

36 2ci



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

" PROCESO DE PURIFICACION DEL CLORURO DE POTASIO GRADO FERTILIZANTE "

T E S I S  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
Q U I M I C O  
P R E S E N T A :  
SILVIA PONCE SEGURA

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

MEXICO, D. F.

1990



EXAMENES PROFESIONALES  
FAC. DE QUIMICA



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## I N D I C E

CAPITULO I	INTRODUCCION
CAPITULO II	GENERALIDADES
CAPITULO III	MATERIALES Y METODOS
CAPITULO IV	PARTE EXPERIMENTAL
CAPITULO V	RESULTADOS
CAPITULO VI	DISCUSION
CAPITULO VII	CONCLUSION
CAPITULO VIII	BIBLIOGRAFIA

**C A P I T U L O I**

**I N T R O D U C C I O N**

El presente trabajo tiene como objetivo principal encontrar un proceso por el cual se pueda obtener cloruro de potasio de pureza no menor del 99.0% para su uso en las industrias alimentaria, farmacéutica, fotográfica y también como reactivo analítico debido a que en la actualidad, el cloruro de potasio que se utiliza en estas industrias es de importación.

El cloruro de potasio grado fertilizante también se importa porque, desafortunadamente, México no cuenta con fuentes naturales abundantes de este mineral, sin embargo, se justifica su importación por su bajo precio y así puede servir de materia prima para otras industrias, una vez purificado.

Actualmente, el valor internacional del cloruro de potasio grado fertilizante oscila entre 110 y 115 Dls., por tonelada por lo que se estima que el costo por Kg., es de \$300.00. En contraste, el precio de venta en el mercado local del cloruro de potasio grado analítico, oscila entre \$65,000.00 y \$70,000.00 el Kg.

De ahí que se justifique el estudio de un proceso sencillo y costeable para su purificación.

## CAPITULO II

### GENERALIDADES

El potasio es el séptimo elemento más abundante en la corteza terrestre, aproximadamente igual que el sodio, los compuestos de potasio existen en todas partes del mundo. Sin embargo, desde hace mucho el uso del potasio ha sido como fertilizante, este uso afecta fuertemente su costo. De este modo, la explotación comercial es rentable solamente en limitada parte de la superficie terrestre.

A continuación se listan los lugares donde existen los depósitos más importantes de minerales de potasio:

U.<sup>o</sup>S.S.

Canadá

Alemania Occidental

Alemania Oriental

Israel y Jordania (Mar Muerto)

Estados Unidos de Norteamérica

Francia

España

Inglaterra

Polonia

El noventa por ciento del potasio se obtiene de fuentes naturales como cloruro de potasio, y es de este compuesto del que casi todos sus derivados se obtienen.

Parte de la producción comercial del cloruro de potasio proviene de lagos salados, pero principalmente se obtiene de yacimientos de minerales sólidos. Existen abundantes minerales de potasio, pero los más importantes, por su contenido en cloruro de potasio, son:

MINERAL	COMPOSICION
Silvita	KCl
Silvinita	KCl·NaCl
Carnalita	KCl·MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O

Estos minerales comunmente se encuentran en depósitos salinos, en capas, las cuales son presumiblemente de origen marino.

La extracción y explotación industrial de las sales potásicas es muy distinta en los lagos salados y en los yacimientos de sales sólidas.

La obtención rentable de las sales potásicas de las salmueras requiere conocimiento profundo de su composición y de los diagramas de solubilidad. La recuperación de subproductos valiosos mejora la economía de los procesos.

Por otra parte las reservas subterráneas de sales potásicas son difíciles de encontrar y su prospección exige grandes gastos.

La composición de los minerales es muy variable y su elaboración industrial se basa también en el estudio de los diagramas de solubilidad correspondientes.

En los lagos salados, las salmueras más concentradas se en-

cuentran en la parte más profunda, por ello se extraen, con bombas, desde unos pocos metros del fondo, y se envían a la instalación industrial.

La salmuera entrante se concentra en evaporadores, separándose las sales sódicas, principalmente cloruro de sodio, aprovechando su escaso aumento de solubilidad en caliente.

El líquido concentrado caliente, sale de los evaporadores con densidad bien controlada, se clarifica y se enfría, por medio de una rápida evaporación final, al vacío. De esta forma cristaliza el cloruro de potasio, que se centrifuga, se lava y se seca. El producto es el cloruro de potasio, de calidad fertilizante, que suele garantizarse al 62.0% de  $K_2O$ .

Las aguas madres de la cristalización del cloruro de potasio sirven para obtener subproductos, principalmente tetrahidrato sódico decahidratado y bromuros.

En el Mar Muerto y en el Searles Lake la evaporación se realiza en grandes balsas, donde la salmuera circula por gravedad, aprovechándose el calor solar y la atmósfera seca. A medida que la salmuera avanza, por la serie de balsas, se separan diferentes sales. Un conocimiento perfecto de los diagramas de solubilidad permite conducir la cristalización de la manera más conveniente, obteniéndose el mayor rendimiento en cloruro de potasio y recuperándose los subproductos valiosos.

## OSTENCION DE CLORURO DE POTASIO A PARTIR DE MINERALES

El proceso más extendido consiste en la disolución de los minerales, en caliente, y posterior cristalización del cloruro de potasio en frío; las condiciones operativas se basan en los datos de solubilidad del sistema. La utilización de altas temperaturas y el enfriamiento posterior exigen gran cantidad de combustible y refrigeración, a pesar de un cuidadoso sistema de recuperación del calor.

La extracción del cloruro de potasio de la Silvinita se basa en las diferencias de solubilidad del cloruro de sodio y potasio en frío y en caliente. La solubilidad del cloruro de sodio permanece casi constante con la temperatura, mientras que la del cloruro de potasio aumenta más.

El primer paso del proceso es la trituración del mineral, para facilitar la disolución del cloruro de potasio. Luego, la salmuera, saturada en frío, se calienta a 100°C y de ella se extrae el mineral. El cloruro de sodio queda en su mayor parte sin disolver y el cloruro de potasio se disuelve hasta saturación a 100°C. La salmuera, entonces, se clarifica y se enfría, separándose así los cristales de cloruro de potasio. La salmuera se utiliza para iniciar un nuevo proceso y cuando se satura en subproductos aprovechables (bórax, bromuros), se envía a las instalaciones de recuperación.

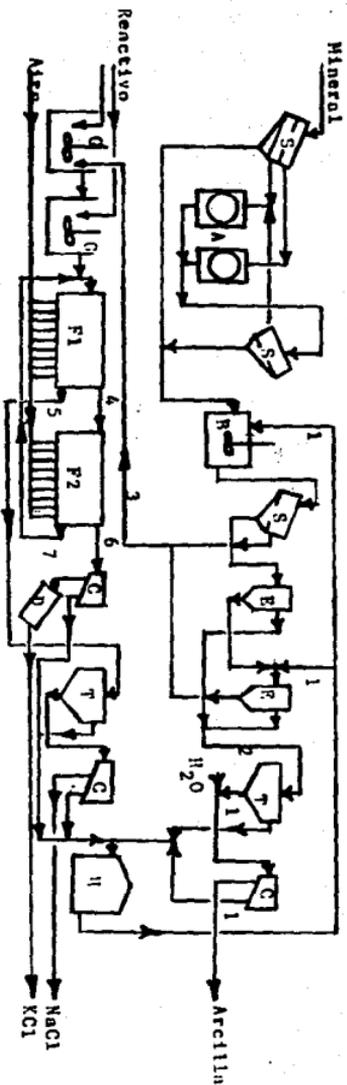
Cuando se beneficia la Carnalita bruta, que contiene además Silvinita, se trata en un tanque, con una solución caliente de

cloruros sódico, potásico y magnésico. El cloruro de potasio y la Carnalita se disuelven, quedando residuo de cloruro de sodio sin disolver. Se enfria el líquido, en cristalizadores a vacío, cristalizando cloruro de potasio.

Un buen número de industrias realiza la separación del cloruro de potasio por flotación. En este proceso, el mineral se tritura, se mezcla con una solución saturada de cloruros de sodio y potasio y se trata con el agente tensoactivo adecuado. El reactivo normalmente utilizado, para la flotación de la Silvinita, es una mezcla de acetatos de n-octadecilamina y hexadecilamina, utilizándose en la proporción del 0.1%. Estas aminas se adhieren selectivamente sobre la superficie de los cristales de cloruro de potasio. La mezcla salina se espuma con aire y los sólidos activados se adhieren a las burbujas y se separan de la suspensión como una espuma, la cual se extrae mecánicamente. La espuma flotante se recupera, se filtra o se centrifuga, se lava con agua y se seca, obteniéndose un producto con 97.0% de pureza en cloruro de potasio.



