



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“DISEÑO DE UN EQUIPO PARA LA OBTENCIÓN DE DIÓXIDO
DE TITANIO A PARTIR DE LAS ARENAS FERROTITANÍFERAS”**

Trabajo de titulación

Tipo: Proyecto Técnico

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERO QUÍMICO

AUTOR: DIEGO FABRICIO GUERRERO BONILLA

DIRECTOR: ING. ADRIAN ALEJANDRO RODRIGUEZ PINOS

Riobamba – Ecuador

2020

©2020, Diego Fabricio Guerrero Bonilla

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, Diego Fabricio Guerrero Bonilla declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de titulación: El patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 29 de enero de 2021

A digital signature stamp with a light orange background. On the left, the name 'DIEGO FABRICIO GUERRERO BONILLA' is written in black, stacked vertically. On the right, a red digital signature line is visible. To the right of the signature line, the text 'Firmado digitalmente por DIEGO FABRICIO GUERRERO BONILLA' is written in black.

DIEGO
FABRICIO
GUERRERO
BONILLA

Firmado
digitalmente por
DIEGO FABRICIO
GUERRERO BONILLA

Diego Fabricio Guerrero Bonilla

060378107-1

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

El Tribunal de Trabajo de titulación certifica que: El trabajo de titulación: Tipo Proyecto Técnico, **“DISEÑO DE UN EQUIPO PARA LA OBTENCIÓN DE DIÓXIDO DE TITANIO A PARTIR DE LAS ARENAS FERROTITANÍFERAS”**, realizado por el señor **DIEGO FABRICIO GUERRERO BONILLA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal de Trabajo de Titulación, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Ing. Carlos Alcívar Medina Serrano PRESIDENTE DEL TRIBUNAL	 Firmado electrónicamente por: CARLOS ALCIBAR MEDINA SERRANO	2021-01-29
Ing. Adrian Alejandro Rodriguez Pinos DIRECTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN	 Firmado electrónicamente por: ADRIAN ALEJANDRO RODRIGUEZ PINOS	2021-01-29
Ing. Luis Santiago Carrera Almendariz MIEMBRO DEL TRIBUNAL	 Firmado electrónicamente por: LUIS SANTIAGO CARRERA ALMENDARIZ	2021-01-29

DEDICATORIA

Este trabajo se los dedico con todo mi corazón a mis padres Gonzalo y Mirian, quienes fueron el pilar fundamental y motivación para todos los logros que he tenido en mi vida, a mi pequeño hermano Luis David quien me ha enseñado la importancia de la superación diaria, a pesar de las dificultades que la vida presenta. A toda mi familia y amigos que han estado siempre presentes en los buenos y malos momentos, apoyándose con sus palabras, conocimientos y cariño sin esperar nada a cambio.

Diego

AGRADECIMIENTO

Gracias a Dios por guiarme y darme fortaleza en los momentos más difíciles y poder seguir adelante. A mi familia quienes han estado caminando siempre conmigo toda mi vida, con cada una de las metas que me planteaba. A mis amigos quienes fueron parte fundamental de toda mi vida universitaria, con quienes compartí momentos que no se volverán a repetir, momentos que quedan grabados en mi corazón y mi mente, gracias totales.

Al Ing. Adrian Rodriguez e Ing. Santiago Carrera que, con su apoyo, su guía y su tiempo, hicieron posible el presente trabajo.

A la ESPOCH, donde pasé los mejores años de mi vida, donde conocí amigos verdaderos con quienes pasamos alegrías, tristezas, preocupaciones, etc.

Agradezco a la vida por ponerme en este lugar, por presentarme a personas maravillosas y por los momentos únicos que he vivido, que no se volverán a repetir.

Diego

TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	xii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xiv
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xv
ÍNDICE DE ECUACIONES	xvi
RESUMEN.....	xviii
ABSTRACT	xix
INTRODUCCIÓN	1

CAPITULO I

1.	DIAGNOSTICO DEL PROBLEMA	3
1.1.	Identificación del problema	3
1.2.	Justificación	4
1.3.	Línea base del proyecto.....	6
1.4.	Beneficiarios directos e indirectos.....	6
1.4.1.	<i>Beneficiarios</i> directos.....	6
1.4.2.	<i>Beneficiarios</i> indirectos.....	6
1.5.	Localización del proyecto	6
1.5.1.	<i>Macro</i> localización.....	6
1.5.2.	<i>Micro</i> localización.....	7
1.6.	Objetivos	9
1.6.1.	General.....	9
1.6.2.	Específicos.....	9

CAPITULO II

2.	FUNDAMENTOS TEÓRICOS	10
2.1.	Antecedentes	10
2.2.	Arenas Ferrotitaníferas	11
2.2.1.	<i>Localización de arenas ferrotitaníferas San Lorenzo</i>	12
2.3.	Minerales del titanio.....	12
2.3.1.	Ilmenita.....	12
2.3.2.	Hematita	14

2.3.3.	Magnetita	15
2.4.	Dióxido de titanio	16
2.4.1.	Rutilo	17
2.4.2.	Anatasa	19
2.4.3.	Brookita	20
2.5.	Procesos para la obtención de dióxido de titanio (TiO₂)	21
2.5.1.	<i>Proceso del sulfato</i>	21
2.5.2.	<i>Proceso Becher</i>	22
2.5.3.	<i>Proceso Benelita (BCA)</i>	23
2.5.4.	<i>Proceso del cloruro</i>	24
2.6.	Descripción del proceso	25
2.6.1.	<i>Concentración del mineral</i>	25
2.6.2.	<i>Lixiviación con HCl</i>	26
2.6.3.	Hidrólisis	28
2.6.4.	Calcinación	29
2.7.	Diseño de reactores	30
2.7.1.	Reactor Químico	30
2.7.2.	Tipos de reactores	30
2.7.2.1.	<i>Reactor discontinuo agitado</i>	30
2.7.2.2.	<i>Reactor continuo</i>	33
2.7.2.3.	<i>Reactor tubular flujo pistón</i>	33
2.8.	Tanques de mezclado	34
2.8.1.	<i>Tanques de mezclado tipo lote</i>	34
2.8.2.	<i>Tanques de mezclado continuo</i>	35
2.8.3.	Mezclado	35
2.8.4.	Agitadores para el mezclado	35
2.8.4.1.	<i>Agitadores de hélice</i>	36
2.8.4.2.	<i>Agitadores de turbina</i>	36
2.8.4.3.	<i>Agitadores de cono</i>	36
2.8.4.4.	<i>Agitadores de paletas</i>	36
2.9.	Hornos de calcinación	36
2.9.1.	<i>Hornos mufla eléctricos de resistencias</i>	36
2.9.2.	Tipos de hornos	36
2.9.3.	Tipos de muflas	37
2.9.3.1.	<i>Muflas de combustible</i>	37
2.9.3.2.	<i>Muflas eléctricas</i>	36
2.9.3.3.	<i>Partes de una mufla</i>	37

2.9.4.	<i>Mecanismos de la conducción de calor</i>	38
2.9.4.1.	<i>Conducción</i>	38
2.9.4.2.	<i>Convección</i>	38
2.9.4.3.	<i>Radiación</i>	38
2.9.5.	<i>Lana de vidrio</i>	38

CAPITULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	39
3.1.	Tipo de estudio	39
3.2.	Métodos	39
3.2.1.	<i>Método inductivo</i>	39
3.2.2.	<i>Método deductivo</i>	39
3.2.3.	<i>Método experimental</i>	40
3.3.	Ingeniería del proyecto	40
3.4.	Técnicas	42
3.4.1.	<i>Caracterización física de las arenas ferrotitaníferas</i>	42
3.4.1.1.	<i>Determinación del pH</i>	42
3.4.1.2.	<i>Determinación de la conductividad eléctrica</i>	43
3.4.1.3.	<i>Determinación de color</i>	44
3.4.1.4.	<i>Determinación de textura</i>	45
3.4.1.5.	<i>Determinación de la densidad aparente</i>	46
3.4.1.6.	<i>Determinación de la densidad real</i>	48
3.4.1.7.	<i>Determinación de la materia orgánica</i>	49
3.4.2.	<i>Análisis químico de las arenas ferrotitaníferas y del TiO₂</i>	50
3.4.2.1.	<i>Difracción de rayos X (XRD)</i>	50
3.4.2.2.	<i>Fluorescencia de rayos X (FRX)</i>	51
3.4.3.	<i>Método del cloro</i>	51
3.4.3.1.	<i>Preparación de la muestra</i>	51
3.4.3.2.	<i>Lixiviación ácida</i>	52
3.4.3.3.	<i>Hidrólisis térmica</i>	53
3.4.3.4.	<i>Calcinación</i>	54
3.4.3.5.	<i>Diagrama del proceso del cloro</i>	56
3.5.	Variables del proceso	57
3.5.1.	Temperatura	57
3.5.2.	Tiempo	57
3.6.	Diseño del experimento	57
3.7.	Requerimientos de equipos, tecnologías y maquinarias	59

3.8.	Análisis costo/beneficio del proyecto	59
3.9.	Cronograma de ejecución del proyecto	61

CAPITULO 4

4.	RESULTADOS	62
4.1.	Resultados de la caracterización física de las arenas ferrotitaníferas	62
4.1.1.	<i>Determinación del pH</i>	62
4.1.2.	<i>Determinación de la conductividad eléctrica</i>	62
4.1.3.	<i>Determinación del color</i>	63
4.1.4.	<i>Determinación de textura</i>	63
4.1.5.	<i>Determinación de la densidad aparente</i>	64
4.1.6.	<i>Determinación de la densidad real</i>	64
4.1.7.	<i>Determinación de la materia orgánica</i>	65
4.2.	Resultados de la caracterización química de las arenas ferrotitaníferas.....	66
4.2.1.	<i>Resultados del análisis de fluorescencia de rayos X (XRF) de las arenas ferrotitaníferas</i>	66
4.3.	Resultados de los ensayos del método del cloro	66
4.3.1.	<i>Resultados de la preparación de la materia prima</i>	66
4.3.2.	<i>Resultados de la lixiviación</i>	67
4.3.3.	<i>Resultados de la hidrólisis térmica</i>	69
4.3.4.	<i>Resultados de la calcinación</i>	71
4.3.5.	<i>Resultados del rendimiento del proceso</i>	72
4.3.6.	<i>Resultados de la pureza de TiO₂ en los análisis de FRX</i>	73
4.4.	Cálculos de ingeniería	74
4.4.1.	<i>Cálculos del proceso de Lixiviación</i>	74
4.4.1.1.	<i>Balance de masa en el proceso de lixiviación</i>	74
4.4.2.	<i>Cálculos del proceso de Hidrólisis.....</i>	76
4.4.2.1.	<i>Balance de masa en el proceso de hidrólisis</i>	76
4.4.3.	<i>Cálculos del proceso de calcinación.....</i>	77
4.4.3.1.	<i>Balance de masa en el proceso de calcinación</i>	78
4.4.4.	<i>Cálculos de diseño del reactor para la preparación de la muestra, lixiviación he hidrólisis.</i>	79
4.4.4.1.	<i>Cálculo del volumen total del reactor</i>	80
4.4.4.2.	<i>Cálculo del diámetro interno</i>	80
4.4.4.3.	<i>Cálculo del diámetro externo</i>	80
4.4.4.4.	<i>Cálculo de la longitud o altura del reactor</i>	81

4.4.4.5.	<i>Cálculo del diámetro del impulsor</i>	82
4.4.4.6.	<i>Cálculo de la altura del impulsor</i>	82
4.4.4.7.	<i>Cálculo del ancho de las paletas del impulsor</i>	83
4.4.4.8.	<i>Cálculo de la longitud de las paletas impulsoras.....</i>	83
4.4.4.9.	<i>Cálculo de la altura óptima del líquido.....</i>	83
4.4.4.10.	<i>Cálculo del volumen del líquido</i>	84
4.4.4.11.	<i>Cálculo del Numero de Reynolds</i>	85
4.4.4.12.	<i>Cálculo del número de potencia</i>	86
4.4.4.13.	<i>Cálculo de la potencia del motor.....</i>	86
4.4.4.14.	<i>Cálculo del volumen de la chaqueta.....</i>	88
4.4.4.15.	<i>Cálculo del volumen de agua para el calentamiento</i>	88
4.4.4.16.	<i>Cálculo de la masa de agua para el calentamiento.....</i>	89
4.4.4.17.	<i>Diseño de la Tapa del reactor</i>	89
4.4.5.	<i>Cálculos de diseño del horno para el proceso de calcinación.....</i>	89
4.4.5.1.	<i>Dimensiones del horno</i>	90
4.4.5.2.	<i>Materiales de construcción del horno mufla</i>	90
4.4.5.3.	<i>Cálculo de la resistencia térmica total</i>	91
4.4.5.4.	<i>Cálculo de la potencia requerida por las resistencias</i>	92
4.4.5.5.	<i>Cálculo de la resistencia para disparar la potencia requerida.....</i>	92
4.4.5.6.	<i>Cálculo del área del horno</i>	93
4.4.6.	<i>Balances de energía</i>	93
4.4.6.1.	<i>Balance de energía en el reactor 1 (preparación de la muestra).....</i>	93
4.4.6.2.	<i>Balance de energía en el reactor 1 (lixiviación)</i>	95
4.4.6.3.	<i>Balance de energía en el reactor 2 (hidrólisis térmica).....</i>	97
4.4.6.4.	<i>Balance de energía en el horno</i>	98
4.4.7.	<i>Resultados del diseño de los equipos</i>	100
4.4.7.1.	<i>Resultados del diseño del reactor 1</i>	100
4.4.7.2.	<i>Resultados del diseño del reactor 2.....</i>	102
4.4.7.3.	<i>Resultado del diseño del horno.....</i>	103
CONCLUSIONES.....		104
RECOMENDACIONES.....		106
GLOSARIO		
BIBLIOGRAFÍA		
ANEXOS		

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 – 2:	Características de la ilmenita	13
Tabla 2 – 2:	Producción mundial de ilmenita en los últimos 10 años.....	13
Tabla 3 – 2:	Características de la hematita	14
Tabla 4 – 2:	Características de la magnetita.....	16
Tabla 5 – 2:	Propiedades físicas del dióxido de titanio TiO ₂	17
Tabla 6 – 2:	Propiedades físicas de las fases cristalinas del TiO ₂	17
Tabla 7 – 2:	Condiciones de lixiviación usadas en bibliografía.....	26
Tabla 8 – 2:	Condiciones de hidrólisis usadas en bibliografía.....	28
Tabla 9 – 2:	Condiciones de calcinación usadas en bibliografía	29
Tabla 10 – 3:	Ingeniería del proyecto	40
Tabla 11 – 3:	Variables de temperatura y tiempo para la lixiviación acida	57
Tabla 12 – 3:	Diseño experimental de la lixiviación ácida	58
Tabla 13 – 3:	Diseño experimental de la hidrolisis térmica.....	58
Tabla 14 – 3:	Diseño experimental de la calcinación	59
Tabla 15 – 3:	Características y descripción de los equipos.....	59
Tabla 16 – 3:	Costo de realización del proyecto	59
Tabla 17 – 3:	Cronograma de ejecución del proyecto.....	61
Tabla 18 – 4:	Resultados de la determinación del pH.....	62
Tabla 19 – 4:	Resultados de la determinación de la conductividad eléctrica.....	63
Tabla 20 – 4:	Resultados de la determinación de color	63
Tabla 21 – 4:	Resultados de la determinación de textura.....	63
Tabla 22 – 4:	Resultados de la determinación de materia orgánica.....	65
Tabla 24 – 4:	Resultados del análisis químico XRF	66
Tabla 25 – 4:	Resultados de la preparación de la materia prima.....	67

Tabla 26 – 4:	Resultados de la cantidad de licor ácido obtenido	68
Tabla 27 – 4:	Resultados de la cantidad de precipitado obtenido después de la hidrólisis	70
Tabla 28 – 4:	Resultados del TiO ₂ obtenido después de la calcinación	72
Tabla 29 – 4:	Rendimiento del producto obtenido.....	72
Tabla 30 – 4:	Resultados de Pureza del TiO ₂ obtenido (FRX).....	73
Tabla 31 – 4:	Dimensiones del horno tipo mufla.....	90
Tabla 32 – 4:	Especificaciones del aislante térmico	91
Tabla 33 – 4:	Especificaciones del ladrillo refractario.....	91
Tabla 34 – 4:	Especificaciones del mortero refractario.....	91
Tabla 35 – 4:	Resultaos del diseño del reactor 1.....	100
Tabla 36 – 4:	Resultaos del diseño del reactor 2.....	102
Tabla 37 – 4:	Resultaos del diseño del horno	103

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – 1:	Macro localización MINABRADEC CIA LTDA.....	7
Figura 2 – 1:	Macro localización ESPOCH.....	7
Figura 3 – 1:	Micro localización MINABRADEC CIA LTDA.....	8
Figura 4 – 1:	Micro localización ESPOCH	8
Figura 5 – 2:	Localización arenas ferrotitaníferas	12
Figura 6 – 2:	Ilmenita	13
Figura 7 – 2:	Hematita	15
Figura 8 – 2:	Tipos de cristales de hematita	15
Figura 9 – 2:	Magnetita.....	16
Figura 10 – 2:	Tipos de cristales de magnetita	16
Figura 11 – 2:	Rutilo.....	18
Figura 12 – 2:	Estructura cristalina del rutilo	18
Figura 13 – 2:	Anatasa.....	19
Figura 14 – 2:	Estructura cristalina de la anatasa	19
Figura 15 – 2:	Brookita.....	20
Figura 16 – 2:	Estructura cristalina de la brookita.....	20
Figura 17 – 2:	Diagrama del proceso del sulfato	22
Figura 18 – 2:	Diagrama del proceso Becher	23
Figura 19 – 2:	Diagrama del Proceso Benelita	24
Figura 20 – 2:	Diagrama del Proceso del cloruro	25
Figura 21 – 2:	a) Reactor Discontinuo; b) Reactor de flujo en pistón; c) Reactor de mezcla completa	30
Figura 22 – 2:	Reactor discontinuo.....	31
Figura 23 – 2:	Reactor Continuo.....	33

Figura 24 – 2: Reactor flujo pistón	34
Figura 25 – 3: Determinación del pH	43
Figura 26 – 3: Determinación de la conductividad eléctrica	44
Figura 27 – 3: Determinación del color	45
Figura 28 – 3: Determinación de textura	46
Figura 29 – 3: Determinación de la densidad aparente.....	47
Figura 30 – 3: Determinación de la densidad real	48
Figura 31 – 3: Preparación de la muestra.....	51
Figura 32 – 3: Lixiviación ácida.....	52
Figura 33 – 3: Hidrólisis Térmica.....	53
Figura 34 – 3: Calcinación.....	54
Figura 35 – 4: Plano frontal del impulsor en el reactor 1 y 2	84
Figura 36 – 4: Plano frontal del impulsor 1 y 2.....	85
Figura 37 – 4: Comportamiento del N_p a diferentes números de Reynolds	86
Figura 38 – 4: Plano del reactor 1 y 2 con la chaqueta	87
Figura 39 – 4: Plano del fondo e impulsor del reactor 1 y 2 con la chaqueta.....	87
Figura 40 – 4: Plano de la chaqueta y el reactor 1 y 2	88
Figura 41 – 4: Diseño de la tapa del reactor 1 y 2	89
Figura 42 – 4: Dimensiones del horno de calcinación.....	90

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: Resultados de FRX de la M1.

ANEXO B: Resultados de FRX de la M2

ANEXO C: Resultados de FRX de la M3

ANEXO D: Resultados de FRX de la M4

ANEXO E: Resultados de FRX de la M5

ANEXO F: Resultados de FRX de la M6

ANEXO G: Resultados de FRX de la M7

ANEXO H: Resultados de FRX de la M8

ANEXO I: Resultados de FRX de la M9

ANEXO J: Resultados de FRX de la M10

ANEXO K: Resultados de FRX de la M11

ANEXO L: Resultados de FRX de la M12

ANEXO M: Resultados de FRX de la M13

ANEXO N: Resultados de FRX de la M14

ANEXO O: Resultados de FRX de la M15

ANEXO P: Resultados de FRX de la M16

ANEXO Q: Resultados de FRX de la M17

ANEXO R: Resultados de FRX de la M18

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ec. 1 – 2:	Balance de masa en un reactor discontinuo.....	31
Ec. 2 – 2:	Desaparición de la especie A en una reacción por unidad de tiempo.....	31
Ec. 3 – 2:	Acumulación de moles de la especie A por unidad de tiempo.....	32
Ec. 4 – 2:	Ecuación final de un reactor discontinuo.....	32
Ec. 5 – 2:	Ecuación de diseño de un reactor discontinuo.....	32
Ec. 6 – 2:	Ecuación de diseño de un reactor discontinuo en función de C_A	32
Ec. 7 – 2:	Balance de masa de un reactor continuo.....	33
Ec. 8 – 2:	Ecuación de diseño de un reactor continuo.....	33
Ec. 9 – 2:	Balance de masa en un reactor flujo pistón.....	34
Ec. 10 – 2:	Ecuación de diseño de un reactor flujo en pistón.....	34
Ec. 11 – 3:	Cálculo de la densidad aparente.....	47
Ec. 12 – 3:	Cálculo de la densidad real.....	49
Ec. 14 – 3:	Cálculo del porcentaje de Materia orgánica.....	50
Ec. 15 – 4:	Reacción de lixiviación del proceso del cloruro.....	74
Ec. 16 – 4:	Ecuación de balance de materia.....	75
Ec. 17 – 4:	Reacción de hidrolisis del proceso del cloruro.....	76
Ec. 18 – 4:	Reacción de calcinación.....	78
Ec. 19 – 4:	Cálculo de volumen total del reactor.....	80
Ec. 20 – 4:	Cálculo del diámetro interno.....	80
Ec. 21 – 4:	Calculo del diámetro externo.....	81
Ec. 22 – 4:	Cálculo de la longitud o altura del reactor.....	81
Ec. 23 – 4:	Cálculo del diámetro del impulsor.....	81
Ec. 24 – 4:	Cálculo de la altura del impulsor.....	81
Ec. 25 – 4:	Cálculo del ancho de las paletas del impulsor.....	81

Ec. 26 – 4:	Cálculo de la longitud de las paletas impulsoras.....	81
Ec. 27 – 4:	Cálculo de la altura óptima del líquido.....	82
Ec. 28 – 4:	Cálculo del volumen del líquido	82
Ec. 29 – 4:	Cálculo del N_{RE}	85
Ec. 30 – 4:	Cálculo del número de potencia	86
Ec. 31 – 4:	Cálculo de la potencia del motor	86
Ec. 32 – 4:	Cálculo del volumen de la chaqueta.....	88
Ec. 33 – 4:	Cálculo del volumen de agua para el calentamiento	89
Ec. 34 – 4:	Cálculo de la cantidad de calor para elevar la temperatura	89
Ec. 35 – 4:	Cálculo de la potencia requerida en el calentador	89
Ec. 36 – 4:	Cálculo de la resistencia térmica total	91
Ec. 37 – 4:	Cálculo de la potencia requerida por las resistencias	92
Ec. 38 – 4:	Cálculo de la resistencia para disipar la potencia requerida.....	92
Ec. 39 – 4:	Cálculo del área de la mufla	93
Ec. 40 – 4:	Cálculo de la cantidad de vapor.....	94

RESUMEN

Se realizó el diseño de un equipo para la obtención de dióxido de titanio TiO_2 a partir de las arenas ferrotitaníferas ubicadas en la provincia de Esmeraldas, sector San Lorenzo, para lo cual se obtuvo la información de la materia prima mediante la caracterización física y química. Los experimentos para la obtención de TiO_2 se realizaron mediante el método del cloro a escala de laboratorio para obtener las condiciones óptimas del proceso. Se eligió el método del cloro para la obtención de TiO_2 , este consta de tres subprocesos que son: a) lixiviación con ácido clorhídrico, b) hidrólisis con hidróxido de amonio y c) calcinación. A partir de estos procesos realizados en el laboratorio se eligió las mejores condiciones para el diseño del equipo: temperatura 100 grados Celsius, tiempo de reacción 6 horas, 250 revoluciones por minuto, concentración de ácido del 37 %, cantidad de ácido 200 ml, cantidad de base 25 ml, tiempo de hidrólisis 3 horas a 95 grados Celsius y tiempo de calcinación 1 hora a 900 grados Celsius. Una vez realizados los experimentos se obtuvo buenos resultados en el producto obtenido de TiO_2 que llega a una pureza de 98.4%. Se realizó el diseño de un equipo para cada uno de los subprocesos, para la lixiviación se diseñó un reactor batch que trabaja a 100 grados Celsius, para la hidrólisis térmica se diseñó un segundo reactor con las mismas características del primero que trabaja a 95 grados Celsius y por último para la calcinación se diseñó un horno tipo mufla que alcanza los 900 grados Celsius.

PALABRAS CLAVE: <INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA QUÍMICA>, <METALURGIA>
<DIÓXIDO DE TITANIO>, <LIXIVIACIÓN>, <HIDRÓLISIS>, <CALCINACIÓN>,
<DISEÑO>, <REACTOR BATCH>.



Firmado electrónicamente por:
**ADRIAN ALEJANDRO
RODRIGUEZ PINOS**



Firmado electrónicamente por:
**ELIZABETH
FERNANDA
AREVALO
MEDINA**



0515-DBRAI-UPT-2020

ABSTRACT

The design of equipment was carried out to obtain titanium dioxide TiO₂ from the ferrotitaniferous sands located in the province of Esmeraldas, in San Lorenzo. The information of the raw material was obtained through physical and chemical characterization. The experiments to obtain TiO₂ were carried out using the chlorine method on a laboratory scale to obtain the optimal conditions of the process. The chlorine method was chosen to obtain TiO₂, this consists of three sub-processes which are leaching with hydrochloric acid, hydrolysis with ammonium hydroxide and calcination. For these processes carried out in the laboratory, the best conditions were chosen for the design of the equipment: temperature 100 degrees Celsius, reaction time 6 hours, 250 revolutions per minute, the acid concentration of 37%, amount of acid 200 ml, amount of base 25 ml, hydrolysis time 3 hours at 95 degrees Celsius and calcination time 1 hour at 900 degrees Celsius. After the experiments carried out, good results were obtained in the product obtained from TiO₂ that reaches a purity of 98.4%. The design of equipment was made for each of the sub-processes, for the leaching a batch reactor was designed that works at 100 degrees Celsius, for the thermal hydrolysis a second reactor was designed with the same characteristics as the first one that works at 95 degrees Celsius. Finally, for the calcination, a muffle furnace was designed that reaches 900 degrees Celsius.

Keywords: <ENGINEERING AND CHEMICAL TECHNOLOGY>, <METALLURGY>
<TITANIUM DIOXIDE>, <LEACHING>, <HYDROLYSIS>, <CALCINATION>,
<DESIGN>, <BATCH REACTOR>.

INTRODUCCIÓN

Las arenas ferrotitaníferas, también conocidas como arenas negras son de gran abundancia en las distintas zonas costeras a nivel mundial, estas al contener en su composición un alto porcentaje de hierro y titanio se vuelven de gran importancia dentro de la industria. A menudo las arenas ferrotitaníferas en el Ecuador son utilizadas en las industrias cementeras debido a la gran cantidad de hierro presente, que es usada en el proceso. Los principales minerales de este tipo de arenas son ilmenita, magnetita, hematita, y trazas de metales pesados. En el Ecuador existen yacimientos de arenas ferrotitaníferas ricas en minerales de hierro y titanio, de los cuales se ha escogido el sector de San Lorenzo provincia de Esmeraldas (Trujillo, 2019).

La ilmenita es uno de los minerales más importantes que contiene un alto porcentaje de hierro y titanio en su estructura, se presenta comúnmente en las playas de las zonas costeras en forma de rocas o arenas (Burastero, 2013).

La ilmenita es una de las principales fuentes para la obtención de dióxido de titanio TiO_2 , que es usado en muchos campos principalmente como pigmento blanco en la industria de las pinturas, cosméticos, gomas, fibras y también constituye como materia prima para la obtención de titanio metálico, la pureza en la que el dióxido de titanio debe encontrarse para este tipo de industrias esta entre el 95 al 99 % (Trujillo, 2015).

La producción de dióxido de titanio que se realiza a escala mundial utiliza comúnmente dos tipos de procesos: a) el método del sulfato en donde se realiza un ataque al mineral del titanio mediante una lixiviación ácida obteniendo iones de hierro y titanio en solución, b) el método del ácido clorhídrico que se va a utilizar en el presente trabajo, es un proceso donde se realiza una digestión ácida para obtener los iones metálicos en solución, para después mediante precipitación selectiva obtener únicamente el dióxido de titanio. Los métodos mencionados anteriormente usan ácido en exceso, pero la diferencia entre estos dos es que el método del ácido clorhídrico tiene la posibilidad de una regeneración del ácido causando un menor impacto ambiental (Hernández, 1993).

El presente trabajo tiene como finalidad el diseño de un equipo para obtención de TiO_2 , para ello se eligió el método del ácido clorhídrico que consta de tres subprocesos: a) lixiviación ácida, b) hidrólisis térmica y c) calcinación, para los distintos experimentos a escala de laboratorio que tienen como meta, obtener las condiciones (temperatura, tiempo de reacción, concentración de ácido, rpm, cantidad de base, tiempo de hidrólisis y calcinación) óptimas para la obtención de TiO_2 . Se decide diseñar un equipo para cada uno de los subprocesos, para la lixiviación ácida se diseña un reactor tipo batch que trabaja a una temperatura que oscila entre los 30 °C y los 100 °C y una agitación constante de 250 rpm, en este reactor además de realizarse el proceso antes

mencionado se realiza también el lavado y secado del mineral de titanio para quitar todo tipo de impurezas y salinidad. El segundo equipo es un reactor batch con las mismas características del primero que nos servirá para el proceso de hidrólisis térmica que trabaja a una temperatura de 95 °C, cabe mencionar que para poder llegar a la temperatura que necesita cada uno de los subprocesos se utilizará vapor saturado. Y por último para la calcinación se diseñó un horno tipo mufla el mismo que funcionara mediante resistencias eléctricas para elevar la temperatura hasta los 900 °C.

CAPITULO I

1. DIAGNOSTICO DEL PROBLEMA

1.1. Identificación del Problema

En el Ecuador actualmente existe una gran extensión de arenas ferrotitaníferas, las mismas que se han ido formando por varios años alrededor de las zonas costeras, especialmente en la provincia de Esmeraldas en el sector de San Lorenzo donde la empresa riobambeña MINABRADEC Cia. Ltda. dedicada a la producción de minerales abrasivos, realiza trabajos de extracción de minerales, la misma que se ha interesado en la gran extensión de arenas ferrotitaníferas y su alto contenido de hierro y titanio dentro de su composición, estas arenas son mezclas naturales de distintos óxidos, en especial el dióxido de titanio que es de gran interés industrial y algunas trazas de óxidos de silicio, magnesio, aluminio etc.

La Empresa Nacional Minera (Enami EP) es una de las primeras empresas ecuatorianas en interesarse y estudiar este tipo de arenas ubicadas en la provincia de Esmeraldas, obteniendo como resultado la existencia y el alto contenido de minerales de hierro y titanio, que hasta el día de hoy han cumplido la función de aumentar el porcentaje de hierro del cemento Portland en algunas industrias cementeras del Ecuador (Trujillo, 2015).

Las arenas ferrotitaníferas son abundantes en muchas zonas costeras a nivel mundial que se han ido formando durante miles de años gracias al choque de las olas del mar con la arena y rocas volcánicas que se encuentran a lo largo de las zonas costeras (Chuquirima y Cortez, 2014: p.2). Cabe recalcar que en el Ecuador el estudio para la obtención de dióxido de titanio a partir de las arenas ferrotitaníferas han sido muy escasas debido a que el país no tiene un sector industrial que se dedique específicamente a la obtención de dicho óxido, el mismo que es importado para las necesidades de las distintas empresas. El dióxido de titanio tiene muchas aplicaciones en el sector industrial siendo usado como catalizador, para purificar agua, como pigmento, brindar brillo a metales, etc. (Flores, 2017: p.10).

