

31
29

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA



FABRICACION INDUSTRIAL DE SULFATO DE MAGNESIO



EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA

TESIS MANCOMUNADA

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A N I

JAVIER GARCIA MANZANO
MAURICIO FLORIMON LAUGIER BARRIOS

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1989



Universidad Nacional
Autónoma de México



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

RESUMEN		1
INTRODUCCION		2
CAPITULO 1	Contaminación ambiental, breve descripción del proceso de fabricación y legislación.	
1.1	Generalidades sobre contaminación ambiental	3
1.2	Breve descripción del proceso de obtención de sulfato de magnesio.	6
1.3	Diagrama de bloques del proceso	7
1.4	Selección del combustible para la caldera	7
1.5	Legislación	9
CAPITULO 2	Generalidades del sulfato de magnesio.	
2.1	Características del sulfato de magnesio	16
2.2	Propiedades físicas y químicas	18
2.3	Usos del sulfato de magnesio	20
2.4	Métodos de obtención	24
2.5	Métodos de obtención del sulfato de magnesio con ácido sulfúrico puro y gastado.	25
CAPITULO 3	Diseño de la planta productora de sulfato de magnesio	
3.1	Bases de diseño	26
3.2	Criterios de diseño	28
3.3	Filosofía de operación	30
3.4	Balance de materiales	33
3.5	Lista de equipo	34
3.6	Dimensionamiento del equipo	35
3.7	Diagrama de flujo	37
3.8	Manual de operación de planta	38
CAPITULO 4	Planos de la planta de sulfato de magnesio	52
4.1	Plano de la planta de conjunto	53
4.2	Plano del sistema de recolección de agua	54
4.3	Plano de maquinaria y equipo	55
4.4	Plano del cristalizador	56
4.5	Plano de los concentradores	57
4.6	Plano de la banda transportadora	58

	4.7	Plano de los reactores	59
	4.8	Plano de la estructura de la centrífuga	60
	4.9	Plano de la tina de lejías	61
	4.10	Plano del secador rotatorio	62
	4.11	Plano de la base de secador rotatorio	63
	4.12	Plano de los tanques de almacenamiento	64
CAPITULO	5	Conclusiones	65
APENDICE	A	Técnicas analíticas para el control de calidad de las materias primas.	
	A.1	Análisis de óxido de magnesio	66
		- Determinación de óxido de hierro.	
		- Determinación de ceniza.	
		- Determinación de agua combinada	
	A.2	Análisis del ácido sulfúrico	71
APENDICE	B	Técnicas analíticas para el control de calidad del sulfato de magnesio.	
	B.1	Determinación de sulfato de magnesio en sulfato de	74
		magnesio.	
	B.2	Determinación del residuo insoluble en agua en sul - ...	80
		fato de magnesio.	
	B.3	Determinación de hierro en sulfato de magnesio	82
	B.4	Determinación de arsénico en sulfato de magnesio	85
	B.5	Determinación de plomo en sulfato de magnesio	91
	B.6	Determinación de cloruros en sulfato de magnesio	94
	B.7	Determinación de sulfato de sodio en sulfato de magnesio	95
		Referencias bibliográficas	101

RESUMEN.

En el presente trabajo se describe una planta productora de sulfato de magnesio. En la fabricación se utilizan las materias primas siguientes: ácido sulfúrico, óxido de magnesio y agua. Las purezas son de 98%, 97% y 100% respectivamente.

Se comentan algunas generalidades sobre contaminación y se incluye la legislación correspondiente y que existe a la fecha, lo que permite comprender la importancia que tiene el cuidado de la ecología. El proceso utilizado tiene poco impacto en el ambiente. Lo que hace considerarlo como limpio.

Esta planta puede servir de base para otras en las que se deseen fabricar productos con proceso semejante al del sulfato de magnesio.

Se describe brevemente el proceso de fabricación y se ilustra por medio de un diagrama de bloques, se mencionan las características, propiedades físicas, químicas, y usos del sulfato de magnesio.

Los diversos métodos de obtención son mencionados en el trabajo incluyendo el que emplea la planta.

Un aspecto que destaca en el trabajo es el del diseño de la planta, por lo que se hace un desarrollo amplio de cada uno de los pasos, destacando entre otros las bases de diseño, balance de materiales y el diagrama de flujo. El manual de operación de la planta orienta, prepara y enseña al trabajador, sobre como hacer mejor sus tareas. Además, se comentan generalidades acerca de áreas de trabajo, equipos, conocimientos básicos de química relacionados con el proceso de fabricación, mantenimiento, seguridad industrial y prevención de accidentes.

Los planos incluidos en el trabajo dan un panorama general de lo arquitectónico, sanitario y mecánico, algunos sirven para trámites en dependencias federales y municipales.

Incluyendo técnicas analíticas para el control de calidad de las materias primas y del producto terminado, factor relevante que merece una atención especial por parte del productor para ofrecer a los consumidores un mejor producto.

Por último cuenta con las conclusiones, Las que resaltan aspectos importantes del trabajo. En esta parte final también se encuentran las referencias bibliográficas.

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

En la actualidad uno de los problemas de nuestro país es la dependencia tecnológica del exterior, lo que ocasiona que su desarrollo se vea frenado en gran medida. Además de todas las implicaciones que esto tiene.

En la búsqueda de alternativas que permiten en parte, resolver el problema - se investiga y adecua la tecnología existente, de tal manera que permita producir y abastecer el mercado interno de un producto de usos múltiples como lo es el sulfato de magnesio favoreciendo a la industria que requiere este producto como materia prima.

El presente trabajo surge como una respuesta para quienes en la búsqueda de lograr una mayor independencia económica, encuentran soluciones viables.

Durante el desarrollo se muestra como quedan interrelacionadas varias ciencias dando como resultado un panorama enriquecido de Ingeniería Química.

El objetivo al realizar este trabajo es el de presentar un proceso de obtención de sulfato de magnesio con todo lo que ello implica con posible aplicación a otros productos semejantes, cuidando un aspecto importante como lo es el de utilizar un proceso que no contamina.

Por otra parte se describen los aspectos necesarios para la fabricación de sulfato de magnesio desde la materia prima hasta el producto terminado. Aspectos que orientan en el establecimiento de criterios para proyectos semejantes al del presente trabajo.

CAPITULO 1.

1.1. GENERALIDADES SOBRE CONTAMINACION AMBIENTAL.

La contaminación ambiental actualmente es un problema en el que todos necesitamos obtener un mayor grado de conciencia para que en conjunto podamos encontrar alternativas que resuelvan este grave problema que afecta todo aquello que tiene vida.

Cuando tratamos de analizar el destino de la biósfera y con él, el del hombre, encontramos que han aparecido en gran número, ecólogos que hablan sobre problemas de contaminación sin que tengan bases científicas, que afirmen sus aseveraciones siendo quizá tan peligroso como el problema mismo.

Seguramente a nadie le gusta vivir bajo una atmósfera gris con con gran concentración de polvo, gases y materia orgánica que forma junto con la radiación ultravioleta del sol, el llamado "smog" pero es bien seguro también que a ningún ser humano le atrae vivir en un conglomerado en donde, el ruido y la aglomeración incrementan en el hombre su natural agresividad.

Es satisfactorio saber que existen personas que con pleno conocimiento de causa intentan remediar de una manera positiva los males que la actividad humana desordenada, ha producido a nuestro mundo, que por fortuna aún es posible de res-taurar.

Una de las formas más apropiadas para el objeto arriba mencionado, es la educación mesológica del hombre desde sus primeras letras ya que en la medida en el que el ser humano adquiera conciencia de su responsabilidad frente al medio en que viva, podrá contar con suficientes, recursos naturales no sólo en cantidad des si no lo que es más importante en calidad.

Estan también los conocimientos adquiridos de libros y otras fuentes de -- información serias de corte científico que son de gran utilidad como literatura para la educación no sólo del ciudadano común, sino también del profesionista, -- lo que contribuye a la adquisición de lo que se ha dado en llamar BIOETICA.

Las sociedades industriales, al parecer necesitarían mayor densidad de po -- blación por razones económicas, sin embargo, sabemos que la industrialización -- parece ser el factor más poderoso en la disminución de la natalidad. La mayoría de las naciones buscan la industrialización por motivos económicos. Sin embargo las condiciones ambientales que el desarrollo industrial requiere rara vez se -- logran con el gran número de habitantes. La población crece más allá de los lí -- mites de la capacidad de asimilación, porque la mortalidad decrece y las esperan zas de supervivencia aumentan. Provocándose, un estado de seguridad social indus trializado.

Podemos admitir que el medio ambiente que hemos heredado y que constante -- mente estamos creando puede mejorarse tanto, que una población, mucho más densa -- que la actual sea capaz de hallar en el mundo, un lugar más satisfactorio para -- vivir. Pero no cabe la menor duda de que el aumento de población y la contami -- nación del ambiente son los problemas más graves de nuestro mundo.

El efecto que el hombre produce sobre las regiones naturales donde se asien ta, puede observarse un aspecto fundamental y es que su poder destructor alcanza el mayor grado de severidad cuando algún producto natural del lugar, o algún -- producto técnico se vuelve objeto de exportación.

El otro aspecto que el hombre ha producido en el medio ambiente natural, y que es el más lamentable, muy diverso de la contaminación aunque en varios aspectos hay un vínculo directo entre ambos, es el estado de abandono. Este es verdaderamente el desastre ecológico el estado que retrocede a una condición de abandono más remota aún que su estado primitivo, con pocas esperanzas de superación; además a ese cuadro suele añadirse todo el cúmulo de detritus que es fruto de la acción del hombre.

La ciencia, como percepción humana de las leyes del universo, que aún estamos descubriendo, es la base sobre la que la tecnología avanza. La ciencia no es fácil porque supone una visión de alto nivel intelectual y la capacidad para soslayar creencias previas y pensar en forma nueva. La ciencia es neutral e impersonal desde todo punto de vista, cuando se tiene de ella un concepto serio. La tecnología, no es ciencia sino la aplicación de principios científicos a problemas físicos, en una actitud netamente antropométrica. En la tecnología no hay nada impersonal. Por añadidura es fascinante; produce los resultados apetecidos. La tecnología es apta para subyugarlos psicológicamente, de suerte que el hombre se convierta en su siervo y no ya en su amo y creador.