Fig. 2 PROCESO DE FLOTACION DE KCl



- A Molinos
  - B Depurador
  - C Centrifuga
  - D Desecador
  - E Sedimentador "clasificador"
  - F1 Celdas de flotación
  - F2 acondicionadoras
  - II Tanque de salmuera
  - S Tamiz
  - T Sedimentador
- 1 Salmuera saturada
  - 2 Salmuera, arcilla y KCl
  - 3 Mezcla pastosa de KCl - NaCl, arcilla
  - 4 Espuma
  - 5 Residuo más aspero
  - 6 Concentrado limpiador
  - 7 Residuo limpiador

## DINAMICA DEL POTASIO EN EL SUELO

El potasio puede encontrarse en el suelo en formas fácilmente solubles o en formas insolubles, ligado a los minerales primarios, feldespatos y micas principalmente, o parcialmente transformados.

En el suelo, la concentración de  $K^+$  es, generalmente, de unas pocas partes por millón. Los valores más frecuentes son de 2 a 10 partes por millón, aunque en ocasiones pueden encontrarse más de 100 partes por millón.

Las raíces toman el  $K^+$  del suelo, que lo hace llegar a ellas por capilaridad y por difusión, o bien lo extraen por contacto directo con las partículas de arcilla.

El potasio intercambiable se encuentra débilmente ligado al complejo de cambio del suelo, pudiendo ser reemplazado por otros iones. Este potasio es fácilmente utilizado por las plantas y se consume durante el desarrollo de los cultivos. Existe un equilibrio entre el potasio disuelto y el fijado en las posiciones de intercambio que se desplaza, en un sentido o en otro, al variar la concentración del ión en la solución salina. La respuesta, en este caso, es rápida.

El potasio de los minerales, como feldespatos y micas, constituye la mayor parte del total presente en los suelos, forma parte de su red cristalina interna y no interviene en los equilibrios de intercambio iónico. Por meteorización de dichos minerales

su potasio va pasando a formas solubles. Esta meteorización suele ser lenta y no aporta a los suelos suficiente cantidad de potasio para el desarrollo de los cultivos. Cuando el tamaño de las partículas minerales es menor, la transformación es menos lenta.

Una parte del potasio del suelo, o del añadido con los fertilizantes, se fija en huecos de las interláminas de la red cristalina de los minerales arcillosos. Este potasio va liberándose lentamente, haciéndose disponible para las plantas.

Algunas experiencias son demostrativas de la eliminación del potasio de los silicatos. Así, la biotita  $H_2K(Mg,Fe)_3Al(SiO_4)_3$  pasa a vermiculita  $(OH)_2(Mg,Fe)_3(SiAlFe)_4O_{10} \cdot 4H_2O$  al perder el potasio. Esta transformación puede realizarse cultivando trigo en un lecho de biotita.

## EL POTASIO EN EL CUERPO HUMANO

La función normal del corazón depende del adecuado equilibrio entre las concentraciones intra y extracelulares de diversos electrólitos. Muchos tipos de desequilibrio electrolítico producen alteraciones funcionales del sistema cardiovascular.

La depleción crónica de potasio puede producir lesiones miocárdicas degenerativas, pero los efectos de tales lesiones sobre la función cardíaca en el hombre no se conocen. La hipocaliemia aumenta y la hipercalemia deprime la fuerza contráctil del corazón, pero estos efectos no tienen una importancia clínica evidente. Los efectos clínicos más importantes del equilibrio de potasio sobre el corazón consisten en cambios de la actividad eléctrica.

El déficit de potasio suele deberse a pérdidas excesivas de potasio por orina o las heces. La caliuressis se produce en exceso de esteroides suprarrenales; en asociación con diuréticos, en la diuresis osmótica, por ejemplo cetonciosis diabética, en la enfermedad renal tubular, en el síndrome de Fanconi y, rara vez, pielonefritis; con la ingestión excesiva de regaliz; y con el tratamiento con carbenicilina o altas dosis de penicilina. Las pérdidas gastrointestinales generalmente se deben a diarrea, abuso - crónico de laxantes o ingestión de arcillas, vómitos (la pérdida renal de potasio con desarrollo de alcalosis metabólica puede contribuir), aspiración intestinal.

El adenoma vellosa del colon es una causa rara de pérdida de potasio por el tracto gastrointestinal. La transferencia de potasio extracelular al interior de las células puede también causar hipocaliemia, como en la glucogénesis (administración de insulina a pacientes con diabetes mellitus), parálisis periódica familiar y alcalosis aguda. Otras causas comprenden el ingreso disminuido como en la inanición y la falta de administración de potasio y la pérdida por el sudor, como en la cirrosis quística.

La hipocaliemia intensa puede producir debilidad muscular y dar lugar a parálisis y fallo respiratorio. La mala función muscular puede originar hipoventilación respiratoria, flaccididad, hipotensión, contracciones musculares y tetania. La nefropatía por potasio afecta el mecanismo de concentración, produciendo poliuria e hipostenuria con polidipsia secundaria.

Puede producirse hiperkaliemia cuando la acidosis produce un desplazamiento de potasio desde las células al líquido extracelular, o como consecuencia de un exceso de potasio. Como los riñones normalmente excretan las cargas de potasio rápidamente, la aparición de hiperkaliemia generalmente está asociada a disminución de la función renal. El exceso de potasio es particularmente común en los estados oligúricos agudos (especialmente en la insuficiencia renal aguda), asociados a lesiones graves por aplastamiento, quemaduras, hemorragia en los tejidos blandos o en el tracto gastrointestinal, o insuficiencia suprarrenal. En la insuficiencia renal crónica, la hiperkaliemia es rara hasta que sobre

viene uremia, a no ser que las cargas de potasio sean excesivas (por ejemplo, dietéticas, sustitutivos de la sal, hemorragia gastrointestinal, terapéutica oral o parenteral de potasio, o diuréticos que ahorran potasio). Una excepción es la producción de hipercaliemia en pacientes con enfermedad intersticial, hiporreninemia e hipoaldosteronismo, a pesar de que los aclaramientos de creatinina con frecuencia son mayores de 10 ml/min. Si se ingiere suficiente cloruro de potasio por vía oral o se administra rápidamente por vía parenteral, el resultado puede ser una hiperkaliemia intensa, incluso con una función renal normal.

Aunque ocasionalmente se produce parálisis flácida, la hiperkaliemia suele ser asintomática, hasta que sobreviene toxicidad cardíaca. (10)

Actualmente, el cloruro de potasio se consume por el sector público en dos claves que son: 524 y 3623.

La clave 524, es cloruro de potasio en solución inyectable y se presenta en caja con 50 ampolletas de 5.0 ml cada una; el contenido de KCl por ampolla es de 1.49 g.

La clave 3623 son electrolitos orales, que contienen en su fórmula 1.5 g de KCl y su presentación es en sobres para diluir.

Cálculo del KCl empleado en la clave 524:

$$114,726 \times 50 \times 0.00149 = 8.547 \text{ Kg.}$$

Donde 114,726 es el número de cajas producidas por los diferentes proveedores.

Cálculo del KCl empleado en la clave 3623:

$$8'485,403 \times 0.0015 = 12.728 \text{ Kg.}$$

Donde 8'485,403 es el número de piezas producidas por los diferentes proveedores.

Lo que da un total de 21 toneladas de consumo del sector público, a esta cantidad debe agregarse el cloruro de potasio empleado para la fabricación de medicamentos de venta al sector privado.

### CAPITULO III

### MATERIALES Y METODOS

En este capítulo se presentan los materiales y el equipo para el análisis de cloruro de potasio.