La empresa MINABRADEC Cia. Ltda. realizó el análisis de las arenas ferrotitaníferas que dieron como resultado en su composición un 21,34 % de TiO_2 y un 55,74 % de Fe_2O_3 . Como podemos observar la cantidad de dióxido de titanio es representativa para su obtención. En los estudios realizados por Hernández (1993) recalca que para una extracción que sea viable, el dióxido de titanio en las arenas ferrotitaníferas debe tener una composición mínima del 20 %.

Cabe recalcar que estas composiciones son semejantes a las de arenas ferrotitaníferas de distintos lugares según lo encontrado en bibliografía, Ana Saa (1998) y Soledispa y Villacrés (1990) realizan estudios de las arenas ferrotitaníferas en playas ecuatorianas encontrándose con un alto porcentaje de hierro y titanio en su composición. Al observar el alto contenido de TiO_2 , se decide realizar el diseño de un equipo para la obtención de dióxido de titanio, realizando pruebas a escala de laboratorio mediante el método del cloro encontrado en bibliografía y por consiguiente eligiendo las mejores condiciones para la obtención.

1.2. Justificación

En el país actualmente la producción industrial de dióxido de titanio es prácticamente nula a pesar de la gran extensión de arenas ferrotitaníferas a lo largo de las costas ecuatorianas, esto se da debido a la gran complejidad que implica la separación de dicho óxido de los demás minerales que se encuentran a su alrededor y de la tecnología necesaria a pesar de haber varios métodos para su extracción. Según los datos de estudios realizados de las arenas negras o arenas ferrotitaníferas que se encuentran a lo largo del territorio ecuatoriano se ha comprobado que estas contienen en su estructura un gran porcentaje de ilmenita ($FeTiO_3$) que es la principal fuente natural para la obtención de titanio (Burastero, 1975: p.3).

Para justificar económicamente su obtención a escala industrial el porcentaje de TiO_2 en la ilmenita que se encuentra presente en las arenas ferrotitaníferas debe ser representativo, de al menos el 20 % de TiO_2 en su estructura. En el mundo existen dos fuentes naturales principales de titanio que son la Ilmenita ($FeTiO_3$) que contiene hasta un 55 % de TiO_2 y el rutilo natural que contiene hasta un 95 % de TiO_2 , estos minerales se encuentran especialmente en yacimientos y zonas costeras alrededor de todo el mundo (Aguirre, 1996: p.17).

A lo largo de los años se ha realizado estudios para la obtención TiO_2 , por varios métodos de acuerdo a como, en qué estado, la procedencia del mineral y al tamaño de partícula en el que se encuentra contenido dicho metal. Las arenas ferrotitaníferas se han formado por años en las zonas costeras a nivel mundial y debido al tamaño de partícula y a la poca reactividad del titanio es muy difícil la separación por métodos mecánico, por lo que se someten a un proceso llamado Método de Kroll, que es el más utilizado para obtener titanio a escala industrial (Castro, 2012).

Los experimentos realizados por Hernández, et al. (1993) realizó la obtención de TiO_2 , mediante una lixiviación con soluciones de ácido clorhídrico que tenían una concentración de 17 % - 41 % (p/v) y temperaturas entre 75 °C a 101 °C en tiempos de 1 a 5 horas. La hidrólisis térmica se realizó con hidróxido de sodio, el precipitado obtenido después de la hidrólisis ingreso a una calcinación a 900 °C obteniendo un porcentaje de TiO_2 del 97 %.

En la experimentación de Trujillo (2015), realiza un proceso para la obtención de dióxido de titanio a partir de las arenas ferrotitaníferas que contienen un 15 % de TiO_2 y un 50 % de Fe_2O_3 en su composición. Las mismas que se sometieron a un tratamiento oxidativo a temperaturas entre 900 y 1000 °C por un tiempo de 1 a 3 h. Luego se realiza una reducción carbotérmica con un 15% de carbón por 1 hora. Una vez terminado el proceso de reducción se realizó una lixiviación ácida con HCl a una concentración de 256 g/l, por un tiempo de 6 horas a 70 °C de temperatura dando TiO_2 al 90 %.

En el trabajo que presenta Burastero (1975), realiza un tratamiento oxidativo a temperaturas entre 800 y 1000 °C a tiempos entre 30 y 120 min, realiza también un tratamiento de reducción a temperaturas entre 900 y 1000 °C por 1 hora en presencia de carbón y por último un tratamiento ácido con HCl al 20% por 5 a 6 horas, obteniendo un TiO_2 al 90%.

El estudio realizado por Flores (2017), obtiene TiO_2 presente en las arenas ferrotitaníferas de Esmeraldas, las mismas que tienen dentro de su composición un 20% de Ti y un 77 % de Fe, las mismas que fueron tratadas mediante un proceso de lixiviación a temperaturas entre 70 y 100 °C por 3 a 6 horas, luego se sometieron a un proceso de hidrólisis con hidróxido de amonio y por último se sometieron a un secado en una estufa por 24 horas, obteniendo un producto de TiO_2 al 89,1% de pureza.

Los experimentos que realizó Loaiza (2017), a partir de las arenas ferrotitaníferas que en su composición tenía un 34 % de ilmenita. La misma que fue tratada mediante un proceso de lixiviación ácida con HCl al 32 % a temperaturas entre 70 y 100 °C por tiempos de 3 a 6 horas con una agitación constante, después se realizó un proceso de hidrólisis con hidróxido de amonio hasta lograr un pH entre 4 y 5 para que precipite el titanio, logrando una pureza del 88,53 % de TiO_2 .

La metodología a seguir es el proceso del cloro, este proceso contribuye a que la obtención de TiO_2 y sea mucho más fácil y rápida gracias a los subprocesos que atacan directamente al mineral de titanio dejándolos en solución, dichos subprocesos involucran como primer punto un muestreo de la mina de arena, después un tamizado para separar las partículas en un tamaño de malla entre 100 um y 125 um, una vez obtenida esta muestra se realiza una lixiviación con ácido clorhídrico se lo trata térmicamente a una temperatura entre 75 °C y 100 °C, después se realiza una hidrólisis térmica obteniendo un primer precipitado que tiene el titanio dentro de su composición, se filtra y se lava con soluciones acidas diluidas y también se obtiene un segundo precipitado que contiene el hierro, durante la hidrólisis térmica llega un punto en el que aparece un precipitado color naranja que es una clara señal de que el pH aumentó y esta entre 5 – 6 y que la precipitación de TiO_2 ha concluido.

Una vez obtenidos los dos productos se calcinan a una temperatura entre 800 °C obteniendo TiO₂ (Hernández, Hurtado, Peñalosa & Romero, 1993). El producto obtenido se lo analizará mediante Fluorescencia de Rayos X (XRF).

1.3. Línea base del proyecto

La producción de dióxido de titanio a partir de las arenas ferrotitaníferas ha ido avanzando con el tiempo gracias a la gran cantidad de métodos de obtención. Entre los países con grandes depósitos de arenas ferrotitaníferas tenemos a Australia, Nueva Zelanda, Sierra Leona, Sudáfrica, China, India y el sur de Malasia. Los principales países explotadores de dióxido de titanio son Brasil, Canadá, Noruega, Rusia y Ucrania. La obtención de dióxido de titanio se la realiza hace más de 50 años mediante la técnica del cloruro y del sulfuro, dando una producción anual hasta el presente de casi 5 millones de toneladas (Hernández, 2012).

Las arenas ferrotitaníferas ubicadas en las zonas costeras ecuatorianas, en el presente únicamente sirven como materia prima del cemento para aumentar el porcentaje de hierro, después de haber realizado los análisis químicos de estas arenas y haber encontrado dentro de su composición óxido de titanio, es necesario un mejor aprovechamiento de estas.

1.4. Beneficiarios directos e indirectos

1.4.1. Beneficiarios directos

El presente trabajo de titulación tendrá múltiples beneficios especialmente permitirá a la empresa MINABRADEC Cia. Ltda. obtener beneficios económicos debido a la obtención de dióxido de titanio a partir de la fuente de arenas ferrotitaníferas.

1.4.2. Beneficiarios indirectos

Los beneficiarios indirectos son los habitantes de las áreas en donde se encuentran las arenas ferrotitaníferas que podrían ser comercializadas como materia prima en un futuro.

1.5. Localización del proyecto

1.5.1. Macro localización

El estudio se llevará a cabo en la provincia de Chimborazo, ciudad de Riobamba, en la empresa de minerales abrasivos MINABRADEC CIA LTDA. ubicada en la Av. Antonio Santillán Mz. F Lote 8 y Bolívar Bonilla y en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo ubicada en la Panamericana Sur km 1 ½ altitud 2822 m.s.n.m.



Figura 1 – 1. Macro localización MINABRADEC CIA LTDA.

Fuente: Google Maps, 2020.

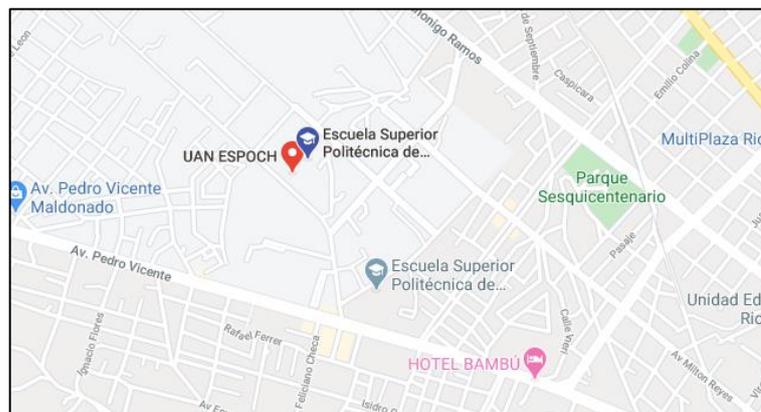


Figura 2 – 1. Macro localización ESPOCH.

Fuente: Google Maps, 2020.

1.5.2. Micro localización

El presente trabajo de integración curricular se desarrollará en el laboratorio de pruebas de la empresa MINABRADEC CIA LTDA. y en el laboratorio de Química Analítica de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH.

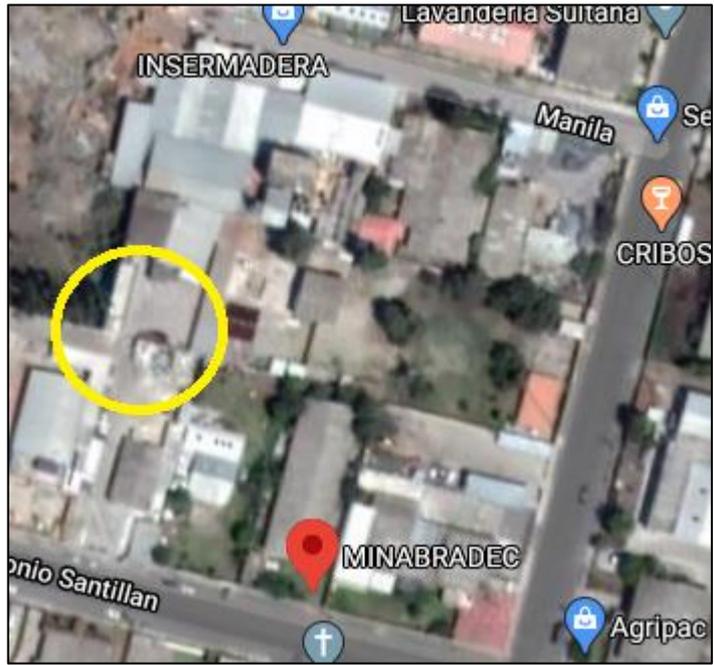


Figura 3 – 1. Micro localización MINABRADEC CIA LTDA.

Fuente: Google Maps, 2020.

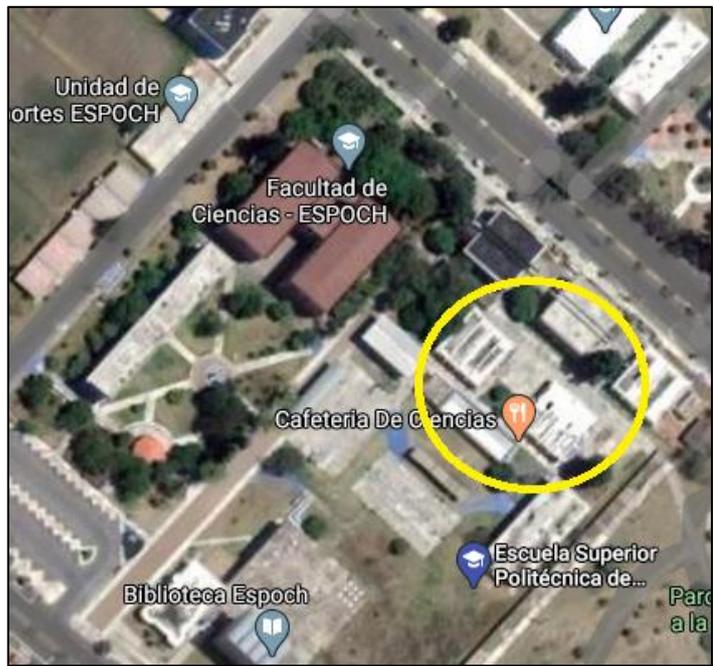


Figura 4 – 1. Micro localización ESPOCH.

Figura: Google Maps, 2020.

1.6. Objetivos

1.6.1. General

- Diseño de un equipo para la obtención de dióxido de titanio a partir de las arenas ferrotitaníferas.

1.6.2. Específicos

- Caracterizar mediante pruebas físicas y químicas las arenas ferrotitaníferas de la comunidad San Lorenzo-Esmeraldas.
- Ejecutar pruebas piloto en el laboratorio mediante el método del cloruro para la obtención de dióxido de titanio.
- Determinar las variables del proceso para la obtención de dióxido de titanio.
- Realizar los cálculos de ingeniería y diseño del equipo para la obtención de dióxido de titanio.
- Verificar el producto obtenido mediante Fluorescencia de Rayos X (XRF), Difracción de Rayos X (XRD).

CAPITULO II

2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1. Antecedentes

Las arenas ferrotitaníferas, arenas negras o arenas ferruginosas, son una mezcla natural de óxidos metálicos, que se forman a lo largo de los años en esteros, lagos y ríos de agua dulce, y también en una gran cantidad a lo largo de las costas de todo el mundo. Las arenas ferrotitaníferas se forman gracias a la acumulación de rocas volcánicas, arena de playa y los efectos concentradores de las olas del mar donde los materiales más ligeros son desplazados con mayor velocidad y a mayor distancia. Estas arenas ricas en óxidos de gran importancia se concentran gracias a los siguientes agentes:

- Ríos que desembocan en las costas.
- Erosión de las olas sobre las playas.
- Cruce de corrientes fluviales sobre

(Chuquirima y Cortez, 2014: p.2-4)

El Ecuador es un país que tiene grandes extensiones de arenas ferrotitaníferas, ubicadas en las provincias de Guayas, Manabí y Esmeraldas, que en su mayoría son una fuente de explotación para la obtención de minerales, especialmente los de titanio y de hierro. Según los estudios realizados de las arenas ferrotitaníferas en el país a lo largo de los años, varios autores nos describen como estas se encuentran distribuidas y su estado.

Según los estudios realizados por Ana Saa (1998) en General Villamil Playas, las arenas ferrotitaníferas provienen de rocas ígneas máficas y también de la erosión de basamentos los mismos que se han depositado en rocas antiguas.

Según Soledispa y Villacrés (1990), el estudio composicional mineralógico de las arenas ferrotitaníferas en las costas ecuatorianas determino que estas provienen de rocas ígneas y que la mayoría de los minerales son ricos en hierro y titanio, que permitirá elevar el porcentaje de estos elementos al momento de ser explotadas.

El titanio es uno de los elementos más abundantes en el universo, se lo puede encontrar en las estrellas, polvos interestelares, meteoritos y en la corteza terrestre. Este es uno de los elementos más abundantes en la Tierra, este metal se encuentra con mayor concentración en los minerales ilmenita (FeTiO_3) y rutilo (TiO_2). El titanio fue descubierto por el mineralogista William Gregor en 1791 en la ilmenita que contenía las arenas ferrotitaníferas de la zona de Cornualles. En 1795

M. H. Klaproth descubrió el mismo elemento en el rutilo, al que le dio el nombre de titanio (Mur et al., 2001: p.53).

El dióxido de titanio (TiO_2) fue descubierto en 1821, pero fue en 1916 empezó su explotación industrial gracias al avance de la tecnología en ese entonces. Noruega fue el primer país en el mundo en realizar ensayos para la obtención de TiO_2 a gran escala, años después una empresa estadounidense le da uso como pigmento blanco dentro de la industria de pinturas dando excelentes resultados (Conservation and art materials encyclopedia, 2020).

El TiO_2 tiene varias estructuras cristalinas, las más importantes son la anatasa y el rutilo, los mismos que han servido de materia prima desde principios del siglo XX para obtener TiO_2 y usarlo como pigmento blanco y también como materia prima para obtener el titanio metálico, generalmente se utilizaban procesos basados en ácido sulfúrico y ácido clorhídrico. Dentro del campo industrial el TiO_2 tiene varias e importantes aplicaciones como por ejemplo en la industria textil, en la industria farmacéutica, en la industria alimenticia, etc. gracias a las propiedades que tiene y a que su nivel de toxicidad es nulo (Pigments through the ages, 2020).

La obtención de dióxido de titanio ha ido evolucionando a través de los años, por varios procesos pero uno de los más importantes y el que mejor resultados a dado es el método del cloruro que usa como materia prima principal la ilmenita extraída de las arenas ferrotitaníferas, dentro del estudio hemos visto que en el país no hay ninguna industria que se dedique a la extracción del TiO_2 , a pesar de que existe una gran demanda de este para la producción de muchos artículos usados en la vida cotidiana.

2.2. Arenas ferrotitaníferas

Las arenas ferrotitaníferas conocidas también como arenas negras o arenas ferruginosas reciben ese nombre debido a la alta concentración de minerales densos como la ilmenita, rutilo, hematita y circón, que provocan que estas arenas tomen su coloración oscura, tienen una densidad mayor a los 4 Kg/cm^3 es por eso que estas se acumulan y se asocian con las arenas que se encuentran en las zonas costeras (Ferrando et al., 2003: p.16).

Las arenas ferrotitaníferas son ricas en muchos minerales de gran importancia industrialmente gracias a la magnetita, titanatos de cobalto, níquel, manganeso, etc. dentro de su composición. Para cualificar y cuantificar especialmente los óxidos de titanio, de hierro y demás elementos presentes, se realizan los análisis químicos y mineralógicos (Chuquirima y Cortez, 2014: p.2-4).

En el Ecuador existe grandes extensiones de arenas ferrotitaníferas a lo largo de toda la zona costera, principalmente en la provincia de Esmeraldas, en las zonas de Mompiche y San Lorenzo,

donde las arenas registran un contenido de ilmenita de entre 30 – 55 % y un contenido de TiO_2 de un 15 % a 60%.

2.2.1. Localización de arenas ferrotitaníferas San Lorenzo



Figura 5 – 2. Localización arenas ferrotitaníferas.

Fuente: Google Maps, 2020.

2.3. Minerales del titanio

El titanio es uno de los elementos más abundantes en la corteza terrestre, es así que existen varios minerales que contienen al titanio, pero son muy pocos los que contienen volúmenes que realmente justifiquen económicamente su explotación. Los minerales de titanio más importantes son la ilmenita, la hematita y la magnetita que son ricas en TiO_2 (Burastero, 1975).

2.3.1. Ilmenita

La ilmenita de fórmula química ($Fe TiO_3$), tiene mucha importancia económica a nivel mundial, debido a que existen grandes depósitos naturales alrededor de las zonas costeras de todo el mundo, esta se presenta en forma de roca o arena. Por lo general la ilmenita se encuentra en sus depósitos naturales asociada con magnetita (Fe_3O_4), hematita (Fe_2O_3) y otros metales en trazas (Burastero, 1975).

La ilmenita generalmente presenta un color negro, brillo metálico y en muchos casos puede presentar propiedades magnéticas. Dentro de su composición se encuentra elementos como Fe en un 36.8 %, Ti en un 31.6 %, Oxígeno en un 31.6 % y trazas de metales como el Mg y el Mn. La ilmenita se encuentra en todo el mundo, pero los países con grandes yacimientos de este mineral son Noruega, Rusia, Australia, India y Brasil (Klein & Hurlbut, 1997: p.421-422).

Tabla 1 – 2: Características de la ilmenita.

Cristalografía	
Sistema Cristalino	Trigonal
Clase	Rombohedral
Propiedades Químicas	
Fórmula	FeTiO ₃
Composición	Ti: 31,56 %, O: 31,63%, Fe: 36,81%
Propiedades Físicas	
Lustre	Submetálico
Transparencia	Opaco
Color	Negro hierro o negro
Raya	Negra a pardo rojiza
Dureza	5 – 6
Densidad	4,5 – 5 g/cm ³

Fuente: Asturnatura, s.f.

Realizado por: Guerrero, D. 2020



Figura 6 – 2. Ilmenita.

Fuente: Minería en línea, 2020

Tabla 2 – 2: Producción mundial de ilmenita en los últimos 10 años.

PAÍS	PRODUCCIÓN (t)
Sudáfrica	1120000
Australia	1070000
Canadá	700000
China	600000
India	420000
Vietnam	410000
Mozambique	350000
Noruega	320000
Ucrania	300000
Estados Unidos	200000
Madagascar	150000

Brasil	43000
Sri Lanka	40000
Otros Países	35000

Fuente: Trujillo, 2015.

Realizado por: Guerrero Diego, 2020.

2.3.2. Hematita

La Hematita de fórmula química Fe_2O_3 , tiene una composición de 70 % Fe y 30 % O, generalmente en la naturaleza se encuentra en solución sólida con la ilmenita en las arenas ferrotitaníferas y muchas veces contiene cantidades extraíbles de TiO_2 . La hematita se caracteriza por su color rojizo o negro, podemos encontrar dos tipos de hematita: la primera es conocida como terrosa de color rojizo y soluble en algunos ácidos y se vuelve magnética al calentarla. El segundo tipo de hematita conocida es la especular, tiene un color gris oscuro con brillo metálico y una estructura parecida a espejos. Este último tipo de hematita se puede transformar en hematita terrosa gracias a la activación térmica (Trujillo, 2015).

Tabla 3 – 2: Características de la hematita.

Cristalografía	
Sistema Cristalino	Trigonal
Clase	Hexagonal escalenoédrico
Propiedades Químicas	
Fórmula	Fe_2O_3
Composición	O: 30,06%, Fe: 69,94%
Propiedades Físicas	
Lustre	Metálico
Transparencia	Opaco
Color	Parduzco, rojo sangre, gris acero, etc.
Raya	Pardo rojiza
Dureza	5,5 – 6,5
Tenacidad	Frágil, elástico.
Densidad	5,2 – 5,3 g/cm ³

Fuente: Asturnatura, s.f.

Realizado por: Guerrero, D. 2020



Figura 7 – 2. Hematita.

Fuente: Minería en línea, 2020.

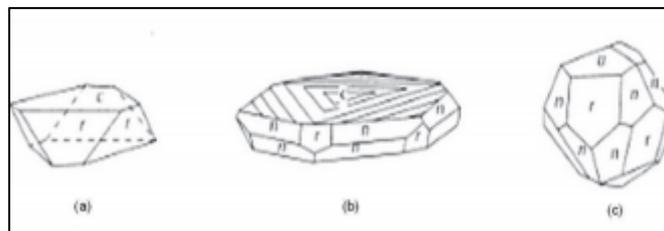


Figura 8 – 2. Tipos de cristales de hematita.

Fuente: Trujillo, 2015.

2.3.3. *Magnetita*

Dentro de la composición de la magnetita podemos encontrar 72.4 % Fe y 27.6 % O, posee una cristalografía isométrica, este mineral se caracteriza por su gran propiedad magnética, tiene un color negro de hierro y su brillo metálico tiende a ser opaco. Al igual que la hematita la magnetita se encuentra asociando en una solución solida con la ilmenita en las arenas ferrotitaníferas. Cabe recalcar que la magnetita por si sola es una fuente natural para la obtención de óxidos de hierro y hierro metálico, en muchos casos esta contiene un alto porcentaje de dióxido de titanio dentro de su composición. Su fórmula química es Fe_3O_4 y gracias a su estructura isométrica posee una gran dureza (Klein y Hurlbut, 1999; Trujillo, 2015).

Tabla 4 – 2: Características de la magnetita.

Cristalografía	
Sistema Cristalino	Cúbico
Clase	Hexoctahedral
Propiedades Químicas	
Fórmula	$\text{Fe}^{2+}\text{Fe}_2^{3+}\text{O}_4$
Composición	O: 27,64%, Fe: 72,36%
Propiedades Físicas	
Lustre	Metálico
Transparencia	Opaco
Color	Negro
Raya	Negra
Dureza	5,5 – 6,5
Tenacidad	Frágil
Densidad	5,1 – 5,2 g/cm ³

Fuente: Asturnatura, s.f.

Realizado por: Guerrero, D. 2020



Figura 9 – 2. Magnetita.

Fuente: Minería en línea, 2020.

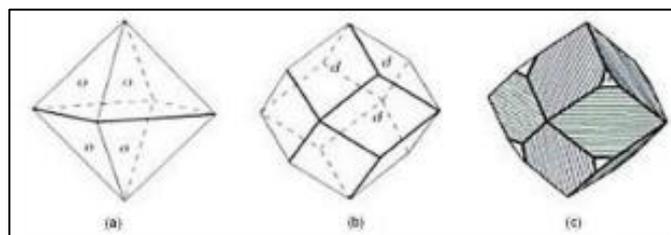


Figura 10 – 2. Tipos de cristales de magnetita.

Fuente: Klein y Hurlbut, 1999.

2.4. Dióxido de titanio

El dióxido de titanio de fórmula TiO_2 tiene un peso molecular de 79,90 g/mol, comercialmente se le conoce como pigmento blanco, es un sólido inorgánico, insoluble en agua, HCl, HNO_3 y alcohol, pero completamente soluble en H_2SO_4 concentrado caliente, HF o álcalis. El TiO_2 se produce de forma natural en muchas minas y zonas costeras que contengan arenas, su explotación a nivel industrial alcanza los 2 millones de toneladas anuales, pero son pocos los países que explotan cantidades considerables (Hernández, 2012: p.8; Castro, 2012: p.4).

Tabla 5 – 2. Propiedades físicas del dióxido de titanio TiO_2 .

PROPIEDAD	VALOR
Peso molecular (g/mol)	79.9
Densidad (g/cm ³)	4.26
Punto de fusión (°C)	1640
Punto de ebullición (°C)	< 3000

Fuente: Flores, 2017.

Realizado por: Guerrero Diego, 2020.

El dióxido de titanio se puede encontrar en la naturaleza en tres fases cristalinas: rutilo, anatasa, estas dos tienen estructuras tetragonales y la brookita que tiene una estructura romboédrica. Estas fases de dióxido de titanio tienen la misma fórmula química, pero se diferencian por su estructura y porcentaje de pureza. Cabe recalcar que la brookita y anatasa son fases metaestables y el rutilo es un material estable. Esto hace que sea muy difícil separar de los demás elementos con los que se encuentra asociado (Pérez, 2003).

Tabla 6 – 2. Propiedades físicas de las fases cristalinas del TiO_2 .

Fase TiO_2	Densidad (g/cm ³)	T. de fusión (°C)	Reactividad eléctrica (Ωm)	Índice de Refracción
Brookita	4.14	1825	10^{13}	2.58
Anatasa	3.89	1825	10^{13}	2.55
Rutilo	4.25	1855	10^{13}	2.62

Fuente: Pérez, 2003.

Realizado por: Guerrero Diego, 2020.

2.4.1. Rutilo.

El rutilo es uno de los minerales que contiene al titanio, es una de las fuentes de óxido de titanio más puro que se puede encontrar en toda la corteza terrestre. Puede formarse de diferentes

maneras: cristalizando directamente de una fusión de silicato hidratado o a través de reacciones minerales en rocas tipo granulita (Rabbia y Hernández, 2012: p.210).

El rutilo se caracteriza por su brillo adamantino de color rojo, dentro de su composición se encuentra el Ti con un 60 % y O con un 40 %, este es una de las estructuras mineralógicas más importantes del dióxido de titanio, se halla en granitos, pegmatitas, graníticas y en grandes cantidades en las arenas negras asociado a la ilmenita, magnetita, zircón y monacita. La estructura cristalina del rutilo generalmente es tetragonal, bipiramidal ditetragonal, con una estructura de tipo espacial (Klein & Hurlbut, 1997: p.423-424; Cisneros, 2016).

El rutilo se encuentra en dos formas diferentes el rutilo natural y el rutilo sintético, el primero se encuentra en la naturaleza en forma de granitos, pegmatitas graníticas, gneis, calizas metamórficas y principalmente en gran cantidad en las arenas negras formando magnetita, zircón y monacita alrededor de las playas del mundo. Por otro lado, el rutilo artificial se presenta en forma de cristales que se obtienen en el proceso conocido como Verneuil, la formación de rutilo sintético se da gracias a un tratamiento térmico apropiado, generando características de una gema color amarillento. El rutilo tiene una amplia gama de aplicaciones, una de las más importantes es el uso como revestimiento en varillas de soldadura, en cambio el rutilo sintético conocido comercialmente como Titania se emplea en la industria de la pintura como pigmento (Hurlbut, 1960: p.303).



Figura 11 – 2. Rutilo.

Fuente: Minería en línea, 2020.

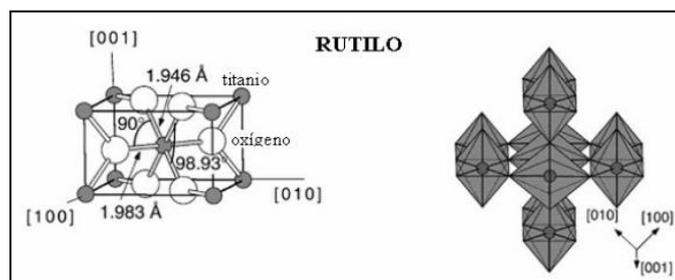


Figura 12 – 2. Estructura cristalina del rutilo.

Fuente: Cisneros, 2016.

2.4.2. Anatasa

La anatasa es una de las formas minerales importantes del dióxido de titanio conocida también como octaédrica. La anatasa y el rutilo son los minerales que contienen un elevado porcentaje de titanio en su estructura, estos se diferencian por la dureza y su densidad ya que el rutilo tiene una mayor dureza y densidad, mientras que la anatasa se caracteriza por su brillo más adamantino. La anatasa es un mineral secundario pero importante en los procesos de fotocatalisis y en la producción de celdas solares. Este mineral puede tener una gran variedad de colores que van desde el marrón amarillento hasta el negro. La anatasa es insoluble en ácidos, pero una parte importante de esta es que al realizarle un tratamiento térmico por encima de los 915 °C se transforma en rutilo. La anatasa tiene características como su cristalografía tetragonal, una dureza entre 5,5 a 6 y un punto de fusión de 1719 °C (Flores, 2017: p. 11-12).



Figura 13 - 2: Anatasa.

Fuente: Figueroa, 2020.

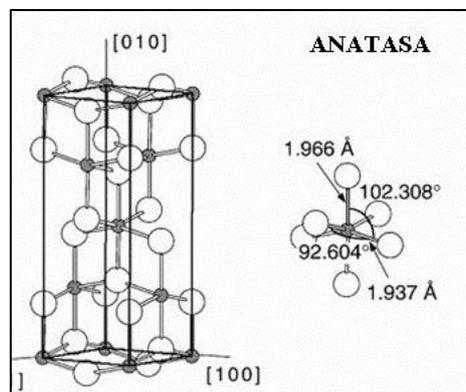


Figura 14 - 2: Estructura cristalina de la anatasa.

Fuente: Cisneros, 2016.

2.4.3. Brookita

Los minerales de titanio descritos anteriormente tienen los mismos componentes químicos tanto el rutilo, la anatasa como la brookita, la diferencia entre estas tres estructuras radica en la forma en que se encuentran posicionados los cristales en el espacio, esta característica genera la aparición de distintos tipos de cristales. Cuando hablamos de la brookita y su diferencia con el rutilo y la anatasa, es la temperatura a la que cristaliza, por ejemplo, cuando a un cristal de brookita se le somete a un tratamiento térmico con temperaturas de hasta 750°C da lugar a la formación directa del mineral rutilo. Las principales características de la brookita son: color pardo a gris amarillenta, sistema cristalino ortorrómbico, dureza de 5,5 a 6 y un lustre adamantino (Flores, 2017: p. 12-13).