Población y contaminación son los grandes problemas de nuestra época, y la segunda está en relación con el aumento de la primera, aunque no necesariamente la mayor parte de la contaminación procede del sistema de librarse de los desperdicios al menor costo posible.

Sin embargo hay ejemplos de alguna rectificación gracias al progreso de la tecnología, pues téngase presente que si la voluntad del pueblo en último término es que el medio ambiente humano se depure y adacente, la tecnología será nuestro medio para lograrlo.

En el mundo hay procesos en marcha que pueden ser o no potentes pero cuya importancia es grande y tarde o temprano se decidirá por alguno, y será responsabilidad de particulares y profesionales de cada nación llevarlos a cabo.

La contaminación no tiene necesidad de aumentar en ninguna de sus formas diversas siempre y cuando estemos dispuestos de aceptar la idea de que la tecnología debe emplear su capacidad de inversión con actitud resuelta para depurar el ambiente y tener un mundo más saludable dentro de un lapso razonable. Esta es nuestra responsabilidad con la tierra y sus pobladores en el presente y en el futuro.

Por todo lo anterior se decide seleccionar un proceso de obtención de sulfato de magnesio que no produzca contaminación.

1.2 BREVE DESCRIPCION DEL PROCESO DE OBTENCION DEL SULFATO DE MAGNESIO

Dicho proceso utiliza como materias primas óxido de magnesio, ácido sulfúrico y agua, se vacían a un reactor donde se someten a una agitación constante durante un determinado tiempo durante el cuál se completa la reacción, el producto es enviado a un cristizador donde solidifica el sulfato de magnesio acompañado de una solución acuosa, al pasar a la centrífuga se le retira la parte líquida a la que se le denomina "aguas madres" formadas por las materias primas del proceso, se reciclan al reactor trayendo consigo un ahorro en el consumo de reactivos provocando con ello un enriquecimiento de la reacción. Siendo lo más importante el que no se desechan al drenaje municipal lo que evita la contaminación de las aguas.

El producto ya centrifugado es pasado a un secador rotatorio al que se le hace pasar una corriente de aire caliente obteniéndose el producto seco, y después se envasa, pesa y envía al almacén.

(VER FIGURA 1)

1.3 DIAGRAMA DE BLOQUES DEL PROCESO.

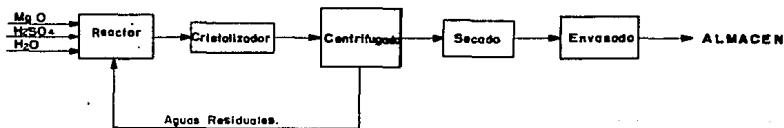


FIGURA 1.

1.4 SELECCIÓN DE COMBUSTIBLES PARA LA CALDERA.

La planta cuenta con una caldera que utiliza como combustible diesel, sin embargo las emanaciones de monóxido de carbono, humos y polvos favorecen la contaminación atmosférica, por lo que nos han llevado a buscar y seleccionar, otro combustible, llamado Hidrosol D. semejante al primero pero con un índice menor de emanaciones contaminantes.

Por todo lo anterior y considerando lo grave del problema de la contaminación ambiental podemos estar convencidos y seguros que la fabricación del sulfato de magnesio en esta planta es un proceso limpio, "NO CONTAMINANTE".

A continuación se mencionan las características de los combustibles, ya mencionados, lo que permite entender la explicación anterior.

DIESEL:

Color ASTM (Ambar)	2.0
Peso Especifico 20/4°C	0.852
Temp. de Inflamación °C	77
Temp. de Congelación °C	6
Viscosidad ssu a 37.5°C	35
<u>Azufre Total % Peso</u>	<u>1.0</u>

DESTILACION:

Temp. Inicial Ebullición °C	185
Temp. Final Ebullición °C	350
Poder Calórico BTU/Libras	18.100

HIDROSOL D:

Color Saybolt (Blanco)	+30
Peso Especifico 20/4°C	0.824
Temp. de Inflamación °C	68
Temp. de Congelación °C	-22
Viscosidad SSU a 37.5 °C	36
<u>Azufre Total.% Peso.</u>	<u>0.003</u>

DESTILACION:

Temp. Inicial Ebullición °C	205
Temp. Final Ebullición °C	297
Poder Calórico BTU/Libras.	16.550

1.5 LEGISLACION.

NORMA Técnica Ecológica NTE-CCAT-005/66, que establece los niveles máximos permisibles de emisión a la atmósfera de partículas, monóxido de carbono, bióxido de azufre y óxidos de nitrógeno, provenientes de procesos de combustión de diesel en fuentes fijas.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología.

GABINO FRAGA MOURET, SECRETARIO DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA, CON FUNDAMENTO EN LOS ARTICULOS 37 FRACCIONES XVI Y XVII DE LA LEY ORGANICA DE LA ADMINISTRACION PUBLICA FEDERAL: 5o. FRACCION VIII, 8o. FRACCION VII, 36,37,111 FRACCION I Y 113 DE LA LEY GENERAL DEL EQUILIBRIO ECOLOGICO Y LA PROTECCION AL AMBIENTE, HE DICTADO ACUERDO POR EL QUE SE EXPIDE LA NORMA TECNICA ECOLOGICA NTE-CCAT-005/66, QUE ESTABLECE LOS NIVELES MAXIMOS PERMISIBLES DE EMISION A LA ATMOSFERA PARTICULAS, MONOXIDO DE CARBONO, BIOXIDO DE AZUFRE Y OXIDOS DE NITROGENO PROVENIENTES DE PROCESO DE COMBUSTION DE DIESEL EN FUENTES FIJAS, CON BASE EN LOS SIGUIENTES:

CONSIDERANDOS

Que la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, prevé que las emisiones a la atmósfera deberán sujetarse a las normas técnicas ecológicas en las que se determinen los niveles máximos permisibles de emisión, por contaminantes o por fuente de contaminación, a fin de asegurar una calidad del aire satisfactorio para el bienestar de la población y para conservar el equilibrio ecológico.

Que algunas fuentes fijas que usan diesel como combustible generan contaminantes, dentro de los que se encuentran, entre otros, las partículas, el monóxido de carbono, el bióxido de azufre, y los óxidos de nitrógeno. Algunos de estos contaminantes reaccionan con otros compuestos, formando otros contaminantes con características toxicológicas más severas al ambiente que aquellos.

Que la emisión de dichos contaminantes produce deterioro a la calidad del aire si rebasa ciertos límites, por lo que es necesario el control de dichas emisiones a través del establecimiento de los niveles máximos permisibles, que aseguren que no se originan alteraciones significativas al ambiente.

Que para la determinación de los niveles máximos permisibles de emisión a la atmósfera previstos en esta norma, se tomó en consideración la utilización de diesel únicamente, la optimización de los procesos de combustión, las tecnologías de control actuales, así como la aplicación de combustibles de la mejor calidad.

Que en la formulación de la presente norma participó la Secretaría de Salud, en lo referente a la salud humana.

En mérito de lo anterior, he tenido a bien dictar el siguiente:

ACUERDO

ARTICULO 1o. Se expide norma técnica ecológica NTE-CCAT-005/88, que establece los niveles máximos permisibles de emisión a la atmósfera de partículas, monóxido de carbono, bióxido de azufre y óxido de nitrógeno, provenientes de procesos de combustión en fuentes fijas, que utilicen únicamente diesel como combustible, cuando los gases de combustión no estén en contacto directo con los materiales de proceso.

ARTICULO 2o. Esta norma técnica ecológica es de orden público e interés social, así como de observancia obligatoria para los responsables de fuentes fijas referidas en el artículo 1o.

ARTICULO 3o. Para los efectos de esta norma técnica ecológica, se considerarán las definiciones contenidas en la Ley General del Equilibrio ecológico y la Protección al Ambiente, y las siguientes:

Combustión: Oxidación rápida, que consiste en una combinación del oxígeno con aquellos materiales o sustancias capaces de oxidarse, dando como resultado la generación de gases, luz y calor.

Diesel: Aceite combustible que resulte de la destilación del petróleo, cuando el 10% destila a una temperatura mínima de 200°C y el 90% destila a una temperatura máxima de 360°C y cumple además una especificación de calidad establecida.

Equipo de combustión: Dispositivo que se utiliza para realizar la combustión de un combustible.

Fuente fija: Es todo establecimiento que tenga como finalidad desarrollar operaciones o procesos industriales, comerciales, de servicios o actividades que generen o puedan generar emisiones contaminantes a la atmósfera.

Proceso de combustión: Procedimiento mediante el cual un sistema de equipo efectúan la combustión de un combustible.

Operación de arranque de equipo de combustión: Inicio de operación de los procesos de combustión.

Operación de soplado: Aquella que consiste en limpiar de hollín los tubos de una caldera acuotubular, mediante la inyección de aire o vapor a presión.

zona crítica.- Aquella en la que por sus características topográficas y meteorológicas se dificulte la dispersión o se registren altas concentraciones de contaminantes en la atmósfera.

ARTICULO 4o. Los niveles máximos permisibles de emisión a la atmósfera de partículas, monóxido de carbono, bióxido de azufre y óxido de nitrógeno, para los procesos de combustión de diesel en fuentes fijas, referidas en el artículo 1o. de esta norma son:

CONTAMINANTES	NIVELES MAXIMOS PERMISIBLES DE EMISION	
	ZONAS CRITICAS Kg/m ³ (a)	RESTO DEL PAIS Kg/m ³ (a)
PARTICULAS	0.260	0.300
MONOXIDO DE CARBONO	0.600	0.665
BIOXIDO DE AZUFRE	17.000	34.000
OXIDOS DE NITROGENO (b)	2.700	3.000

(a) Kilogramos de contaminantes por cada metro cúbico de diesel consumido a 295°K (25°).

(b) Los óxidos de nitrógeno expresados como bióxido de nitrógeno.