- Flamómetro: Flame Photometer Corning 400.
- Difractómetro de Rayos X Philips PE1050/25.
- Balanza Analítica Mettler Hoffman-Pinther & Bosworth, S.A.
- Estufa Riessa Modelo H-S.
- Agitador con plato de calentamiento Osyma Modelo DUDLEX X500.
- Malla del No. 20 (abertura 0.840 mm.)
- Malla del No. 60 (abertura 0.250 mm.)
- Malla del No. 80 (abertura 0.177 mm.)
- Material de vidrio de uso común en el laboratorio de química.
- Cloruro de potasio grado fertilizante.
- Azul de bromotimol. Disolución etanólica al 0.1%.
- Acido clorhídrico. Concentrado y dilución 0.01M.
- Hidróxido de sodio. Disolución 0.01M.
- Acido sulfúrico. Concentrado y diluciones 2.0M, 1.0M y 0.1M.
- Amoníaco. Disolución al 10.0%.
- Oxalato de amonio. Disolución al 3.5%.
- Fosfato monoácido de sodio. Disolución al 12.0%.
- Almidón. Disolución al 0.5%.
- Nitrito de sodio. Disolución al 10.0%.
- Cloramina T. Disolución al 1.0%.
- Cloroformo. Disolvente de extracción.
- Magenta. Disolución al 0.1%.

- Bromuro de potasio. Disolución 0.001M.
- Cloruro de bario. Disolución al 12.0%.
- Nitrato de plomo. Disolución con 100.0 ug de plomo.
- Acido nítrico. Concentrado y dilución 2.0M.
- Acido acético. Disoluciones al 6.0% y 1.0M.
- Hidróxido de amonio. Disolución 6.0M.
- Tiocianato de amonio. Disoluciones al 30.0% y 0.1M.
- Peroxidisulfato de amonio. Cristales.
- Nitrato de plata. Disolución 0.1M.
- Nitrobenceno. Destilado recientemente.
- Cloruro de sodio. Disoluciones para la curva patrón.

A continuación se describen los métodos analíticos que se deben seguir, según la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, en el análisis de cloruro de potasio para uso farmacéutico: (5)

**PERDIDA AL SECADO.** No más del 1.0% de su peso. Secar a 130°C - hasta peso constante.

El procedimiento descrito a continuación se usa para determinar en una sustancia, la cantidad de materia volátil de cualquier naturaleza, que se elimina bajo condiciones especificadas.

La prueba se efectúa con uno o dos gramos de la muestra de sustancia.

En un pesafiltros de forma baja, previamente tarado y desecado durante 30 minutos, bajo las mismas condiciones en que se efectuará la determinación, se coloca la muestra, se tapa y se pesa; se agita suavemente a uno y otro lado, distribuyendo el contenido tan uniformemente como sea posible hasta un espesor aproximado de 5.0 mm. El pesafiltros con la muestra de la sustancia, se coloca en la estufa u horno de desecación, se quita el tapón y la muestra se deseca a 130°C hasta peso constante.

Al abrir el horno o estufa de desecación se tapa inmediatamente el pesafiltros y se pasa a un desecador hasta que adquiera la temperatura ambiente, antes de ser pesado.

**CLARIDAD Y COLOR DE LA SOLUCION.** Una solución al 10.0% m/v debe ser clara.

ACIDEZ O ALCALINIDAD. A 50.0 ml de una solución al 10.0% m/v, - agregarle 0.1 ml de disolución de azul de bromotimol. No se requieren más de 0.5 ml de disolución 0.01M de ácido clorhídrico o de disolución 0.01M de hidróxido de sodio para cambiar el color de la solución.

BARIO. A 5.0 ml de una disolución al 10.0% m/v agregarle 5.0 ml de agua y 1.0 ml de disolución 1.0M de ácido sulfúrico. La solución después de quince minutos no es más opalescente que una mezcla de 5.0 ml de la disolución al 10.0% m/v y 6.0 ml de agua.

CALCIO Y MAGNESIO. Añadanse 2.0 ml de solución reactivo de amoníaco diluido a 20.0 ml de una disolución de cloruro de potasio (1:100), divídase la mezcla en dos porciones; trátase una de ellas con solución reactivo de oxalato de amonio y la otra porción con solución reactivo de fosfato monoácido de sodio. Después de cinco minutos en ninguna de las porciones aparece turbidez.

Solución Reactivo de Amoníaco. Preparar por dilución de 400 ml de disolución al 28.0% de hidróxido de amonio, con agua y aforar a 1.0 litro. Esta disolución debe contener entre 9.5% y 10.5% de amoníaco.

Solución Reactivo de Oxalato de Amonio. Disolver 3.5 gramos de oxalato de amonio en agua destilada y aforar a 100.0 ml.

Solución Reactivo de Fosfato Monoácido de Sodio. Disolver 12.0 - gramos de cristales de fosfato monoácido de sodio en agua destila

da y aforar a 100.0 ml.

**IODUROS.** Humedecer 5.0 granos de la muestra por la adición gota a gota, de una solución recientemente preparada, mezclando 25 ml de disolución de almidón libre de iodo, 2.0 ml de disolución 1.0M de ácido sulfúrico, 0.15 ml de disolución de nitrito de sodio y 25.0 ml de agua destilada y examinar la mezcla a la luz del día; en un lapso de cinco minutos no muestra ninguna traza de color azul.

**BROMUROS.** Disolver 0.8 gramos de la muestra en 10.0 ml de agua - destilada, diluir 1.0 ml con 9.0 ml de agua, añadir 0.25 ml de - ácido sulfúrico 0.1N y tres gotas de una disolución al 1.0% m/v - de cloramina T, mezclar y dejar que repose por dos minutos. Ex- traer con 5.0 ml de cloroformo, transferir el extracto a un embu- do de separación de 10.0 ml, adicionar 3.0 ml de una disolución - de magenta y ácido acético, agitar vigorosamente, y dejar que se separen las fases. El color de la capa cloroformica no es más in- tenso que el que se produce tratando de igual manera una mezcla - de 1.0 ml de disolución 0.001M de bromuro de potasio y 9.0 ml de agua.

**SODIO.** A 0.5 ml de una disolución al 10.0% m/v agregar 4.5 ml de agua y 5.0 ml de disolución de acetato de uranilo. La solu- ción permanece clara por no menos de diez minutos.

SULFATOS. Esta prueba se basa en la reacción de precipitación entre los sulfatos libres, presentes en una muestra dada, y una solución de cloruro de bario, produciendo un precipitado de color blanco de sulfato de bario, el cual se compara, en forma visual contra la precipitación producida por una cantidad conocida de sulfatos.

5.0 ml de una disolución al 10.0% m/v, diluida a 15.0 ml con agua destilada, cumple con el límite de sulfatos, es decir, no debe haber turbidez alguna.

Solución Reactivo de Cloruro de Bario. Disolver 12.0 gramos de cloruro de bario en agua destilada y llevar a 100.0 ml.

METALES PESADOS. No más de 10.0 partes por millón. Disolver 2.0 gramos de cloruro de potasio en 20.0 ml de agua, agregar 2.0 ml de ácido acético al 5.0% y completar con agua hasta obtener 25.0 ml. Utilizar una solución de referencia de plomo (1.0 ppm de Pb) para la preparación de la solución de referencia.

Solución de Referencia de Nitrato de Plomo. Disolver 159.9 mg de nitrato de plomo, en 100.0 ml de agua, a la que se le ha agregado 1.0 ml de ácido nítrico concentrado, en seguida diluir con agua hasta un litro. Almacenar esta disolución en recipientes de vidrio que no contengan sales solubles de plomo. Cada ml de esta disolución contiene 100.0 microgramos de plomo.

Solución de Referencia de Plomo. Diluir 10.0 ml de la solución concentrada de nitrato de plomo con agua hasta 100.0 ml. Cada ml

de disolución patrón, equivale a 10.0 microgramos de plomo. Cuando se comparan 0.1 ml de la solución de referencia de plomo, con un gramo de la sustancia por analizar, ambas en el mismo volumen y se obtiene al final de la prueba un oscurecimiento igual, se concluye que la sustancia por analizar contiene una parte de plomo por millón de partes de la misma.

Preparación de Referencia. En un tubo Nessler de 50.0 ml, colocar una alícuota de la solución de referencia de plomo, que contenga 10.0 ppm. y diluir con agua a 25.0 ml. Ajustar el pH entre 3.0 y 4.0 con las soluciones 1.0M de ácido acético y/o 6.0M de hidróxido de amonio usando papel indicador de pH. Diluir con agua a 40.0 ml y mezclar.