Figura 15 – 2: Brookita.

Fuente: FDminerales, 2020.

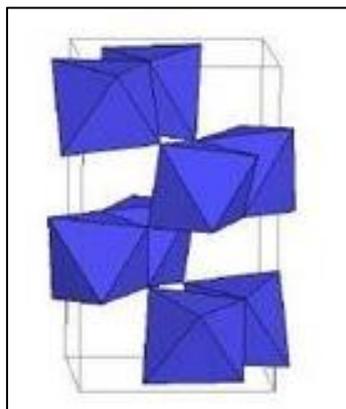


Figura 16 – 2: Estructura cristalina de la brookita.

Fuente: Gutiérrez, 2013.

2.5. Procesos para la obtención de dióxido de titanio (TiO₂)

Hasta el presente se han descubierto varios procesos de obtención de dióxido de titanio a partir de minerales como la ilmenita, escorias, arenas, etc. La mayoría de estos se encuentran en constante modificación debido a que se requiere una optimización en la extracción (Trujillo, 2015).

2.5.1. Proceso del Sulfato

El proceso del sulfato para la extracción de TiO₂ es uno de los más antiguos que se registran, que con el paso de los años ha ido disminuyendo debido a la utilización de una gran cantidad de ácido sulfúrico (H₂SO₄) que se ocupa en la digestión ácida o lixiviación, el mismo que tiene un elevado costo de recuperación una vez finalizado el proceso. En este proceso la materia prima que se utiliza es la ilmenita que tiene un gran porcentaje de titanio en su composición y también las escorias del titanio (Trujillo, 2015: p. 33).

El proceso del sulfato consiste en una digestión o lixiviación ácida con ácido sulfúrico H₂SO₄ a condiciones de temperatura y tiempo específicas en donde el óxido de titanio y el óxido de hierro se transforma en sulfatos. Se realiza una cristalización para la remoción del Fe³⁺ para que no afecte tanto en la coloración como en la composición del producto final. Seguido se realiza una hidrólisis con agua para precipitar el titanio en forma de Ti(OH)₂ el mismo que se purifica mediante una calcinación para obtener el pigmento de TiO₂ (Trujillo, 2015: p. 33).

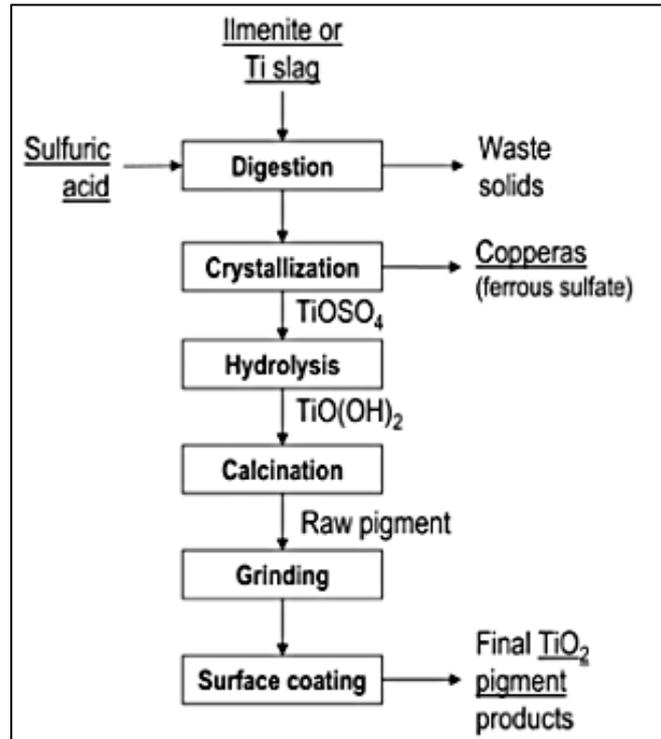


Figura 17 – 2: Diagrama del proceso del sulfato.

Fuente: Filippou & Hudon, 2009.

2.5.2. *Proceso Becher*

El proceso Becher es descubierto entre los años 60 y 70 para la producción de dióxido de titanio en Australia, debido a la gran cantidad de arenas ferrotitaníferas que contienen un alto porcentaje de ilmenita (Trujillo, 2015: p. 36).

Para que el proceso Becher sea eficiente la materia prima debe contener como mínimo un 55 % de ilmenita, la misma que ingresa a un proceso de reducción carbotérmica en un horno rotatorio a 1200 °C, en donde el mineral de hierro se transforma en hierro metálico producto del proceso anterior. En la segunda etapa se añade azufre en el horno el mismo que hace las veces de eliminador de impurezas y también forma sulfitos que se solubilizan en el siguiente proceso de lixiviación a temperaturas entre 65 y 75 °C y tiempos entre 12 a 16 horas. Mediante una corriente de aire se hace que precipite el óxido e hidróxido de hierro que se encuentran junto con las partículas de TiO₂, estas son sometidas a un proceso final de lixiviación con ácido sulfúrico diluido obteniendo TiO₂ al 93 % de pureza (Filippou & Hudon, 2009: p. 39; Trujillo, 2015).

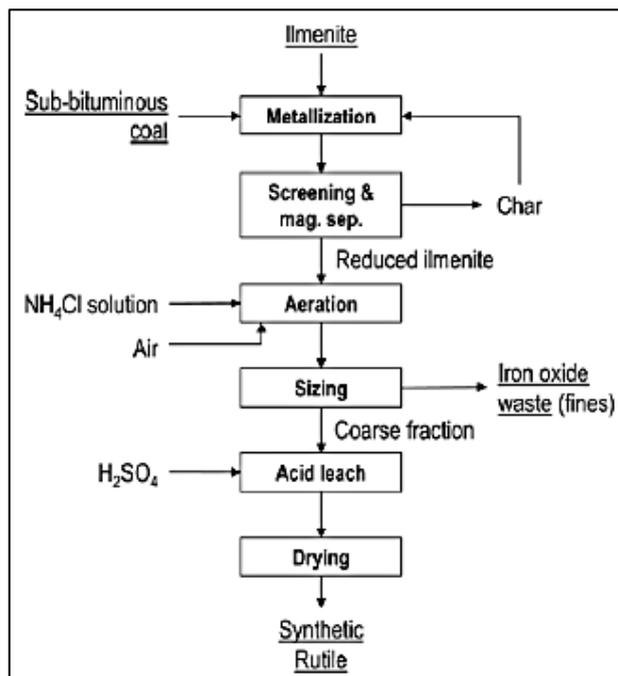


Figura 19 – 2: Diagrama del Proceso Becher.

Fuente: Filippou & Hudon, 2009.

2.5.3. *Proceso Benelita (BCA)*

El proceso Benelita fue creado en los Estados Unidos en los años 70, este proceso fue creado para optimizar y mejorar el proceso Becher, pero en la actualidad es usado únicamente por 2 plantas ubicadas en la India y Malasia (Trujillo, 2015: p. 37).

Al igual que en la mayoría de procesos de obtención de TiO_2 el punto de partida en el BCA es la ilmenita que es reducida con petróleo pesado en un horno rotatorio a $850\text{ }^\circ\text{C}$. La ilmenita reducida ingresa a un proceso de lixiviación con HCl al 18 y 20 % a $145\text{ }^\circ\text{C}$ por muy poco tiempo, en donde se obtiene dióxido de titanio sintético. Después este sólido que se generó después de la lixiviación se filtra y se somete a una calcinación a $850\text{ }^\circ\text{C}$ para lograr una purificación del TiO_2 de el 95 % de pureza. El proceso BCA es muy eficiente debido a la pureza que se obtiene, pero a la vez es muy costoso debido a la regeneración del ácido al final del proceso (Filippou & Hudon, 2009: p. 40; Trujillo, 2015: p. 38).

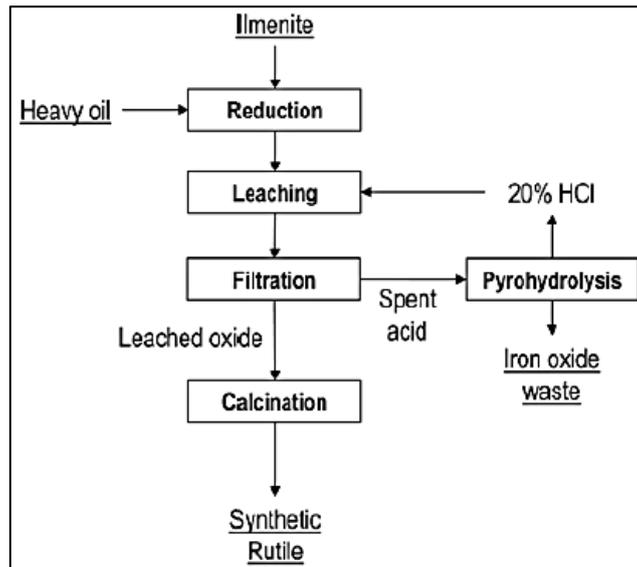


Figura 20 – 2: Diagrama del Proceso Benelita.

Fuente: Filippou & Hudon, 2009.

2.5.4. *Proceso del cloruro*

El método del cloro o cloruro se caracteriza por tener una gran ventaja sobre el método del sulfato, su diferencia radica principalmente en: a) la posibilidad de la regeneración del ácido después del proceso de lixiviación, b) la materia prima que ingresa al proceso es de fácil obtención y b) el proceso es relativamente simple (Hernández, 1993: p.59).

El proceso del cloruro inicia con el tratamiento de la materia prima que es el mineral ilmenita que está presente en gran cantidad en las arenas ferrotitaníferas alrededor de las costas de todo el mundo, la muestra pasa por un proceso de tamizado y concentración, para posteriormente ingresar al proceso de lixiviación con ácido clorhídrico, en donde se controla la temperatura y el tiempo de reacción. Una vez finalizado la lixiviación se separa la solución el resto de minerales que no fueron atacados por el ácido, esta solución se la somete a un proceso de hidrolisis térmica con hidróxido de amonio que hace que precipite el óxido de titanio, el mismo que se le somete a un proceso de purificación mediante calcinación a 600 a 700 °C por una hora, obteniendo TiO₂ de gran pureza (Hernández et al., 1993: p. 60-65).

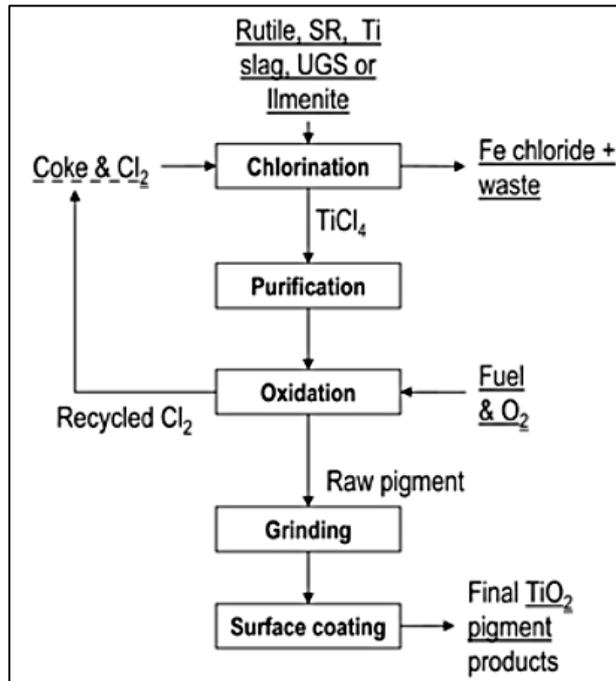


Figura 18 – 2: Diagrama del proceso del cloruro.

Fuente: Filippou & Hudon, 2009.

2.6. Descripción del proceso

Para la obtención o extracción de dióxido de titanio a partir de las arenas negras o arenas ferrotitaníferas existen varios procesos que se han ido descubriendo conforme el paso de los años, pero en la industria de la producción de TiO_2 ningún proceso está optimizado al 100 %. Los mejores métodos para su extracción son los métodos del cloro que consiste en una lixiviación con ácido clorhídrico y el proceso del sulfuro que consiste en una digestión con ácido sulfúrico (Loaiza, 2017).

El proceso que se ha elegido para el presente trabajo es el método del cloro, que comprende de varias etapas que hacen que la obtención del dióxido de titanio sea de una pureza de entre el 65 % - 95 % según las fuentes bibliográficas.

- Concentración del mineral
- Lixiviación (HCl)
- Hidrolisis
- Calcinación

2.6.1. Concentración del mineral

La concentración del mineral de titanio presente en la muestra contiene muchos tipos de impurezas denominadas gangas las mismas que pueden ser eliminadas o liberadas mediante la

trituration cuando el tamaño de partícula es del orden 3 mm o más, molienda cuando se requiere que los minerales de titanio tengan un tamaño de partícula menor a 200 μm y tamizado cuando el mineral de hierro se presenta en forma de arenas finas que pasan la malla 100 μm (Chuquirima y Cortez, 2014: p.22-24).

2.6.2. Lixiviación con HCl

Para la obtención de TiO_2 existen una gran variedad de métodos las principales tecnologías usadas a nivel mundial por las industrias de fabricación de dióxido de titanio son el método del sulfato que implica como agente lixivante al ácido sulfúrico (H_2SO_4) y el método del cloruro que tiene como agente lixivante al ácido clorhídrico (HCl), cada uno de estos métodos tienen el mismo objetivo, pero materias primas diferentes y lo más importante en donde se genera el punto de comparación al momento de elegir un método, es la generación de desechos que causan un gran impacto al ambiente. El proceso del cloruro es uno de los métodos más utilizados y que no genera muchos residuos debido a la regeneración del HCl que se puede hacer después de terminada la lixiviación, considerándose un proceso limpio (Tao, 2011).

Tabla 7 – 2: Condiciones de lixiviación usadas en bibliografía.

Lixiviación	
Condiciones	Estudio
<p>Temperatura</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 78 °C - Ensayo 2: 87 °C - Ensayo 3: 83 °C - Ensayo 4: 74 °C - Ensayo 5: 78,8 °C <p>Ácido: HCl 37 %</p> <p>Volumen de ácido: 400 ml</p> <p>Muestra: 50 g</p> <p>Tiempo: 4 horas</p>	<p style="text-align: center;">(Hernández et al., 1993)</p> <p style="text-align: center;">“Estudio experimental para la obtención de dióxido de titanio a partir de ilmenita vía ácido clorhídrico”</p>
<p>Temperatura:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 78 °C - Ensayo 2: 76 °C - Ensayo 3: 75 °C - Ensayo 4: 74 °C <p>Ácido: HCl 37 %</p>	<p style="text-align: center;">(Trujillo, 2015)</p>

<p>Volumen de ácido: 100 ml Muestra: 10 g Tiempo: 6 horas</p>	<p>“Desarrollo de un proceso de recuperación de dióxido de titanio a partir de la ilmenita presente en las arenas ferrotitaníferas de la zona Mompiche”</p>
<p>Temperatura</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 80 °C - Ensayo 2: 100 °C - Ensayo 3: 110 °C <p>Ácido: HCl 20 % Muestra: 10 g Tiempo:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 1 hora - Ensayo 2: 2 horas - Ensayo 3: 3 horas 	<p>(Burastero, 1975) “Rutilo sintético”</p>
<p>Temperatura</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 70 °C - Ensayo 2: 100 °C <p>Ácido: HCl Muestra: 10 g Tiempo:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 3 horas - Ensayo 2: 6 horas 	<p>(Flores, 2015) “Arenas ferrotitaníferas de la Isla Portete, Esmeraldas, como fuente de obtención de dióxido de titanio”</p>
<p>Temperatura</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 70 °C - Ensayo 2: 100 °C <p>Ácido: HCl Muestra: 10 g Tiempo:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 3 horas - Ensayo 2: 6 horas 	<p>(Loaiza, 2017) “Obtención de dióxido de titanio a partir de Ilmenita, presente en arenas ferrotitaníferas provenientes de la provincia de Zamora Chinchipe”</p>
<p>Temperatura</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 30 °C - Ensayo 2: 40 °C - Ensayo 3: 60 °C - Ensayo 4: 70 °C - Ensayo 5: 80 °C <p>Ácido: HCl 4 M Volumen de ácido: 100 ml Muestra: 10 g Tiempo: 2 horas</p>	<p>(Baba et al., 2009) “Dissolution kinetics and leaching of rutile ore in hydrochloric acid”</p>

Realizado por: Guerrero, D. 2020

2.6.3. Hidrólisis

Durante la lixiviación ácida los iones titanio quedan en solución, a esta solución se le da el nombre de licor ácido el mismo que debe pasar por un proceso de hidrólisis para la posterior precipitación. La hidrólisis del titanio en soluciones ácidas se la puede hacer por 3 diferentes métodos: a) por dilución con agua destilada en temperaturas bajo 0 °C, b) por el incremento de pH en donde el titanio precipita y c) por deshidratación térmica en donde el titanio precipita gracias a la temperatura. La precipitación del titanio se logra agregando una base específicamente hidróxido de amonio para llegar al valor de pH entre 4 – 6, que es el valor donde acaba la precipitación del titanio y da inicio a la precipitación de las impurezas presentes y también del hierro (Hernández, 1993: p.62-64; Flores, 2017: p.28).

Tabla 8 – 2: Condiciones de hidrólisis usadas en bibliografía.

Hidrólisis	
Condiciones	Estudio
<p>Temperatura: 95 °C Reactivo: Hidróxido de Sodio Muestra: Licor ácido Tiempo:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 200 min - Ensayo 2: 270 min 	<p style="text-align: center;">(Hernández, 1993)</p> <p>“Estudio experimental para la obtención de dióxido de titanio a partir de ilmenita vía ácido clorhídrico”</p>
<p>Temperatura: 70 °C Reactivo: Hidróxido de amonio Muestra: Licor ácido Tiempo: 3 horas</p>	<p style="text-align: center;">(Flores, 2015)</p> <p>“Arenas ferrotitaníferas de la Isla Portete, Esmeraldas, como fuente de obtención de dióxido de titanio”</p>
<p>Temperatura: 70 °C Reactivo: Hidróxido de amonio Muestra: Licor ácido Tiempo: Se dejó en digestión hasta que precipite el titanio.</p>	<p style="text-align: center;">(Loaiza, 2017)</p> <p>“Obtención de dióxido de titanio a partir de Ilmenita, presente en arenas ferrotitaníferas provenientes de la provincia de Zamora Chinchipe”</p>
<p>Temperatura: Ambiente Reactivo: Hidróxido de sodio caliente Muestra: Licor ácido Tiempo: Esperar a que precipite el titanio</p>	<p style="text-align: center;">(Aguirre, 1996)</p> <p>“Separación hidrometalúrgica del óxido de titanio asociado con magnetita en las arenas negras”</p>

Realizado por: Guerrero, D. 2020

2.6.4. Calcinación

La calcinación dentro del proceso de obtención del TiO₂ es importante debido que en este punto se eliminan todas las impurezas como por ejemplo la materia orgánica que ingreso durante el proceso, restos de humedad que tienen la muestra después del proceso de hidrolisis y otras. La calcinación es importante cuando se habla de estructuras cristalinas especialmente del TiO₂, ya que gracias a esta la muestra de hidratos de titanio se va a transformar en óxido de titanio en fase rutilo, mejorando también el porcentaje de pureza. La calcinación normalmente se lo realiza pasados los 700 °C durante 1 hora (Hernández, 1993: p.66).

Tabla 9 – 2: Condiciones de calcinación usadas en bibliografía.

Calcificación	
Condiciones	Estudio
Temperatura: 100 °C Equipo: Estufa Muestra: Ti(OH) ₄ Tiempo: 24 horas	(Flores, 2015) “Arenas ferrotitaníferas de la Isla Portete, Esmeraldas, como fuente de obtención de dióxido de titanio”
Temperatura: 900 °C Equipo: Mufla Muestra: TiO ₂ (anatasa) Tiempo: 1 hora	(Hernández et al., 1993) “Estudio experimental para la obtención de dióxido de titanio a partir de ilmenita vía ácido clorhídrico”
Temperatura: 70 °C Equipo: Estufa Muestra: Ti(OH) ₄ Tiempo: 24 horas	(Loaiza, 2017) “Obtención de dióxido de titanio a partir de Ilmenita, presente en arenas ferrotitaníferas provenientes de la provincia de Zamora Chinchipe”
Temperatura: 900 °C Equipo: Horno Muestra: TiO ₂ (anatasa) Tiempo: 2 horas	(Aguirre, 1996) “Separación hidrometalúrgica del óxido de titanio asociado con magnetita en las arenas negras”
Temperatura: <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 900 °C - Ensayo 2: 1000 °C 	

Equipo: Mufla Muestra: Ilmenita + Carbón Tiempo: <ul style="list-style-type: none"> - Ensayo 1: 45 min - Ensayo 2: 50 min 	(Burastero, 1975) “Rutilo Sintético”
--	--

Realizado por: Guerrero, D. 2020

2.7. Diseño de Reactores

2.7.1. Reactor Químico

Un reactor químico es una unidad de proceso diseñada para que dentro de este ocurran una o varias reacciones. Un reactor implica un sistema bien delimitado, por lo general es un recipiente cerrado, con líneas de alimentación y salidas. Tienen una amplia variedad de tamaños, formas, modos de operación, etc. Estos están diseñados para realizar una máxima conversión y selectividad con un bajo costo, menor tiempo y mayor eficiencia (Santamaría, 1999: p. 16-17).

2.7.2. Tipos de reactores

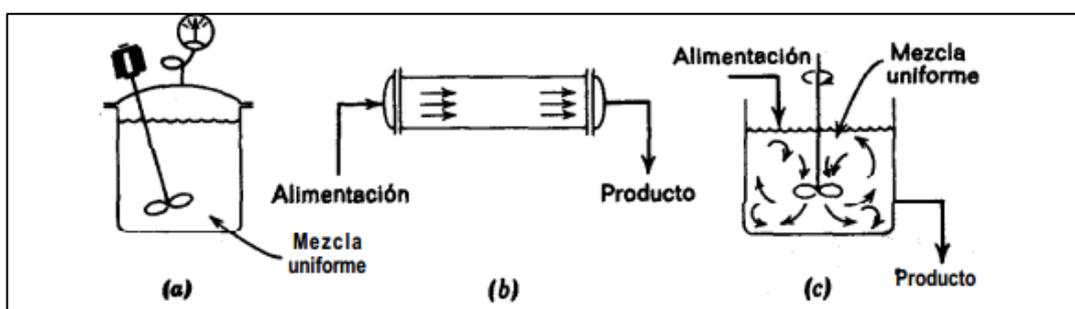


Figura 21 – 2: a) Reactor Discontinuo; b) Reactor de flujo en pistón;
c) Reactor de mezcla completa.

Fuente: Levenspiel, 1986.

2.7.2.1. Reactor discontinuo agitado.

Un reactor discontinuo es uno de los equipos más simples que se utiliza en las industrias para que se dé una reacción química. Generalmente en un reactor de este tipo los reactivos o reactantes son introducidos al inicio de la reacción, después de llegar a una cierta temperatura o un periodo de tiempo definido, la reacción termina alcanzando el grado de conversión requerido. El reactor

discontinuo consta de tres componentes importantes: a) un recipiente que contiene al volumen de reacción, b) un intercambiador de calor ya sea una camisa de calentamiento externa o un serpentín interno y c) un agitador (Santamaría, 1999: p. 36 -38).

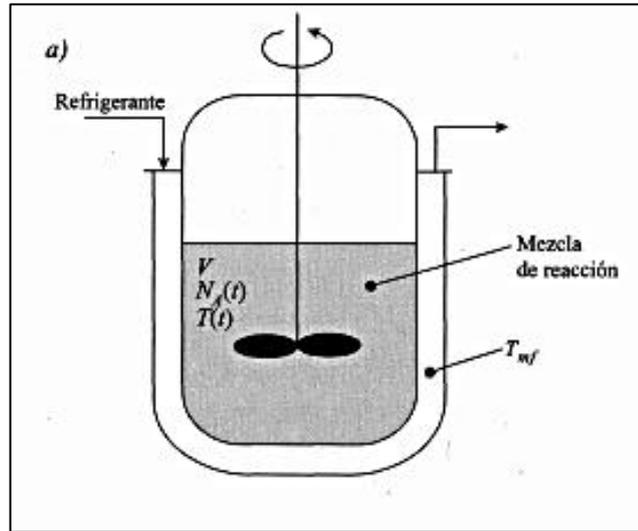


Figura 22 – 2: Reactor discontinuo.

Fuente: Santamaría, 1999.

La agitación dentro del reactor es necesaria para mantener la temperatura constante en todos los puntos del reactor, que además favorece al intercambio de calor al aumentar los coeficientes de transmisión de calor. La temperatura deseada se puede obtener gracias a una camisa de calentamiento/refrigeración o gracias a un serpentín colocado dentro del reactor. Los reactores discontinuos o semicontinuos son utilizados normalmente cuando se requiere de una producción baja, debido al costo de la mano de obra y los tiempos muertos (Santamaría, 1999: p. 38).

- ***Ecuación de diseño de un reactor discontinuo***

$$(\text{desaparición}) = - (\text{acumulación}) \quad (\text{Ec. 1})$$

(desaparición) a este término lo podemos expresar como la desaparición de la especie A en una reacción por unidad de tiempo en un determinado volumen:

$$(-r_A)v \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde:

$-r_A$ = Velocidad de reacción de la especie A

v = Volumen en el cual se da la reacción

(**acumulación**) este término se lo expresa como la acumulación de moles de la especie A por unida de tiempo:

$$\frac{dN_A}{dt} = \frac{d[N_{A_0}(1 - x_A)]}{dt} = N_{A_0} \frac{dx_A}{dt} \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde:

N_{A_0} = Moles de la especie A iniciales

X_A = Conversión de A

t = Tiempo de residencia

Uniendo la (Ec. 2) y (Ec. 3) obtenemos la ecuación final:

$$(-r_A)v = N_{A_0} \frac{dx_A}{dt} \quad (\text{Ec. 4})$$

A la (Ec. 4) la podemos integrar y obtenemos la ecuación de diseño de un reactor discontinuo el mismo que se va a diseñar en este trabajo:

$$t = N_{A_0} \int_0^{x_A} \frac{dx_A}{(-r_A)v} \quad (\text{Ec. 5})$$

En el caso de que el volumen permanezca constante puede expresarse en función de la concentración del reactivo:

$$t = C_{A_0} \int_0^{x_A} \frac{dx_A}{r_A} = - \int_{C_{A_0}}^{C_A} \frac{dC_A}{r_A} \quad (\text{Ec. 6})$$

(Levenspiel, 2004).

2.7.2.2. Reactor Continuo

El reactor continuo o también conocido como reactor de mezcla completa tiene como características una entrada y salida de flujo similares y un agitado perfecto, logrando las mismas condiciones tanto físicas como químicas del fluido en todos los puntos del reactor. Es por eso que la composición y propiedades a la salida del reactor son las mismas, además cabe recalcar que el reactor continuo trabaja en estado estacionario esto quiere decir que no hay ningún tipo de acumulación en el interior del reactor (López & Borzacconi, 2009).

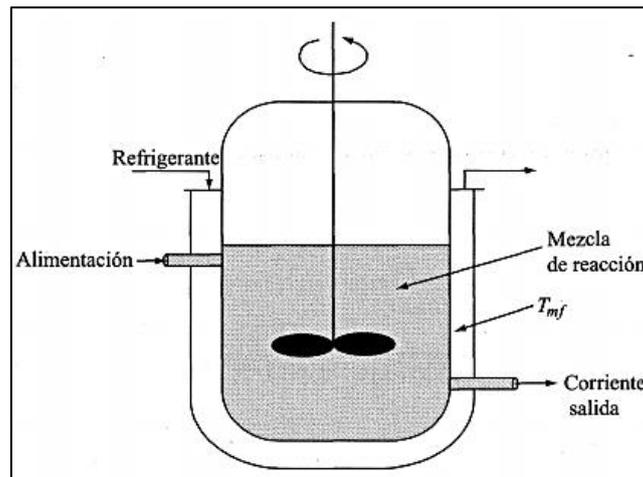


Figura 23 – 2: Reactor Continuo.

Fuente: Santamaría, 1999.

- **Ecuación de diseño de un reactor continuo**

$$\text{Entrada} = \text{Salida} + \text{Desaparición por reacción.} \quad (\text{Ec. 7})$$

$$\tau = \frac{v}{v_0} = \frac{vC_{A0}}{F_{A0}} = \frac{C_{A0} - C_A}{r_A} = \frac{C_{A0} \cdot x_A}{r_A} \quad (\text{Ec. 8})$$

(López & Borzacconi, 2009).

2.7.2.3. Reactor tubular flujo pistón

Un reactor tubular o también conocido como flujo pistón se caracteriza por que el flujo del fluido que pasa a través del reactor es ordenado. Dentro de este reactor la composición del

fluido cambia de un punto a otro a lo largo de todo el reactor (López & Borzacconi, 2009; Levenspiel, 2004).

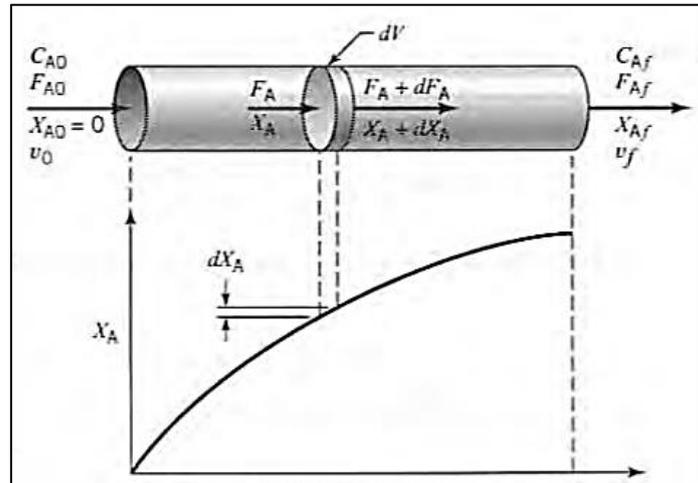


Figura 24 – 2: Reactor flujo pistón.

Fuente: Levenspiel, 2004.

- **Ecuación de diseño de un reactor flujo pistón**

$$\text{Entrada} = \text{Salida} + \text{Desaparición por reacción} \quad (\text{Ec. 9})$$

$$\tau = \frac{v}{v_0} = C_{A0} \int_0^{x_A} \frac{dx_A}{r_A} = - \int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{r_A} \quad (\text{Ec. 10})$$

(López & Borzacconi, 2009).

2.8. Tanques de mezclado

Los tanques de mezclado a escala industrial se clasifican de acuerdo a la forma de operación en dos categorías:

- Tanques de mezclado tipo lote
- Tanques de mezclado continuos

(Erazo & Vizuetete, 2011).

2.8.1. Tanques de mezclado tipo lote

Los tanques de mezclado tipo lote se caracterizan principalmente por procesar un sub lote o lote total, en este tipo de tanques ingresan los componentes, se mezclan y al finalizar el proceso se retiran del tanque. Este tipo de tanques tienen una subclasificación de acuerdo a como se imparte el movimiento de los componentes en el tanque:

- Tanques de recipiente giratorio sin agitador.
- Tanques de recipiente giratorio con agitador giratorio.
- Tanques de recipiente estacionario con agitador giratorio.

(Erazo & Vizuite, 2011).

2.8.2. Tanques de mezclado continuo

En los tanques de mezcla continua, se toma en cuenta los componentes que van a ingresar, se miden cuidadosamente y cuando finaliza el proceso, se descargar la mezcla preparada para un proceso posterior. El tamaño del lote de la mezcla se determina gracias al tiempo de mezcla. En ese tipo de procesos los sólidos deben ser lo más homogéneos posible para que sean transportados por el líquido a la siguiente etapa (Erazo & Vizuite, 2011).

2.8.3. Mezclado

Al hablar del proceso de mezclado, se toma en cuenta mezclas de gases, líquidos o sólidos, estando siempre en combinación con dos o más fases. Las mezclas líquido – líquido y gas – gas no tienen ningún tipo de complicación, pero han sido estudiadas varias veces. Las mezclas líquido – sólido, en muchas industrias las tratan como si fueran mezclas líquidas, siempre y cuando la proporción entre el líquido y sólido sea mayor de 1:1, caso contrario a este tipo de mezclas se le trataría similar a una mezcla sólida (Erazo & Vizuite, 2011).