ARTICULO 5o. Los niveles máximos permisibles de emisión a la atmósfera establecidos en el artículo anterior, podrán rebasarse en caso de operaciones de arranque y soplado del equipo de combustión, siempre y cuando no excedan períodos mayores de 15 minutos y que estos no se presenten más de tres veces al día.

ARTICULO 6o. Para los efectos de cuantificación de las emisiones de partículas, monóxido de carbono, bióxido de azufre y óxidos de nitrógeno, deberán utilizarse los procedimientos establecidos en las Normas Oficiales Mexicanas correspondientes, o en su caso en las que expida la autoridad competente.

TRANSITORIO

UNICO.- El presente acuerdo entrará en vigor el día siguiente de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

Ciudad de México, a 7 de octubre de mil novecientos ochenta y ocho.- El Secretario de Desarrollo Urbano y Ecología, Gabino Fraga Mouret.- Rúbrica.

ACUERDO por el que se expide la norma técnica ecológica NTE-CRP-001-86, que establece los criterios para la determinación de residuos peligrosos y el listado de los mismos.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos Secretaría de Desarrollo y Ecología.

MANUEL CAMACHO SOLIS, SECRETARIO DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA, CON FUNDAMENTO EN LOS ARTICULOS 37 FRACCIONES XVI Y XVII DE LA LEY ORGANICA DE LA ADMINISTRACION PUBLICA FEDERAL; Y 5o. FRACCIONES VIII Y XIX, 8o. FRACCION VII, 36 y 150 DE LA LEY GENERAL DEL EQUILIBRIO ECOLOGICO Y LA PROTECCION AL AMBIENTE, HE DICTADO ACUERDO POR EL QUE SE EXPIDE LA NORMA TECNICA ECOLOGICA NTE-CRP-001/86, QUE ESTABLECE LOS CRITERIOS PARA LA DETERMINACION DE RESIDUOS PELIGROSOS Y EL LISTADO DE LOS MISMOS, CON BASE EN LOS SIGUIENTES:

CONSIDERADOS

Que tanto el crecimiento industrial como el de la población han contriguído a la generación de residuos, algunos de ellos peligrosos para el equilibrio ecológico o el ambiente.

Que la regulación de los residuos peligrosos está considerada en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la protección al Ambiente, como asunto de alcance general de la Nación, o de interés de la Federación.- Asimismo se prevé la necesidad de determinar cuales residuos deben considerarse peligrosos y elaborar un listado de los mismos.

Que en virtud de que los residuos peligrosos se ven incrementados en la medida en que se presentan nuevos procesos de extracción, beneficio, transformación, producción, consumo utilización control o tratamiento, el criterio adoptado en esta norma para determinar esta clase de residuos es dinámico, lo que permite contar con un registro básico, en el que se atiende a los procesos que los generan y ofrece la posibilidad de ir incorporando a dicho registro aquellos otros -

aquellos otros residuos que presenten las características y condiciones provistas en esta norma.

Que de acuerdo con la propia Ley, un residuo es peligroso cuando por sus características corrosivas tóxicas, venenosas, reactivas, explosivas, inflamables, biológicas infecciosas o irritantes, representan un peligro para el equilibrio ecológico o el ambiente. En la presente norma se equiparán las características venenosas, biológicas infecciosas e irritantes de un residuo, a la s de toxicidad del mismo.

Que como lo prevé la citada Ley, la Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología precedió a formular la presente norma técnica ecológica, previa opinión de la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, Salud, Energía, MINas e Industria Paraestatal, Agricultura y Recursos Hidráulicos y Gobernación.

En mérito de lo anterior, he tenido a bien dictar el Acuerdo que se contiene en los siguientes artículos:

ARTICULO 1o.- El presente Acuerdo tiene como propósito expedir la norma técnica ecológica NTE-CRP-001-85, que establece los criterios para la determinación de residuos peligrosos y el listado de los mismos.

ARTICULO 2o. Esta norma Técnica es de orden público e interés social, así como de observancia obligatoria cuando se generen residuos, a fin de identificar aquellos que sean peligrosos.

ARTICULO 3o.- Para los efectos de esta norma técnica se considerarán las definiciones contenidas en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente.

ARTICULO 4o.- Los residuos considerados como peligrosos son aquellos que presentan una o más de las siguientes características: corrosivas, tóxicas, reactivas, explosivas o inflamables.

Para la determinación de los residuos peligrosos, se aplicarán los siguientes criterios:

I. Corrosividad.

Un residuo se considera peligroso por su corrosividad cuando:

- En solución acuosa presenta un pH menor o igual a 2, o mayor o igual a 12.5.

- en estado líquido es capaz de corroer el acero al carbón (SAE 1020), a una velocidad de 6.35 milímetros por año, y una temperatura de 55°C.

II. Toxicidad al ambiente.

Con respecto a contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos de agua, provenientes de la fabricación de sulfato de magnesio, en la actualidad, no existen normas técnicas ecológicas. Además, las aguas de deshecho se reciclan al proceso. Las provenientes del laboratorio y sanitarias, pocas cantidades se envían al drenaje municipal.

En resumen, el medio ecológico que se puede impactar es el aire, debido a la combustión del hidrosol D, combustible de la caldera, pero las emisiones de gases cumplen con la norma respectiva.

A través de monitoreos en la chimenea de la caldera se controla la emisión de contaminantes.

Los rendimientos prácticos son muy semejantes a los teóricos, por lo que la emisión de sulfato de magnesio a la atmósfera es poco significativa. No se producen residuos sólidos.

La empresa se responsabiliza ante la comunidad, industrial en su mayoría, situando sus chimeneas a alturas en las que polvos y humos son disipados por los vientos.

La empresa cuenta con permisos municipales y federales, estos últimos otorgados por las Secretarías de Salud, de Hacienda y Crédito Público y Trabajo y Previsión Social. También se informa y cumple con lo dispuesto por la Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología.

Sin embargo, la persona que desee incursionar sobre esto deberá profundizar más sobre lo anterior.

GENERALIDADES
SULFATO DE MAGNESIO

CAPITULO 2

2.1 CARACTERISTICAS DEL SULFATO DE MAGNESIO.

SULFATO DE MAGNESIO: EPSOMITA, Rómbico, biesfesoidal color blanco y brillo vítreo ó sedoso.

También denominada Sal Inglesa ó Sal Amarga, toma su nombre de las fuentes de Epsom (Inglaterra) En cuyas aguas cristaliza en forma de cristales pseudotetraedrales y más a menudo en masa botroidal ó en costras de fibras delicadas, incoloras ó blancuzcas, con brillo vítreo.

Se encuentran generalmente en las paredes de las galerías de las minas vinculadas a las zonas de oxidación de los depósitos de piritas y, con menos frecuencia en los depósitos marinos y de lagos salados.

Fórmula del sulfato de magnesio heptahidratado.



FORMULA $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 246.36

Peso molecular

COMPOSICION QUIMICA ANHIDRA: Mg=20.2% O₂ =53.16% S=26.63%

Encontrado en la naturaleza cómo mineral Kieserita.

El sulfato de magnesio heptahidratado se obtiene en forma de cristales ó polvo eflorescente, de sabor amargo y frío cuando se expone al aire pierde una molécula de agua 7%, a 70-60°C. Pierde 4 moléculas 20 %, a 100°C. Pierde 6 moléculas de agua a 150°C Pierde la última molécula de agua a 250°C Rápidamente absorbe el agua perdida cuando se expone al aire húmedo.

Densidad: 1.67; 1 gramo se disuelve en 0.6 ml de agua hirviendo se disuelve, muy lentamente en glicerina.

Escasamente soluble en alcohol, su solución acuosa es neutra pH 6-7.

USOS: Aumenta en volumen al algodón, y seda, aumenta la acción blanqueadora del hipoclorito de calcio, fabricación de madera perla y papel de baja calidad, material a prueba de fuego fabricación de tintes y tipografía, calicós, fertilizantes, explosivos, agua mineral, curtiduría de cuero., etc.

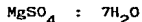
USOS MEDICOS: El heptahidratado es purgante, típicamente conocido como cataplasma osmótico, relajante de músculos, anticonvulsante. Como purgante se usa en dosis de 15g.

PRECAUCION: No debe ser usado en presencia de insuficiencia renal - porque puede ser posible guilar a una intoxicacion con magnesio.

TOXICIDAD HUMANA: No es significativo en usos industriales.

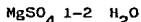
USOS VETERINARIOS: Como solución hipertónica en inflamaciones locales, heridas infectadas. Internamente ayuda a combatir el tetanos. Con hidrato de cloral se emplea como anestésico general. Antídoto para plomo y ácido carbónico, se usa como purgante para ganado, caballos y perros. - dosis catártica: caballos; 250 a 1000 g.; ganado vacuno: de 500 a 100 g. ovejas y cabras: 60 a 90 g.; perros: de 10 a 25 g.; gatos: 2 a 4 g.

SULFATO DE MAGNESIO HEPTAHIDRATADO (CON 7 MOLECULAS DE AGUA)



Dentro de este tipo de sulfato, existen dos tipos de calidad el industrial y el medicinal. El industrial es utilizado para la curtiduría y fertilizantes, debido a su aspecto blanco es requerido en áreas de más calidad. Esta diferencia estriba en el fenómeno de recristalización.

SULFATO DE MAGNESIO ANHIDRO (CON 1 - 2 MOLECULAS DE AGUA)



2.2. PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS

MAGNESIO: Sólo existen en compuestos que constituyen buen número de minerales ó están disueltos en las aguas del mar ó de manantiales de agua amarga ó purgantes.

El porcentaje total en la tierra llega a ser de 5.69%

Compuestos del magnesio: Contienen también los seres vivos, de modo especial el pigmento clorofila de las plantas.

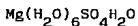
El sulfato de magnesio anhidro se presenta en un polvo blanco de peso específico 2.60 Muy estable al calor, se descompone a 1124°C, coeficiente de solubilidad 26 a 0°C, y 730 a 100°C, Calor de disolución 20.3 Kcal/mol.

Forma una serie de hidratos estables, con 1, 6, 7, y 12 moléculas de agua inestables con 2, 4, 5 moléculas.