Preparación de la Muestra. En un tubo de Nessler de 50.0 ml, disolver 2.0 gramos de cloruro de potasio en 20.0 ml de agua, agregar 2.0 ml de ácido acético al 6.0% y completar con agua hasta obtener 25.0 ml. Ajustar el pH entre 3.0 y 4.0 con las soluciones 1.0M de ácido acético y/o 6.0M de hidróxido de amonio usando el papel indicador de pH de rango estrecho, diluir con agua a 40.0 ml y mezclar.

Preparación del Control. En un tubo Nessler de 50.0 ml, colocar 25.0 ml de una disolución preparada como se indica en la preparación de la muestra y agregar 2.0 ml de la solución de referencia de plomo. Ajustar el pH entre 3.0 y 4.0 con las soluciones 1.0 M de ácido acético y/o 6.0M de hidróxido de amonio usando papel indicador de pH. Diluir con agua a 40.0 ml y mezclar.

Procedimiento. A cada uno de los tubos que contienen la preparación del de referencia, preparación de la muestra y preparación del control, agregar 10.0 ml de solución reactivo de sulfuro de hidrógeno; mezclar, dejar reposar durante cinco minutos y hacer la comparación observando los tubos de arriba hacia abajo sobre un fondo blanco. El color de la muestra es igual o menos oscuro que el de la solución de referencia de plomo y la intensidad del color de la preparación control es igual o mayor que el color de la preparación de referencia.

Solución Reactivo de Sulfuro de Hidrógeno. Burbujear sulfuro de hidrógeno en agua fría. Almacenar en botellas pequeñas, color ambar, completamente llenas, en lugar oscuro y frío.

**HIERRO.** No más de 40.0 partes por millón. Hacer la prueba en 2.5 ml de una disolución al 10.0% m/v diluida a 10.0 ml con agua. Esta prueba está diseñada para demostrar el contenido de hierro tanto en su forma férrica como ferrosa y las cantidades encontradas no deberán exceder del límite. Se basa en la reacción química colorida que ocurre entre el hierro contenido en la sustancia que se analiza y una solución de tiocianato de amonio, bajo condiciones establecidas. La determinación se realiza por comparación visual de la solución de la muestra con una solución control preparada a partir de una solución de referencia de hierro.

Solución Concentrada de Referencia de Hierro. Disolver 863.4 mg de sulfato férrico de amonio en agua destilada; agregar 10.0 ml

de solución 2.0 N de ácido sulfúrico y diluir con agua a 100.0 ml tomar una parte alícuota de 10.0 ml de ésta solución, colocarla en un matraz volumétrico de 1.0 litro, agregar 10.0 ml de la solución 2.0N de ácido sulfúrico, diluir con agua hasta el aforo y - mezclar. Esta solución contiene el equivalente a 0.01 mg (10.0 - microgramos) de fierro por ml.

Solución de Tiocianato de Amonio. Pesar 30.0 gramos de tiocianato de amonio, pasarlos a un matraz volumétrico de 100.0 ml y aforar con agua.

Solución Diluida de Referencia de Fierro. Pasar una parte alícuota de 1.0 ml de la solución de referencia de fierro (10.0 microgramos de fierro) a un tubo Nessler de 50.0 ml, diluir con agua a 45.0 ml agregar 2.0 ml de ácido clorhídrico y mezclar.

Solución de la Muestra. Hacer la prueba en 2.5 ml de una solución al 10.0% m/v diluida a 10.0 ml con agua, en un tubo Nessler y agregar 2.0 ml de ácido clorhídrico y mezclar.

Procedimiento. Agregar a cada uno de los tubos de muestra y de referencia 50.0 mg de cristales de peroxidisulfato de amonio, 3.0 ml de disolución de tiocianato de amonio y mezclar; el color desarrollado en la solución de la muestra no es más intenso que el desarrollado en la solución de referencia.

VALORACION. Disolver 1.0 grano de cloruro de potasio en suficiente agua destilada para obtener un volumen de 100.0 ml. Tomar una parte alícuota de 10.0 ml y agregarle 50.0 ml de agua, 5.0 ml de

Disolución 2.0M de ácido nítrico, 25.0 ml de una disolución 0.1M de nitrato de plata y 2.0 ml de nitrobenceno, agitar y titular con disolución 0.1M de tiocianato de amonio en presencia de 2.0ml de una disolución al 10.0% m/v de sulfato férrico amónico hasta que la solución sea de color naranja. Cada ml de disolución 0.1M de nitrato de plata equivale a 7.66 miligramos de cloruro de potasio.

## ESPECTROSCOPIA DE EMISION DE FLAMA

En la espectroscopia de emision de flama los átomos y las moléculas son elevados a un estado electrónico excitado por medio de colisiones térmicas con los componentes de los gases quemados de la flama. Al regresar a un estado electrónico más bajo los átomos y las moléculas excitadas emeten radiaciones características de cada elemento. La emision resultante pasa a través de un monocromador que aísla la característica espectral deseada. Entonces, el espectro es detectado en un fotodetector, cuya señal de salida se amplifica y se mide en un registrador.

Este método analítico requiere los siguientes componentes: regulador de presión, rotámetro para el combustible y los gases oxidantes; sistema de quemador y nebulizador, sistema óptico y detector fotosensible, el amplificador y el sistema de lecturas con sus respectivas fuentes de poder.

Para mantener un ambiente térmico constante en la flama, es imperativo que las presiones de los gases y los flujos de los mismos se mantengan constantes mientras se usa el espectrómetro de flama.

El componente más importante en cualquier espectrómetro de emision de flama es el sistema del nebulizador y el quemador. Este sistema transforma a la sustancia problema de la solución en vapor atómico y, en la emision excita a los átomos neutros (o moléculas) para que emitan su radiación característica. Algunos de

los requisitos del sistema son: facilidad de limpieza, resistencia a la corrosión y facilidad de ajuste.

Debido a que la región óptima de la flama que se vaya a usar varía para diferentes elementos, es esencial que la altura del quemador sea ajustable para asegurar la máxima señal de emisión.

La función del sistema óptico consiste en seleccionar una cierta línea en el espectro de emisión y aislarla de las demás líneas. Los fotómetros de emisión de flama económicos emplean filtros de interferencia para aislar la radiación característica de un determinado elemento. Es posible lograr un mejor aislamiento de la energía espectral con un prisma o un monocromador de rejilla, el cual también produce una selección continua de longitudes de onda y una oportunidad para medir la radiación de fondo adyacente a una línea analítica.

El uso de una celda de capa barrera está restringido a sistemas que emiten una gran cantidad de energía radiante y a instrumentos con sistemas ópticos que permiten la llegada al detector de una amplia banda de energía radiante. Estos instrumentos son por lo general fotómetros de flama con filtros para medir sodio y potasio a través de sus señales de emisión.

Para una alta sensibilidad y precisión, es esencial contar con un fototubo multiplicador y su correspondiente suministro de energía. Se requieren fuentes de energía estables. (22)

FIGURA No. 1

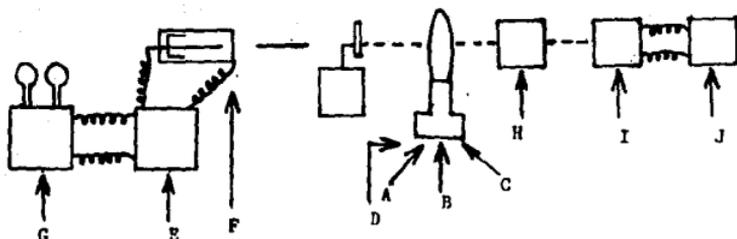


DIAGRAMA DE UN FLAMOMETRO

- A = Sistema muestreador, sirve para introducir la muestra al quemador por medio de succión capilar.
- B = Sistema nebulizador, provisto de sistema de ajuste.
- C = Quemador de acero inoxidable, atomización de la muestra.
- D = Sistema para flujo de los gases, oxidante y combustible.
- E = Fuente de poder.
- F = Fuente de luz, provista de sistema de ajuste, constituida por la lámpara específica.
- G = Corrector de fondo.
- H = Monocromador, selecciona la longitud de onda y el ancho de banda.
- I = Fotomultiplicador, detecta la señal producida por el elemento a determinar.
- J = Amplificador.

## DIFRACCION DE RAYOS X

En 1912 Von Laue y dos de sus estudiantes Friedrich y Knipping realizaron un experimento con rayos X que abrió la puerta al análisis estructural cristalográfico. Dejaron pasar un rayo de radiaciones X no homogéneas a través de un cristal de sulfato de cobre pentahidratado, y registraron por medio de una placa fotográfica, el rayo de radiaciones X difractadas.

