07:45 a.m.	40	170	1.2	60	0.055	0.9	72	0.038	0.30

NOTA El ingreso de la NaOH al filtro piloto, corresponde a la salida del filtro B1 Precoat Isographite

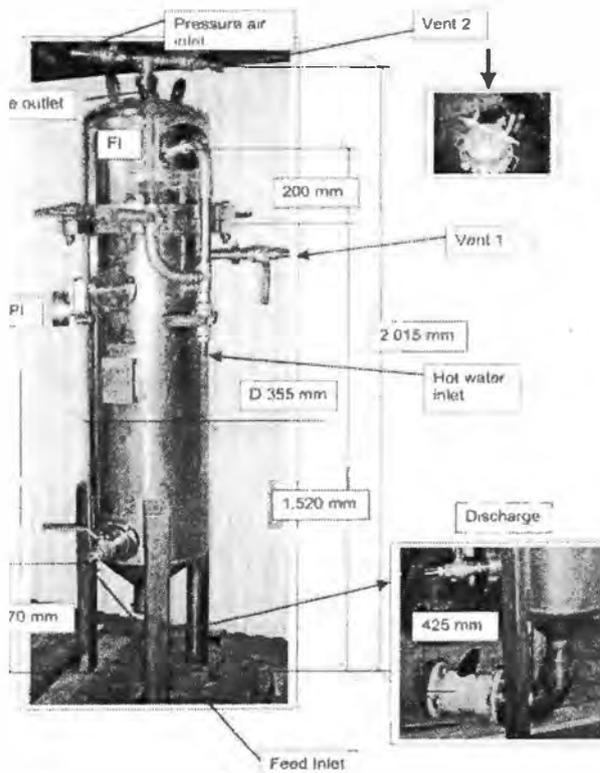


Figura 4.1 Filtro piloto de prueba de Pall Schumacher.

## V.- BIBLIOGRAFIA

1. - European Commission, Integration Pollution Prevention and Control (IPPC), Reference Document on Best Available Techniques in the Chlor-Alkali Manufacturing Industry, December 2001. 178 Páginas.
2. - Ludwig Ernest E., Applied process design for chemical and petrochemical plants, volume 1, third edition, 1999. Chapter 11, pag 305-320.
3. - Yarime, Masaru, From End of pipe Technology to clean technology: effects of environmental regulation on technological change in the Chlor-Alkali Industry in Japan and Western, United Nations University for new technologies, Maastricht, the Netherlands, Mayo 2003. 403 Páginas.
- 4.- Mercury Instruments USA website, Mercury Analyzers:  
  
[www.Mercury-instruments-usa.com](http://www.Mercury-instruments-usa.com)
5. - Pall Corporation website; Carbo Filter elements:  
  
[www.Pall.com](http://www.Pall.com)
6. - The Chlorine Institute, Guidelines for Technologies to reduce mercury in sodium: April 2000, 17 páginas
7. - The Chlorine Institute, Survey for mechanical filtration from 50% sodium hydroxide solutions, Appendix 7.3 October 1999, 16 páginas.