(Robson, en 1927, señaló los hidratos 1, 1½, 1½, 2,4,6, 7 moléculas de agua) He aquí sus puntos de transición.

MgSO ₄	12	H ₂ O	—————	1.6°C
MgSO ₄	7	H ₂ O	—————	48.3°C
MgSO ₄	6	H ₂ O	—————	68 °C
MgSO ₄		H ₂ O	—————	200 °C ——— MgSO ₄

Es estable a la temperatura ordinaria, es por tanto, el heptahidratado — que en la naturaleza, constituye la Epsomita, cristalizada en la singonia monoclínica e incolora y amarga; peso específico 1.63 Posee una variedad tetragonal inestable los 1-6 hidratos son monoclinicos. El 7 hidrato tiene los grupos OH, dispuestos en la siguiente forma:



Esto es, con 6 H₂O coordinados al átomo central Mg. Al disolverse el 7 hidrato, absorbe calor +3 Kcal/mol.

Existen bastantes minerales formados por sales dobles ó triples y exis --

ten también mixtas, en que se encuentran el sulfato de magnesio.

SCHONITA:	K_2SO_4	$MgSO_4$	$6H_2O$
ASTRAKANITA:	Na_2SO_4	$MgSO_4$	$4H_2O$
KAINITA:	KCl	$MgSO_4$	$3H_2O$
DOLOMITA:	MgO	CaO	etc...

De ellas se extrae el sulfato, así cómo de manantiales que lo contienen disuelto. (aguas purgantes).

2.3 USOS DEL SULFATO DE MAGNESIO.

GANADERIA:

Ingredientes de alimentos para ganado.

AGRICULTURA:

Elemento menor de los fertilizantes foliares.

MEDICAMENTOS PARA ANIMALES:

Ingredientes de acondicionador para animales, en combinación con azufre, semillas de fenogreco, linaza, jengibre, raíz de genciana, bicarbonato de sodio sales de antimonio y nitrato de potasio.

Expulsador de gusanos, en combinación con sulfato de calcio silicato de sodio, arena y nicotina.

BEBIDAS:

Ingredientes de vidrio como parte de la molienda que además debe contener arcilla y óxido de estaño.

QUIMICA:

Como agente deshidratante en concentrar soluciones diluidas de ácido acético. Como agente dispersante para hacer soluciones de fluorosilicato de Sodio. Ingrediente de catalizadores para la oxidación de SO_2 a SO_3 .

Reactivo para decolorar barita.

Reactivo para la fabricación de fosfatos alcalino y amónicos como materia prima para la fabricación de hidróxido de magnesio, peróxido y tungstato de magnesio.

CONSTRUCCION:

Ingredientes de preparaciones endurecedoras que también con tienen Silicato de Sodio, Cloruro de Calcio fundido, usadas para recubrir estatuillas de yeso y alabastro.

Cementos hidráulicos.

Cementos Sorel, que contiene también cloruro de calcio, magnesia calcinada y Cemento.

Cementos plásticos de magnesia (se agrega para incrementar su resistencia al agua y reducir la expansión).

Plastecedores de paredes, que contienen también cloruro de magnesio hidratado y escayola.

EXPLOSIVOS Y CERILLOS:

Ingredientes de compuestos explosivos y cerillos.

FERTILIZANTES:

Ingredientes de composiciones y preparados para vitalización de suelo.

CONTRA INCENDIOS:

Ingredientes de preparados contra incendios para fábrica de materiales plásticos.

Preparados contra incendios de muros Plásticos hechos con material fibroso, se usa en combinación con fosfato de sodio y amonio y ácido bórico.

ALIMENTOS:

Ingredientes de preparación de levadura para la mezcla de confitados y azúcares, se usa en combinación con -- ácido cítrico, levadura seca y almidón de tapioca.

CURTIDURIA:

Para darle peso a la suela de cuero.

INSECTICIDA:

Como agente dispersante en la fabricación de soluciones de fluorosilicato altamente concentradas, usadas como-pesticidas muy potentes.

METALURGIA:

Activador para mantos auríferos, de pirita y cuarzo.

En flotación de mantos de zinc, es usado en combinación de sulfato de cobre y un espumante adecuado como el aceite de eucalipto.

Ingrediente de electrolitos conteniendo también hidróxido de amonio, y bromato de potasio para producir la pátina verde del cobre.

Electrolitos para recubrimientos de níquel, en combinación con sulfato de níquel, sulfato de níquel aluminio y ácido bórico.

Reactivo para recobrar litio de minerales que lo contienen y de material silícico.

VARIOS:

Ingredientes para compuestos para fundir hielo y nieve en combinación con sales amónicas y material silíceo.

Baños reductores de grasas.

Preparados contra incendios.

Preparados para limpiar o pulir plata, en combinación con cloruro de sodio, clorhidratos de quinina e índigo.

Preparación de nieve artificial, usada principalmente en películas y motivos navideños.

Agente deshidratante en la fabricación de peróxidos orgánicos.

PAPEL:

Ingredientes de emulsificadores y preparados a prueba de agua en colados como protección del papel de seguridad.

PERFUMERIA:

Ingredientes de lociones, cosméticos.

Lociones reductas faciales y corporales, en combinación con alcanfor, insopropanol, tintura de yodo, agua y perfume.

PETROLEO:

Agente de revestimiento de materiales de contacto en la neutralización de aceites tratados con ácidos.

FARMACIA:

Ingredientes de sales de baño reductoras de peso se sugiere su uso como catártico, aplicación tópica en el tratamiento de magulladuras torceduras, erisipelas y otras inflamaciones, localizadas.

HULE:

Agente coagulante para dispersiones altamente diluidas para el recubrimiento de prendas de vestir.

JABONES:

Ingredientes de jabones en polvo, en combinación con silica to de sodio soda ash, jabón y perborato de sodio.

TEXTILES:

Agentes de acondicionamientos en composiciones para el terminado de algodón, lino, tejido, lana y terliz.

Agente deslustrante en la manufactura del rayón.

Ingrediente de baños de tinción de calicó.

Soluciones amortiguadoras en la tinción de lana con colores fríos
Composiciones contra incendios.

Composiciones de conservadores para fibras textiles para tejido en combinación con alumbre y cloruro de sodio.

Formulaciones de engomado, ajuste de la concentración del mismo en baños para la manufactura del rayón.

Mordente en coloración de lana con ciertos colores básicos.

Coadyuvante de la resistencia contra el agua de algunas prendas de algodón teñidas.

Agente de carga para franelas, algodón, lino, y calicó.

2.4 METODOS DE OBTENCION.

El sulfato de magnesio se obtiene de las aguas madres residuales de la cristalización de la sal común en las salinas, en las últimas balsas donde se deposita -- sal todavía lo suficientemente carente de sales de magnesio para el aprovechamiento de la sal de magnesio que todavía contienen, la mayor parte del contenido inicial, se sigue el proceso siguiente:

Las aguas madres se concentran hasta por encima de 34°Bé, precipitado todavía gran cantidad de sal común muy rico en sales de magnesio que suele aprovecharse -- para salazones. en la fase líquida queda el sulfato de magnesio con una riqueza de 130 g/l.

dichas aguas se enfrían mediante máquinas frigoríficas hasta 5°C precipitando sulfato de magnesio casi puro con siete moléculas de agua las dos terceras partes del sulfato de magnesio inicial precipitan quedando las aguas enfriadas, puesto -- que hay contracción de volumen con una riqueza de 60 g/l. de sulfato de magnesio. Además dicha cantidad de sulfato de magnesio quedan en las aguas 3-4 g/l de bromo además de sales potásicas, cloruro de magnesio y algo de cloruro de sodio. El sulfato de magnesio precipitado de esta forma se vende como tal, siendo bastante -- puro.

Otro método de obtención es:

Prepararlo a partir del óxido o el hidróxido de magnesio por medio de una -- reacción neutralización con ácido sulfúrico, posteriormente se cristaliza el producto. También la reacción de óxido o hidróxido de magnesio con dióxido de azufre para formar sulfito de magnesio el cual es oxidado con aire para formar el -- sulfato de magnesio la solución resultante es evaporada a la concentración deseada y es enfriada para obtener cristalizado el sulfato de magnesio.

Los grados técnicos de sulfato de magnesio son preparados utilizando diversas materias primas, incluyendo KIESERITA, BRUNCITA, MAGNESITA, Y SALMUERAS NATURALES que contengan sulfato de magnesio, la purificación de la KIESERITA es difícil porque es muy lento el grado de disolución en agua, aún hirviendo.

En Europa, se producen cantidades considerables de sulfato de magnesio mediante la refinación de domos naturales de epsomita.

Haciendo reaccionar la magnesita compuesta de óxido de magnesio y óxido de calcio con ácido sulfúrico se obtiene sulfato de calcio dihidratado y sulfato de magnesio debiéndose separar los dos productos, la solución de sulfato de magnesio se evapora y concentra para posterior enfriamiento y cristalización en este proceso se obtienen cantidades mayores ó iguales de sulfato de calcio dihidratado -- respecto del sulfato de magnesio lo que hace todo rentable la obtención ya que el sulfato de calcio dihidratado en la actualidad no tiene mercado y se debe dese -- char.

2.5 METODO DE OBTENCION DEL SULFATO DE MAGNESIO CON ACIDO SULFURICO PURO Y -- GASTADO.

El sulfato de magnesio que se obtiene utilizando ácido sulfúrico puro (98%) -- presenta ventajas como son:

Favorece y simplifica el control de calidad el volumen empleado en la reacción, es menor, no causa problemas en el proceso, por lo tanto el producto obtenido es de la calidad requerida en el mercado.

Cuando se emplean en el proceso de obtención, ácidos gastados, que presentan diversos contaminantes de origen orgánico ó inorgánico que intervienen en la -- reacción, causan problemas, que se reflejan en una menor calidad del sulfato de -- magnesio, por lo que su mercado es reducido.

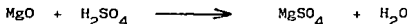
CAPITULO 3.

DISEÑO DE LA PLANTA PRODUCTORA DE $MgSO_4$.