Los resultados indicaban que los rayos X, que habían sido descubiertos por Röntgen menos de dos décadas antes, tenían características ondulatorias, longitud de onda: aproximadamente 1.0 Angstrom. Puesto que un cristal está compuesto de una ordenación regular de átomos con separaciones interatómicas en rango de Angstroms, fueron capaces de demostrar que la difracción patrón obtenida en las placas fue ocasionada por el cristal en un efecto como de una difracción tridimensional discordante hacia los rayos X.

Este descubrimiento le dió la primacia a Bragg para hacer uso de los rayos X en el estudio de la estructura interna de cristales. El consideró que los rayos X eran reflejados de los planos de átomos sin el cristal enrejado. Las reflexiones de una familia de planos particular ocurrirán únicamente en un ángulo particular de incidencia y de reflexión. La condición esencial para la reflexión está esquematizada en la figura No. 3. En esta figura las "crestas" de dos ondas incidentes estarán en fase si la porción engrosada de la trayectoria de una onda es un múltiplo in

tegral ( $n$ ) de la longitud de onda ( $\lambda$ ). La condición para la reflexión está dada por la bien conocida ecuación de Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

La ecuación se satisface únicamente cuando  $n = 1, 2, 3, \dots$

Si  $n$  no es un número entero, las ondas interferirán destructivamente con cada una de las otras y no habrá rayo emergente.

En cualquier cristal hay un número infinito de familias de planos que pueden ser construidos. Estos planos son usualmente denotados por sus índices de Miller ( $hkl$ ), que se muestran en la figura No. 4. Estos índices son intercambiables con  $n$  de la ecuación de Bragg.

Ya que el valor más alto del ángulo teta ( $\theta$ ), que es teóricamente posible medir es  $90^\circ$  (el rayo reflejado retrocede a lo largo de la trayectoria del rayo incidente), el número de planos, el más alto arreglo, que uno es capaz de orientar en una posición difractiva es limitado por la longitud de onda de la radiación utilizada.

Cuando la radiación es monocromática choca con un cristal, una difracción patrón ocurrirá y este patrón puede ser registrado en placas fotográficas. El ángulo en el cual el rayo reflejado encuentra la película es característico del conjunto de planos que están involucrados en esta difracción.

Por orientación del cristal en varias direcciones, muchos de los planos obtendrán una posición tal que el ángulo de radiación incidente será igual al ángulo de difracción.

FIGURA No. 2

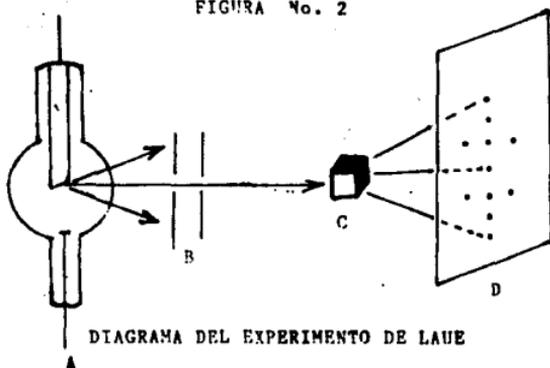
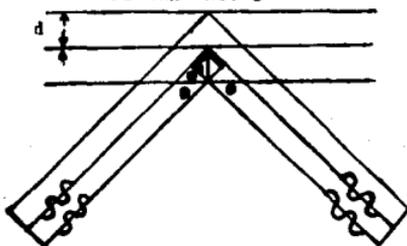


DIAGRAMA DEL EXPERIMENTO DE LAUE

- A - Tubo de rayos X
- B - Abertura de las placas de plomo
- C - Cristal
- D - Placa fotográfica

FIGURA No. 3



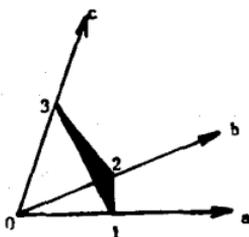
CONDICION DE BRAGG PARA LA REFLEXION

Para un cristal solo, los rayos X difractados consisten de unas pocas líneas, con polvo, debido a la distribución al azar de cristales, la difracción patrón consiste de una serie de conos concéntricos con un vértice común en la muestra.

Los átomos en un cristal poseen el poder de difracción del haz de rayos X. Cada sustancia dispersa el haz en una difracción patrón particular, produciendo una "huella digital" para cada cristal atómico o molécula.

Así una muestra de polvo desconocida puede ser identificada de cualquier otra si se compara su difracción patrón con aquellas sustancias que son conocidas o sus valores de  $d$  son calculados del diagrama de difracción y son comparados con los valores de  $d$  de compuestos conocidos. Para materiales de referencia las tres reflexiones más intensas son enlistadas en la esquina superior izquierda de cada tarjeta patrón. Las tarjetas son después arregladas en orden decreciente de los valores de  $d$  de las reflexiones más intensas para facilitar la localización y comparación de las desconocidas. (18)

FIGURA No. 4



$$h = a/01$$

$$k = b/02$$

$$l = c/03$$

CAPITULO IV

PARTE EXPERIMENTAL

En este capítulo se describen los análisis efectuados al cloruro de potasio grado fertilizante, el proveedor de este fertilizante es FERTIMEX.

Se tiene cloruro de potasio grado fertilizante, se procede a efectuar un análisis fisicoquímico para determinar el tipo de impurezas presentes.

Primeramente se determina su solubilidad en agua, se observa que contiene impurezas insolubles, por lo cual se procede a separarlas por medio de filtración, mediante el empleo de papel filtro de poro muy fino.

Comprobada la solubilidad en agua, y una vez que se ha separado cierta impureza insoluble, el filtrado se evapora hasta sequedad.

Posteriormente, se realiza un análisis cualitativo a la flama, de la siguiente manera, se introduce un alambre de platino, perfectamente limpio, en ácido clorhídrico concentrado y luego en la muestra que se va a analizar, se coloca el alambre en la base de la llama no luminosa de Bunsen y se observa la coloración que adquiere ésta.

A continuación, la muestra se somete a un análisis de difracción de rayos X, lo que lleva al planteamiento y posterior seguimiento del procedimiento:

Se pesa cuidadosamente en una balanza analítica una muestra de 1.0 g se disuelve en agua destilada, se filtra en papel fil--

tro de peso conocido, el papel filtro con el residuo se seca a 100°C y se vuelve a pesar, la disolución se evapora hasta cristalización.

Se repite la operación anterior hasta obtener resultados reproducibles.

El producto de la cristalización se analiza por medio de difracción de rayos X.

Se determina el por ciento de la impureza insoluble.

Se procede a efectuar los análisis que especifica la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos al cloruro de potasio obtenido de la cristalización.

El procedimiento se ajusta al descrito en el capítulo de Materiales y Métodos, únicamente que la determinación de sodio se hace también por flamometría, para lo cual se preparan disoluciones estándar de cloruro de sodio para el trazo de la curva patrón. Por otra parte, se prepara una disolución de cloruro de potasio de la muestra purificada, que contiene 100 ppm de potasio y se observa la lectura de la intensidad emitida por el sodio contenido en la muestra.

Se procede a hacer un escalamiento con muestras de 5.0 g y 50.0 g, siguiendo la siguiente metodología hasta lograr reproducibilidad en el procedimiento.

En un mortero se tritura el cloruro de potasio grado fertilizante, para homogenizar el tamaño de partícula, la muestra triturada se pasa a través de un tamiz, de aquí se toma una porción y

se pesan 5.0 g, se disuelve en agua destilada, se filtra y se evapora a sequedad.

Se recupera el producto de la cristalización y se determina el rendimiento.

Se observa que la disolución del cloruro de potasio impuro es endotérmica, por lo cual se decide trabajar con incrementos de temperatura.

Para optimizar el proceso se hace un diseño de experimentos en el que se definen tres variables independientes, que son:

La concentración, que se fija en 40% y 50% en peso del cloruro de potasio impuro en agua.

El número de malla, que se fija en 20, 60 y 80 que corresponden a una clasificación de polvo grueso, semigrueso y fino respectivamente.

Y la temperatura que se fija en 50°C y 90°C y que se mantiene constante durante la disolución y la filtración.

El diseño de experimentos, una vez establecidas las variables antes mencionadas, da como resultado un total de 12 condiciones experimentales en la primera fase del proceso, que es la disolución del cloruro de potasio impuro.