2.8.4. Agitadores para el mezclado

En la industria la agitación es una operación básica importante que crea movimientos violentos en el seno de la materia fluida. En varios procesos industriales la agitación hace que las partículas o moléculas de una o más fases interactúen entre sí, en un periodo más corto de tiempo y con un mínimo de energía utilizada. Se conoce como agitación cuando la sustancia que recibe la acción violenta está en una sola fase, cuando hay más de dos especies se denomina mezcla, y cuando hay especies pastosos, muy consistentes se denomina amasado (Vian & Ocón, 1976).

Los agitadores de mezclado más eficientes son los agitadores rotatorios, que pueden tratar desde mezclas con baja viscosidad hasta mezclas medianamente viscosas, estos se clasifican según las

revoluciones a las que pueden alcanzar: a) agitadores muy revolucionados: 250 – 1000 rpm, de hélice, turbina, cono y disco y b) agitadores poco revolucionados: 1 – 250 rpm, de paletas y ancla (Vian & Ocón, 1976).

2.8.4.1. Agitadores de hélice

Los agitadores de hélice comúnmente tienen dos, tres y hasta cuatro palas, estos agitadores trabajan con revoluciones realmente altas entre 300 – 1000 rpm creando una gran turbulencia (Vian & Ocón, 1976).

2.8.4.2. Agitadores de turbina

También conocidos como turbo-agitadores, trabajan sumergidas en la mezcla a tratar, se caracterizan por tener rodets similares a las bombas centrifugas, alcanzando velocidades altas o medias (Vian & Ocón, 1976).

2.8.4.3. Agitadores de cono

Este tipo de agitadores constan de un rodete en forma de cono sujeta a un eje, la agitación con este tipo se da gracias a la fuerza centrífuga que se origina entre las bases del tronco del cono (Vian & Ocón, 1976).

2.8.4.4. Agitadores de paletas

Estos agitadores son los más usados en la industria gracia a la facilidad de trabajo y acoplamiento con los distintos procesos, consta de una serie de palas horizontales, las mismas que atacan al liquido frontalmente. La gran desventaja de estos agitadores es que necesitan de más energía y trabajan a velocidades menores que los de hélice y turbina (Vian & Ocón, 1976).

2.9. Hornos de calcinación

2.9.1. Hornos Mufla Eléctricos de resistencias

Este tipo de hornos eléctricos, funcionan mediante resistencias eléctricas con un determinado voltaje, estas resistencias comúnmente son de ni-cromo. Los hornos mufla son comúnmente utilizados en las industrias para alcanzar altas temperaturas que tratan elementos al interior de estas. Normalmente un horno mufla puede llegar a alcanzar una temperatura de 1000 °C. Para la elección correcta de este tipo de horno hay que considerar los siguientes factores: a) Requerimiento y datos del usuario, b) Posibilidades tecnológicas del constructor y b) Posibilidades económicas (Aguirre, et. al., 2009).

2.9.2. Tipos de hornos

Los hornos se clasifican de acuerdo a la forma de calentamiento.

- Hornos de llama.
- Hornos verticales.
- Hornos balsa.
- Hornos rotatorios.
- Hornos túnel.
- Horno eléctrico.
- Horno de resistencias.
- Hornos de arco.
- Hornos de inducción.

(Hernández, 2016).

2.9.3. Tipos de muflas

La gran mayoría de muflas han sido diseñadas para los laboratorios, pero también existen muflas que se usan en industrias para realizar procesos que contengan pequeñas y medianas cantidades de muestra.

2.9.3.1. Muflas de combustible

La mufla de combustible puede alcanzar altas temperaturas, gracias al combustible usado que se encuentra en una cámara exterior al horno, garantizando que las muestras no se contaminen durante el proceso. Estos hornos mufla son ampliamente usados en la industria debido al bajo costo del proceso gracias al combustible (Hernández, 2016).

2.9.3.2. Muflas eléctricas

Las muflas eléctricas se caracterizan principalmente por tener un grupo de resistencias que ayudan a llegar a la temperatura deseada en la cámara interna, estas resistencias normalmente son de níquel – cromo. Este tipo de mufla son altamente utilizada en laboratorios, talleres pequeños, donde no haya una cantidad grande de muestra a procesar (Hernández, 2016).

2.9.3.3. Partes de una mufla

- Cámara interna.
- Contrapuerta.
- Cámara externa.
- Controlador de temperatura.

- Panel de control.

(Hernández, 2016).

2.9.4. Mecanismos de la conducción del calor

Existen tres mecanismos transferencia de calor: conducción, convección y radiación.

2.9.4.1. Conducción

Se le denomina conducción a la transferencia de energía desde las partículas más energéticas de una sustancia hacia las adyacentes menos energéticas, el resultado de la interacción entre estas partículas es la transferencia de energía. La conducción se puede dar entre solidos líquidos y gases (Aguirre, et. al., 2009).

2.9.4.2. Convección

Este tipo de transferencia de calor por convección se da cuando la energía o calor es transferido gracias al movimiento relativo de partes del cuerpo calentado de forma natural o forzada (Aguirre, et. al., 2009).

2.9.4.3. Radiación

La radiación es la transferencia de energía en forma de ondas electromagnéticas como resultado de los cambios en las configuraciones electrónicas de los átomos o moléculas. A diferencia de los dos métodos de transferencia de calor mencionados anteriormente, esta no requiere de una fuente (Aguirre, et. al., 2009).

2.9.5. Lana de vidrio

La lana de vidrio es una fibra natural usada en la construcción de hornos tipo mufla, formada con millones de filamentos de vidrio unidos con un aglomerante, las principales propiedades de la lana de vidrio es que tiene una gran resistencia térmica, absorción acústica, incombustible, etc, que es propicia para la construcción de un horno (Aguirre, et. al., 2009).

CAPITULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1. Tipo de estudio

El trabajo de integración curricular denominado “Diseño de un reactor para la obtención de dióxido de titanio a partir de las arenas ferrotitaníferas”, es un proyecto de tipo técnico que surgió a partir de la cantidad considerable de TiO_2 presente en las arenas ferrotitaníferas. Este trabajo se basa en un estudio analítico – descriptivo ya que se necesita primero un plan piloto a escala de laboratorio para la recolección de datos y la determinación de las condiciones más óptimas para el posterior dimensionamiento del equipo y así obtener un producto de gran pureza.

3.2. Métodos

3.2.1. Método inductivo

En el laboratorio de la Facultad de Ciencias ESPOCH se realizaron los ensayos para la determinación de las variables del proceso más óptimas (temperaturas, Concentración de ácido, tiempos de reacción, volumen de ácido, cantidad de muestra), que van a hacer el punto de referencia del dimensionamiento del equipo para la obtención de dióxido de titanio.

A través de una planta piloto a escala de laboratorio se realizó los ensayos de preparación de muestra, lixiviación, hidrolisis y calcinación del producto final. Se obtuvo los parámetros más óptimos a los que se debe mantener el equipo.

3.2.2. Método deductivo

Se obtuvo una base a partir del estado del arte de otros estudios que se realizaron en todo el mundo y a través del tiempo, para poder determinar el método más efectivo para la obtención de TiO_2 . También se establecerán bases y fundamentos de ingeniería de reacciones, diseño de reactores, operaciones unitarias, transferencia de masa y energía, los mismos que nos darán la pauta para el correcto dimensionamiento del equipo.

3.2.3. Método experimental

Este método es uno de los más importantes, ya que mediante este se obtiene las variables del proceso más óptimas a través de los ensayos realizados. Estos ensayos nos dan las condiciones de temperaturas, cantidad de ácido, tiempos de reacción, etc. a las que se debe someter el proceso para obtener el producto deseado. Este método tiene 3 experimentos entre ellos a) lixiviación, b) hidrólisis, c) calcinación. Los mismos que tienen como objetivo principal obtener datos que nos servirán para el adecuado diseño del equipo.

3.3. Ingeniería del proyecto

Tabla 10-3: Ingeniería del proyecto.

<ul style="list-style-type: none">• Caracterización mediante pruebas físicas y químicas de las arenas ferrotitaníferas de la comunidad San Lorenzo-Esmeraldas.	<p>Las arenas negras obtenidas en la comunidad San Lorenzo-Esmeraldas son ricas en minerales, especialmente en TiO_2 y Fe_2O_3. Para realizar la caracterización de las arenas ferrotitaníferas se utilizarán la caracterización físico-químicas. (Flores, 2017)</p> <ul style="list-style-type: none">• Pruebas Físicas Se realizará pruebas de pH, densidad aparente, densidad real, conductividad, color y textura. (Flores, 2017) Dichas pruebas se realizarán en los equipos del laboratorio de suelos de la Facultad de ciencias de la ESPOCH con el fin de tener una caracterización física que nos ayude a conocer el producto antes de iniciar el proceso de obtención de óxidos.• Pruebas Químicas Se caracterizará la muestra al inicio del proceso. La caracterización de las arenas ferrotitaníferas se la realizara mediante la Difracción de Rayos X (XRD) que es útil para caracterizar la estructura cristalina es decir la disposición y el espaciamiento de los átomos. Fluorescencia de Rayos X (XRF) que se basa en el estudio de las emisiones de fluorescencia generadas después de la excitación de una muestra mediante una fuente de rayos x, para obtener la composición de la muestra con respecto al porcentaje de óxidos. (Poppe, 2002)
---	--

<ul style="list-style-type: none"> • Ejecución de pruebas piloto mediante la técnica de cloruro para la obtención de TiO₂. 	<p>El método del cloruro consiste en realizar una lixiviación térmica con ácido clorhídrico en un determinado tiempo. El licor resultante se filtra y posteriormente se realiza una hidrólisis térmica, con el objetivo de que el TiO₂ que se encuentra en el licor precipite, este precipitado es filtrado y calcinado a altas temperaturas (Hernández, 1993).</p>
<ul style="list-style-type: none"> • Determinación de las variables del proceso para la obtención de TiO₂. 	<p>Las variables del proceso a determinar son:</p> <p style="text-align: center;">Lixiviación</p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Concentración de ácido ✓ Cantidad de muestra ✓ Tiempo de reacción <p style="text-align: center;">Hidrólisis</p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Concentración ✓ Tiempo de Reacción <p style="text-align: center;">Calcinación</p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Tiempo de calcinación <p>Cabe recalcar que las variables obtenidas son a escala de laboratorio, por lo que se realizara los cálculos pertinentes para poder obtener valores de las variables a escala industrial (Hernández, 1993).</p>
<ul style="list-style-type: none"> • Realizar los cálculos de ingeniería y diseño del equipo para la obtención de TiO₂. 	<p>Una vez obtenidas las variables del proceso para la obtención de TiO₂ se procede a realizar los cálculos de ingeniería pertinentes como: Dimensiones del equipo, costo de la construcción del equipo, balances de masa y energía.</p>

<ul style="list-style-type: none"> • Verificar el producto obtenido mediante Fluorescencia de Rayos X (XRF). 	<p>Se realizará la prueba de Fluorescencia de Rayos X que es una de las más importantes, gracias a que esta prueba nos da resultados cualitativos y cuantitativos para saber qué porcentaje de TiO₂ se obtuvo durante las pruebas piloto, y confirmar si en un futuro la construcción del equipo para la obtención de TiO₂ es rentable o no.</p>
--	--

Realizado por: Guerrero, D. 2020

3.4. Técnicas

Para la obtención de dióxido de titanio TiO₂ se realizó el método del cloruro, el mismo que se ensayó a escala de laboratorio para obtener las variables correspondientes. A partir de las arenas ferrotitaníferas se realizó la caracterización química mediante el método de difracción de rayos X (XRD) y fluorescencia de rayos X (XRF), también se realizó la caracterización física donde se determinó parámetros como el pH, densidad, color, textura, etc. Para el método del cloruro se realizó ensayos de lixiviación, hidrólisis, calcinación, entre otros. Y por último se realizó una caracterización química mediante fluorescencia de rayos X (XRF) para determinar el rendimiento y pureza de TiO₂ obtenido.

3.4.1. Caracterización física de las arenas ferrotitaníferas

3.4.1.1. Determinación del pH

El pH se determina mediante el método del potenciómetro que mide la fuerza electromotriz de una celda que está constituida por un electrodo indicador y un electrodo de referencia sumergido en una solución. El contacto entre la solución y los electrodos se logra normalmente por una unión líquida, que produce un cambio en el potencial de 58.16 mV a 20 °C (González, 2015).

Para determinar el pH de una muestra de arena se realizó el siguiente procedimiento:



Figura 25 – 3: Determinación del pH.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

- **Equipos y materiales**

- pH – metro marca accument, modelo AB150.
- Vaso de precipitación de 100 ml.
- Varilla de agitación.
- Agua.
- Muestra.

- **Procedimiento**

- Pesar 20 g de muestra de arenas ferrotitaníferas y colocar en el vaso de precipitación de 100 ml.
- Agregar agua destilada en el vaso de 100 ml que contiene a la arena.
- Agitar con la varilla de vidrio enérgicamente por 8 minutos.
- Introducir el electrodo del medidor de pH.
- Leer el valor del pH, y anotar con dos decimales.

(González, 2015).

3.4.1.2. Determinación de la Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica se determina mediante un conductímetro, que mide la capacidad que tienen las sales que se encuentran en solución para transportar la corriente eléctrica (Suárez, 2017).

La conductividad se realizó en el laboratorio de suelos de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo en un medidor de conductividad de mesa.



Figura 26 – 3: Determinación de la conductividad eléctrica.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

- **Equipos y materiales**

- Conductímetro marca Thermo Scientific.
- Vaso de precipitación de 100 ml.
- Varilla de agitación.
- Agua.
- Muestra.

- **Procedimiento**

- Pesar 20 g de muestra de arenas ferrotitaníferas y colocar en el vaso de precipitación de 100 ml.
- Agregar agua destilada en el vaso de 100 ml que contiene a la arena.
- Agitar con la varilla de vidrio enérgicamente por 10 minutos.
- Dejar en reposo por 24 horas.
- Introducir el electrodo del medidor de conductividad eléctrica, pasadas las 24 horas.
- Leer el valor de conductividad, y anotar.

(Suárez, 2017).

3.4.1.3. *Determinación de Color*

Para el análisis de color se utilizó la tabla de Munsell Soil Color Book, esta se usa para determinar el color de muestras de arenas, arcillas, tierra, etc.



Figura 27 – 3: Determinación del color.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

- **Equipos y materiales**

- Libro para análisis de color Munsell Soil Color.
- Cartulina Blanca.
- Muestra.

- **Procedimiento**

- Pesar 20 g de muestra de arenas ferrotitaníferas.
- Colocar la muestra sobre la cartulina blanca.
- Realizar una comparación mediante el libro Munsell Soil, del color que más se asemeje a la muestra.
- Anotar el color y la tonalidad que nos da como resultado el libro.

3.4.1.4. Determinación de Textura

La textura se realizó mediante la técnica del tacto, la misma que se aplicó a las arenas ferrotitaníferas.

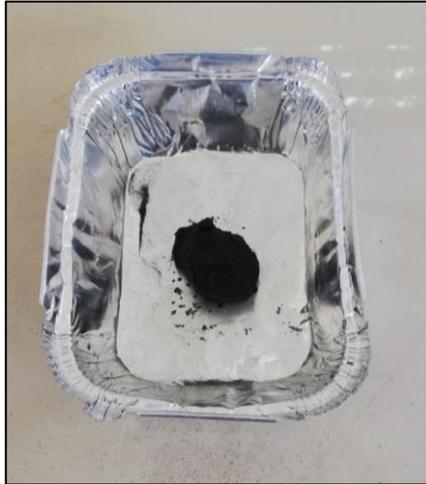


Figura 28 – 3: Determinación de textura.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

- **Equipos y materiales**

- Agua destilada.
- Muestra.

- **Procedimiento**

- Pesar 25 g de muestra de arenas ferrotitaníferas.
- Colocar la muestra en la palma de la mano.
- Agregar poco a poco agua destilada hasta formar una estructura redonda compacta.
- Si la estructura circular se mantiene compacta es un suelo con textura arcillosa.
- Si la estructura circular no se mantiene compacta es un suelo con textura arenosa.

3.4.1.5. Determinación de la densidad aparente

La densidad aparente se la define como el peso seco del suelo por el volumen del suelo inalterado. Este análisis incluye en su resultado la cantidad de materia orgánica presente, y sirve especialmente para trabajos de extracción, excavación y transporte (Rubio, 2010).

La densidad aparente en las arenas ferrotitaníferas se calculó con el siguiente procedimiento:



Figura 29 – 3: Determinación de la densidad aparente.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

- **Equipos y materiales**

- Probeta de 100 ml
- Balanza analítica
- Muestra.

- **Procedimiento**

- Tomar el peso de la probeta de 100 ml seca y vacía.
- Llenar la probeta con el mineral a un volumen determinado.
- Tomar el peso de la probeta con la muestra.
- Realizar el cálculo para la densidad aparente.

(Rubio, 2010).

- **Cálculo de la densidad aparente**

$$\rho_{aparente} = \frac{W_{probeta+muestra} - W_{probeta}}{V_{probeta}} \left(\frac{g}{cm^3} \right) \quad (Ec.11)$$

Donde:

$W_{probeta+muestra}$ = peso de la probeta + muestra (g)

$W_{\text{probeta}} = \text{peso de la probeta (g)}$

$V_{\text{probeta}} = \text{volumen de la probeta (cm}^3\text{)}$

3.4.1.6. *Determinación de la densidad real*

El cálculo de la densidad real es importante, es conocida como la densidad de sólidos o densidad de partículas, que se define como la masa de sólidos por unidad de volumen. El valor que toma la densidad real dependerá de la textura, contenido de materia orgánica (Ingaramo et. al., 2007).

Cabe recalcar la importancia de la densidad real al momento de los cálculos de ingeniería, ya que este dato es imprescindible para el diseño del reactor.



Figura 30 – 3: Determinación de la densidad real.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

- **Equipos y materiales**

- Picnómetro de 10 ml
- Balanza analítica
- Agua destilada.
- Muestra.

- **Procedimiento**

- Tomar el peso del picnómetro de 10 ml seco y vacío.

- Agregar 1 gramo del mineral y registrar el peso.
- Aforar el picnómetro con agua destilada y tomar el peso.
- Tomar el peso únicamente del picnómetro más el agua.

(Ingaramo et. al., 2007).

- **Cálculo de la densidad real**

$$\rho_{real} = \frac{1}{1 + \frac{W_{picnometro+agua} - W_{picnometro+agua+muestra}}{W_{picnometro+muestra} - W_{picnometro}}} \left(\frac{g}{cm^3} \right) \quad (Ec.12)$$

Donde:

$W_{picnómetro}$ = peso del picnómetro (g)

$W_{picnómetro + muestra}$ = peso del picnómetro con la muestra (g)

$W_{picnómetro + muestra + agua}$ = peso del picnómetro con la muestra y con el agua (g)

$W_{picnómetro + agua}$ = peso del picnómetro con el agua (g)

3.4.1.7. Determinación de Materia orgánica

Los estudios realizados por Bañuelos (2020) menciona que este análisis se utiliza para saber la cantidad de carbono presente en los distintos tipos de suelo como: Compuestos orgánicos donde se encuentran restos de animales y plantas, y sus compuestos derivados que constituyen el humus y también se encuentra al carbono en su forma elemental como el carbón, el grafito, etc. El porcentaje de materia orgánica depende mucho del tipo de suelo que estemos analizando y la zona en la que se encuentre.

- **Equipos y materiales**

- Mufla.
- Estufa.
- Balanza Analítica.
- Desecador.
- Crisol.
- Muestra.

- **Procedimiento**

- Colocar el crisol vacío dentro de la mufla a 800 °C por 2 horas.

- Colocar el crisol en el desecador por 30 minutos.
- Tomar el peso del crisol mediante una balanza analítica.
- Colocar 5 gramos de muestra en el crisol.
- Enviar el crisol que contiene la muestra a la estufa a 105 °C por 24 horas.
- Pesar mediante una balanza analítica.
- Colocar en la mufla a 360 °C por dos horas.
- Pesar en una balanza analítica y anotar los resultados.

- **Cálculo del porcentaje de materia orgánica**

$$\%MO = \frac{d-b}{d-c} \times 100 \quad (\text{Ec. 14})$$

Donde:

b = masa en g del residuo de calcinación.

c = masa en g del crisol.

d = masa en g de la muestra salida de la estufa.

(Bañuelos, 2020).

3.4.2. Análisis Químico de las arenas ferrotitaníferas y del TiO₂

El análisis químico se realizó mediante la difracción de rayos x (XRD) que nos da la estructura cristalina de las arenas ferrotitaníferas y mediante la fluorescencia de rayos x (XRF) que nos da la composición en forma de óxidos metálicos, tanto de la materia prima (arena) como del dióxido de titanio obtenido. Los análisis se realizaron en el laboratorio de análisis químico y mineralógico de la Unión Cementera Nacional Cemento Chimborazo.

3.4.2.1. Difracción de rayos X (XRD)

La difracción de rayos X (XRD) es una alternativa a la técnica de microscopía óptica, ayuda a un material que está formado por partículas de tamaño micrométrico, establecer sus estructuras cristalinas mediante un fenómeno que se produce gracias al ordenamiento de las partículas que están constituidos por cristales. El método de XRD se basa en la interacción entre un haz de rayos X y la muestra que obligadamente debe tener una estructura cristalina. Cuando el haz de rayos X primario alcanza la muestra, parte de este haz es absorbido por la esta, otra parte se disipa en forma de calor y una porción se transmite por la muestra generando un fenómeno de dispersión o difusión, dando como consecuencia el tipo de estructura cristalina de la muestra analizada (Abad & Velilla, 2018).

3.4.2.2. Fluorescencia de rayos X (FRX)

La FRX es una técnica analítica no destructiva que mide la composición elemental de una muestra o sustancia sólida que es sometida a un haz de rayos X. Los rayos X poseen una gran energía al momento de incidir sobre la muestra sólida que es ionizada, este proceso genera la expulsión de electrones de las capas más internas, estos iones son muy inestables y los espacios que quedan son ocupados por iones de las capas superiores. Estos cambios de electrones de un nivel superior a un nivel inferior de energía, desprenden una radiación conocida como Fluorescencia de rayos X. La FRX consta de dos estados, la excitación cuando un sistema pasa a un estado de menor energía a un estado de mayor energía y la emisión cuando los átomos desprenden energía en forma de radiación (Feijoó, 2016).

3.4.3. Método del cloro

El método del cloro es uno de los métodos más usados para la obtención de TiO_2 , en el presente trabajo se realizó el método a escala de laboratorio el mismo que nos va a dar las condiciones más óptimas para la obtención de TiO_2 y el diseño del reactor. Este proceso consta de subprocesos como la lixiviación, la hidrólisis y la calcinación o purificación.

3.4.3.1. Preparación de la muestra

La preparación de la muestra es el primer proceso que se lleva a cabo, esta se realiza para separar todo tipo de impurezas y partículas de gran tamaño que no son parte de las arenas ferrotitaníferas y también para separar el material a usar en el proceso de lixiviación.



Figura 31 – 3: Preparación de la muestra.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

- **Equipos y materiales**

- Estufa.
- Tamiz malla 106 μm .
- Fondo y tapa de Tamiz.
- Muestra de arenas ferrotitaníferas.

- **Procedimiento**

- Pesar 1500 gramos de arena ferrotitanífera.
- Lavar la muestra con agua destilada y dejar secar en la estufa a 30 °C por 4 horas.
- Armar el Tamiz según el número de malla con su respectivo fondo.
- Agregar 300 g de muestra en el tamiz.
- Realizar el tamizado por 10 minutos.
- Se vuelve a repetir el tamizado con el resto de muestra hasta llegar a los 1500 gramos.
- Pesar el material que paso por la malla 106 μm , el mismo que se usara como materia prima para la obtención del TiO_2 .

(Loaiza, 2017).

3.4.3.2. Lixiviación ácida

La lixiviación acida se realizó con ácido clorhídrico, en un agitador-calentador magnético a temperaturas específicas para el proceso.



Figura 32 – 3: Lixiviación ácida.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

- **Equipos y materiales**

- Agitador – calentador magnético.
- Termómetro de mercurio.
- Vaso de precipitación de 600 ml.
- Ácido Clorhídrico.
- Muestra.

- **Procedimiento**

- Pesar 25 g de muestra previamente tratada.
- En el vaso de precipitación de 600 ml, agregamos 200 ml de ácido clorhídrico.
- Colocamos en el agitador-calentador magnético, a la temperatura deseada.
- Mantenemos la temperatura deseada constante, midiendo con un termómetro de mercurio.
- Una vez alcanzada la temperatura deseada agregamos la muestra de arena.
- Encendemos el agitador magnético y mantenemos una agitación constante durante el tiempo que dure el proceso.
- Una vez terminado dejamos enfriar la solución y filtramos obteniendo un licor ácido.

(Hernandez, et al., 1993).

3.4.3.3. *Hidrólisis térmica*

La hidrólisis se realizó a escala de laboratorio mediante un agitador – calentador magnético por un tiempo determinado con una base para aumentar el pH y hacer que el titanio que se encuentre en solución precipite.

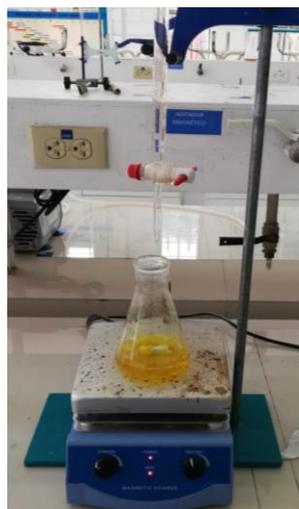


Figura 33 – 3: Hidrólisis Térmica.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

- **Equipos y materiales.**

- Agitador – calentador magnético.
- Termómetro de mercurio.
- Matraz Erlenmeyer de 500ml.
- Licor ácido obtenido en el proceso de lixiviación.
- Hidróxido de amonio.

- **Procedimiento.**

- En el matraz erlenmeyer de 600 ml agregamos el licor ácido obtenido en el proceso de lixiviación.
- Colocamos el licor ácido en el agitador-calentador a una temperatura de 95 °C.
- Agregamos lentamente o por goteo hidróxido de amonio hasta observar una coloración naranja, que nos indica que la solución ha aumentado su pH a valor de entre 5 -6 y por lo tanto la precipitación del titanio ha terminado.
- Mantener la temperatura de 95 °C constante por 3 horas o más hasta que se evapore el líquido y tengamos únicamente la muestra que contiene al titanio.

(Flores, 2017).

3.4.3.4. *Calcinación*

La calcinación se realizó en una mufla a 900 °C por una hora para purificar el dióxido de titanio obtenido, eliminar la humedad restante y eliminar las impurezas.



Figura 34 – 3: Calcinación.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

- **Equipos y materiales**

- Horno mufla.
- Cápsula de porcelana.

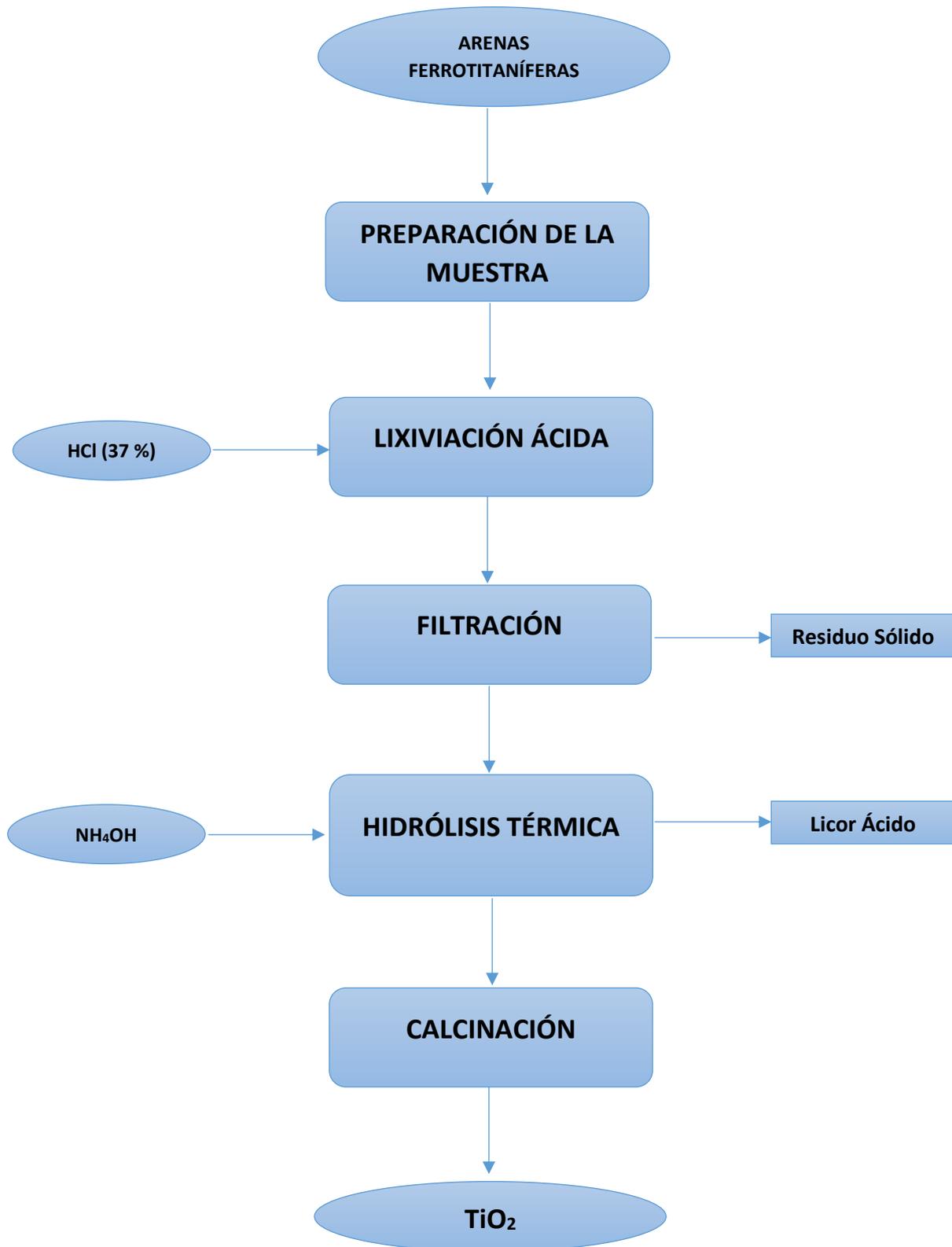
- Muestra de dióxido de titanio.

- **Procedimiento**

- Se agrega la muestra de dióxido de titanio obtenida al finalizar el proceso de hidrolisis térmica, en una cápsula de porcelana.
- Colocamos en la mufla a 900 °C por 1 hora.
- Retiramos y pesamos el material obtenido.

(Trujillo, 2015).

3.4.3.5. Diagrama del proceso del cloro



Realizado por: Guerrero, D. 2020.

3.5. Variables del proceso

Las variables de procesos que se consideraron para llevar a cabo la obtención de dióxido de titanio son:

- Temperatura
- Tiempo

3.5.1. Temperatura

La temperatura es una variable muy importante al momento de realizar el proceso de lixiviación ácida, ya que mientras mayor temperatura se aplique, mayor será el ataque del ácido al mineral, pero también depende del tiempo al que esté sometida la lixiviación ácida.

3.5.2. Tiempo

El tiempo es otra variable importante al momento de realizar el proceso de lixiviación en donde el ácido ataca al mineral dejando al titanio en solución junto con otros iones como el hierro. El tiempo de reacción muchas veces controla inconscientemente el porcentaje de titanio obtenido al final del proceso.

Tabla 11 – 3: Variables de temperatura y tiempo para la lixiviación ácida.

Temperatura (°C)	90 °C
	100 °C
Tiempo (h)	4 h
	5 h
	6 h

Realizado por: Guerrero, D. 2020

3.6. Diseño del experimento

En el diseño del experimento se aplicó variantes a ciertas condiciones en la lixiviación que es el proceso más importante para la obtención de TiO_2 , y para los otros procesos se eligieron las condiciones más óptimas que se encontró en bibliografía, cabe recalcar que la mayoría de condiciones a las que se sometía el proceso no tenían una variación considerable (Hernández, et al., 1993; Trujillo, 2015; Burastero, 1975; Flores, 2015; Loaiza, 2017; Baba et al., 2009).