3.1 BASES DE DISEÑO.

Se proyectó una planta para producir 13,000 Ton/año de sulfato de magnesio heptahidratado, mismas que servirían para satisfacer la demanda nacional y en un futuro poderlo exportar.

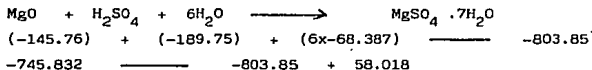
En dicho proyectó se utilizó el método de obtención consistente en la reacción entre el óxido de magnesio y el ácido sulfúrico.



La reacción es exotérmica y de acuerdo a los calores de formación de los reactivos y productos que intervienen:

MgO	sólido	-145.76	Kcal/gr.mol
$MgSO_4$	sólido	-301.08	Kcal/gr.mol
$MgSO_4$	400 H_2O	-321.33	Kcal/gr.mol
$MgSO_4 \cdot 7H_2O$	sólido	-803.85	Kcal/gr.mol
H_2SO_4	líquido	-189.75	Kcal/gr.mol
H_2SO_4	diluido	-210.28	Kcal/gr.mol
H_2O		-68.387	Kcal/gr.mol

DE DONDE:



58.018 Kcal. por 246.5 grs.

235.3671 Kcal/Kg. $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

Si suponemos una eficiencia de 98% en el proceso tendremos:

$$1,500 \div 0.98 = 6.2094 \text{ moles/Hr.} \quad 6.21 \text{ moles/Hr.}$$

Usando 6.21 Mol/Hr. como base tenemos:

$MgSO_4 \cdot 7H_2O$ a producir $6.21 \times 2465 = 1530.765$ Kg/Hr.

MATERIAS PRIMAS NECESARIAS:

$$\text{MgO} = 6.21 \times 40.32 = 250.39 \quad \text{Kg/Hr.}$$

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 100\% \quad 6.21 \times 98.08 = 609.08 \quad \text{Kg/Hr.}$$

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \quad 98\% = 621.51 \quad \text{Kg/Hr.}$$

$$\text{Agua para cristalizar } 6.21 \times 6 \times 18.02 = 671.43 \quad \text{Kg/Hr.}$$

$$\text{Menos H}_2\text{O en ácido neto.} \quad = 659.00 \quad \text{Kg/Hr.}$$

Por lo tanto los consumos mensuales de materia prima para satisfacer la producción anual de sulfato de magnesio son:

$$\text{MgO} \quad 250.39 \text{ Kg/hr} \times 24 \text{ hrs.} \times 30 \text{ días} = 180,280.8 \text{ Kg.}$$

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \quad 98\% \quad 621.51 \text{ Kg/hr.} \times 24 \text{ Hrs.} \times 30 \text{ días} = 447,487.2 \text{ Kg.}$$

$$\text{H}_2\text{O para cristalizar } 671.43 \text{ Kg/hr. menos agua en ácido.}$$

$$\text{neto} = 659.00 \text{ Kg/hr.} \times 24 \text{ Krs.} \times 30 \text{ días} = 474,480 \text{ Kg.}$$

De producto obtenemos:

$$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} = 1530.76 \text{ Kg/hr.} \times 24 \text{ Hrs.} \times 30 \text{ días} = 1,102,147.2 \text{ Kg.}$$

3.2 CRITERIOS DE DISEÑO.

Después de analizados los diversos métodos de obtención, se seleccionó el de la reacción entre el óxido de magnesio y ácido sulfúrico, por ser el de mayor rendimiento, además, las materias primas necesarias se consiguen con facilidad en el mercado nacional.

Otros métodos son pocos probables o incosteables, como son el de Kieserita debido a que en México no existen domos susceptibles de explotación.

El proceso con magnesita es incosteable, ya que se obtiene en gran parte material de deshecho, lo que hace necesario localizar áreas donde depositarlo, con los consiguientes problemas de contaminación ambiental.

El método donde se utiliza agua de salinas de mar requiere una gran inversión económica, lo que confirma que el proceso elegido es el más indicado.

El proceso seleccionado además de su eficiencia, es rentable, permite obtener sulfato de magnesio de calidad, es decir, satisface las especificaciones requeridas por los múltiples consumidores que lo utilizan en una gran variedad de procesos, debido a su diversidad en usos y aplicaciones.

La capacidad para la que se diseñó la planta permite satisfacer la demanda nacional 7,200 toneladas anuales dejando para exportar 5,800 toneladas por año lo que nos da un total de 13,000 toneladas producidas.

El mercado internacional presenta buenas perspectivas de compra del producto, debido a que su demanda es elevada y la poca o nula producción en otros países origina un déficit considerable.

La exportación permite dar a conocer en el mercado internacional productos como el sulfato de magnesio, que son producidos en nuestro país con las mejores técnicas, procedimientos y equipos que existen.

Lo que habla del grado de industrialización de México alcanzado a la fecha y por consiguiente, menor dependencia de tecnología extranjera; ahorro y generación de divisas, necesarias para promover y apoyar el desarrollo de nuestro país.

La existencia de tecnología propia para el diseño, construcción y funcionamiento de la planta de un flexibilidad, que permite aumentar la producción cuando así lo demande el mercado, nacional y/o extranjero.

El equipo crítico considerado es la centrífuga, ya que permite aumentar la producción actual también éste equipo es determinante, ya que el centrífuga es función de la alimentación.

Por lo anterior la planta cuenta con dos centrífugas, previniendo cualquier contingencia futura. Siendo primordial la separación de cristales de sulfato de magnesio y aguas madres.

Dos aspectos importantes de esta época son:

La inversión de capital en el área industrial, entre otras, que permite la creación de empleos y beneficios sociales. Además, la selección de procesos limpios, que no emitan cantidades, no permisibles, de gases humos, polvos, y aguas que contaminan al ambiente.

Los requerimientos de servicios auxiliares necesarios para la ubicación construcción y funcionamiento de la planta son varios y diversos, mismos que son satisfechos, por las diferentes entidades, municipales y federales.

Todos los servicios auxiliares son importantes y en su conjunto hacen posible la existencia de la planta. se cuenta con calles pavimentadas, guarniciones banquetas, alumbrado público, agua potable, alcantarillado, vías y medios de comunicación, líneas de energía trifásica, líneas telefónicas y otros.

La instalación de la planta en el valle de México, se entiende por la satisfacción de los servicios auxiliares y otros. Además, es el centro de consumo más grande , evita costos de flete que encarecen al producto.

3.3 FILOSOFIA DE LA OPERACION.

La selección del proceso para la fabricación de sulfato de magnesio se consideró como una alternativa de solución para satisfacer la demanda del mercado interno nacional de este producto de usos diversos y por lo mismo de gran consumo con la expectativa de exportarlo generando con ello entrada de divisas al país en momentos que así se requiere debido a los problemas económicos por lo que se atraviesa en la actualidad y de paso aprovechar también el reciente ingreso de nuestro país al mercado internacional GATT en donde con calidad y precio se compite favorablemente lo que da la oportunidad de crecer sin que esto signifique que se haga necesario hacer modificaciones o ampliaciones importantes a la planta con que se cuenta en la actualidad.

En la fabricación del sulfato de magnesio heptahidratado o sal de Epsom ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) se utilizan las materias primas siguientes agua cruda, ácido sulfúrico (H_2SO_4) y óxido de magnesio (MgO) el agua utilizada proviene de la toma municipal y se almacena en una cisterna, el ácido sulfúrico es traído en pipas de 30 toneladas y almacenado en la planta en tanques, el óxido de magnesio se recibe en costales de rafia con un peso de 50 Kg. que son estibados en el área de materia prima.

El proceso se inicia bombeando desde sus lugares de almacenamiento agua y ácido sulfúrico a unos tanques medidores y después se agregan a un reactor con agitación de 6,000 litros de capacidad 4,522 Kg. de agua y 2,600 Kg. de ácido sulfúrico, se agitan con lo que da inicio la reacción, alcanzando una temperatura de 110°C aproximadamente, dicha reacción se neutraliza con óxido de magnesio 1,200 Kgs. que se agrega manual y lentamente hasta llegar al grado de neutralización $pH = 7$ y una densidad de 1.4 a 1.45 gm/cm^3 esto indica que la reacción ha terminado, la solución saturada del sulfato de magnesio obtenida es bombeada en caliente a cristalizadores de chaqueta, enfriados por agua, el crecimiento del cristal se controla con agitación de 20 r.p.m durante 24 horas y disminución de la temperatura 20 - 30°C aproximadamente, siendo esto indicador de que la cristalización ha terminado.

El producto se bombea a un tanque alimentador de una centrifuga de canasta automática misma que separa los cristales de las aguas madres, los cristales son llevados a través de una banda a un transportador de cangilones que los eleva a un alimentador cónico de gusano que envía los cristales al secador rotatorio de martillos donde se controla la temperatura del aire, se introduce por uno de los extremos y calentado por un radiador alimentado con vapor de agua, mismo que se obtiene de una caldera de 60 caballos a una presión de 8 Kg. que utiliza como combustible Hidrosol D. la temperatura del aire en el interior del secador se controla con un termómetro.

El producto seco es envasado en sacos de rafia que contienen una bolsa de polietileno se pasan y cosen. Los sacos de 40 Kg. de sulfato de magnesio se estiban en el área de almacén quedando el producto listo para su comercialización.

Las aguas madres obtenidas en la centrifuga, que contienen sulfato de magnesio en solución de baja concentración, se reciben en un tanque y de allí se bombean a una cisterna, quedando disponibles para ser utilizadas en reacciones subsecuentes.

Al producto terminado se le hacen las pruebas de calidad siguiente:

Pureza de residuos insolubles en agua, cloruros, fierro, metales pesados arsénico y sodio.

Las especificaciones de sulfato de magnesio heptahidratado obtenido en el proceso anteriormente descrito son los siguientes:

Sulfato de magnesio heptahidratado	99	%	Mínimo.
Sulfato de magnesio anhidro	48.5	%	
Perdida por calcinación	51	%	
Cloruro como cloro	0.014	%	Máximo.
Fierro como fierro	0.0023	%	
Arsenico como trióxido de arsenico (As_2O_3)	Menos	0.0003	%
Metales pesados como plomo	Menos	0.001	%
Como insolubles en agua	Menos	0.01	%
Humedad		0.6	%
pH		7	%

Antes de iniciar el proceso de fabricación se hace necesario realizar pruebas de laboratorio a la materia prima empleada, control de calidad, garantizando con esto una pureza que se verá reflejada en la calidad del producto final obtenido.