Por lo tanto, también es un total de 12 condiciones experimentales en la segunda fase, la filtración.

En ambos casos se trabaja con los rendimientos obtenidos.

Se establece la relación que existe entre las variables por medio de una ecuación de regresión lineal.

Se analizan los resultados obtenidos y se optimiza el proceso por medio del método de la Ruta Ascendente, el cual proporciona nuevas condiciones experimentales, las cuales se llevan a cabo para obtener los mejores resultados posibles.

**C A P I T U L O V**

**R E S U L T A D O S**

El cloruro de potasio grado fertilizante es soluble en agua con un decremento de temperatura, contiene impurezas insolubles que resultan ser arcilla.

El análisis a la flama confirma la presencia del potasio, ya que la coloración de la flama es de color violeta con indicios de sodio por la leve coloración anaranjada que se observa.

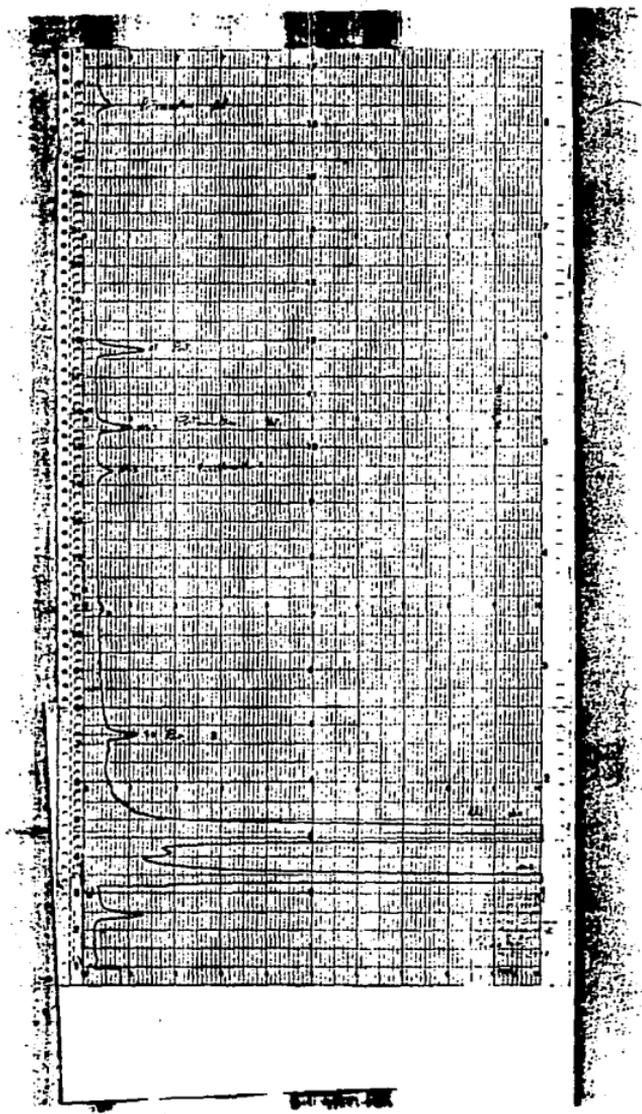
En el espectro obtenido del análisis por difracción de rayos X de la muestra de cloruro de potasio grado fertilizante aparecen el cloro y el potasio, aunque éste último no en un cien por ciento. Gráfica No. 1.

Después de haber quitado las impurezas insolubles que contiene el cloruro de potasio grado fertilizante aparecen incrementadas las señales para el cloro y el potasio, en el espectro de difracción de rayos X de la muestra cristalizada. Gráfica No. 2.

Se obtiene un promedio de 4.0% de impurezas insolubles para las muestras.

Al efectuar los análisis que especifica la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos al cloruro de potasio obtenido de la cristalización, se obtienen los siguientes resultados:

PRUEBA	RESULTADOS PROMEDIO
Acidez o alcalinidad	pH = 7
Bario	Pasa la prueba. Ausente.
Calcio y magnesio	Pasa la prueba. 5.0 ppm.
Ioduros	Pasa la prueba. Ausente.





Bromuros	Pasa la prueba.	Ausente.
Sodio*	Pasa la prueba.	4.0 ppm.
Sulfatos	Pasa la prueba.	Ausente.
Metales pesados	Pasa la prueba.	1.0 ppm.
Hierro	Pasa la prueba.	1.0 ppm.

\*Determinación de sodio por flamometría. Gráfica No. 3.

La valoración del cloruro de potasio obtenido de la cristalización, en todos los casos, dio un promedio de 99.4% como KCl.

El rendimiento obtenido para las muestras de 5.0 g da un promedio de 95.8%, en muestra recuperada, mientras que para las muestras de 50.0 g se obtiene un promedio de 97.2%.

#### DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Se proporcionan los resultados obtenidos de la disolución expresados en términos de rendimiento.

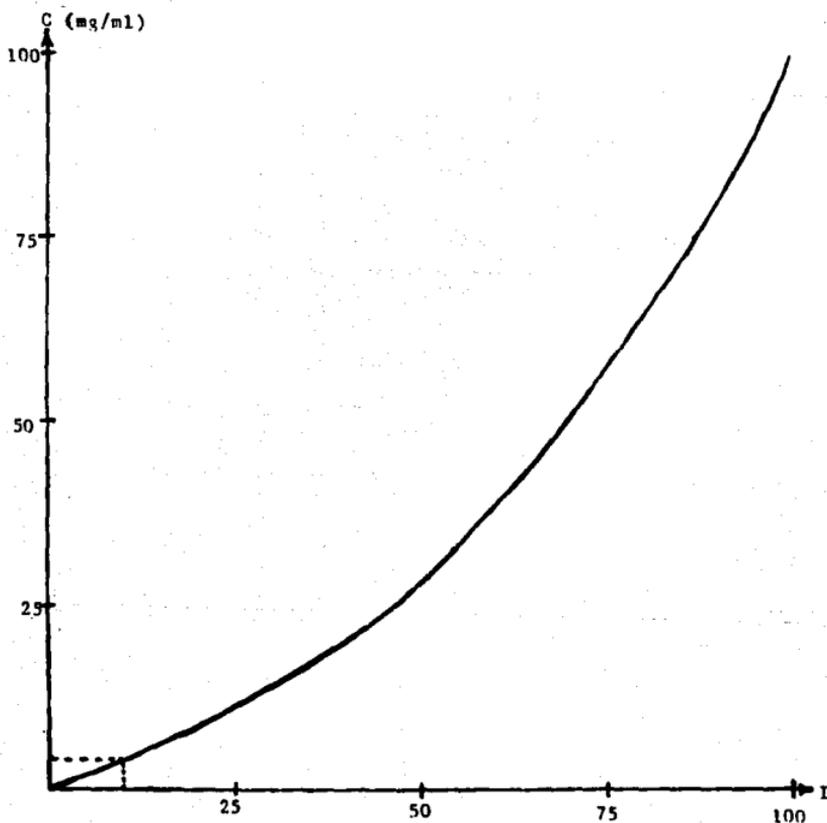
#### COEFICIENTES DE LAS VARIABLES:

EXPERIMENTO	CONC	NALLA	TEMP
EXPERIMENTO 1	40	20	50
EXPERIMENTO 2	40	60	50
EXPERIMENTO 3	40	80	50
EXPERIMENTO 4	50	20	50
EXPERIMENTO 5	50	60	50
EXPERIMENTO 6	50	80	50
EXPERIMENTO 7	40	20	80
EXPERIMENTO 8	40	60	80
EXPERIMENTO 9	40	80	80
EXPERIMENTO 10	50	20	80
EXPERIMENTO 11	50	60	80
EXPERIMENTO 12	0	80	80

DETERMINACION DE SODIO POR FLAMOMETRIA

Gráfica No. 3

Aparato: Flame Photometer Corning 400



VARIABLE DEPENDIENTE (Y):

	RENDIMIENTO
EXPERIMENTO 1	- 40
EXPERIMENTO 2	- 80
EXPERIMENTO 3	- 90
EXPERIMENTO 4	- 20
EXPERIMENTO 5	- 60
EXPERIMENTO 6	- 60
EXPERIMENTO 7	- 80
EXPERIMENTO 8	- 90
EXPERIMENTO 9	- 90
EXPERIMENTO 10	- 60
EXPERIMENTO 11	- 85
EXPERIMENTO 12	- 85

R E S U L T A D O S

TERMINO INDEPENDIENTE:	55.11905304671868
CONC	: -1.500000000000002
MALLA	: 0.51339276761426
TEMP	: 0.833333333333335

Estos datos indican que:

Es necesario disminuir la concentración, así como también es necesario aumentar la temperatura y el número de malla.

$$Y = 55.1991 + -1.5000 X1 + 0.5134 X2 + 0.8333 X3$$

ANALISIS DE VARIANZA

FUENTE	SUMA DE CUADRADOS	PAIZ CUADRADA
DATOS EXPERIMENTALES	5,241.6670	72.3994
ECUACION DE REGRESION	4,518.0060	67.2161
RESIDUAL	723.6606	26.9009

COEFICIENTE DE CORRELACION = 96.19406000

MEDIA EN Y = 69.1667

Resultados de la segunda fase: la filtración.