Tabla 12 – 3: Diseño experimental de la lixiviación ácida.

LIXIVIACIÓN ACIDA		
Experimento 1	Experimento 2	Experimento 3
<ul style="list-style-type: none"> - Concentración de HCl: 37 % - Volumen de HCl: 200 ml - Cantidad de muestra: 25 g - Temperatura: 90 °C - Tiempo: 4 horas 	<ul style="list-style-type: none"> - Concentración de HCl: 37 % - Volumen de HCl: 200 ml - Cantidad de muestra: 25 g - Temperatura: 90 °C - Tiempo: 5 horas 	<ul style="list-style-type: none"> - Concentración de HCl: 37 % - Volumen de HCl: 200 ml - Cantidad de muestra: 25 g - Temperatura: 90 °C - Tiempo: 6 horas
Repetición 1	Repetición 1	Repetición 1
Repetición 2	Repetición 2	Repetición 2
Repetición 3	Repetición 3	Repetición 3

Experimento 4	Experimento 5	Experimento 6
<ul style="list-style-type: none"> - Concentración de HCl: 37 % - Volumen de HCl: 200 ml - Cantidad de muestra: 25 g - Temperatura: 100 °C - Tiempo: 4 horas 	<ul style="list-style-type: none"> - Concentración de HCl: 37 % - Volumen de HCl: 200 ml - Cantidad de muestra: 25 g - Temperatura: 100 °C - Tiempo: 5 horas 	<ul style="list-style-type: none"> - Concentración de HCl: 37 % - Volumen de HCl: 200 ml - Cantidad de muestra: 25 g - Temperatura: 100 °C - Tiempo: 6 horas
Repetición 1	Repetición 1	Repetición 1
Repetición 2	Repetición 2	Repetición 2
Repetición 3	Repetición 3	Repetición 3

Realizado por: Guerrero, D. 2020

Tabla 13 – 3: Diseño experimental de la hidrólisis térmica.

HIDRÓLISIS TÉRMICA
Experimento
<ul style="list-style-type: none"> - Reactivo: Hidróxido de amonio (NH₄OH) 30% - Temperatura: 95° C - Tiempo: 200 min
Todas las repeticiones

Realizado por: Guerrero, D. 2020

Tabla 14 – 3: Diseño experimental de la calcinación.

CALCINACIÓN	
Experimento	
-	Temperatura: 900 ° C
-	Tiempo: 1 hora
Todas las repeticiones	

Realizado por: Guerrero, D. 2020

3.7. Requerimientos de tecnologías, equipos y maquinarias

Tabla 15 – 3: Características y descripción de los equipos.

EQUIPO	CANTIDAD	FUNCIÓN
Agitador – Calentador magnético.	1	Agitar y calentar durante el proceso de lixiviación e hidrólisis.
Estufa	1	Secar la muestra tanto la materia prima como el producto obtenido.
Balanza Analítica	1	Pesar la materia prima y producto obtenido.
Horno Mufla	1	Calcinar y purificar la muestra de dióxido de titanio.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

3.8. Análisis costo/beneficio del proyecto

Tabla 16 – 3: Costo de realización del proyecto.

PRESUPUESTO			
ACTIVIDAD	MONTO	FUENTE DE FINANCIAMIENTO	
		INTERNA	EXTERNA
Adquisición de la materia prima	\$50,00		X
Secado de la materia prima	\$10,00	X	
Reactivos	\$150,00		X
Tamizado y reducción de tamaño	\$5,00	X	
Tratamiento térmico en la mufla	\$50,00	X	
Agua destilada	\$20,00		X
Análisis de difracción de rayos X	\$200,00		X
Fluorescencia de rayos X	\$200,00		X
Imprevistos	\$100,00		X

Guantes, mascarilla y cofia	\$10,00		X
Copias e impresiones	\$70,00	X	
TOTAL	\$ 865		

Realizado por: Guerrero, D. 2020

3.9. Cronograma de ejecución del proyecto

Tabla 17 – 3: Cronograma de ejecución del proyecto.

ACTIVIDADES	TIEMPO																											
	1° MES				2° MES				3° MES				4° MES				5° MES				6° MES							
	SEMANAS																											
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4				
Revisión bibliográfica	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Elaboración del anteproyecto	■																											
Determinación de variables			■	■																								
Preparación de la materia prima				■																								
Pruebas para la obtención de TiO ₂				■	■	■	■	■	■	■	■																	
Pruebas de fluorescencias de rayos X							■	■																				
Diseño del equipo									■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■								
Redacción del trabajo final	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Análisis de costos											■	■																
Revisión del documento final.	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Defensa del proyecto.																												■

Realizado por: Guerrero, D. 2020

CAPITULO 4

4. CÁLCULOS Y RESULTADOS

4.1. Resultados de la caracterización física de las arenas ferrotitaníferas

4.1.1. Determinación del pH

El valor de pH dentro de los suelos es un valor muy importante ya que determina que grado de acidez, neutralidad o alcalinidad tiene el suelo. Existen distintos tipos de suelo que conlleva distintos valores de pH, los suelos ácidos se encuentran en zonas con alta precipitación, los suelos alcalinos se encuentran en zonas áridas y semiáridas y por ultimo los pH neutros se encuentran en zonas costeras principalmente en las arenas de las playas (González & Pinto, 2018).

Según Huamán (2020), los valores de las arenas negras o arenas ferrotitaníferas medidas a temperatura ambiente están en un rango entre 6.5 a 7.5, pero también se puede encontrar valores de pH moderadamente ácidos, neutro y medianamente alcalinos. Según la Tabla 18 – 4 se puede evidenciar un valor promedio de pH neutro de 7.3.

Tabla 18 – 4: Determinación del pH.

pH	
Experimento	Valor
1	7.23
2	7.31
3	7.36

Realizado por: Guerrero, D. 2020

4.1.2. Determinación de la conductividad eléctrica

En los análisis de pH y conductividad realizados por Hernández (2012), señala los pH que sean altamente ácidos van a tener una mejor conductividad eléctrica. Los análisis de conductividad de las arenas ferrotitaníferas fue de 969 us/cm. La conductividad depende en gran parte de la cantidad de mercurio contenido en el suelo y también del pH anteriormente mencionado (Huamán, 2020).

La conductividad eléctrica de las arenas ferrotitaníferas analizadas en el presente trabajo se puede constatar en la Tabla 19 – 4, dando como resultado un valor promedio de 909 us/cm.

Tabla 19 – 4: Determinación de la conductividad eléctrica.

Conductividad eléctrica	
Experimento	Valor (us/cm)
1	903
2	917
3	908

Realizado por: Guerrero, D. 2020

4.1.3. Determinación del color

Los análisis de color realizados por Zamora (2018) dieron como resultado un color de negro a gris, además recalca que el color y la tonalidad de este tipo de arenas depende del lugar en donde están ubicadas.

En la Tabla 20 – 4 podemos observar que el de color y tonalidad analizado en el libro de colores, las arenas ferrotitaníferas tienen un color negro y una tonalidad de 2.5/1, esta coloración y tonalidad se da debido al hierro, titanio y otros metales presentes en las arenas.

Tabla 20 – 4: Determinación de color.

Color	
Tonalidad	Color
2.5 / 1	Negro

Realizado por: Guerrero, D. 2020

4.1.4. Determinación de textura.

Zamora (2018) en sus estudios de las arenas negras, menciona en todas las muestras analizadas, tienen una textura de tipo arenosa.

En el análisis de textura de estos tipos de suelos comúnmente se realiza mediante la técnica del tacto, se puede constatar los resultados en la Tabla 21 – 4 que la textura de las arenas ferrotitaníferas son de tipo arenoso.

Tabla 21 – 4: Determinación de textura.

Textura
Tipo
Suelo arenoso

Realizado por: Guerrero, D. 2020

4.1.5. Determinación de la densidad aparente

La densidad aparente de las arenas ferrotitaníferas del sector de San Lorenzo analizadas en este trabajo tienen un valor de 2.742 g/cm³, este valor de densidad aparente es importante en este trabajo ya que con este resultado se realizó los cálculos de diseño del reactor para el proceso de extracción.

$$\rho_{aparente} = \frac{W_{probeta+muestra} - W_{probeta}}{V_{probeta}}$$

$$\rho_{aparente} = \frac{435.194 \text{ g} - 160.978 \text{ g}}{100 \text{ cm}^3}$$

$$\rho_{aparente} = 2.742 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

$$\rho_{aparente} = 2742 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3}$$

4.1.6. Determinación de la densidad real

En el trabajo de Monge (1965) la densidad real de las arenas ferrotitaníferas depende mucho del lugar en donde se encuentren estas, es por eso que la densidad de las arenas en este trabajo medida en varios sectores está en un rango entre 3 g/cm³ a 6 g/cm³.

En los análisis de densidad real realizados en este trabajo a las arenas ferrotitaníferas tienen un valor de densidad real de 3.486 g/cm³.

$$\rho_{real} = \frac{1}{1 + \frac{W_{picometro+agua} - W_{picometro+agua+muestra}}{W_{picometro+muestra} - W_{picometro}}}$$

$$\rho_{real} = \frac{1}{1 + \frac{25.807 \text{ g} - 26.523 \text{ g}}{16.421 \text{ g} - 15.417 \text{ g}}}$$

$$\rho_{real} = 3.486 \frac{g}{cm^3}$$

$$\rho_{real} = 3486 \frac{kg}{m^3}$$

4.1.7. Determinación de materia orgánica

Los estudios realizados por Bañuelos (2020) menciona que este análisis se utiliza para saber la cantidad de carbono presente en los distintos tipos de suelo como: Compuestos orgánicos donde se encuentran restos de animales y plantas, y sus compuestos derivados que constituyen el humus y también se encuentra al carbono en su forma elemental como el carbón, el grafito, etc. El porcentaje de materia orgánica depende mucho del tipo de suelo que estemos analizando y la zona en la que se encuentre.

En el trabajo realizado por Zamora (2018), menciona que la cantidad de materia orgánica, específicamente las que contienen carbono en su estructura, puede variar de acuerdo a la región en donde se encuentra. El análisis de materia orgánica dio como resultado un 8.21 %.

En el presente estudio como se puede observar en la Tabla 22 - 4 el porcentaje de materia orgánica analizada mediante el método de la mufla y la estufa fue de 7.67 % que pertenece a la cantidad de carbono presente en las arenas ferrotitaníferas.

$$\%MO = \frac{d-b}{d-c} \times 100$$

$$\%MO = \frac{30.20 - 29.82}{30.20 - 25.25} \times 100$$

$$\%MO = 7.67 \%$$

Tabla 22 – 4: Resultados de la determinación de materia orgánica.

Materia orgánica	
Muestra inicial (g)	% materia orgánica
5 g	7.67

Realizado por: Guerrero, D. 2020

4.2. Resultados de la caracterización química de las arenas ferrotitaníferas

4.2.1. Resultados del análisis de fluorescencia de rayos x (XRF) de las arenas ferrotitaníferas

En los estudios realizados por Trujillo (2015), Flores (2017) y Loaiza (2017) donde las arenas ferrotitaníferas de distintas playas ecuatorianas especialmente del sector de Esmeraldas, fueron analizadas mediante la técnica de fluorescencia de rayos x, las mismas que proporcionaron un porcentaje de dióxido de titanio (TiO_2) entre el 20 % al 27 %, cuyos valores son representativos para poder realizar la extracción del óxido.

Los análisis de Fluorescencia de Rayos X son importantes a la hora de saber los componentes y su porcentaje. Los análisis de XRF de las arenas ferrotitaníferas usadas en este estudio dieron como resultado una importante cantidad de minerales de hierro y de titanio, el ultimo estudiado en el presente trabajo, el mismo que dio como resultado un 26.59 % de TiO_2 que es un porcentaje alto, el mismo que puede ser recuperado mediante distintos métodos.

Tabla 24 – 4: Resultados del análisis químico XRF.

Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)			
Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
Fe_2O_3	63.35 %	Na_2O	0.19 %
TiO_2	26.59 %	Cl	0.14 %
MgO	1.41 %	SO_3	0.08 %
SiO_2	0.97 %	Cr_2O_3	0.07 %
Al_2O_3	0.82 %	ZrO_2	0.05 %
V_2O_5	0.55 %	Gd_2O_3	0.05 %
CaO	0.48 %	ZnO	0.04 %
MnO	0.25 %	K_2O	0.03 %
P_2O_5	0.20 %	Nb_2O_5	92 PPM

Fuente: Laboratorio de Análisis Químico UCEM Cemento Chimborazo.

Realizado por: Guerrero Diego, 2020.

4.3. Resultados de los ensayos del método del cloro

4.3.1. Resultados de la preparación de la materia prima

La preparación de la materia prima que realiza Flores (2017), lo hizo mediante un proceso de tamizado malla 125 μm , esto es debido a que la mayoría de partículas de ilmenita se encuentran en un rango de entre 50 y 106 μm . Cabe recalcar también que en este estudio se realizó una

separación magnética mediante un imán de neodimio. Este método no fue usado en el presente trabajo gracias a un ensayo previo que obtuvo buenos resultados sin realizar una recolección magnética.

Para la preparación de la materia prima se tomó 1500 g de arenas ferrotitaníferas y se removió la salinidad mediante un lavado con agua destilada y secado por 4 horas a 30 °C en la estufa. Luego se tomó un tamiz y se hizo pasar por la malla 106 um la muestra de arenas ferrotitaníferas. Al pasar la malla 106 um se obtiene el mineral de titanio contenido en el material magnético y no magnético que va a ser sometido a los demás procesos para la obtención de TiO₂. Por último, se pesó 18 muestras de 25 gramos cada una para los distintos ensayos (Loaiza, 2017; Flores 2017).

Tabla 25 – 4: Resultados de la preparación de la materia prima.

Preparación de la materia prima		
Muestra	Muestra inicial (g)	Tamizado Malla 106 um (g)
1	1500 g	256.13 g
2	1500 g	270.28 g

Realizado por: Guerrero, D. 2020

Los resultados presentados en la Tabla 25 – 4 para la preparación de la materia prima se usó 1500 g de muestra de arenas ferrotitaníferas, después de pasar por un tamiz malla 106 um se obtuvo 526.41 g de materia prima lista para los procesos de obtención de TiO₂.

4.3.2. Resultados de la lixiviación

La lixiviación ácida es el proceso del método del cloro más importante para la obtención de TiO₂, en los ensayos a escala de laboratorio, se realizó las distintas repeticiones variando las condiciones de temperatura y tiempo de reacción como se detalló en la metodología del presente trabajo, y así poder obtener las condiciones más óptimas para el diseño del reactor. En la lixiviación se trató la muestra del mineral de titanio con ácido clorhídrico al 37 % y se lo dejó reaccionar por un tiempo determinado. El resultado de esta lixiviación es un licor ácido de TiCl₄ y H₂O en donde los iones del titanio se encuentran en solución. Se pudo observar que durante el tiempo que dura la lixiviación el ácido clorhídrico tiende a perderse por evaporación por lo que al inicio del proceso se agregó ácido en exceso.

La reacción que se da en el proceso de lixiviación es la siguiente:



Hay que tener en cuenta que la reacción antes mencionada no es la única que se da en el proceso, pero es la que nos interesa para la obtención de dióxido de titanio.

Tabla 26 – 4: Resultados de la cantidad de licor ácido obtenido.

Lixiviación ácida		
Condiciones	Repetición	Licor ácido (ml)
- Temperatura: 90°C - Tiempo: 4 horas	1	155
	2	157
	3	160
- Temperatura: 90°C - Tiempo: 5 horas	1	99
	2	103
	3	97
- Temperatura: 90°C - Tiempo: 6 horas	1	53
	2	51
	3	49
- Temperatura: 100°C - Tiempo: 4 horas	1	122
	2	119
	3	125
- Temperatura: 100°C - Tiempo: 5 horas	1	76
	2	73
	3	74
- Temperatura: 100°C - Tiempo: 6 horas	1	47
	2	52
	3	49

Realizado por: Guerrero, D. 2020

En el estudio experimental de Hernández (1993) y Baba et al. (2009) mencionan que los rendimientos de la extracción de dióxido de titanio aumentan conforme aumenta el tiempo de reacción, pero pasadas las 5 horas de tiempo de reacción en el proceso de lixiviación no se notaron cambios significativos. El licor ácido obtenido al finalizar este proceso disminuye conforme aumenta el tiempo de lixiviación, aumentando de forma significativa el ataque a los minerales metálicos, principalmente a los minerales de hierro y titanio. La disminución de licor ácido se debe a las condiciones de temperatura del proceso ya que hace que el ácido se vaya evaporando conforme transcurre el tiempo.

En el Gráfico 1 – 4 se puede evidenciar los licores ácidos promedios de cada condición obtenidos después del proceso de lixiviación, en esta grafica se puede evidenciar de mejor manera las tendencias, y su respectiva desviación estándar.

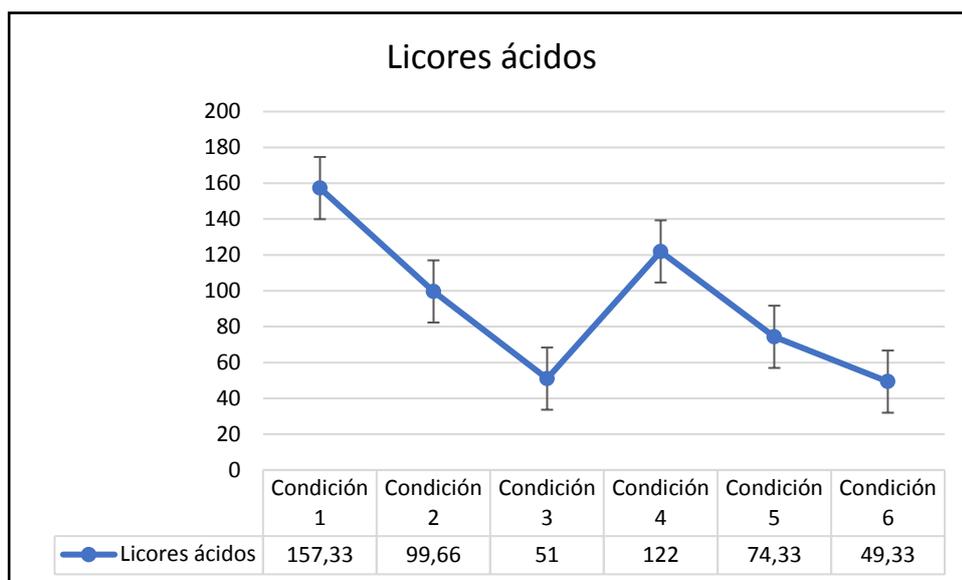


Gráfico 1 – 4: Licor ácido con sus respectivas desviaciones estándar.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

4.3.3. Resultados de la hidrólisis térmica

La hidrólisis térmica es uno de los procesos usados en el método del cloro para lograr la precipitación del titanio, este puede precipitar como hidróxido o como TiO_2 en fase anatasa. Para la precipitación se usó una base para aumentar el pH. Primero se calentó el licor ácido que se encuentra a un pH de 1, obtenido en el proceso de lixiviación a una temperatura de $95\text{ }^\circ\text{C}$, después se agregó el hidróxido de amonio (base), el mismo que eleva el pH a valores de entre 5 y 6 donde se da la precipitación del titanio, y se dejó en digestión por 3 horas para lograr una mayor pureza y rendimiento. En los ensayos realizados en el laboratorio se usó una cantidad aproximadamente de entre 25 a 30 ml de hidróxido de amonio para que se dé el aumento de pH. Además, se puede observar claramente un cambio de coloración en el licor hidrolizado al terminar la precipitación del titanio, esto quiere decir que el hierro a iniciado a precipitar.

Tabla 27 – 4: Resultados de la cantidad de precipitado obtenido después de la hidrólisis.

Hidrólisis térmica		
Condiciones	Repetición	Precipitado (g)
- Temperatura: $95\text{ }^\circ\text{C}$ - Tiempo: 3 horas	1	2.0543
	2	2.1642
	3	2.0973
	1	3.0192

- Temperatura: 95°C - Tiempo: 3 horas	2	2.9632
	3	3.2319
- Temperatura: 95°C - Tiempo: 3 horas	1	3.6748
	2	3.3249
	3	3.9384
- Temperatura: 95°C - Tiempo: 3 horas	1	3.2947
	2	3.0767
	3	3.2148
- Temperatura: 95°C - Tiempo: 3 horas	1	3.8753
	2	3.9241
	3	3.6743
- Temperatura: 95°C - Tiempo: 3 horas	1	4.0834
	2	4.1536
	3	4.0038

Realizado por: Guerrero, D. 2020

En el precipitado obtenido se encuentra el dióxido de titanio fase anatasa, impurezas y agua las mismas que se eliminan durante el proceso de calcinación para obtener TiO₂ con un porcentaje de pureza más alto.

En los experimentos de Hernández (1993), da tres métodos de hidrólisis: a) por dilución, b) por incremento de pH y c) por deshidratación térmica. La hidrólisis térmica se realiza a condiciones de temperatura de 95 °C y un tiempo no menor de 3 horas, este tiempo permite que se logre aumentar el porcentaje de TiO₂ considerablemente.

Por otra parte, los estudios realizados por Flores (2017) y Loaiza (2017), realizan una hidrólisis por aumento de pH y dejando en digestión por 3 horas a una temperatura de 70 °C obteniendo resultados satisfactorios.

La cantidad de precipitado que se muestran en la Tabla 27 – 4 es el resultado obtenido después del proceso de hidrólisis, en la tabla antes mencionada el precipitado aumenta su rendimiento debido a que en el proceso de lixiviación conforme se aumentaba el tiempo y la temperatura había un mayor ataque al mineral del titanio, esto dio como resultado que en el licor ácido existan más cantidad de dióxido de titanio en solución, el mismo que en el proceso de hidrólisis precipita en mayor cantidad conforme se haya aumentado las condiciones antes mencionadas en la lixiviación (Hernández, 1993).

4.3.4. Resultados de la calcinación

Según Hernández (1993) la principal función de la calcinación es aumentar la pureza del TiO₂, en dicho estudio el producto final obtenido fue comparado ópticamente con patrones de TiO₂ industriales usados para pigmentos, los mismo que dieron resultados satisfactorios para un estudio posterior a escala industrial. Por último, después de la calcinación el estudio obtuvo TiO₂ con una pureza mayor a 97 %.

La calcinación es el último proceso que forma parte del método del cloro, este proceso se aplicó en las distintas muestras de precipitado de TiO₂ obtenido al finalizar la hidrólisis térmica, el mismo que se encuentra con impurezas, materia que se introdujo del medio durante los demás procesos, cantidad de humedad, etc. La calcinación se realizó con el fin de aumentar la pureza del dióxido de titanio y también transformar el TiO₂ fase anatasa a TiO₂ fase rutilo, que se obtiene al aplicar la temperatura a 900 °C por 1 hora.

Los resultados del proceso de calcinación se muestran en la Tabla 28 – 4, la cantidad de producto obtenido al finalizar la calcinación mejora conforme cambian las condiciones de temperatura y tiempo de reacción en el proceso de lixiviación, como se muestra la obtención de TiO₂ aumenta en las tres últimas repeticiones las mismas que en el proceso de lixiviación se trataron a 100 °C por 6 horas.

Tabla 28 – 4: Resultados del TiO₂ obtenido después de la calcinación.

Calcinación		
Condiciones	Repetición	TiO ₂ (g)
- Temperatura: 900°C - Tiempo: 1 hora	1	1.5125
	2	1.4751
	3	1.5980
- Temperatura: 900°C - Tiempo: 1 hora	1	2.0231
	2	1.9743
	3	2.2938
- Temperatura: 900°C - Tiempo: 1 hora	1	2.6090
	2	2.8816
	3	2.6963
- Temperatura: 900°C - Tiempo: 1 hora	1	2.3315
	2	2.3627
	3	2.4122
- Temperatura: 900°C - Tiempo: 1 hora	1	2.6734
	2	2.6191
	3	2.7047
- Temperatura: 900°C - Tiempo: 1 hora	1	3.5918
	2	3.6810
	3	3.6347

Realizado por: Guerrero, D. 2020

4.3.5. Resultados del rendimiento del proceso

En los estudios de Hernández (1993), Loaiza (2017) y Flores (2017), los cuales realizaron el mismo método usado en el presente trabajo, obtuvieron rendimientos bajos esto se debe a la cantidad de TiO_2 presente en las arenas ferrotitaníferas, que en todos estos estudios tienen un porcentaje de dióxido de titanio en un rango de entre 20 y 27 %.

Los rendimientos obtenidos se muestran en la Tabla 29 – 4, aumentan conforme aumenta la temperatura y el tiempo de reacción, las repeticiones 1, 2 y 3 finales tienen el porcentaje de rendimiento más alto en comparación con las demás repeticiones. Además, se puede observar que el proceso genera un rendimiento demasiado bajo, esto se debe al bajo porcentaje de dióxido de titanio que se tiene al inicio del proceso (26.59 %) en el mineral de titanio a ser tratado.

Tabla 29 – 4: Rendimiento del producto obtenido.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

Rendimiento				
Repeticición	M. inicial (g)	P. final (g)	% Rendimiento	Promedio del % rendimiento
1	25	1.5125	6.04 %	6.11 %
2	25	1.4751	5.90 %	
3	25	1.5980	6.39 %	
1	25	2.0231	8.09 %	8.38 %
2	25	1.9743	7.89 %	
3	25	2.2938	9.17 %	
1	25	2.6090	10.43 %	10.91 %
2	25	2.8816	11.52 %	
3	25	2.6963	10.78 %	
1	25	2.3315	9.32 %	9.47 %
2	25	2.3627	9.45 %	
3	25	2.4122	9.64 %	
1	25	2.6734	10.69 %	10.65 %
2	25	2.6191	10.47 %	
3	25	2.7047	10.81 %	
1	25	3.5918	14.36 %	14.53 %
2	25	3.6810	14.72 %	
3	25	3.6347	14.53 %	

4.3.6. Resultados de la pureza de TiO_2 , en los análisis de FRX

En sus estudios tanto Hernández (1993), como Flores (2017) y Loaiza (2017) logran recuperar TiO_2 satisfactoriamente mediante el método del cloro, Hernández por su parte logra una pureza

entre 89 % a 97% en sus ensayos, por otra parte, Loaiza y Flores logran una pureza entre el 80% al 95% de pureza. Estas variantes en la pureza se deben a las diferentes condiciones usadas por cada uno de los autores.

Como se puede observar en la Tabla 30 – 4 las ultimas repeticiones del experimento 6, son los mejores resultados llegando a una pureza de dióxido de titanio (TiO₂), se puede decir que en el presente trabajo las mejores condiciones de lixiviación fueron a una temperatura de 100 °C y un tiempo de 6 horas, donde hubo un mejor ataque al mineral del titanio, por otra parte la hidrolisis se dio a condiciones de 95 °C y una digestión de 3 horas, donde se recuperó una gran parte del dióxido de titanio presente en las arenas ferrotitaníferas. Por lo tanto, las condiciones mencionadas anteriormente son las más óptimas para realizar el diseño del reactor.

Tabla 30 – 4: Resultados de Pureza del TiO₂ obtenido (FRX).

Realizado por: Guerrero, D. 2020

Repeticón	Condiciones		Concentración Inicial (TiO ₂) %	Concentración Final (TiO ₂) %	Promedio %
	T (°C)	t (h)			
1	90	4	26.59 %	85.30 %	87.53 %
2	90	4	26.59 %	88.30 %	
3	90	4	26.59 %	88.99 %	
1	90	5	26.59 %	87.90 %	88.99 %
2	90	5	26.59 %	88.93 %	
3	90	5	26.59 %	90.15 %	
1	90	6	26.59 %	91.33 %	91.15 %
2	90	6	26.59 %	91.22 %	
3	90	6	26.59 %	90.90 %	
1	100	4	26.59 %	90.68 %	90.26 %
2	100	4	26.59 %	89.29 %	
3	100	4	26.59 %	90.82 %	
1	100	5	26.59 %	92.68 %	93.01 %
2	100	5	26.59 %	93.03 %	
3	100	5	26.59 %	93.32 %	
1	100	6	26.59 %	98.20 %	98.41 %
2	100	6	26.59 %	98.82 %	
3	100	6	26.59 %	98.25 %	

4.4. Cálculos de ingeniería

4.4.1. Cálculos del proceso de lixiviación

4.4.1.1. Balance de masa en el proceso de lixiviación



- **TiO₂ (mineral)**

El proceso de lixiviación inicia a partir de 25 gramos de dióxido de titanio en su forma mineral, transformando a Kg se obtiene 0.025.

$$25 \text{ g TiO}_2 \text{ (mineral)} \times \frac{1 \text{ kg TiO}_2 \text{ (mineral)}}{1000 \text{ g TiO}_2 \text{ (mineral)}} = 0.025 \text{ kg TiO}_2 \text{ (mineral)}$$

$$m_{\text{TiO}_2 \text{ (mineral)}} = 0.025 \text{ kg TiO}_2 \text{ (mineral)}$$

- **Ácido Clorhídrico (HCl 37 %)**

El ácido clorhídrico con una concentración al 37 % ingresa en una cantidad de 200 ml, el mismo que se transforma a unidades de masa (Kg), a través de la densidad a la concentración con la que se trabaja.

$$200 \text{ ml HCl} \times \frac{1.19 \text{ g HCl}}{\text{ml}} = 238 \text{ g HCl}$$

$$238 \text{ g HCl} \times \frac{1 \text{ kg HCl}}{1000 \text{ g HCl}} = 0.238 \text{ Kg HCl}$$

$$\mathbf{m_{HCl} = 0.238 \text{ Kg HCl}}$$

- **Licor Ácido**

Al finalizar el proceso de lixiviación a 100 °C por 6 horas, se obtiene 49.33 ml de licor ácido, el mismo que se expresa en la Tabla 26 – 4, y se lo transforma a unidades de masa mediante la densidad.

$$49.33 \text{ ml licor ácido} \times \frac{1.73 \text{ g licor ácido}}{\text{ml}} = 85.34 \text{ g licor ácido}$$

$$85.34 \text{ g licor ácido} \times \frac{1 \text{ kg licor ácido}}{1000 \text{ g licor ácido}} = 0.085 \text{ kg licor ácido}$$

$$\mathbf{m_{licor\ ácido} = 0.085 \text{ kg licor ácido}}$$

- **Balance de masa para el proceso de lixiviación**

Con el balance de masa se obtiene la cantidad de perdidas por evaporación, se obtuvo 0.178 Kg de perdidas por evaporación.

$$\mathbf{m_{entrada} = m_{salida}} \quad (\text{Ec. 16})$$

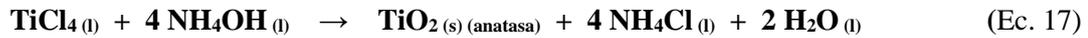
$$\mathbf{m_{TiO_2 (mineral)} + m_{HCl} = m_{licor\ ácido} + m_{perdidas}}$$

$$0.025 \text{ Kg} + 0.238 \text{ Kg} = 0.085 \text{ kg} + m_{perdidas}$$

$$\mathbf{m_{perdidas} = 0.178 \text{ Kg}}$$

4.4.2. Cálculos del proceso de hidrólisis

4.4.2.1. Balance de masa en el proceso de hidrólisis



- Licor Ácido

Esta cantidad de licor ácido 0.085 Kg usado en este apartado, es la sustancia obtenida al finalizar el proceso de lixiviación el mismo que es sometido al proceso de hidrólisis.

$$85.34 \text{ g licor ácido} \times \frac{1 \text{ kg licor ácido}}{1000 \text{ g licor ácido}} = 0.085 \text{ kg licor ácido}$$

$$m_{\text{licor ácido}} = 0.085 \text{ kg licor ácido}$$

- NH₄OH (Hidróxido de amonio)

El hidróxido de amonio es una sustancia que sirve para la precipitación selectiva del dióxido de titanio, en este proceso al ser un reactivo líquido ingresa en una cantidad de 25 ml, la misma que es transformada a unidades másicas (Kg) con su respectiva densidad.

$$25 \text{ ml NH}_4\text{OH} \times \frac{0.90 \text{ g NH}_4\text{OH}}{\text{ml NH}_4\text{OH}} \times \frac{1 \text{ kg NH}_4\text{OH}}{1000 \text{ g NH}_4\text{OH}} = 0.023 \text{ kg NH}_4\text{OH}$$

$$m_{\text{NH}_4\text{OH}} = 0.023 \text{ kg NH}_4\text{OH}$$

- TiO₂ (anatasa) (dióxido de titanio fase anatasa)