Las características sobresalientes de calidad que debe reunir la materia prima utilizada son las siguientes:

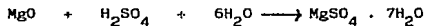
El óxido de magnesio, debe tener una pureza del 97%, mínimo.

El ácido sulfúrico, debe tener una pureza del 95%.

3.4 BALANCE DE MATERIALES.

Balance de materiales:

Base 36 Tons. día.



Peso molecular 40.30 98.06 6 x 18.01 246.42

REACTIVOS:

$$\text{MgO} \quad 97\% \quad \frac{40.30}{0.97} = 41.5463$$

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \quad 95\% \quad \frac{98.06}{.95} = 100.0612$$

$$\text{H}_2\text{O} \quad 100\%$$

PRODUCTO: RENDIMIENTO DE LA REACCION 98%

$$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \quad 246.42 \div 0.98 = 241.49$$

POR LO TANTO:

$$41.54 + 100.06 + 108.06 = 241.49$$

POR LO TANTO:

$$41.54 + 100.06 + 108.06 = 241.49$$

SE TIENE:

6,193323	Tons./día	MgO.
14.916394	Tons./día	H ₂ SO ₄
<u>16,105990</u>	Tons./ día	H ₂ O
37.215707	Tons./día de reactivos.	

La diferencia entre la cantidad de reactivos y la cantidad de producto se debe a que los reactivos utilizados no tienen una pureza del 100 % excepto el agua.

3.5 LISTA DEL EQUIPO.

Reactores con agitación.

Cristalizadores con enfriamiento.

Centrífuga.

Secador rotatorio con martillos.

Bombas.

Caldera.

Tanques de almacenamiento para ácido sulfúrico.

Tanques de almacenamiento para aguas madres.

Tina recuperadora de lejías (Aguas Madres).

Motores eléctricos.

Tuberías.

Válvulas.

Termómetros.

Sub estación eléctrica.

3.6 DIMENSIONAMIENTO DEL EQUIPO.

Base 10 días de operación.

Materias primas;

Tanques de almacenamiento para ácido sulfúrico.

Se necesitan almacenar:

14,946.39 Kg/día x 10 días = 149,163.90 Kg.

Densidad del ácido sulfúrico 1.84 g/ml.

$$\frac{149,163.90 \text{ Kg}}{1.84 \text{ Kg/lt.}} = 81,067 \text{ lts.}$$

Por lo tanto se tiene dos tanques de 40,000 lts. cada uno.

Cisterna para almacenamiento de agua:

Se necesitan almacenar:

16,108.99 Kg. x 10 días = 161,089.90 Kg.

Sin embargo se tiene una cisterna de 25,000 lts. y un tanque de 30,000 lts lo que da un total de almacén de 55,000 lts., la diferencia entre esta cantidad y la obtenida teóricamente, se debe a que esta materia prima se recibe mediante toma municipal y en caso dado es fácil y rápida de obtener además, tener un almacén para la cantidad tomada como base representa una gran inversión y, por lo tanto, poco rentable.

Equipo para producción;

Reactores:

Duración de la reacción 4 hrs.

Densidad de la reacción 1.4 Kg/lt.

3 turnos de 8 hrs. cada uno.

37,218.7 Kg/día \div 2 = 6,203.11 Kg. por reacción.

Capacidad del reactor:

$$\frac{6,203.11}{1.4} \text{ Kg.} = 4,430.79 \text{ lts.}$$

Kg/lt.

más 30% de volúmen debido a la agitación:

$$4,430.79 \text{ lts.} + 30\% = 5,760.02 \text{ lts.}$$

El reactor tiene 6,000 lts. de capacidad.

Cristalizador:

Debido al volúmen obtenido en la reacción por lo tanto la capacidad es de 6000 lts.

Centrifuga:

$$36 \text{ Tons./día} \div 24 \text{ hrs.} = 1.5 \text{ Tons/hr.}$$

Este equipo se adquirió debido a que los fabricantes cuentan con los cálculos y la experiencia necesaria, por lo que no se realizó ningún otro cálculo.

Sin embargo la capacidad de centrifugación del equipo es de 2 tons/hr., para tener rango de flexibilidad ya que se consideró como el equipo crítico.

Secador:

Temperatura 50°C

Tiempo de residencia 1 hr.

Humedad 0.5 %

Densidad del sulfato de magnesio húmedo = 0.96

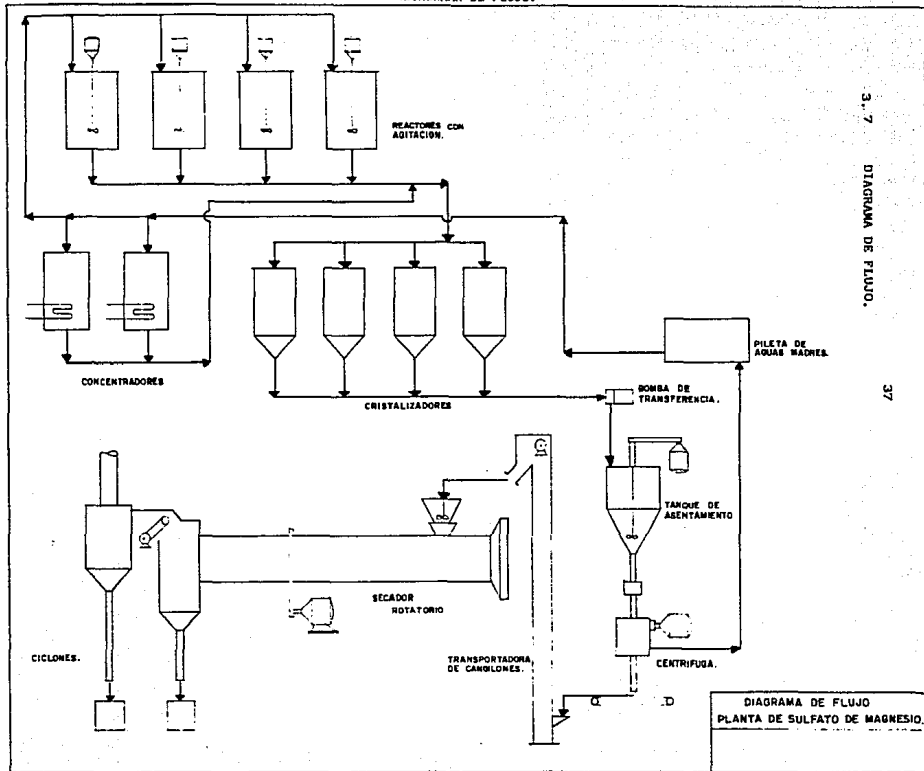
1500 Kg/hr x 0.96 Kg/l + 1440 lts.

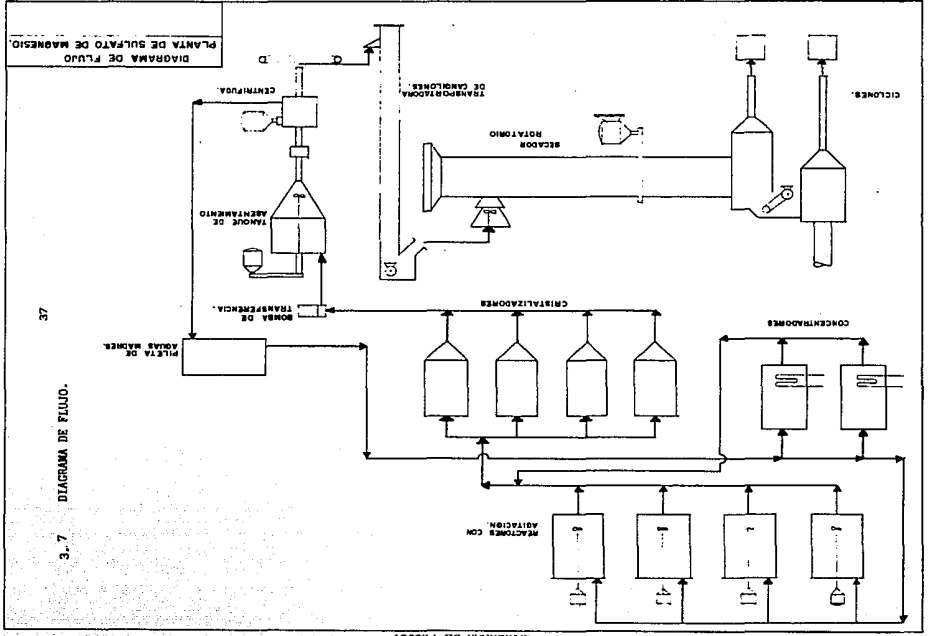
Un secador rotatorio puede manejar entre 60 a 65% de su volúmen, entonces tenemos.

$$1400 \text{ lt} + 35\% = 1944 \text{ lts.} + 40\% = 2721 \text{ lts.}$$

El secador deberá tener un volúmen de 2721 lts.

DIAGRAMA DE FLUJO.





3.7 DIAGRAMA DE FLUJO.

PLANTA DE SULFATO DE MAGNESIO.
 DIAGRAMA DE FLUJO

3.6 MANUAL DE OPERACION DE PLANTA.

En este manual se procuró no excederlo en el uso de términos o palabras confusas y seleccionadas que pudieran confundir los conceptos básicos de su objetivo pues de este modo, se desviaría de su fin primordial que es el de orientar, preparar y enseñar al trabajador, sobre como hacer mejor sus tareas.

Esta idea reside en la intención de que el manual proporcione mediante una exposición clara, fácil y metódica, los conocimientos fundamentales, sobre la fabricación de sulfato de magnesio heptahidratado y que además; muestre, aún cuando sea someramente; las propiedades y características de las materias primas que se utilizan en su fabricación.