COEFICIENTES DE LAS VARIABLES:

	CONC	MALLA	TEMP
EXPERIMENTO 1	40	20	50
EXPERIMENTO 2	40	50	50
EXPERIMENTO 3	40	90	50
EXPERIMENTO 4	50	20	50
EXPERIMENTO 5	50	60	50
EXPERIMENTO 6	50	80	50
EXPERIMENTO 7	40	20	80
EXPERIMENTO 8	40	60	80
EXPERIMENTO 9	40	80	80
EXPERIMENTO 10	50	20	80
EXPERIMENTO 11	50	60	80
EXPERIMENTO 12	50	80	80

VARIABLE DEPENDIENTE (Y):

	RENDIMIENTO
EXPERIMENTO 1	- 50
EXPERIMENTO 2	- 50
EXPERIMENTO 3	- 60
EXPERIMENTO 4	- 50
EXPERIMENTO 5	- 60
EXPERIMENTO 6	- 60
EXPERIMENTO 7	- 70
EXPERIMENTO 8	- 90
EXPERIMENTO 9	- 90
EXPERIMENTO 10	- 70
EXPERIMENTO 11	- 90
EXPERIMENTO 12	- 90

R E S U L T A D O S

TERMINO INDEPENDIENTE:	-2.063489231663596
CONC :	-1.7753568340025D-15
MALLA :	0.2678570961465722
TEMP :	0.888888888888888

Estos datos indican que:

Es necesario disminuir la concentración y aumentar la temperatura y el número de malla, aunque el incremento a éste último es menos importante.

$$Y = -2.0635 + -0.0000 X_1 + 0.2579 X_2 + 0.8899 X_3$$

#### ANALISIS DE VARIANZA

FUENTE	SUMA DE CUADRADOS	RAIZ CUADRADA
DATOS EXPERIMENTALES	2,800.0000	52.9150
ECUACION DE REGRESION	2,669.0470	51.6528
RESIDUAL	130.9523	11.4434

COEFICIENTE DE CORRELACION = 95.32312000

NEDIA EN Y = 70.0000

Posteriormente se procede a optimizar las condiciones en las cuales se puede obtener el máximo de producto con un mínimo de gasto energético. Para lo cual, se utiliza el método de la Ruta Ascendente el cual proporciona nuevas condiciones experimentales en las que se obtiene el rendimiento óptimo.

Para ello se analizan los resultados obtenidos del diseño de experimentos, obteniéndose las nuevas condiciones de trabajo.

Para la fase de la disolución:

CONCENTRACION	No. DE MALLA	TEMPERATURA
A <sub>1</sub> = 40%	B <sub>1</sub> = 60	C <sub>1</sub> = 50°C
A <sub>2</sub> = 50%	B <sub>2</sub> = 80	C <sub>2</sub> = 80°C

CONCENTRACION

$$\bar{A}_1 = 87.0$$

$$\bar{A}_2 = 72.5$$

$$\bar{A}_2 - \bar{A}_1 = -14.5 \quad \text{Es necesario reducir la variable A}$$

No. DE MALLA

$$\bar{B}_1 = 78.75$$

$$\bar{B}_2 = 78.75$$

$$\bar{B}_2 - \bar{B}_1 = 0 \quad \text{No es trascendente el efecto de la variable B}$$

TEMPERATURA

$$\bar{C}_1 = 70.0$$

$$\bar{C}_2 = 87.5$$

$$\bar{C}_2 - \bar{C}_1 = 17.5 \quad \text{Es necesario aumentar la variable C}$$

Para la segunda fase, que es la filtración:

CONCENTRACION

$$\bar{A}_1 = 75.0$$

$$\bar{A}_2 = 75.0$$

$$\bar{A}_2 - \bar{A}_1 = 0 \quad \text{No es trascendente el efecto de la variable A}$$

No. DE MALLA

$$\bar{B}_1 = 75.0$$

$$\bar{B}_2 = 75.0$$

$$\bar{B}_2 - \bar{B}_1 = 0 \quad \text{No es trascendente el efecto de la variable B}$$

TEMPERATURA

$$C_1 = 60.0$$

$$C_2 = 90.0$$

$$C_2 - C_1 = 30$$

Es necesario aumentar la variable C

CALCULO DEL SIGUIENTE DISEÑO EXPERIMENTAL PARA LA DISOLUCION

A: Decremento de la concentración en un 10% aproximadamente.

$$\frac{50 - 40}{2} \times \frac{-14.5}{17.5} = -4.14$$

B: Constante en su nivel superior.

C: Incremento de la temperatura.

$$\frac{110 - 50}{2} = 15$$

	CONC	MALLA	TEMP
EXPERIMENTO 13	45	80	65
EXPERIMENTO 14	40	90	80
EXPERIMENTO 15	37	80	95
EXPERIMENTO 16	33	80	110

CALCULO DEL RENDIMIENTO TEORICO

$$\text{PARA A: } -14.5 \times \frac{-4.14}{10.00} = 6.0$$

PARA B: ES CONSTANTE

$$\text{PARA C: } 17.5 \times \frac{15}{30} = 8.75$$

INCREMENTO ESPERADO:  $6.0 + 8.75 = 14.75$

EXPERIMENTO	REND <sub>TEO</sub>	REND <sub>REAL</sub>
13	78.75	90.0
14	93.50	90.0
15	108.25	98.0
16	123.00	99.0

#### CALCULO DEL SIGUIENTE DISEÑO EXPERIMENTAL PARA LA FILTRACION

A: Puesto que la filtración es el paso siguiente a la disolución en el proceso y la concentración óptima encontrada para la disolución es 37%, esta será la concentración durante la filtración.

B: Constante en su nivel superior.

C: Incremento de la temperatura.

$$\frac{80 - 50}{2} = 15$$

	CONC	MALLA	TEMP
EXPERIMENTO 13	37	80	65
EXPERIMENTO 14	37	80	80
EXPERIMENTO 15	37	80	95
EXPERIMENTO 16	37	80	110

#### CALCULO DEL RENDIMIENTO TEORICO

PARA A: ES CONSTANTE

PARA B: ES CONSTANTE

PARA C:  $30 \times \frac{15}{30} = 15$

INCREMENTO ESPERADO: 15

EXPERIMENTO	REND <sub>TEO</sub>	REND <sub>REAL</sub>
13	78.75	80.0
14	93.75	90
15	108.75	98.0
16	123.75	99.0

CAPITULO VI

DISCUSION

En este capítulo se presentan las bases para llegar a la conclusión que emana del objetivo central de este trabajo o sea cuál es el mejor método y sus datos para purificar el cloruro de potasio grado fertilizante.

El hecho de que las impurezas del cloruro de potasio grado fertilizante no sean solubles en agua proporciona una gran ventaja en el proceso de su purificación.

El análisis a la flama establece la presencia de sodio de un modo cualitativo, por tal motivo se hace una determinación cuantitativa por flamometría, ya que el análisis que especifica la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos para el sodio también es cualitativo.

Por otra parte al analizar las gráficas obtenidas de la difracción de rayos X que se realiza de la muestra impura y de la muestra purificada por cristalización se observa como se incrementa la señal para el cloro y el potasio, con el hecho de quitar la arcilla del cloruro de potasio grado fertilizante.

El cloruro de potasio obtenido de la cristalización cumple con las especificaciones que establece la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, por tal motivo sólo queda encontrar las condiciones en las que el proceso proporciona los mejores resultados para lo cual se analiza, en primer lugar, los resultados obtenidos del diseño de experimentos.