El dióxido de titanio en fase anatasa se obtiene al finalizar el proceso de hidrólisis, es el resultado de la precipitación selectiva con hidróxido de amonio, en la tabla 27 – 4 se encuentran los resultados de cada una de las pruebas, se ha elegido el resultado con mejor rendimiento que es 4.082 g de dióxido de titanio en fase anatasa.

$$4.0802 \text{ g } TiO_2 \text{ (anatasa)} \times \frac{1 \text{ kg } TiO_2 \text{ (anatasa)}}{1000 \text{ g } TiO_2 \text{ (anatasa)}} = 0.0040 \text{ kg } TiO_2 \text{ (anatasa)}$$

$$m_{TiO_2 \text{ (anatasa)}} = 0.0040 \text{ kg } TiO_2 \text{ (anatasa)}$$

- **Balance de masa para el proceso de hidrólisis**

El resultado de este balance de masa es la cantidad de licor de 0.104 kg, que es la cantidad de licor donde se encuentran los elementos que no precipitaron al agregar el hidróxido de amonio.

$$m_{\text{licor ácido}} + m_{NH_4OH} = m_{TiO_2 \text{ (anatasa)}} + m_{\text{licor}}$$

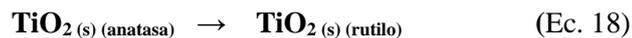
$$m_{\text{licor}} = m_{\text{licor ácido}} + m_{NH_4OH} - m_{TiO_2 \text{ (anatasa)}}$$

$$m_{\text{licor}} = 0.085 \text{ kg} + 0.023 \text{ kg} - 0.0040 \text{ kg}$$

$$m_{\text{licor}} = 0.104 \text{ kg}$$

4.4.3. Cálculos del proceso de calcinación

4.4.3.1. Balance de masa en el proceso de calcinación.



- **TiO₂ (anatasa) (dióxido de titanio fase anatasa)**

El dióxido de titanio en fase anatasa es la cantidad que se obtiene en la precipitación dentro del proceso de hidrólisis que corresponde a 4.0802 g.

$$4.0802 \text{ g TiO}_2 (\text{anatasa}) \times \frac{1 \text{ kg TiO}_2 (\text{anatasa})}{1000 \text{ g TiO}_2 (\text{anatasa})} = 0.0040 \text{ kg TiO}_2 (\text{anatasa})$$

$$m_{\text{TiO}_2 (\text{anatasa})} = 0.00408 \text{ kg TiO}_2 (\text{anatasa})$$

- **TiO₂ (rutilo) (dióxido de titanio fase rutilo)**

Finalizada la calcinación se obtiene el producto final, que corresponde a dióxido de titanio en fase rutilo, cuyos resultados podemos encontrar en la Tabla 28 – 4, el resultado del producto obtenido es 3.6358 gramos de TiO₂.

$$3.6358 \text{ g TiO}_2 (\text{rutilo}) \times \frac{1 \text{ kg TiO}_2 (\text{rutilo})}{1000 \text{ g TiO}_2 (\text{rutilo})} = 0.0063 \text{ kg TiO}_2 (\text{rutilo})$$

$$m_{\text{TiO}_2 (\text{rutilo})} = 0.00363 \text{ kg TiO}_2 (\text{rutilo})$$

- **Balance de masa para el proceso de calcinación**

El resultado del balance de masa en el proceso de calcinación es de 0.00045 kg que corresponde a la cantidad de residuos que se eliminan con la calcinación, estos residuos son la humedad y ciertos residuos sólidos que se encuentran en pequeña cantidad.

$$m_{\text{TiO}_2 (\text{anatasa})} = m_{\text{TiO}_2 (\text{rutilo})} + m_{\text{residuos}}$$

$$m_{\text{residuos}} = m_{\text{TiO}_2 (\text{anatasa})} - m_{\text{TiO}_2 (\text{rutilo})}$$

$$m_{\text{residuos}} = 0.00408 \text{ kg} - 0.00363 \text{ kg TiO}_2$$

$$m_{residuos} = 0.00045 \text{ g}$$

4.4.4. Cálculos de diseño del reactor para la preparación de la muestra, lixiviación e hidrólisis

Para el diseño de los reactores se tomó en cuenta las mejores condiciones para la obtención de TiO_2 , para la preparación de la muestra en los ensayos a escala de laboratorio se realizó un lavado para quitar la salinidad de la materia prima y después se dejó secar a una temperatura de $30\text{ }^\circ\text{C}$ por 4 horas para retirar la mayor cantidad de agua que permaneció después del lavado antes de someter al siguiente proceso. Las condiciones de lixiviación son $100\text{ }^\circ\text{C}$ a una agitación constante de 320 rpm por 6 horas, la cantidad de ácido es en la proporción de 2.5 : 1 con respecto al mineral de titanio y un exceso del 10 % debido a la pérdida de ácido por el calentamiento durante el proceso. El reactor elegido para los dos procesos mencionados anteriormente es un reactor discontinuo o batch, al mismo se le va a implementar una chaqueta de vapor saturado, la misma que van a calentar la mezcla que ingresa al reactor a temperaturas de $30\text{ }^\circ\text{C}$ y $100\text{ }^\circ\text{C}$. La tapa del reactor contiene una válvula de escape para poder liberar la presión de vapor que se genera durante todo el proceso. El fondo del reactor contiene una válvula de escape para la extracción tanto del agua como del licor ácido que se obtiene después del proceso de lixiviación. Por último, el reactor para estos procesos tendrá una paleta de agitación la misma que girará a 320 rpm gracias a un motor colocado en la parte externa del reactor.

Para el siguiente proceso se diseñó un reactor únicamente para la hidrólisis, el licor ácido obtenido de la lixiviación ingresa al reactor de hidrólisis el mismo que será sometido a $95\text{ }^\circ\text{C}$ por 3 horas para lograr la precipitación del titanio, cabe recalcar que las dimensiones tanto del reactor como el de la chaqueta son las mismas que el primer reactor y también contienen los mismos accesorios como válvulas de escape de vapor y de líquido además de tener también una paleta de agitación constante a 320 rpm con su respectivo motor.

Los puntos a tomar en cuenta a la hora de realizar los cálculos del diseño son:

- Para grandes volúmenes que van de 30 a 250 litros para plantas piloto la agitación en estos pueden ir de 0 a 2400 rpm.
- API 2350 “Overfill Protection for Storage Tanks in Petroleum Facilities” recomienda aumentar un 20% al volumen total.

Un reactor batch se puede realizar para diferentes aplicaciones con un volumen hasta los 250 litros, a escala de laboratorio el reactor batch puede tener un volumen entre 0.01 y 0.3 litros, para reactores a mediana escala y plantas piloto pueden tener un volumen entre 0.25 y 20 litros y para reactores a escala industrial pueden tener un volumen hasta los 250 litros (Coronel, 2014).

El volumen del reactor se determinó de acuerdo a la cantidad de mineral de titanio que va a ingresar en cada experimento, el material del reactor y la potencia del motor.

Para el diseño del reactor se tomó como base un volumen total de 70 litros 0.07m^3 y 25 Kg de muestra de mineral de titanio para el reactor 1 y para el reactor 2 se consideró únicamente el volumen de 0.07 m^3 .

4.4.4.1. Cálculo del volumen total del reactor

El volumen base de 0.07 m^3 del reactor hay que agregarle el volumen de seguridad que es el 20% del volumen total, para evitar cualquier tipo de pérdidas de líquido.

$$V = (0.07\text{m}^3) \times (0.20) + (0.07\text{ m}^3) \quad (\text{Ec. 19})$$

$$V = 0.084\text{ m}^3$$

4.4.4.2. Cálculo del diámetro interno

Por criterios de diseñador asumimos un diámetro interno de 1 m, para que la altura del reactor no sea inadecuada.

$$D_{int} = 1\text{ m}$$

4.4.4.3. Cálculo del diámetro externo

Utilizando las propiedades del acero SUS304, mismo que en el mercado se encuentra con un diámetro $d \leq 180\text{ mm}$ escogemos un diámetro de 25 mm por motivos de seguridad y durabilidad (Cengel, 1996).

$$D_{exte} = 1\text{ m} + 0.025\text{ m} \quad (\text{Ec. 21})$$

$$D_{exte} = 1.025\text{ m}$$

4.4.4.4. Cálculo de la longitud o altura del reactor

Utilizando la siguiente relación para volúmenes no anclados:

$$\frac{D}{H} < 1.33$$

Y también, según nuestros requerimientos ajustamos la relación verificando que la misma sea coherente con la expresión descrita, se ha escogido una relación del 0.8 que es específicamente para un volumen de 70 litros, y que generalmente se usa para reactores de tipo batch (API STD 650).

$$\frac{D}{H} = 0.8 \quad (\text{Ec. 22})$$

$$H = \frac{D}{0.8}$$

$$H = \frac{1.025m}{0.8}$$

$$\mathbf{H = 1.28 m}$$

Cálculos del impulsor

Las mezclas líquido – líquido y gas – gas no tienen ningún tipo de complicación, pero han sido estudiadas varias veces. Las mezclas líquido – sólido, en muchas industrias las tratan como si fueran mezclas líquidas, siempre y cuando la proporción entre el líquido y sólido sea mayor de 1:1 (Erazo & Vizuite, 2011).

Se ha seleccionado como impulsor de turbina de tipo “Rushton”, entre los más comúnmente empleadas se encuentran los de 4 y 6 palas, por lo cual se utilizará las siguientes relaciones.

$$\frac{D_a}{D_t} = \frac{1}{3} \quad (\text{Ec. 23})$$

$$\frac{E}{D_t} = \frac{1}{3} \quad (\text{Ec. 24})$$

$$\frac{W}{D_a} = \frac{1}{5} \quad (\text{Ec. 25})$$

$$\frac{L}{D_a} = \frac{1}{4} \quad (\text{Ec. 26})$$

$$\frac{H}{D_t} = 1 \quad (\text{Ec. 27})$$

Según (Perry, 1993)

D_a = Diámetro del impulsor (m)

D_t = Diámetro del reactor (m)

H = Altura óptima del líquido (m)

W = Ancho de las paletas impulsoras (m)

L = Longitud de las paletas impulsoras (m)

E = Altura del impulsor

Para la paleta del reactor 1 y 2 se diseñará un impulsor tipo Rushton de 5 paletas que es específicamente para mezclas con una viscosidad alta.

4.4.4.5. Cálculo del diámetro del impulsor

$$\frac{D_a}{D_t} = \frac{1}{3}$$

$$D_a = \frac{1}{3} D_t$$

$$D_a = \frac{1}{3} \times (1.025 \text{ m})$$

$$\mathbf{D_a = 0.34 \text{ m}}$$

4.4.4.6. Cálculo de la altura del impulsor

$$\frac{E}{D_t} = \frac{1}{3}$$

$$E = \frac{1}{3} D_t$$

$$E = \frac{1}{3} \times (1.025 \text{ m})$$

$$\mathbf{E = 0.34 \text{ m}}$$

4.4.4.7. *Cálculo del ancho de las paletas del impulsor*

$$\frac{W}{D_a} = \frac{1}{5}$$

$$W = \frac{1}{5} D_a$$

$$W = \frac{1}{5} D_a$$

$$W = \frac{1}{5} \times (0.34 \text{ m})$$

$$\mathbf{W = 0.068 \text{ m}}$$

4.4.4.8. *Cálculo de la longitud de las paletas impulsoras*

$$\frac{L}{D_a} = \frac{1}{4}$$

$$L = \frac{1}{4} D_a$$

$$L = \frac{1}{4} \times (0.34 \text{ m})$$

$$\mathbf{L = 0.085 \text{ m}}$$

4.4.4.9. *Cálculo de la altura óptima del líquido*

$$\frac{H}{D_t} = 1$$

$$H = 1 D_t$$

$$H = 1 \times (1.025 \text{ m})$$

$$\mathbf{H = 1.025 \text{ m}}$$

4.4.4.10. Cálculo del volumen del líquido

$$V_c = \frac{\pi \times D^2 \times H}{4} \quad (\text{Ec. 28})$$

$$V_c = \frac{\pi \times (0.34 \text{ m})^2 \times (1.025 \text{ m})}{4}$$

$$V_c = 0.093 \text{ m}^3$$

El valor obtenido corresponde al volumen óptimo para la agitación.

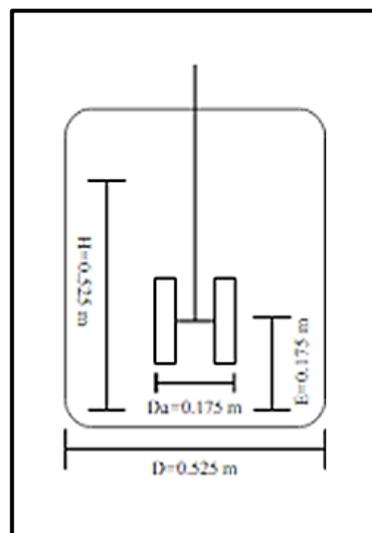


Figura 35 – 4: Plano frontal del impulsor en el reactor 1 y 2.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

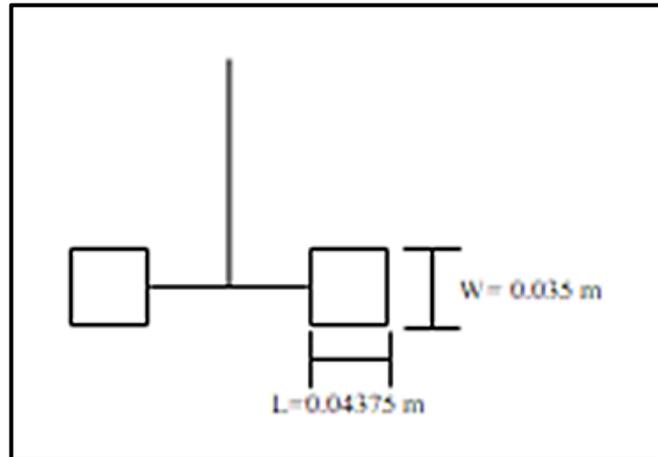


Figura 36 – 4: Plano frontal del impulsor 1 y 2.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

Cálculo de la potencia del motor

4.4.4.11. Cálculo del Numero de Reynolds

$$N_{Re} = \frac{D_a^2 \times N \times \rho}{\mu} \quad (Ec. 29)$$

D_a = Diámetro del agitador

N = Velocidad de rotación

ρ = Densidad del fluido

μ = Viscosidad del fluido

$$N_{Re} = \frac{(0.34m)^2 \times (5.33 \frac{rev}{s}) \times (2742 \frac{Kg}{m^3})}{0.500 Pa s}$$

$$N_{Re} = 3378.95 \text{ flujo laminar}$$

4.4.4.12. Cálculo del número de potencia

El número de potencia para girar el agitador se realizó mediante las curvas del comportamiento específico de potencia a diferentes números de Reynolds (Fig. 37 – 4), se trabajó con la curva número 1, que pertenece al tipo de paleta que se diseñó anteriormente.

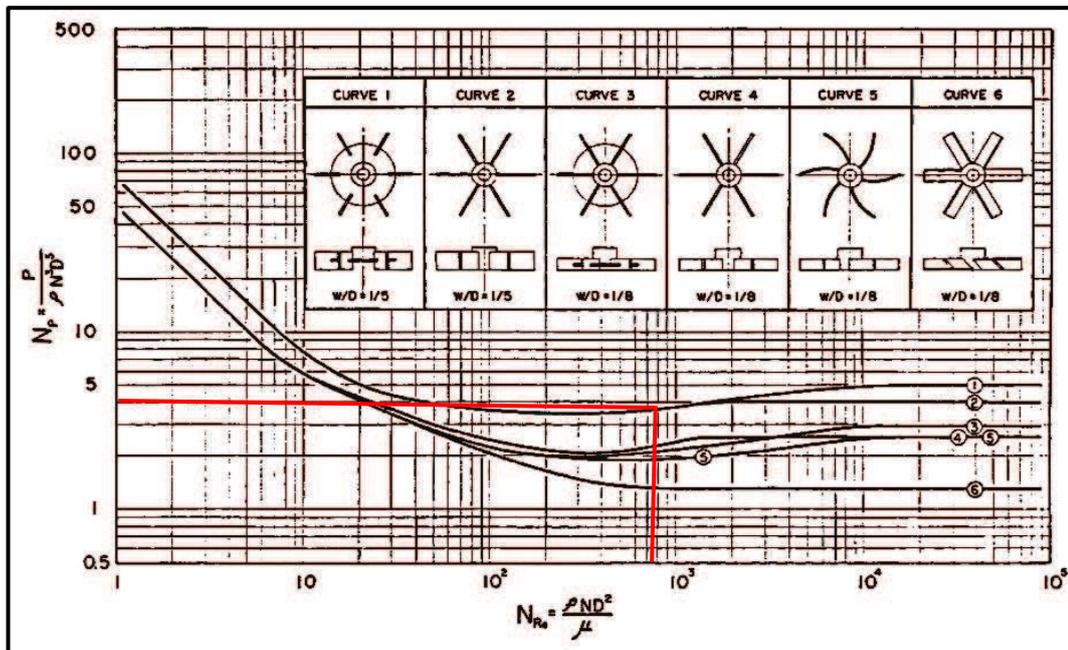


Figura 37 – 4: Comportamiento del N_p a diferentes números de Reynolds.

Fuente: Perry, 1993.

$$N_p = 4.5$$

4.4.4.13. Cálculo de la potencia del motor

$$N_p = \frac{P}{\rho \times N^3 \times D_a^5} \quad (\text{Ec. 30})$$

D_a = Diámetro del agitador

N = Velocidad de rotación

ρ = Densidad del fluido

P = Potencia del agitador

$$P = N_p \times N^3 \times D_a^5 \times \rho \quad (\text{Ec. 31})$$

$$P = (4.5) \times \left(5.33 \frac{rev}{s}\right)^3 \times (0.34m)^5 \times \left(2742 \frac{Kg}{m^3}\right)$$

$$P = 298.81 W$$

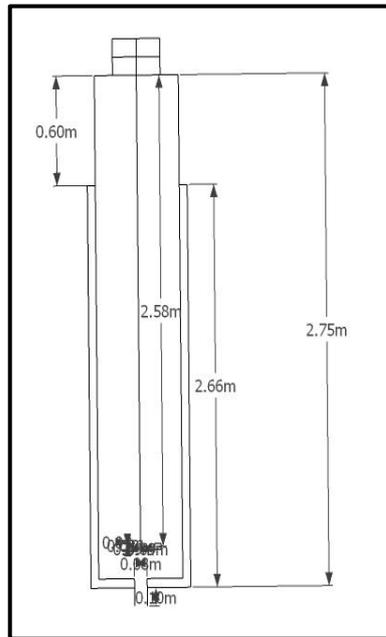


Figura 38 – 4: Plano del reactor 1 y 2 con la chaqueta.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

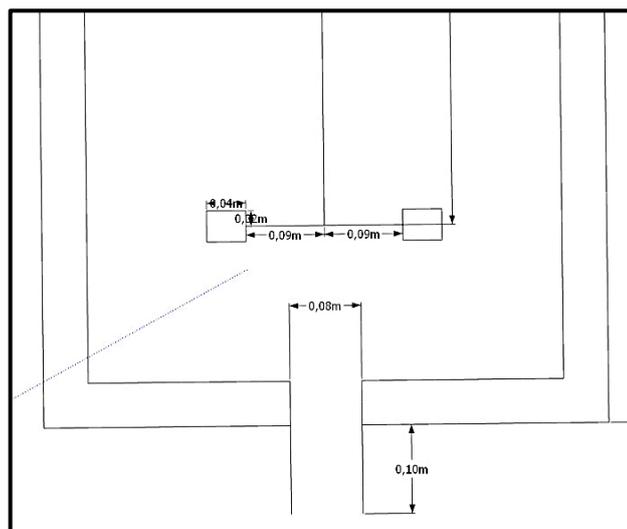


Figura 39 – 4: Plano del fondo y agitador del reactor 1 y 2 con la chaqueta.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

Diseño de la chaqueta

4.4.4.14. Cálculo del volumen de la chaqueta

$$D = 1.125 \text{ m}$$

$$r = 0.5625 \text{ m}$$

$$H = 1.03 \text{ m}$$

$$V = \pi \times r^2 \times H \quad (\text{Ec. 32})$$

$$V = \pi \times (0.5625 \text{ m})^2 \times (1.03 \text{ m})$$

$$V = 1.023 \text{ m}^3$$

$$V = \pi \times (0.5125)^2 \times (1.28 \text{ m})$$

$$V = 1.056 \text{ m}^3$$

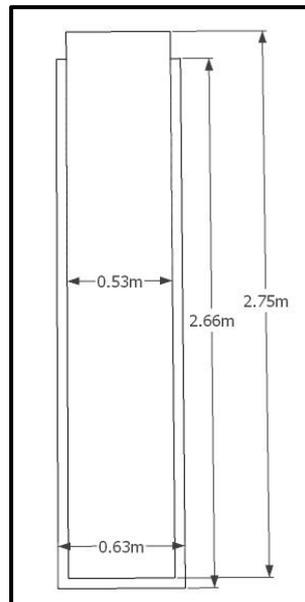


Figura 40 – 4: Plano de la chaqueta y el reactor 1 y 2.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

4.4.4.15. Cálculo del volumen de vapor de agua para el calentamiento

$$V_{\text{agua calentamiento}} = 1.056 \text{ m}^3 - 1.023 \text{ m}^3 \quad (\text{Ec. 33})$$

$$V_{\text{agua calentamiento}} = 0.033 \text{ m}^3$$

4.4.4.16. Cálculo de la masa de vapor de agua para el calentamiento

$$\rho = \frac{m}{V_{\text{agua calentamiento}}}$$

$$m = 1000 \frac{\text{Kg}}{\text{m}^3} \times 0.033 \text{ m}^3$$

$$m = 33 \text{ Kg}$$

4.4.4.17. Diseño de la Tapa del reactor

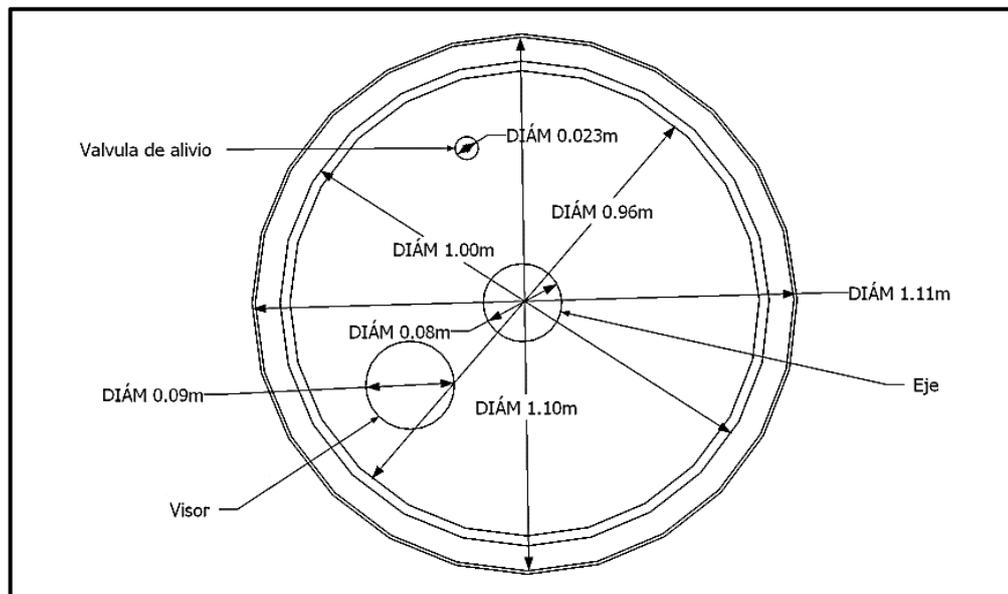


Figura 41 – 4: Diseño de la tapa del reactor 1 y 2.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

4.4.5. Cálculos de diseño del horno para el proceso de calcinación

El proceso de calcinación es muy importante a la hora de la extracción de TiO_2 después de realizarse la hidrólisis térmica. Para la calcinación en los distintos ensayos a escala de laboratorio se usó una mufla que llegaba a los $900 \text{ }^\circ\text{C}$ para poder obtener el dióxido de titanio con estructura de rutilo. Las mejores condiciones según los resultados obtenidos para el diseño del horno son $900 \text{ }^\circ\text{C}$ por una hora, tomando en cuenta el mayor rendimiento que se obtuvo en los ensayos de

laboratorio que es del 14, 53 % y los 25 Kg de mineral que ingresan al inicio del proceso, por ese motivo se decidió diseñar un horno tipo mufla con resistencias eléctricas las mismas que ayudaran a alcanzar la temperatura deseada, para la cantidad de TiO_2 que ingresa que es aproximadamente 5 Kg.

4.4.5.1. Dimensiones del horno

Las dimensiones del horno se establecieron en base a la cantidad de muestra que va a ingresar en el horno para el proceso de calcinación, en este caso la base es de 5 kg.

Tabla 31 – 4: Dimensiones del horno tipo mufla.

Ancho (m)	Altura (m)	Profundidad (m)
1 m	1.10 m	0.80 m

Realizado por: Guerrero, D. 2020

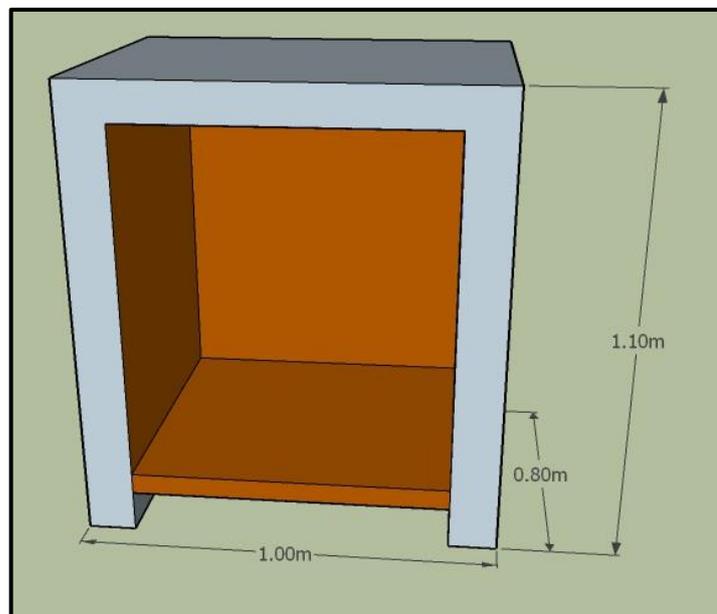


Figura 42 – 4: Dimensiones del horno de calcinación.

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

4.4.5.2. Materiales de construcción del horno mufla

Los materiales del horno tipo mufla fueron seleccionados de acuerdo a la temperatura a alcanzar, la potencia y la cantidad de resistencias eléctricas. A continuación, en las tablas 30 – 4 a la tabla 32 – 4 se especifica los materiales a usar.

Tabla 32 – 4: Especificaciones del aislante térmico.

Material	Tipo	Especificaciones técnicas	
		Color	Blanco
Aislante térmico	Lana de vidrio	Espesor	25 mm
		Uso continuo	1100 °C
		Límite de uso	1260 °C
		Punto de fusión	1760 °C

Realizado por: Guerrero, D. 2020

Fuente: Cengel, 1996.

Tabla 33 – 4: Especificaciones del ladrillo refractario.

Material	Tipo	Especificaciones técnicas
Ladrillos Refractarios	Universal (JM-23)	Ladrillo súper refractario, temperatura de servicio de 1763°C, buena resistencia al choque térmico.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

Fuente: Cengel, 1996.

Tabla 34 – 4: Especificaciones del mortero refractario.

Material	Tipo	Especificaciones técnicas
Mortero Refractario	SUPER AEROFRAX	Súper refractario, húmedo de fraguado al aire 1600 °C.

Realizado por: Guerrero, D. 2020

Fuente: Cengel, 1996.

4.4.5.3. Cálculo de la resistencia térmica total

$$R_T = R_{LADRILLO} + R_{LANA DE VIDRIO}$$

$$R_T = \frac{e_{Ladrillo}}{\lambda_{Ladrillo}} + \frac{e_{Lana}}{\lambda_{Lana}} \quad (Ec. 36)$$

$$e_{Ladrillo} = 0.05 \text{ m}$$

$$\lambda_{Ladrillo} = 0.19 \frac{W}{mK}$$

$$e_{Lana} = 0.025 \text{ m}$$

$$\lambda_{Lana} = 0.06 \frac{W}{mK}$$

$$R_T = \frac{0.05}{0.19} + \frac{0.025}{0.06}$$

$$R_T = 0.68 \frac{W}{K}$$

4.4.5.4. *Cálculo de la potencia requerida por las resistencias*

$$Q_R = \frac{T_C - T_Q}{R_T} \quad (Ec. 37)$$

T_C = Temperatura de la cámara

T_Q = Temperatura ambiente

R_T = Resistencia térmica total

$$Q_R = \frac{1173 - 288}{0.68}$$

$$Q_R = 1301.47 \text{ W}$$

4.4.5.5. *Cálculo de la resistencia para disipar la potencia requerida*

Para encontrar la resistencia para disipar la potencia requerida, se tiene que tomar en cuenta que el equipo trabajara con resistencias eléctricas con un voltaje de 220 V.

$$R = \frac{V^2}{Q_R} \quad (Ec. 38)$$

$$R = \frac{(220V)^2}{(1301.47 W)}$$

$$R = 37.18 \Omega$$

4.4.5.6. Cálculo del área del horno

$$A = 2((1 \times 0.8) + (1 \times 1) + (0.8 \times 1)) \quad (\text{Ec. 39})$$

$$A = 5.2 m^2$$

4.4.6. Balances de energía

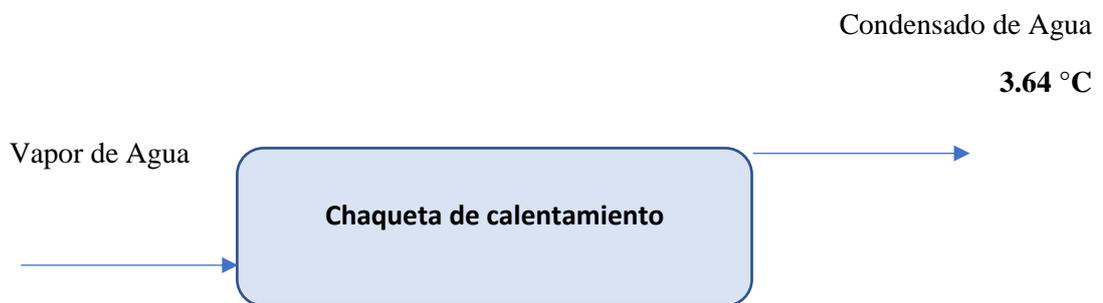
4.4.6.1. Balance de energía en el reactor 1 (preparación de la muestra)

masa de agua(m) = 33 Kg

Temperatura necesaria (T_1) = 30 °C

Entalpía a $T_1(H_g)$ = 2555.6 $\frac{KJ}{Kg}$

Calor específico del agua = 4.22 $\frac{KJ}{Kg.K}$



$$Q_{abs} = 33 Kg \times 4.22 KJ/KgK \times (303 - 288)K$$

$$Q_{abs} = 2088.9 \text{ KJ}$$

Q_{abs} = Calor necesario para elevar la temperatura hasta 30 °C en el proceso de preparación de la muestra.

$$Q_{abs} = -Q_{ced}$$

$$Q_{ced} = \Delta H \times m$$

$$-2088.9 \text{ KJ} = (H_f - H_g) \times (33 \text{ Kg})$$

$$H_f = -\frac{2088.9 \text{ KJ}}{33 \text{ Kg}} + 2555.6 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}$$

$$H_{fg} = H_f = 2492.3 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}$$

Con la entalpía encontrada nos dirigimos a la tabla A-4 de Cengel de agua saturada y hallamos la temperatura para que ocurra el cambio de fase es decir $H_f = H_{fg}$ dándonos una temperatura de 3.64 °C (Condensado).