Es por lo mismo, que el presentarse en el cuerpo del manual palabras o frases con un sentido un poco entendible como sucede en eflorescencia, oxidación y reducción, se aclaren los conceptos en una forma sencilla; pues así, el operador se familiariza con ellas al ser de uso común en su trabajo.

La descripción de los equipos y la enunciación de las instalaciones y áreas de trabajo, quedan ampliamente descritas con el fin de que el trabajador desarrolle sus tareas con mayores ventajas de comodidad, y destreza. El ordenamiento y limpieza con el señalamiento de su importancia, quedan también referidos a la seguridad que debe prevalecer en la planta.

Sería faltar también al objetivo del manual, si se considera que en él ha quedado comprendida toda la problemática que abarca la fabricación del sulfato de magnesio y es por eso, que se valora la importancia de la intervención del Ingeniero de Área, en la solución, de los problemas en este campo.

AREAS DE TRABAJO.

SITIO PARA MATERIA PRIMA: Lugar en donde se recibe el óxido de magnesio para ser alimentada a los reactores.

AREA DE REACTORES: Lugar donde se encuentran ubicados éstos, sitios donde se lleva a cabo la reacción de materias primas con que son cargados.

AREA DE CRISTALIZACION: Superficie donde se encuentran instalados los cristalizadores.

AREA DE CENTRIFUGADO: Sitio donde se localiza centrífuga que reciben los cristales de sulfato de magnesio para la separación de las aguas madres excedentes y presentes en él.

AREA DE SECADO: Lugar en donde se localiza el secador rotatorio.

AREA DE ENVASADO: Lugar en donde se pesa y envasa el producto.

AREA DE ESPERA: Superficie en donde son colocados los sacos llenos y pesados para ser cosidos y posteriormente estibados.

AREA DE ALMACENAMIENTO: Sitio donde son estibados los sacos con el producto final para su venta, o traslado a otro lugar de almacenamiento.

DE LOS EQUIPOS PARA EL PROCESO.

REACTORES: Cuatro reactores, son de lámina de acero al carbón, recubiertos con tabique, ácidos resistentes, con un volúmen de 8 metros cúbicos cada uno, provistos con agitador de acero al carbón recubiertos con plomo. Cada uno tiene un moto-reductor de 5HP., y giran a 20 r.p.m., los cuatro reactores van unidos entre sí mediante una tubería de 3" de diámetro, la cual va conectada a una bomba centrífuga de impulsor abierto de acero al carbón. La cual envía el producto de la reacción hacia los cristalizadores. Estan provistos además, con líneas de alimentación de ácido sulfúrico, agua desmineralizada, agua madre y vapor de agua.

CRISTALIZADORES: Son recipientes cilíndricos verticales, con un volúmen, de 7 metros cúbicos provistos con un moto-reductor de 5HP y 50 RPM el cual impulsa un agitador girando a 20 rpm. material de construcción lámina de acero al carbón.

CENTRIFUGA: Es una centrífuga continua, alimentada por una tolva,

SECADOR: Es del tipo rotatorio y continuo, con calentamiento mediante un radiador. Para calentar el radiador, se utiliza aceite térmico o vapor de agua la temperatura de aire caliente a la entrada del secador es de 50°C se utiliza un moto-reductor de 5 HP a 22 r.p.m. para el secador la velocidad debe ser de 6 r.p.m.

BANDA TRANSPORTADORA: Lleva el material centrifugado a un elevador de cangilones, provisto con un motor de 3 HP 1750 r.p.m. y un reductor de velocidad relación 45:1 y la velocidad de la banda es de 28.55 metros por minuto.

ELEVADOR DE CANGILONES: Lleva el material hacia la tolva de alimentación del secador, provisto con un moto-reductor de 1 HP y 50 r.p.m.

TOLVA ALIMENTADORA: Es de acero al carbón con un agitador de paletas con un moto-reductor de 2 HP a 100 r.p.m. y la velocidad del agitador 18 r.p.m.

ALIMENTADOR HELICOIDAL: Alimenta el material al secador rotatorio, con un moto-reductor de 3 HP y 120 r.p.m. el alimentador helicoidal gira a 250 r.p.m.

VENTILADOR: Sirve para aspirar el aire caliente y los cristales finos del producto, es de paletas planas y gira a 1450 r.p.m. mediante un motor de 5 HP y 1750 r.p.m.

TOLVA FINAL: Es de acero al carbón y sirve para colectar el cristal fino arrastrado por el ventilador.

BASCULA: De plataforma para pesar el producto ya envasado.

MAQUINA COSEDORA: Para coser los sacos una vez pesados.

TUBERIAS: Para agua desmineralizada, de P.V.C. uso industrial, 2" de diá - metro.

ACIDO SULFURICO: De acero al carbón, cédula 80, soldable 2" de diámetro.

AGUA MUNICIPAL: De acero al carbón, cédula 40 roscada, de diferentes diámetros.

VALVULAS.

PARA AGUA: De acero al carbón, tipo bola.

PARA ACIDO: De acero al carbón tipo bola.

PARA AGUA DESMINERALIZADA: De P.V.C., tipo bola,

PARA VAPOR: Acero al carbón, marca Klingner.

DE LOS CRISTALIZADORES: 3" de diámetro de acero al carbón, tipo bola.

FILTRO PRENSA: De 40 placas con una superficie de filtrado de 24.8 metros cuadrados.

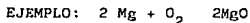
PLANTA DE TRATAMIENTO DE AGUA: De resina intercambiadora de iones, el agua una vez tratada debe contener como máximo 12 p.p.m. de sílice.

CONCENTRADORES: De acero al carbón y tabique antiácido, con un serpentín, de acero al carbón 2" de diámetro y una superficie de calentamiento de 5.6 metros cuadrados.

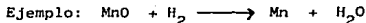
EFLORESCENCIA, OXIDACION Y REDUCCION.

EFLORESCENCIA: Es la propiedad o defecto que suelen poseer algunas sustancias y que consiste en adquirir la forma de polvo en presencia del aire seco.

OXIDACION: Sencillamente se puede decir que es la facultad que tienen algunos elementos de ganar oxígeno de otras sustancias o de este mismo elemento, o bien de incrementar sus cargas eléctricas positivas (+).



REDUCCION: Se puede definir como el proceso mediante el cual una sustancia pierde oxígeno o bien; que sus cargas eléctricas positivas (+) disminuyen; es exactamente lo opuesto a la oxidación.



PRODUCTO QUE SE ELABORA:

Generalmente se le conoce con el nombre de sal de Epsom, e industrialmente como sulfato de magnesio heptahidratado, también se le conoce como sal amarga.

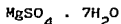
ORIGEN: Se encuentra en estado natural y el mineral se le llama **KIESERITA**

ELEMENTOS QUIMICOS QUE LO COMPONEN: El sulfato de magnesio heptahidratado, tiene un peso molecular de 246.36

	P.M.	%
MAGNESIO	24.31	9.86
AZUFRE	32.06	13.01
HIDROGENO	1.00	5.68
OXIGENO	16.00	71.45

Y esta compuesto por un átomo de magnesio, uno de azufre, once de oxígeno y catorce de hidrógeno.

FORMULA MOLECULAR: Químicamente su fórmula molecular esta representada por la siguiente expresión:



PROPIEDADES QUIMICAS: Cristaliza de soluciones ácidas, neutras y alcalinas variando la forma de cristal, dependiendo del pH. Son cristales eflorescentes en aire seco, esto quiere decir que el cristal al perder su agua de cristalización se vuelve pulverulento.

POPIEDADES FISICAS:

Sabor amargosalino, a temperatura ambiente y en aire seco pierde una molécula de agua (7%) a 70 - 80°C pierde 4 moléculas de agua, (Aprox. 28%) a 100°C pierde 5 moléculas de agua (36.5%) a 120°C, pierde 6 moléculas de agua y rápidamente reabsorbe agua en aire humedo.

Un gramo se disuelve en 0.8 ml., de agua, en agua a ebullición se disuelve en 0.2 ml. muy lentamente soluble en glicerina 1.1 ml. ligeramente soluble en alcohol, en solución acuosa es neutra pH 6-7 dosis letal intravenosa en perros 750 mg/kg. toxicidad humana, insignificante en usos industriales.

MATERIAS PRIMAS Y SU DEFINICION.

DEFINICION.

Materia prima es el material sustancia o elemento que mediante un proceso químico, dá origen a otro producto con propiedades físicas y químicas diferentes al material procesado.

MATERIAS PRIMAS.

Acido sulfúrico al 98%

Oxido de magnesio

Agua

ACIDO SULFURICO.

Industrialmente se obtiene de la combustión del azufre en presencia de oxígeno (Aire) para formar dióxido de azufre (SO_2) el cual pasada a una torre de pentóxido de vanadio para convertirlo en SO_3 (trióxido de azufre) este último gas es absorbido en ácido sulfúrico de una concentración determinada que circula en contracorriente en una torre de absorción (SO_3), este ácido concentrado, es diluido nuevamente con agua y vuelto nuevamente a concentrar. Una molécula de ácido sulfúrico consta de dos átomos de hidrógeno un átomo de azufre y cuatro átomos de oxígeno. Se representa por la siguiente expresión.



Es un líquido incoloro altamente corrosivo y algo fumante cuando su concentración se incrementa, densidad es de 1.83 gramos centímetro cúbico.

AGUA, SU EXISTENCIA, SUS PROPIEDADES Y USO.

AGUA.

Es el compuesto que existe en la tierra en mayor abundancia y su composición química; se puede decir que es de lo más sencilla. Una molécula de agua, está formada por dos átomos de hidrógeno y un átomo de oxígeno, su fórmula molecular se representa mediante la expresión.



SUS PROPIEDADES:

Una de sus propiedades que vale mencionar, es la de poder presentarse en los tres estados importantes de la materia; líquido, gaseoso y sólido.

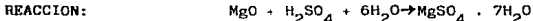
Líquido, el que se conoce normalmente, gaseoso (en ciertas condiciones) la forma de vapor y sólido en forma de hielo.

SUS USOS: Su aplicación es la industrial y en la vida del hombre es de gran importancia y se puede decir interviene en todos los procesos físicos y químicos en que el hombre toma parte.

Su uso como agua potable sería suficiente para considerar y valorizar su importancia.