De aquí se llega a las siguientes conclusiones:

Para la disolución del cloruro de potasio impuro es necesario reducir la concentración y el tamaño de partícula, a la vez que hay que incrementar la temperatura.

Mientras que para la filtración la concentración es irracionalmente y sólo hay que trabajar con un decremento en el tamaño de partícula y un aumento en la temperatura.

Este análisis es cualitativo, por lo que, para saber en cuanto consisten estos aumentos y decrementos se aplica el método de la Ruta Ascendente.

Para la disolución se requiere de reducir la concentración y aumentar la temperatura permaneciendo constante el número de malla en su nivel superior.

Se encuentra que hay que hacer una reducción de un 10% en la concentración, mientras que se requiere de un incremento del 25% para la temperatura.

Con respecto a la filtración sólo hay que incrementar la temperatura en un 25% permaneciendo constantes la concentración y el número de malla.

Con estos valores encontrados se plantea un nuevo diseño de experimentos en el que se establecen nuevas condiciones experimentales y se calcula el rendimiento teórico, el cual se compara con el rendimiento obtenido en la experimentación y se encuentran las condiciones en las cuales se obtiene el máximo rendimiento real.

Estas condiciones son:

Para la disolución: trabajar con cloruro de potasio grado

fertilizante que pase por malla del número 80, a una concentración de 37% de cloruro de potasio impuro en agua y a la temperatura de 95°C.

Para la filtración: el número de malla permanece constante en 80, la concentración en 37% y la temperatura en 95°C igual que en la disolución.

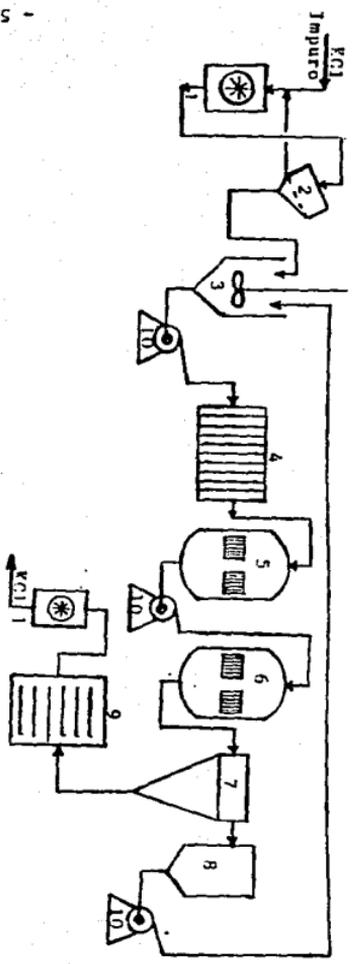
Analizando todo lo anterior, se propone que el proceso a seguir en la purificación del cloruro de potasio grado fertilizante sea el siguiente:

Se tiene que hacer una molienda al cloruro de potasio grado fertilizante, para que éste pase a través de una malla del número 90 y así obtener un polvo fino, este polvo debe disolverse en un tanque a la temperatura de 95°C y a la concentración de 37% en agua, de aquí se procede a la filtración de la disolución, manteniendo la temperatura constante, el filtrado pasa a un evaporador y posteriormente a un cristizador.

En este punto es aconsejable pasar el producto a una centrifuga para separar los cristales de las aguas madres, las cuales se almacenan en un tanque para ser recirculadas, mientras que los cristales pasan a un horno de secado y por último a un molino para homogenizar el tamaño de partícula.

Este proceso se esquematiza en el diagrama No. 1.

Fig. 1 PROCESO DE PURIFICACION DEL CLORURO DE POTASIO GRADO FERTILIZANTE



- 1 Molinos
- 2 Mesa vibratoria con tamiz
- 3 Tanque de disolución
- 4 Filtro
- 5 Evaporador
- 6 Cristalizador
- 7 Centrifuga
- 8 Tanque de almacenamiento de aguas madres
- 9 Frecufa
- 10 Bombas

C A P I T U L O V I I

C O N C L U S I O N

El cloruro de potasio obtenido de la cristalización, cumple con las especificaciones que establece la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, para el cloruro de potasio de uso farmacéutico.

Del proceso que se propone seguir, en la purificación del cloruro de potasio grado fertilizante, se obtienen buenos rendimientos, por lo que sólo queda hacer el cálculo del costo de operación del proyecto, que se plantea en vista de que se ha demostrado que el proceso es rentable.

CAPITULO VIII  
BIBLIOGRAFIA

ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

- 1.- Ayres H. Gilbert  
Análisis Químico Cuantitativo  
Segunda Edición  
Editorial Harper & Row Latinoamericana  
México (1986).
  
- 2.- British Pharmacopoeia  
Published for the General Medical Council  
William Clowes and Sons  
London Great Britain (1969).
  
- 3.- Cook E. F. and Martin E. W.  
Remington's Practice of Pharmacy  
Ninth Edition  
The Mack Publishing Company  
U.S.A. (1948).
  
- 4.- Faith W. L.; Keyes D. B. and Clark R. L.  
Industrial Chemicals  
Third Edition  
John Wiley & Sons; Inc.  
New York (1965).
  
- 5.- Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos  
Quinta Edición  
México (1983).

- 6.- Foot, Donald G. Jr.; Thompson, Philip.  
Recovery of Potassium from Ores. U.S. pat 348,117 (1982 to  
United States Dept. of the Interior).
- 7.- Goodman S. Louis and Gilman Alfred  
The Pharmacological Basis of Therapeutics  
Fourth Edition  
The Mac Millan Company  
New York (1970).
- 8.- Haugrud, Brett G.  
Purifying Crystalline Potassium Chloride. U.S. pat 4,385,902  
(1977 to PPG Industries Canada Ltd.)
- 9.- Kirk - Othmer  
Encyclopedia of Chemical Technology  
Volume 18  
Third Edition  
John Wiley & Sons, Inc.  
New York (1982).
- 10.- Manual Merck (E1)  
Sexta Edición en Español  
Merck Sharp & Dohme Research Laboratories  
Rahway, N. J. (1978).

- 11.- Merck Index (The)  
Tenth Edition  
Merck & Co., Inc.  
Rahway, N. J. (1983).
- 12.- Obregón Perez Alberto  
Métodos de Análisis Químico de Rocas y Materiales Similares  
Segunda Edición  
Universidad Nacional Autónoma de México  
México (1977).
- 13.- Osol Arthur, Pratt Robertson and Altschule D. Mark  
The United States Dispensatory and Physicians' Pharmacology  
26<sup>th</sup> Edition  
J.B. Lippincott Company  
U.S.A. (1967).
- 14.- Pharmacopeia of the United States of America (The)  
Eighteenth Edition  
Nack Printing Company  
U.S.A. (1970).
- 15.- Prensa Médica Mexicana (Ln) y La American Medical Association  
Medicamentos Nuevos  
La Prensa Médica Mexicana  
México (1969).

- 16.- Primo Yúfera E. y Carrasco Dorrién J.M.  
Química Agrícola  
Vol. I Suelos y Fertilizantes  
Editorial Alhambra  
Madrid España (1982).
- 17.- Pukyakov, A. E., et al.  
Flotation of Potassium Chloride from Potassium Ores. U.S.S.R.  
pat 1,021,478 (1981 to Belorussian Technological Institute).
- 18.- Remington's Pharmaceutical Sciences  
Fourteenth Edition  
Mack Publishing Company  
Pennsylvania U.S.A. (1970).
- 19.- Salisbury Dana E. y Ford H.W.  
Tratado de Mineralogía  
Cuarta Edición  
Cía. Editorial Continental, S.A. de C.V.  
México (1984).
- 20.- Scherzberg, Heinz; Doering, Guenter.  
Manufacture of Mineral Fertilizers from Natural Salt Solutions. Neve Bergbautech. 15(8), 295-8, (1985).

21.- Vishnyak, B.A., et al.

Optimization of the Drying of Potassium Chloride in drum Dryers. Zh. Prikl Khim. 58[5], 1153-6, (1985).

22.- Wilard H. Hobart, Merritt L. Lynne y Dean A. John

Métodos Instrumentales de Análisis

Quinta Edición

Cía Editorial Continental, S.A. de C.V.

México (1978).

23.- Zel'manov, G.Z.

Study of the Effect of Introducing Seed Crystals in Potassium Chloride Crystallization on the Particle Size Composition of the Product. Zh. Prikl Khim. 58[2], 243-6, (1985).