La cantidad de calor necesaria para elevar la temperatura a 30 °C al interior del reactor 1, nos permite aplicar la Ec. 40, la misma que nos ayuda a encontrar la cantidad de vapor a usar y su flujo masico, usando la entalpia de evaporización.

$$Q = (m_{vapor}) \times (\lambda_{vapor}) \quad (\text{Ec. 40})$$

Donde:

Q = Calor

m_{vapor} = Masa de vapor

λ_{vapor} = Entalpia de evaporizacion (h_{fg})

$$m_{vapor} = \frac{Q}{\lambda_{vapor}}$$

$$m_{vapor} = \frac{2088.9 \text{ KJ}}{2492.3 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}}$$

$$m_{\text{vapor}} = 0.84 \text{ Kg}$$

Calculamos el flujo masico de vapor conforme al tiempo que dura el proceso.

$$\dot{m}_{\text{vapor}} = \frac{m_{\text{vapor}}}{t}$$

$$\dot{m}_{\text{vapor}} = \frac{0.84 \text{ Kg}}{4 \text{ h}}$$

$$\dot{m}_{\text{vapor}} = 0.21 \frac{\text{Kg}}{\text{h}}$$

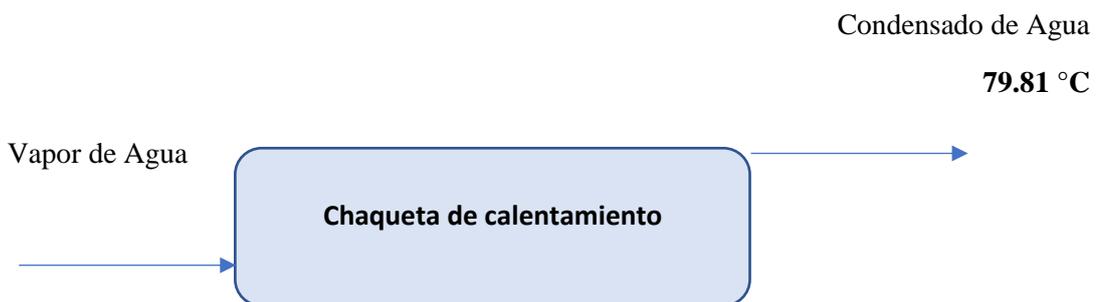
4.4.6.2. Balance de energía en el reactor 1 (lixiviación)

$$\text{masa de agua}(m) = 33 \text{ Kg}$$

$$\text{Temperatura necesaria } (T_1) = 100^\circ\text{C}$$

$$\text{Entalpía a } T_1(H_g) = 2675.6 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}$$

$$\text{Calor especifico del agua} = 4.22 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg.K}}$$



$$Q_{\text{abs}} = 33 \text{ Kg} \times 4.22 \text{ KJ/KgK} \times (375 - 288)\text{K}$$

$$Q_{\text{abs}} = 12115.62 \text{ KJ}$$

Q_{abs} = Calor necesario para elevar la temperatura hasta 100 °C en el proceso de lixiviación y preparación de la muestra.

$$Q_{abs} = -Q_{ced}$$

$$Q_{ced} = \Delta H \times m$$

$$-12115.62 \text{ KJ} = (H_f - H_g) \times (33 \text{ Kg})$$

$$H_f = -\frac{12115.62 \text{ KJ}}{33 \text{ Kg}} + 2675.6 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}$$

$$\mathbf{H_{fg} = H_f = 2308.46 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}}$$

Con la entalpía encontrada nos dirigimos a la tabla A-4 de Cengel de agua saturada y hallamos la temperatura para que ocurra el cambio de fase es decir $H_f = H_{fg}$ dándonos una temperatura de 79.81 °C (Condensado).

La cantidad de calor necesaria para elevar la temperatura a 100 °C al interior del reactor 1, nos permite aplicar la Ec. 40, la misma que nos ayuda a encontrar la cantidad de vapor a usar y su flujo masico, usando la entalpia de evaporización.

$$Q = (m_{vapor}) \times (\lambda_{vapor})$$

$$m_{vapor} = \frac{Q}{\lambda_{vapor}}$$

$$m_{vapor} = \frac{12115.62 \text{ KJ}}{2308.46 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}}$$

$$\mathbf{m_{vapor} = 5.25 \text{ Kg}}$$

Calculamos el flujo masico de vapor conforme al tiempo que dura el proceso.

$$\dot{m}_{vapor} = \frac{m_{vapor}}{t}$$

$$\dot{m}_{vapor} = \frac{5.25 \text{ Kg}}{6 \text{ h}}$$

$$\dot{m}_{vapor} = 0.88 \frac{Kg}{h}$$

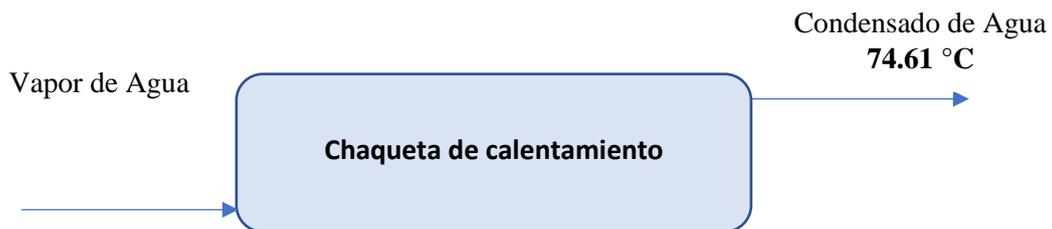
4.4.6.3. Balance de energía en el reactor 2 (hidrólisis térmica)

masa de agua(m) = 33 Kg

Temperatura necesaria (T₁) = 95°C

Entalpía a T₁(H_g) = 2667.6 $\frac{KJ}{Kg}$

Calor específico del agua = 4.22 $\frac{KJ}{Kg.K}$.



$$Q_{abs} = 33 \text{ Kg} \times 4.22 \text{ KJ/KgK} \times (370 - 288)K$$

$$Q_{abs} = 11419.32 \text{ KJ}$$

Q_{abs} = Calor necesario para elevar la temperatura hasta 95 °C en el proceso de hidrólisis térmica.

$$Q_{abs} = -Q_{ced}$$

$$Q_{ced} = \Delta H \times m$$

$$-11419.32 \text{ KJ} = (H_f - H_g) \times (223 \text{ Kg})$$

$$H_f = -\frac{11419.32 \text{ KJ}}{33 \text{ Kg}} + 2667.6 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg}}$$

$$H_{fg} = H_f = 2321.56 \frac{KJ}{Kg}$$

Con la entalpía encontrada nos dirigimos a la tabla A-4 de Cengel de agua saturada y hallamos la temperatura para que ocurra el cambio de fase es decir $H_f = H_{fg}$ dándonos una temperatura de 74.61 °C (Condensado).

La cantidad de calor necesaria para elevar la temperatura a 95 °C al interior del reactor 2, nos permite aplicar la Ec. 40, la misma que nos ayuda a encontrar la cantidad de vapor a usar y su flujo masico, usando la entalpia de evaporización.

$$Q = (m_{vapor}) \times (\lambda_{vapor})$$

$$m_{vapor} = \frac{Q}{\lambda_{vapor}}$$

$$m_{vapor} = \frac{11419.32 KJ}{2321.56 \frac{KJ}{Kg}}$$

$$m_{vapor} = 4.91 Kg$$

Calculamos el flujo masico de vapor conforme al tiempo que dura el proceso.

$$\dot{m}_{vapor} = \frac{m_{vapor}}{t}$$

$$\dot{m}_{vapor} = \frac{4.91 Kg}{3 h}$$

$$\dot{m}_{vapor} = 1.63 \frac{Kg}{h}$$

4.4.6.4. Balance de energía en el horno

$$masa \ de \ las \ paredes \ (m) = 8 \ Kg$$

$$C_p \ de \ las \ paredes = 1.05 \frac{KJ}{Kg.K} \quad (\text{Cengel, 1996})$$

$$Temperatura \ ambiente \ (T_1) = 15^\circ C \rightarrow 288 \ K$$

Temperatura de operación (T_2) = 900°C → 1173 K

$$Q_{\text{paredes}} = m \times C_p \text{ de las paredes} \times (T_2 - T_1)$$
$$Q_{\text{paredes}} = 8 \text{ Kg} \times 1.05 \frac{\text{KJ}}{\text{Kg.K}} \times (1173 \text{ K} - 288 \text{ K})$$

$$Q_{\text{paredes}} = 7434 \text{ KJ}$$

- **Calor perdido en las paredes**

Conductividad térmica del material de la pared (K) = 0.19 $\frac{\text{W}}{\text{m.K}}$ (Cengel, 1996)

Factor de forma (f) = 0.022 m

Temperatura ambiente (T_1) = 15°C → 288 K

Temperatura de operación (T_2) = 900°C → 1173 K

$$Q_{\text{perdido paredes}} = K \times f \times (T_2 - T_1)$$
$$Q_{\text{perdido paredes}} = 0.19 \frac{\text{W}}{\text{m.K}} \times 0.022 \text{ m} \times (1173 \text{ K} - 288 \text{ K})$$

$$Q_{\text{perdido paredes}} = 3.6993 \text{ W}$$

$$Q_{\text{perdido paredes}} = 3.6993 \frac{\text{J}}{\text{s}} \times 3600 \text{ s}$$

$$Q_{\text{perdido paredes}} = 13317.48 \text{ J}$$

$$Q_{\text{perdido paredes}} = 13.31 \text{ KJ}$$

- **Calor perdido en aberturas**

$$Q_{\text{perdido aberturas}} = Q_{\text{radiado}} \times A_{ef}$$

$$Q_{\text{radiado}} = \text{calor radiado} \left(\frac{\text{KJ}}{\text{h.m}^2} \right)$$

A_{ef} = área total efectiva por donde se pierde calor = 0.034 m²

- **Calor Radiado**

$$Q_{radiado} = \sigma \times (T_2^4 - T_1^4)$$

$$\sigma = \text{constante de Stefan Boltzmann} = 5.67 \times 10^{-8} \left(\frac{W}{m^2 K^4}\right) \text{ (Cengel, 1996)}$$

$$Q_{radiado} = 5.67 \times 10^{-8} \left(\frac{W}{m^2 K^4}\right) \times ((1173 K)^4 - (288 K)^4)$$

$$Q_{radiado} = 106953.2614 \frac{W}{m^2}$$

$$Q_{perdido\ aberturas} = 106953.2614 \frac{W}{m^2} \times 0.034 m^2$$

$$Q_{perdido\ aberturas} = 3636.41 W$$

- **Calor total perdido**

$$Q_{total\ perdido} = Q_{perdido\ aberturas} + Q_{perdido\ paredes}$$

$$Q_{total\ perdido} = 3636.41 W + 3.6993 W$$

$$Q_{total\ perdido} = 3640.1093 W$$

4.4.7. Resultados del diseño de los equipos

4.4.7.1. Resultados del diseño del reactor 1

Tabla 35 - 4: Resultados del diseño del reactor 1.

REACTOR 1 (Preparación de muestra y lixiviación)		
Descripción	Valor	Unidad
Tipo de material usado	Acero SUS304 Diámetro = 25	mm
Volumen total	0.084	m ³
Diámetro interno	1	m
Diámetro externo	1.025	m
Longitud o altura	1.28	m
Altura óptima del liquido	1.025	m
TAPA DEL REACTOR		

Diámetro externo	1.11	m
Diámetro interno	1.00	m
Diámetro Válvula de alivio	0.023	m
Diámetro del visor	0.09	m
Diámetro del eje del impulsor	0.08	m
FONDO DEL REACTOR		
Válvula de desfogue de líquido		
Diámetro	0.08	m
Altura	0.10	m
Diámetro de Rejilla para la válvula 106 um	0.079	m
CHAQUETA DEL REACTOR		
Diámetro externo	1.125	m
Diámetro interno	1	m
Altura	1.03	m
Volumen	0.033	m ³
IMPULSOR TIPO RUSHTON		
Numero de paletas	5	-
Diámetro	0.34	m
Altura	0.34	m
Ancho de las paletas	0.068	m
Longitud de las paletas	0.085	m
Altura óptima del liquido	1.025	m
Volumen mínimo	0.093	m ³
MOTOR DEL IMPULSOR		
N _{re} mezcla	3378.95	Flujo laminar
Numero de potencia	4.5	-
Potencia	298.81	W
CANTIDAD DE CALOR		
Preparación de la muestra		
Q necesario para elevar la temperatura a 30 °C	2088.9	KJ
Cantidad de vapor	0.84	Kg
Flujo masico vapor	0.21	Kg/h
Lixiviación		
Q necesario para elevar la temperatura a 100 °C	12115.62	KJ
Cantidad de vapor	5.25	Kg
Flujo masico vapor	0.88	Kg/h

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

4.4.7.2. Resultados del diseño del reactor 2

Tabla 36 - 4: Resultados del diseño del reactor 2.

REACTOR 2 (Hidrólisis)		
Descripción	Valor	Unidad
Tipo de material usado	Acero SUS304 Diámetro = 25	mm
Volumen total	0.084	m ³
Diámetro interno	1	m
Diámetro externo	1.025	m
Longitud o altura	1.28	m
Altura óptima del líquido	1.025	m
TAPA DEL REACTOR		
Diámetro externo	1.11	m
Diámetro interno	1.00	m
Diámetro Válvula de alivio	0.023	m
Diámetro del visor	0.09	m
Diámetro del eje del impulsor	0.08	m
FONDO DEL REACTOR		
Válvula de desfogue de líquido		
Diámetro	0.08	m
Altura	0.10	m
Diámetro de Rejilla para la válvula 106 um	0.079	m
CHAQUETA DEL REACTOR		
Diámetro externo	1.125	m
Diámetro interno	1	m
Altura	1.03	m
Volumen	0.033	m ³
IMPULSOR TIPO RUSHTON		
Numero de paletas	5	-
Diámetro	0.34	m
Altura	0.34	m
Ancho de las paletas	0.068	m
Longitud de las paletas	0.085	m
Altura óptima del líquido	1.025	m
Volumen mínimo	0.093	m ³
MOTOR DEL IMPULSOR		
N _{re} mezcla	3378.95	Flujo laminar
Numero de potencia	4.5	-
Potencia	298.81	W

CANTIDAD DE CALOR		
Hidrólisis térmica		
Q necesario para elevar la temperatura a 95 °C	11419.32	KJ
Cantidad de vapor	4.91	Kg
Flujo masico vapor	1.63	Kg/h

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

4.4.7.3. Resultados del diseño del horno

Tabla 37 - 4: Resultados del diseño del horno.

HORNO (Calcinación)		
Descripción	Valor	Unidad
Ancho	1	m
Altura	1.10	m
Profundidad	0.80	m
Área	5.2	m ²
Resistencia térmica total	0.68	W
Potencia requerida para elevar a 900 °C	1301.47	W
Voltaje	220	V
Resistencia para la potencia requerida	37.18	Ω
 AISLANTE TÉRMICO		
Aislante Térmico	Lana de vidrio	-
Color	Blanco	-
Espesor	25	Mm
Uso continuo	1100	°C
Límite de uso	1260	°C
Punto de fusión	1760	°C
MORTERO REFRACTARIO		
Mortero Refractario	SUPER AFROFRAX	Húmedo de fraguado al aire de 1600 °C
CANTIDAD DE CALOR		
Q necesario para elevar la temperatura a 900 °C	106953.2614	W/m ²
Q total perdido	3640.10	W

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

CONCLUSIONES

- Mediante la caracterización de la materia prima se pudo determinar que las arenas ferrotitaníferas que provienen de la provincia de Esmeraldas, sector San Lorenzo, efectivamente contienen el mineral de titanio dentro de su composición, gracias al análisis químico de fluorescencia de rayos x se pudo determinar la composición de TiO_2 26.59% y Fe_2O_3 63.35% los mismos que pertenecen al mineral ilmenita, que es parte importante para la obtención de dióxido de titanio. La caracterización física se determinó a través de pruebas como el pH, conductividad eléctrica, densidad, etc. las mismas que fueron útiles para el diseño de los equipos.
- Se ejecutó las pruebas piloto a escala de laboratorio a distintas condiciones (tiempo y temperatura), mediante el método del cloro, que constas de 3 subprocesos, primero se realizó una lixiviación ácida con ácido clorhídrico, seguido de una hidrólisis térmica con hidróxido de amonio que es una base específica para la precipitación del titanio y por último la calcinación que tiene la función de cambiar la forma cristalina del dióxido de titanio específicamente del TiO_2 fase anatasa a TiO_2 fase rutilo de importancia industrial.
- Las pruebas piloto a escala de laboratorio determinaron las condiciones óptimas para cada uno de los subprocesos, el mineral de titanio ingresa a una lixiviación con ácido clorhídrico al 37%, a una temperatura de 100 °C, por 6 horas. El licor ácido se trató en la hidrolisis a 95 °C por 3 horas y por último la calcinación del producto a 900 °C por 1 hora. Las condiciones anteriormente mencionadas son las que se tomaron en cuenta para el diseño del reactor.
- El producto final se analizó mediante fluorescencia de rayos x, para verificar la pureza del TiO_2 alcanzada, obteniendo un 98.41% de pureza, con las mejores condiciones en cada subproceso.
- Se diseñó tres equipos para la obtención de TiO_2 , para la lixiviación se diseñó un reactor batch con chaqueta para vapor saturado, con capacidad para 70 litros y 25 kg de mineral de titanio, el mismo que tiene un impulsor de cinco paletas con una potencia de 298.81 W y una agitación constante de 250 rpm, para elevar la temperatura a 100 °C se necesita una energía de 12115.62 KJ y 5.25 Kg de vapor saturado. Para la hidrolisis se diseñó un reactor con las mismas características del reactor anterior, la diferencia radica en la cantidad de calor que se necesita para elevar a 95 °C que es 11419.32 KJ y una cantidad de vapor de 4.91 Kg. Y por último se

diseñó un horno tipo mufla para la calcinación con un área de 5.2 m^2 , que alcanza los $900 \text{ }^\circ\text{C}$ gracias a la potencia de 1301.47 W generado por resistencias eléctricas.

RECOMENDACIONES

- Realizar algún método de concentración del mineral de titanio previo al proceso del cloro para ver si los resultados de pureza del dióxido de titanio son más elevados.
- El uso elevado de ácido permite plantear la duda de una regeneración del ácido clorhídrico al finalizar los procesos, para que el impacto ambiental que genera este método disminuya. Se recomienda investigar una metodología para dicho problema.
- Debido al bajo rendimiento del producto obtenido en el presente trabajo de titulación, se recomienda revisar nuevos métodos, que permitan optimizar el proceso y mejorar los resultados obtenidos.
- Probar más variables (temperatura, cantidad de ácido, tiempo, cantidad e muestra), principalmente en los procesos de lixiviación e hidrólisis para ver si el rendimiento y pureza mejoran.
- Al momento del diseño de los equipos, probar con algún tipo de combustible, para alcanzar las temperaturas deseadas en los procesos de obtención y que el costo de producción disminuya.

GLOSARIO

Arenas Ferrotitaníferas: Conocidas como arenas negras o ferruginosas, que tienen una alta concentración de minerales en su composición como, ilmenita, rutilo, hematita, etc. Estas se acumulan a lo largo de las zonas costeras en todo el mundo. (Ferrando et al., 2003: p.16)

Ilmenita: La ilmenita de fórmula química FeTiO_3 , es un mineral de importancia económica a nivel mundial, presenta un color negro, brillo metálico, y en muchos casos presenta propiedades magnéticas. (Burastero, 1975).

Dióxido de titanio: Compuesto químico conocido comercialmente como pigmento blanco, es un sólido inorgánico insoluble en agua, pero completamente soluble en ácido sulfúrico caliente se produce de forma natural en muchas minas y zonas costeras. (Hernández, 2012: p.8; Castro, 2012: p.4)

Rutilo: El rutilo caracterizado por un brillo adamantino de color rojo, de fórmula química TiO_2 , es una de las estructuras más importantes del dióxido de titanio, se halla en granitos, pegmatitas, graníticas y en gran cantidad en arenas ferrotitaníferas. (Klein & Hurlbut, 1997: p.423-424; Cisneros, 2016)

Anatasa: la anatasa es la segunda estructura mineralógica más importante del titanio, esta al igual que el rutilo tiene una gran cantidad de titanio en su composición, se caracteriza por su brillo adamantino, insoluble en ácidos, y al tratarlo por encima de los $900\text{ }^\circ\text{C}$ se transforma en rutilo. (Flores, 2017: p. 11-12)

Brookita: la brookita es la tercera estructura mineralógica que tiene el dióxido de titanio, la diferencia más importante con las demás estructuras es el posicionamiento de los cristales en el espacio. Tiene un color pardo a gris, y brillo adamantino. (Flores, 2017: p. 12-13)

Método del cloruro: El método del cloruro tiene la función de extraer el dióxido de titanio de los minerales, principalmente del mineral ilmenita, este consta de tres subprocesos: a) lixiviación, b) hidrólisis y c) calcinación. (Hernández et al., 1993: p. 60-65)

Reactor químico: Es una unidad de proceso diseñada principalmente para que dentro de este ocurran varias reacciones químicas. (Santamaría, 1999: p. 16-17)

Reactor Discontinuo agitado: Es un reactor simple utilizado en varias industrias para que se dé una reacción química con una agitación constante. Caracterizado principalmente por no tener flujo de entrada y de salida. (Santamaría, 1999: p. 36 -38)

Difracción de rayos X: Es una técnica mineralógica utilizada para identificar las diferentes fases o estructuras cristalinas principalmente de los minerales. Esta identifica las estructuras mineralógicas gracias al espectro de difracción. (Loaiza, 2017)

Fluorescencia de rayos X: Es una técnica de análisis químico que consiste en analizar la radiación X generada por una muestra al ser irradiada con rayos X emitidos desde un tubo de rayos X. (Loaiza 2017)

BIBLIOGRAFÍA

ABAD, Isabel & VELILLA, Nicolas. “What is this material made of? An introduction to the use and interpretation of basic mineral characterization techniques”. *Revista Enseñanza de las ciencias de la Tierra*, Vol. 26, n° 3 (2018).’

AGUIRRE, Geovanny, et. al. Diseño, construcción y automatización de un horno eléctrico para el calentamiento de prepolymer y polyol en la elaboración de calzado Cass [En línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Escuela Politécnica del Ejercito. Ecuador. 2009. Disponible en: <https://repositorio.espe.edu.ec/bitstream/21000/8301/1/AC-ESPEL-EMI-0255.pdf>

AGUIRRE, Leonardo. Separación hidrometalúrgica del óxido de titanio asociado con magnetita en las arenas negras [En Línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Escuela Superior Politécnica del Litoral. Guayaquil, Ecuador. 1996. [Consulta: 2020-04-28]. Disponible en: <http://www.dspace.espol.edu.ec/xmlui/bitstream/handle/123456789/3345/5867.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

ASTURNATURA. *Ilmenita* [Blog]. [Consulta: 28 septiembre 2020]. Disponible en: <https://www.asturnatura.com/mineral/ilmenita/728.html>

ASTURNATURA. *Hematita* [Blog]. [Consulta: 28 septiembre 2020]. Disponible en: <https://www.asturnatura.com/mineral/hematites/716.html>

ASTURNATURA. *Magnetita* [Blog]. [Consulta: 28 septiembre 2020]. Disponible en: <https://www.asturnatura.com/mineral/magnetita/883.html>

BABA, Alafara, et al. “Dissolution kinetics and leaching of rutile ore in hydrochloric acid”. *Journal of minerals & materials characterization & engineering*, Vol. 8, N° 10 (2009), (Estados Unidos) pp. 787-801.

BAÑUELOS, Misael, et. al. *Determinación del contenido de materia orgánica de un suelo.* Universidad de Burgos. 2020.

BURASTERO, J. *Rutilo Sintético* [En línea]. Pando-Uruguay: Centro de Investigaciones Tecnológicas, 1975. [Consulta: 28 abril 2020]. Disponible en: https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/44/054/44054135.pdf

CAMEO. *Conservation and art materials encyclopedia online* [blog] [Consulta: 2 junio 2020]. Disponible en: http://cameo.mfa.org/wiki/Titanium_dioxide

CASTRO, Gustavo. “¿Que es el titanio? Su extracción en Chiapas y Guatemala”. *El Escaramujo*, n° 28 (2012), (México).

CENGEL, Y. A. *Transferencia de calor y masa*. (TERCERA ED, Vol. 18; M.-H. Interamericana, ed.). (1996).

CHUQUIRIMA RAMOS, Maritza Gabriela, & CORTEZ CHULDE, Lenin Patricio. Estudio y obtención de metal de hierro a partir de arenas ferruginosas [En línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador. 2014. [Consulta: 2020-04-28]. Disponible en: <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/7296/1/CD-5430.pdf>

CISNEROS, Fernando, et. al. *Síntesis de nanopartículas de titanio*. Universidad Iberoamericana León, 2016. [Consulta: 20 agosto 2020]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/311107722_Sintesis_Nanoparticulas/figures?lo=1

CORONEL, Julio. Diseño y construcción de un reactor tipo batch para el laboratorio de operaciones unitarias de la Facultad de Ciencias Ambientales de la Universidad Internacional SEK [En línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Universidad Internacional SEK. 2014.

ERAZO, Pablo; VIZUETE Ricardo. Diseño y construcción de una mezcladora tipo industrial para la elaboración de vino de frutas con capacidad de 2000 litros. [En línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Escuela Politécnica Nacional, 2011. Disponible en: <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/2754/1/CD-3418.pdf>

FEIJOÓ, Mónica. Caracterización de los materiales del Distrito Minero Nambija por Fluorescencia de rayos X [En línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Universidad Técnica Particular de Loja. 2016. Disponible en: <http://dspace.utpl.edu.ec/xmlui/bitstream/handle/123456789/13549/Feijoo%20Alvarez%2C%20Monica%20Patricia.pdf?sequence=3&isAllowed=y>

FERRANDO, Lorenzo, et al. “Evaluación de reservas de arenas negras en aguas dulces, departamento de Rocha, Uruguay”. *Revista de la sociedad uruguaya de geología*, Vol. 3, n° 10 (2003), (Uruguay).

FDMINERALES. *Brookita* [blog]. [Consulta: 14 septiembre 2020]. Disponible en: <https://www.fDMINERALS.es/2018/05/12/brookita/>

FIGUEROA, Yorky. *Colección de rocas y minerales* [blog]. España. [Consulta: 14 septiembre 2020]. Disponible en: <https://minerales.webnode.es/anatasa/>

FILIPPOU, Dimitrios; HUDON, Guillaume. “Iron removal and recovery in the Titanium dioxide feedstock and pigment industries”. *Overview* [En línea], 2009, 61(10), pp. 36-42. [Consulta: 15 septiembre 2020]. Doi: 10.1007/s11837-009-0150-3

FOGLER, Scott. *Elementos de ingeniería de las reacciones químicas*. Tercera edición. México: Prentice-Hall, 1999.

FLORES BUSTAMANTE, Alexandra Isabel. Arenas ferrotitaníferas de la Isla de Portet, Esmeraldas, como fuente de obtención de dióxido de titanio (TiO₂) [En línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Universidad Técnica Particular de Loja, Loja, Ecuador. 2017. [Consulta: 2020-04-28]. Disponible en: <http://dspace.utpl.edu.ec/bitstream/123456789/19719/1/Flores%20Bustamante%2c%20Alexandra%20Elizabeth.pdf>

GONZÁLEZ, Maria. Estandarización de las metodologías para el análisis de ph, alcalinidad y turbidez en muestras de agua potable en el laboratorio de la asociación municipal de acueductos comunitarios de dosquebradas (amac) [En línea] (Trabajo de titulación). (Tecnología) Universidad Tecnológica de Pereira. 2015. Disponible en: <https://core.ac.uk/download/pdf/71398369.pdf>

GONZÁLEZ, Sonia, & PINTO Katrin. Incidencia de la radiación solar, rayos UV y temperatura, en el crecimiento de coliformes totales y fecales en arena de Playa Puerto Mocho en la ciudad de Barranquilla (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Universidad de la Costa, Colombia. 2018.

GUTIÉRREZ, José. Aplicaciones médicas y efectos tóxicos de nanopartículas de ZnO, TiO₂, Ag y nanotubos de carbono (Trabajo de titulación) (Doctorado). [En línea] Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Facultad de Ciencias. 2013. [Consulta: 14 septiembre 2020]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/269113154_APLICACIONES_MEDICAS_Y_EFECTOS_TOXICOS_DE_NANOPARTICULAS_DE_ZnO_TiO2_Ag_Y_NANOTUBOS_DE_CARBONO/figures?lo=1&utm_source=google&utm_medium=organic

HERNÁNDEZ GARCÍA, Borja. Diseño de una planta de producción de 90000 toneladas/año de dióxido de titanio [En Línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Universidad de Valladolid, Valladolid, España. 2012. [Consulta: 2020-06-01]. Disponible en: <https://uvadoc.uva.es/bitstream/10324/2947/1/PFC-P-57.pdf>

HERNÁNDEZ, Pedro, et al. “Estudio experimental para la obtención de dióxido de titanio a partir de ilmenita vía ácido clorhídrico”. *Revista Colombiana de Química*. Vol. 22. n° 4 (1993), (Colombia).

HERNÁNDEZ, Yusdel. Diseño de un horno mufla para la fusión de aleaciones Ni-Co con fines estomatológicos. Cuba: Cujae, 2016.

HUAMÁN, Flora, et al. “Caracterización preliminar de residuos de minería aluvial en la región Madre de Dios – Perú”. *Revista Cubana de Química*. Vol.32. n° 2 (2020), (Perú).

HURLBUT, Cornelius. *Manual de mineralogía*. 2da Edición. Barcelona: Reverté, 1960.

INGARAMO, O., et al. “General soil properties characterization in an experimental plot with different management systems”. Vol. 32. (2007), (Coruña). Disponible en: <https://core.ac.uk/download/pdf/61899162.pdf>

KLEIN, Cornelis; & HURLBUT, Cornelius. *Manual de mineralogía*. 21st. edición. New York, Estados Unidos. John Wiley & Sons 1999.

KLEIN, Cornelis; & HURLBUT, Cornelius. *Manual de mineralogía*. Cuarta edición. Mollet del Vallés, Barcelona, España. REVERTÉ, S.A. 1997.

MINERÍA EN LÍNEA. *Ilmenita* [Blog]. [Consulta: 04 junio 2020]. Disponible en: https://mineriaenlinea.com/rocas_y_minerales/ilmenita/

MINERÍA EN LÍNEA. *Hematita* [Blog]. [Consulta: 05 junio 2020]. Disponible en: https://mineriaenlinea.com/amp/rocas_y_minerales/hematita/

MINERÍA EN LÍNEA. *Rutilo* [Blog]. [Consulta: 05 junio 2020]. Disponible en: https://mineriaenlinea.com/rocas_y_minerales/rutilo/

LEVENSPIEL, Octave. *Ingeniería de las reacciones químicas*. Segunda edición. New York, Estados Unidos: Reverté S.A., 1986.

LEVENSPIEL, Octave. *Ingeniería de las reacciones químicas*. Tercera edición. México: Limusa Wiley, 2004.

LOAIZA GÓMEZ, Denessi Lizbeth. Obtención de dióxido de titanio (TiO_2), a partir de ilmenita (FeTiO_3), presente en arenas ferrotitaníferas provenientes del sector Congüime, cantón Paquisha, provincia de Zamora Chinchipe [En línea] (Tesis). (Ingeniería) Universidad Técnica Particular de Loja. Loja (Ecuador). 2017. [Consulta: 08 de septiembre de 2020].

LÓPEZ, I.; & BORZACCONI, L. *Introducción al diseño de reactores*. 2009. [Consulta: 19 septiembre 2020].

MAZUELAS, Ángel. *Caracterización por difracción de rayos X de heteroestructuras de semiconductores III-V: Aplicación al diseño de superredes tensadas para epitaxias de Ga As – Si* (Tesis). (Ingeniería) Universidad Complutense de Madrid. Madrid (España).2002.

MONGE, Reinaldo. *Contribución al estudio de las arenas negras magnéticas de Costa Rica* [En línea] (Tesis). (Ingeniería) Universidad de Costa Rica. Costa Rica. 1965.

MUR GIL, Javier Francisco, et al. *Aleaciones ligeras*. Primera edición. Universidad Politécnica de Catalunya, Barcelona-España: Edicions UPC, 2001, pp. 53-59.

PÉREZ DEL PINO, Ángel. Coloración del titanio mediante tratamiento superficial de oxidación con láser [En línea] (Trabajo de titulación). (Doctoral) Universidad de Barcelona, Barcelona, España. 2003. [Consulta: 6 junio 2020]. Disponible en: <https://www.tesisenred.net/handle/10803/1767#page=1>

PERRY, R. *Manual del ingeniero* (Cuarta edi; McGRAW-HILL, ed.). (1993). Retrieved from https://discovery.upc.edu/iii/encore/record/C__Rb1037499__Sventilacion minas__Ff%3Afacetmediatype%3Aa%3Aa%3Allibre%3A%3A__Orightresult__U

POPPE, L. et al. *A Laboratory Manual for X-Ray Powder Diffraction*. (2002).

RABBIA, Osvaldo; & HERNÁNDEZ, Laura. “Mineral chemistry and potential applications of natural-multi-doped hydrothermal rutile from porphyry copper deposits”. *Rutile: properties, synthesis and applications* [En línea], 2012, (Chile), pp. 209-224. [Consulta: 5 junio 2020]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/232731334_In_Rutile_Properties_Synthesis_and_Applications_RUTILE_AS_SUPERACID_CATALYSTS_PREPARATION_MORPHOLOGY_AND_CATALYTIC_ACTIVITY

RUBIO, Ana. La densidad aparente en suelos forestales del parque natural los Alcornocales [En Línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Universidad de Sevilla. 2010. Disponible en: <https://digital.csic.es/bitstream/10261/57951/1/La%20densidad%20aparente%20en%20suelos%20forestales%20.pdf>

SAA ORELLANA, Ana. Estudio de la concentración natural y artificial de arenas negras en Villamil-Playas [En Línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Escuela Superior: Politécnica del Litoral, Guayaquil, Ecuador. 1988. [Consulta: 2020-05-04]. Disponible en: <http://www.dspace.espol.edu.ec/xmlui/bitstream/handle/123456789/3398/5921.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

SANTAMARÍA, Jesús; et al. *Ingeniería de reactores*. Madrid, España: Síntesis, 1999.

SOLEDISPA, Bolívar; VILLACRÉS, Johnny. “Estudio composicional de las arenas ferrotitaníferas del sector comprendido entre el estero data de Posorja y el Monasterio de Santa Teresa, Provincia del Guayas, Ecuador”. *Acta Oceanográfica del Pacífico* [En línea], 1990, (Ecuador) 6(1). [Consulta: 5 mayo 2020]. Disponible en: <https://www.inocar.mil.ec/web/index.php/publicaciones/actas-oceanograficas/file/81-estudio->

composicional-de-las-arenas-ferrotitaníferas-del-sector-comprendido-entre-el-estero-data-de-
posorja-y-el-monasterio-de-santa-teresa-provincia-del-guayas-ecuador

SUÁREZ, Alex. Diseño de una aplicación informática para la titulación conductimétrica [En Línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Universidad Central del Ecuador. 2017. Disponible en: <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/11536/1/T-UCE-0017-0032-2017.pdf>

TAO, Tao; et al. “TiO₂ nanoparticles prepared by hydrochloric acid leaching of mechanically activated and carbothermic reduced ilmenite”. *Science Press* [en línea], 2011, (China), pp.1-5. [Consulta: 9 de septiembre de 2020].

TRUJILLO REGALADO, Daniel Antonio. Desarrollo de un proceso de recuperación de dióxido de titanio a partir de la ilmenita presente en las arenas ferrotitaníferas de la zona Mompiche [En línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador. 2015. [Consulta: 2020-04-28]. Disponible en: <https://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/10597/1/CD-6275.pdf>

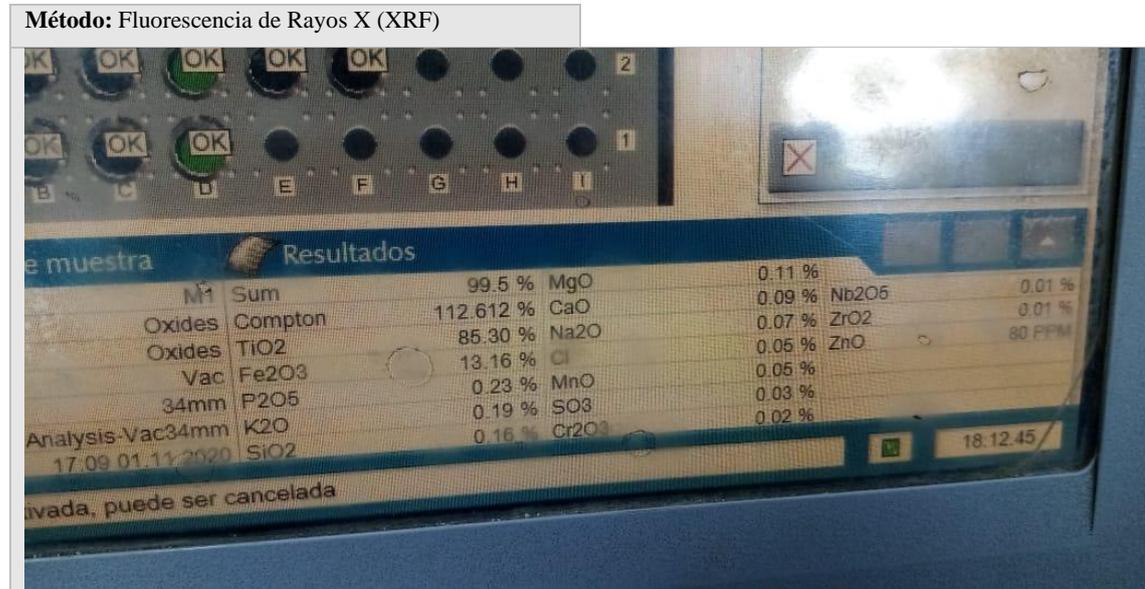
VIAN, Ángel & OCÓN, Joaquín. *Elementos de Ingeniería Química*. España: Aguilar, 1976.

WEBEXHIBITS. *Pigments through the ages* [blog] [Consulta: 2 junio 2020]. Disponible en: <http://www.webexhibits.org/pigments/indiv/technical/tiwhite.html>

ZAMORA, Linda. Caracterización geológica-minerográfica de las arenas ferro-titaníferas (fe-ti) y de sus fuentes de aporte en el sector de las peñas hasta playa de molina (cantón eloy alfarero - provincia de esmeraldas) [En línea] (Trabajo de titulación). (Ingeniería) Universidad de Guayaquil. 2018. Disponible en: <http://repositorio.ug.edu.ec/bitstream/redug/34200/1/TESIS%20LINDA%20ZAMORA%20CASTILLO.pdf>

ANEXOS

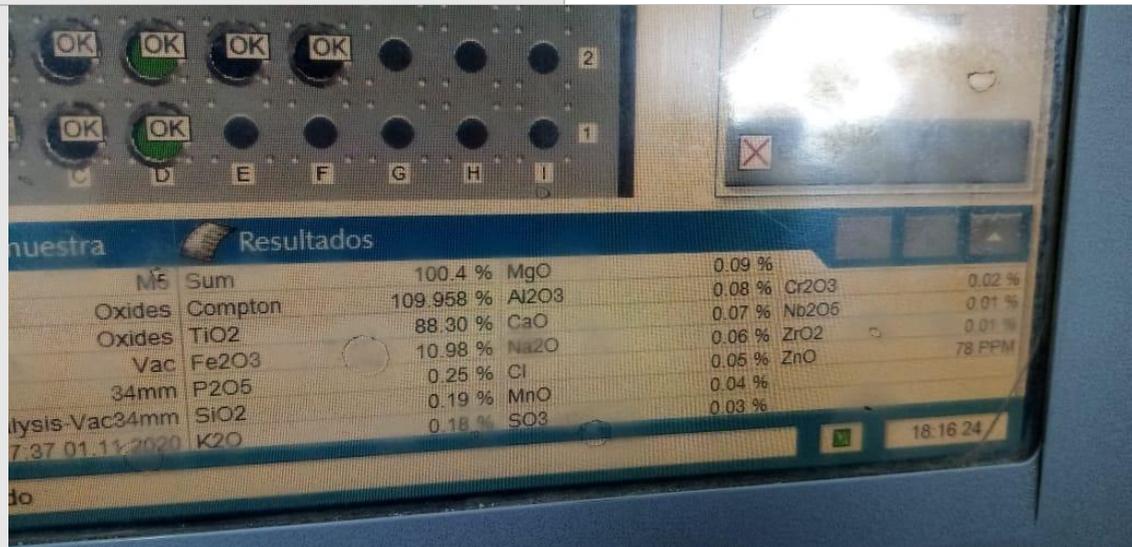
ANEXO A: Resultados de FRX de la M1



Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO B: Resultados de FRX de la M2

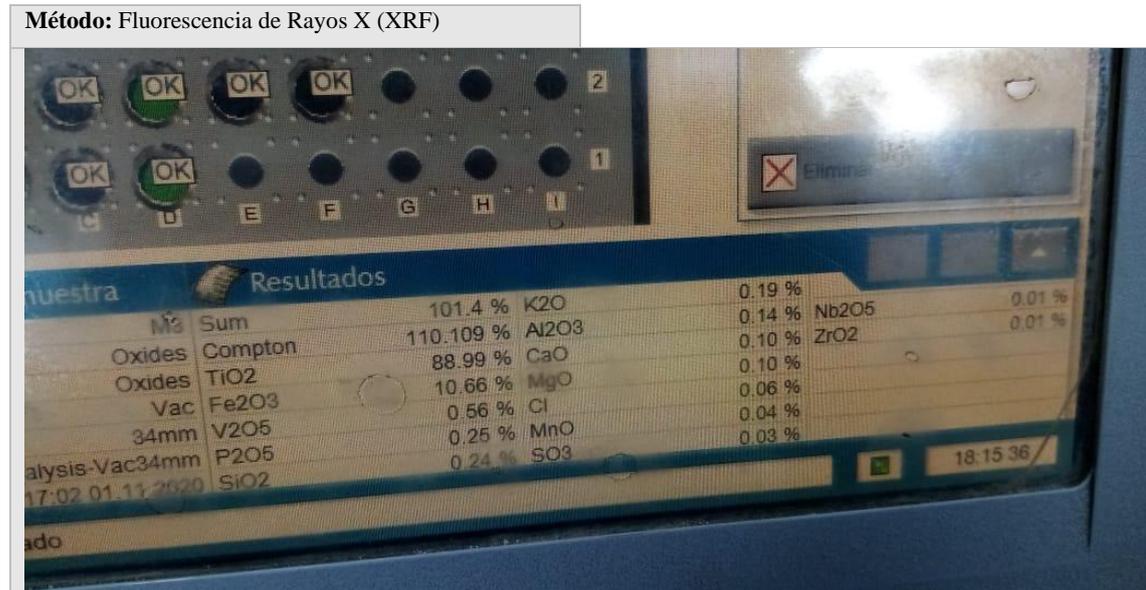
Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	88.30 %	Cl	0.05 %
Fe₂O₃	10.98 %	MnO	0.04 %
P₂O₅	0.25 %	SO₃	0.03 %
K₂O	0.19 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.18 %	Nb₂O₅	0.01 %
MgO	0.09 %	ZrO₂	0.01 %
CaO	0.07 %	ZnO	78 ppm
Na₂O	0.06 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO C: Resultados de FRX de la M3



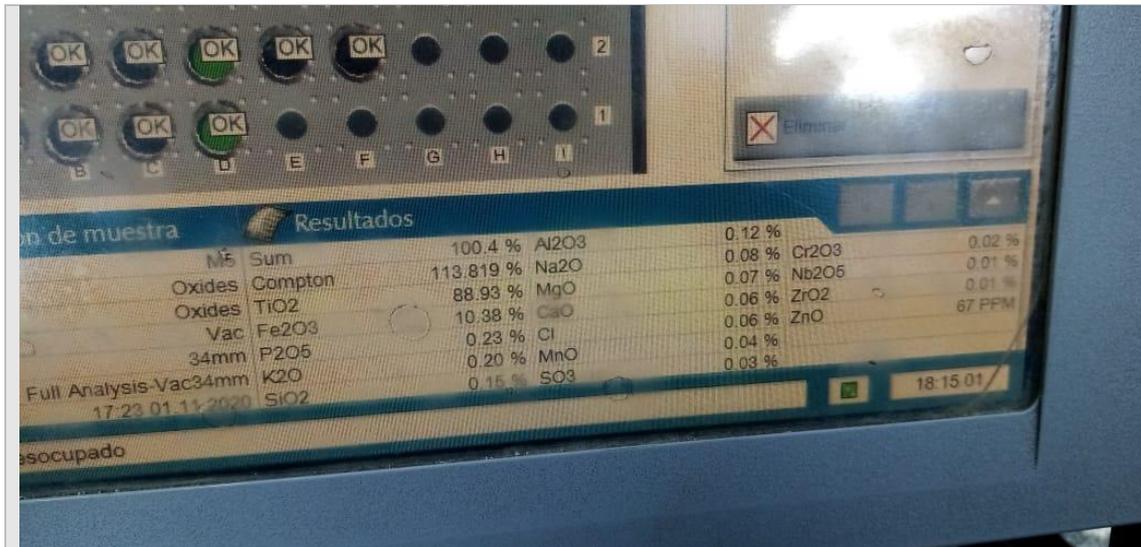
Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO D: Resultados de FRX de la M4

Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO ₂	87.90 %	Cl	0.05 %
Fe ₂ O ₃	11.91 %	MnO	0.06 %
P ₂ O ₅	0.21 %	SO ₃	0.03 %
K ₂ O	0.20 %	Cr ₂ O ₃	0.02 %
SiO ₂	0.17 %	Nb ₂ O ₅	0.01 %
MgO	0.10 %	ZrO ₂	0.01 %
CaO	0.06 %	ZnO	76 ppm
Na ₂ O	0.06 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO E: Resultados de FRX de la M5



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	88.93 %	Cl	0.06 %
Fe₂O₃	10.38 %	MnO	0.04 %
P₂O₅	0.23 %	SO₃	0.03 %
K₂O	0.20 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.15 %	Nb₂O₅	0.01 %
MgO	0.07 %	ZrO₂	0.01 %
CaO	0.06 %	ZnO	67 ppm
Na₂O	0.08 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO F: Resultados de FRX de la M6

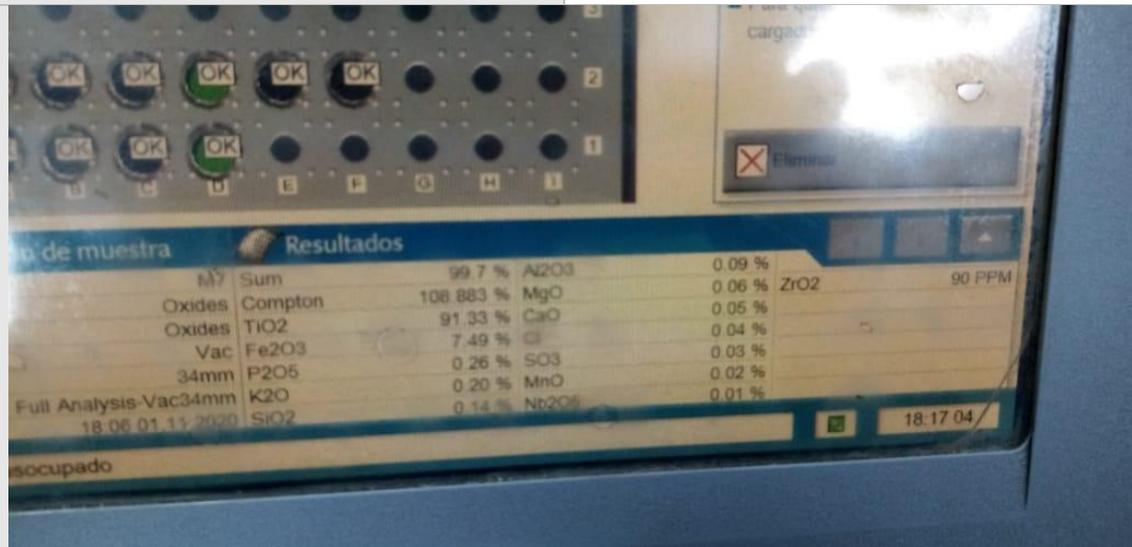


Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	90.15 %	Cl	0.05 %
Fe₂O₃	8.80 %	MnO	0.03 %
P₂O₅	0.24 %	SO₃	0.03 %
K₂O	0.20 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.15 %	Nb₂O₅	0.01 %
MgO	0.07 %	ZrO₂	0.01 %
CaO	0.07 %	ZnO	59 ppm
Na₂O	0.05 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO F: Resultados de FRX de la M7

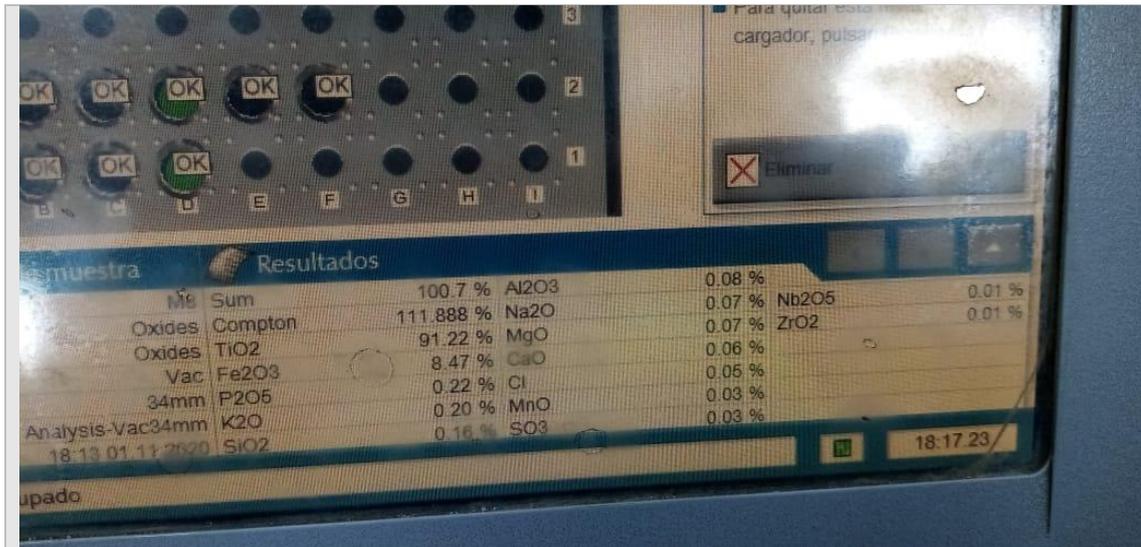
Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	91.33 %	Cl	0.04 %
Fe₂O₃	7.49 %	MnO	0.02 %
P₂O₅	0.26 %	SO₃	0.03 %
K₂O	0.20 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.14 %	Nb₂O₅	0.01 %
MgO	0.06 %	ZrO₂	0.01 %
CaO	0.05 %	ZnO	90 ppm
Na₂O	0.06 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO G: Resultados de FRX de la M8



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO ₂	91.22 %	Cl	0.05 %
Fe ₂ O ₃	8.47 %	MnO	0.03 %
P ₂ O ₅	0.22 %	SO ₃	0.03 %
K ₂ O	0.20 %	Cr ₂ O ₃	0.02 %
SiO ₂	0.16 %	Nb ₂ O ₅	0.01 %
MgO	0.07 %	ZrO ₂	0.01 %
CaO	0.06 %	ZnO	-
Na ₂ O	0.07 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO H: Resultados de FRX de la M9

Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	90.90 %	Cl	0.04 %
Fe₂O₃	8.54 %	MnO	0.03 %
P₂O₅	0.26 %	SO₃	0.03 %
K₂O	0.20 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.16 %	Nb₂O₅	0.01 %
MgO	0.07 %	ZrO₂	0.01 %
CaO	0.07 %	ZnO	-
Na₂O	0.06 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO I: Resultados de FRX de la M10

Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	90.68 %	Cl	0.04 %
Fe₂O₃	8.65 %	MnO	0.04 %
P₂O₅	0.25 %	SO₃	0.03 %
K₂O	0.20 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.19 %	Nb₂O₅	0.01 %
MgO	0.09 %	ZrO₂	0.01 %
CaO	0.10 %	V₂O₅	0.60 %
Na₂O	0.07 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO J: Resultados de FRX de la M11

Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)

Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
M11 Sum	100.2 %	Al2O3	0.12 %
Oxides Compton	110.247 %	MgO	0.08 %
Oxides TiO2	89.29 %	CaO	0.08 %
Vac Fe2O3	9.89 %	Cl	0.05 %
34mm P2O5	0.23 %	MnO	0.04 %
Analysis-vac34mm K2O	0.21 %	SO3	0.02 %
18:34 01 11 2020 SiO2	0.18 %	Nb2O5	0.01 %
		ZrO2	0.01 %
		ZnO	48 PPM
		MoO3	34 PPM
		CoO	24 PPM

Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO ₂	89.29 %	Cl	0.05 %
Fe ₂ O ₃	9.89 %	MnO	0.04 %
P ₂ O ₅	0.23 %	SO ₃	0.02 %
K ₂ O	0.21 %	Cr ₂ O ₃	0.02 %
SiO ₂	0.18 %	Nb ₂ O ₅	0.01 %
MgO	0.08 %	ZrO ₂	0.01 %
CaO	0.08 %	V ₂ O ₅	24 ppm
Na ₂ O	0.07 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO K: Resultados de FRX de la M12

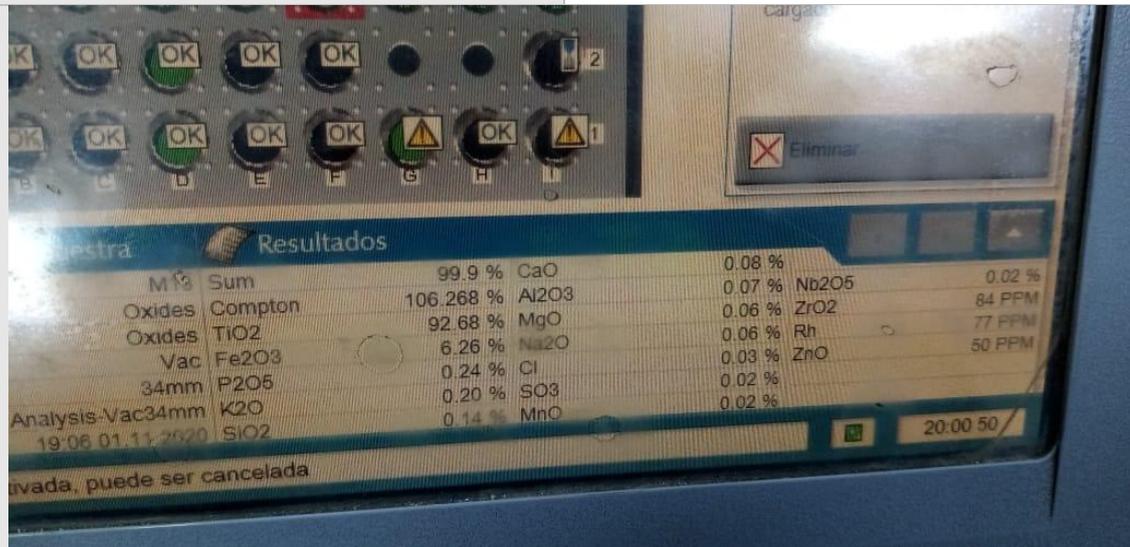
Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)

Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO ₂	90.82 %	Cl	0.04 %
Fe ₂ O ₃	9.29 %	MnO	0.03 %
P ₂ O ₅	0.25 %	SO ₃	0.03 %
K ₂ O	0.20 %	Cr ₂ O ₃	0.02 %
SiO ₂	0.16 %	Nb ₂ O ₅	0.01 %
MgO	0.09 %	ZrO ₂	98 ppm
CaO	0.07 %	CoO	23 ppm

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO L: Resultados de FRX de la M13

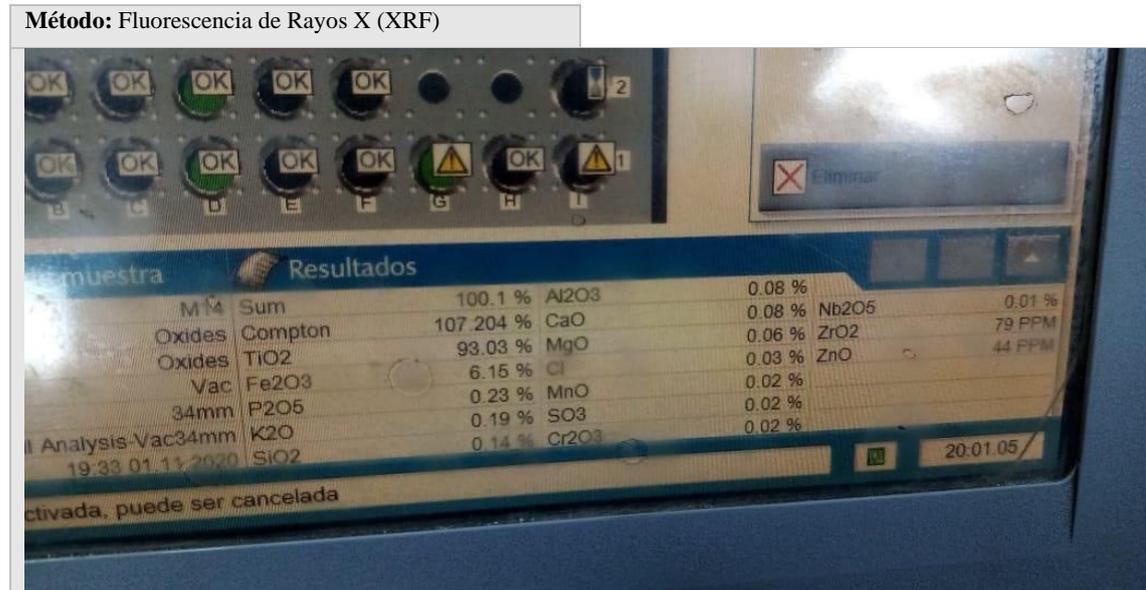
Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	92.68 %	Cl	0.03 %
Fe₂O₃	6.26 %	MnO	0.04 %
P₂O₅	0.24 %	SO₃	0.02 %
K₂O	0.20 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.14 %	Nb₂O₅	0.02 %
MgO	0.06 %	ZrO₂	84 ppm
CaO	0.08 %	ZnO	50 ppm
Na₂O	0.06 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO M: Resultados de FRX de la M14

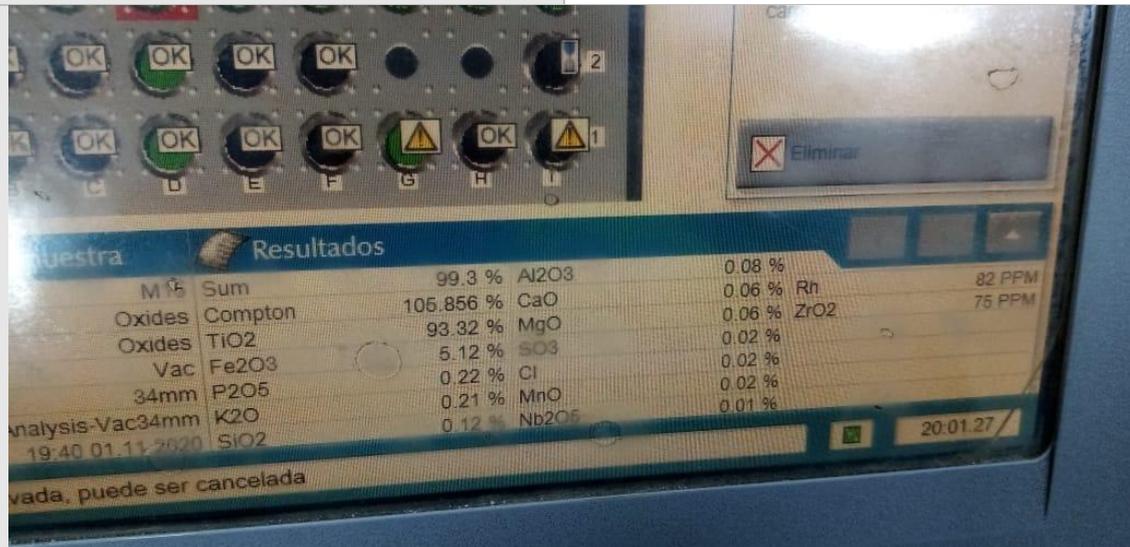


Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	93.03 %	Cl	0.03 %
Fe₂O₃	6.15 %	MnO	0.02 %
P₂O₅	0.23 %	SO₃	0.02 %
K₂O	0.19 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.14 %	Nb₂O₅	0.01 %
MgO	0.06 %	ZrO₂	79 ppm
CaO	0.08 %	ZnO	44 ppm
Na₂O	0.06 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO N: Resultados de FRX de la M15

Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO₂	93.32 %	Cl	0.02 %
Fe₂O₃	5.12 %	MnO	0.02 %
P₂O₅	0.22 %	SO₃	0.02 %
K₂O	0.21 %	Cr₂O₃	0.02 %
SiO₂	0.12 %	Nb₂O₅	0.01 %
MgO	0.06 %	ZrO₂	75 ppm
CaO	0.06 %	ZnO	-
Na₂O	0.06 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO O: Resultados de FRX de la M16

Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)

Identificación de muestra		Resultados	
M16	Sum	100.3 %	Al2O3 0.04 %
Oxides	Compton	103.199 %	SO3 0.03 %
Oxides	TiO2	98.20 %	Nb2O5 0.02 %
Vac	Fe2O3	1.54 %	Cl 0.01 %
34mm	P2O5	0.24 %	ZrO2 52 PPM
Full Analysis-Vac34mm	K2O	0.21 %	
19:46 01.11.2020	CaO	0.04 %	

Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO ₂	98.20 %	Cl	0.01 %
Fe ₂ O ₃	1.54 %	ZrO ₂	52 ppm
P ₂ O ₅	0.24 %		
K ₂ O	0.21 %		
CaO	0.04 %		
Al ₂ O ₃	0.04 %		
SO ₃	0.03 %		
Nb ₂ O ₅	0.02 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO P: Resultados de FRX de la M17

Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)



Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO ₂	98.82 %	Cl	0.01 %
Fe ₂ O ₃	1.34 %	ZrO ₂	33 ppm
P ₂ O ₅	0.22 %		
K ₂ O	0.22 %		
CaO	0.04 %		
Al ₂ O ₃	0.04 %		
SO ₃	0.02 %		
Nb ₂ O ₅	0.02 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.

ANEXO Q: Resultados de FRX de la M18

Método: Fluorescencia de Rayos X (XRF)

Nombre de muestra		Resultados			
M18	Sum	99.7 %	CaO	0.06 %	
Oxides	Compton	100.845 %	MgO	0.03 %	
Oxides	TiO2	98.25 %	SO3	0.02 %	
Vac	Fe2O3	0.85 %	Nb2O5		
34mm	P2O5	0.23 %	ZrO2	36 PPM	
Full Analysis-Vac34mm	K2O	0.21 %	CeO2	7 PPM	
20:12 01.11.2020	SiO2	0.07 %			

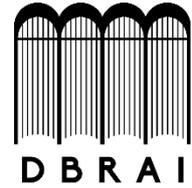
Cal activada, puede ser cancelada

Componentes	Porcentaje	Componentes	Porcentaje
TiO ₂	98.25 %	Cl	0.01 %
Fe ₂ O ₃	0.85 %	ZrO ₂	36 ppm
P ₂ O ₅	0.23 %	CeO ₂	7 ppm
K ₂ O	0.21 %		
CaO	0.06 %		
Al ₂ O ₃	0.04 %		
SO ₃	0.02 %		
Nb ₂ O ₅	0.02 %		

Realizado por: Guerrero, D. 2020.



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE
CHIMBORAZO**



**DIRECCIÓN DE BIBLIOTECAS Y RECURSOS
PARA EL APRENDIZAJE Y LA INVESTIGACIÓN**

UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS
REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 29 / 01 / 2021

INFORMACIÓN DEL AUTOR	
Nombres – Apellidos: DIEGO FABRICIO GUERRERO BONILLA	
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL	
Facultad: CIENCIAS	
Carrera: INGENIERÍA QUÍMICA	
Título a optar: INGENIERO QUÍMICO	
f. Analista de Biblioteca responsable:	