OXIDO DE MAGNESIO.

Esta materia prima se obtiene industrialmente de agua de mar, lagunas saladas y/o dolomita consta de un átomo de oxígeno, reacciona con ácidos para dar las sales correspondientes.



DESCRIPCION DEL PROCESO: Los reactores que van a entrar en proceso de operación, se llenan con 4,000 litros de agua desmineralizada y se acciona el agitador para poder entonces agregar el ácido sulfúrico al 95% se miden en el tanque medidor de ácido 3,600 Kg. de ácido, como ésta disolución es exotérmica aprovechamos este calor para iniciar la reacción y se agrega el óxido de magnesio, poco a poco para evitar que la reacción se torne tan violenta, que pueda haber proyecciones de agua ácida y caliente, en total se agregan 1650 kg. de óxido de magnesio próximo a terminar, se chequea la densidad de la reacción debe ser 1.4 g/cm³ y el pH debe ser 7.

La operación anteriormente descrita se realiza únicamente cuando no se dispone de agua madre.

Cuando se dispone de agua madre, se carga el reactor con 5,500 litros de agua madre, la cual debe tener una densidad entre 1.2 - 1.28 g/cm³ y se agrega 1600 kg. de ácido sulfúrico al 98%, en el cual se neutralizará con óxido de magnesio agregado poco a poco, para evitar salpicaduras de agua ácida, empleándose 800 kg. de óxido de magnesio para obtener un pH de 7 y una densidad de 1.4 g/cm³ para una determinación rápida de la densidad se hace con un densímetro graduado de 1,000 a 1,500 al hacer la operación anterior, el agitador del reactor debe estar girando desde el momento que se empieza a introducir el ácido sulfúrico. Una vez obtenidas las condiciones de densidad y pH se para, el agitador y se bombea a un cristalizador.

CRISTALIZADOR.

Una vez que se a llenado el cristalizador, se acciona la agitación y se deja trabajando durante 48 hrs., al cabo de las primeras 24 hrs., de operación se abre la válvula del agua de enfriamiento con el objeto de que el cristal ya formado vaya creciendo y tanto agua madre como cristales de sulfato de magnesio tomen la temperatura ambiente, una vez transcurridas las 48 hrs. se envía a la tolva de alimentación de la centrífuga.

CENTRIFUGADO.

Se bombea el magma del cristalizador por descargar y se envía a la tolva de alimentación de la centrífuga, antes de que el magma llegue a la tolva de alimentación de la centrífuga, se pone en marcha el agitador con objeto que los cristales y el agua madre fluyan por el ducto alimentador de la centrífuga, una vez hecho esto se acciona el motor de la bomba de aciete de la centrífuga y unos momentos después se acciona el motor de la canastilla, una vez terminada esta operación se abre la operación de la válvula.

La de la tolva de alimentación de la centrífuga, y se empieza a centrifugar continuamente el producto, vigilando que la abertura de la válvula de la tolva quede regulada de tal manera que no se ahogue la centrífuga ya que en el caso que sea demasiada la alimentación los cristales salen con demasiada agua, y esto ocasionará problemas en el elevador de canjilones y el secador.

Los cristales caen a la banda transportadora y esta los lleva al elevador de canjilones, donde los sube a la tolva de alimentación, del secador y esta al transportador helicoidal, el cual a su vez alimenta al secador.

SECADO.

Una vez que estan en marcha los motores de la centrífuga y de la banda se accionan los motores del elevador de canjilones de la tolva del secador, del transportador helicoidal, el del secador, y el ventilador, se observará, el flujo del material a través del equipo.

La temperatura de entrada del aire caliente al secador debe de ser 50°C y el tiempo de residencia del sulfato de magnesio en el secador debe de ser aproximadamente una hora, al cabo de este tiempo, el sulfato de magnesio empieza a salir por la tolva del secador y se empiezan a llenar los sacos de rafia con el producto, se pesan se cosen y se estiban en el área de almacen de producto terminado.

AGUAS MADRES.

Se obtiene durante el centrifugado del material, y se almacenan momentáneamente en la tina recuperadora de lejía para posteriormente filtrarlas y almacenarlas en un tanque, y así utilizarlas en una nueva reacción y continuando con el ciclo.

AVANCE SOBRE LA SEGURIDAD.

En todos los puntos importantes del proceso que se han señalados siempre habrá un peligro lentamente de accidente que puede causar invalidez parcial o permanente, por eso debe estar en la mente del Ingeniero de planta y los trabajadores de los equipos, de seguridad que deben utilizarse en las operaciones que se indique.

Haciendo esto será uno de los medios para evitar los accidentes que por lo general son de lamentables consecuencias.

PERSONAL OBRERO.

Son cinco trabajadores por turno.

Un supervisor.

Funciones.

Un operador para realizar las reacciones.

Un operador dentro del área de los cristalizadores.

Dos operadores al final del secador para envasar, pesar, coser, y estibar el material producido.

Un operador para operar la plante de tratamiento de agua y el filtro prensa

Supervisor, estar atento durante el proceso, con el fin de auxiliar cualquier área donde haga falta ayuda.

Además todos los operadores deben estar atentos a los equipos que manejen y reportar cualquier anomalía observada, así como de la existencia de materias primas, envase, producto terminado.

EQUIPOS DE SEGURIDAD:

El operador encargado de hacer las reacciones, deberá portar casco, goggles, peto, calzado de seguridad y cada vez que agregue ácido sulfúrico u opere una válvula de la tubería de ácido sulfúrico, debe utilizar guantes de hule.

El operador del área de cristalización debe portar lentes de seguridad, casco, botas de hule y peto.

Los operadores del secador deben portar casco, lentes de seguridad peto y calzado de seguridad.

El operador del filtro y planta de tratamiento de aguas debe portar casco, lentes de seguridad, peto y botas de hule.

El supervisor debe portar casco, lentes de seguridad y calzado de seguridad

LIMPIEZA DE LAS AREAS DE TRABAJO.

Terminada la jornada de trabajo cada operador será responsable de su área y deben limpiar y ordenar tanto equipo ó herramientas utilizadas, por lo que al término de la jornada la planta estará en orden y limpia.

DETALLES QUE DEBERAN OBSERVAR LOS OPERADORES RESPECTO A SEGURIDAD Y ACCIDENTES.

Acatar y sentir la necesidad de respetar las normas y reglamentos técnicos establecidos por la autoridad.

Cuidar y procurar que la vigilancia propia y de sus compañeros a la conservación de los materiales, equipos e instalaciones puestas a su cuidado, sea favorable a los intereses de su propio trabajo.

Fomentar entre sus compañeros, las buenas relaciones de cordialidad y armonía dentro de su trabajo.

Preocuparse e inculcar a sus compañeros, la observancia de las normas, prácticas de seguridad establecidas.

Señalar y solicitar a su jefe inmediato sean pintados con colores distintos los objetos que puedan ser peligrosos.

En caso de accidente imprevisto proceder a mantener a la persona lastimada en una posición cómoda.

No intentar hacerla caminar ni tampoco moverla si hay hemorragia abundante tratar de detenerla aplicando presión cerca de la herida. Notificar inmediatamente al Ingeniero de planta del percance acontecido para que tome las medidas de protección al accidentado.

INCENDIOS: Ningún lugar de trabajo puede estar exento de peligro de sufrir conatos de incendio, pueden ser parciales o totales, en las instalaciones equipos, materiales, materias primas, productos terminados.

Los ocasionados por instalaciones eléctricas defectuosas, provocando saltos de corriente, ó bien corto circuito.

Funciones de los operadores en el cuidado y manejo de los agentes contra incendios.

Deben estar atentos en que en sus diferentes áreas de trabajo no falten los elementos más esenciales para sofocar cualquier tipo ó conato de incendio, así como saber usar adecuadamente los equipos, contra incendio deben ser cuidadosos de la conservación, el órden y buen estado de los equipos, procurando que siempre esten en condiciones de ser usado.

Deben evitar bloquear los pasillos y equipos. Que se hayan instalados para ser usados en caso de incendio.

Revisar periódicamente si los dispositivos de acción de los extinguidores se encuentran en condiciones de operar.

Los paros de la planta, sean programados o imprevistos, no presenta mayor problema que el de estar atentos los operadores a revisar que los botones de arranque de toda la planta se hayan botado totalmente. En cuanto a los arranques de paro programados e imprevistos deben checar primordialmente que los arrancadores operen bien, que la corriente haya llegado en sus tres fases normales y que el sentido de giro de los motores sea el correcto.

MANTENIMIENTO

Siempre es recomendable que los operadores, queden enterados con días de anticipación a un paro programado, para que en sus anotaciones personales, anoten durante ese tiempo las reparaciones que ellos estimen que el departamento de mantenimiento debe efectuar durante el paro, incluyéndose, por lo tanto en la lista de orden de trabajo.

Los operadores deben avisar a su jefe cuál equipo, válvulas o bombas deben ser separadas o cambiadas, además del estado de limpieza que observa la planta una vez entregada a mantenimiento.

REACTORES:

Engrasar los baleros de los agitadores una vez por mes, revisar por semana el nivel de aceite de los moto-reductores, agregar si es necesario.

Una vez por semana debe revisarse el ladrillo ácido resistente así como el agitador recubierto de plomo, con objeto de ver si no hay grietas o estrellas - mientos de los recubrimientos para proceder a su reparación.

CRISTALIZADORES:

Revisar una vez por semana el nivel del aceite del moto-reductor y tensión de las bandas.

Engrasar una vez al mes los caleros del agitador

Revisar cada semana la operación de las válvulas si hay fugas.

CENTRUFUGA.

Revisar nivel de aceite hidráulico y presión una vez por semana y seguir instrucciones recomendadas por el fabricante.

SECADOR.

Engrasar chumaceras de rodamiento una vez al mes, revisar nivel de aceite del moto-reductor.

BANDA DE CANJILONES.

Revisar cada semana la tensión de la banda, corregir si es necesario, revisar las chumaceras cada dos meses.

BOMBAS.

Revisar que no haya ruido por falla, en los rodamientos, revisar estoperos ó sellos mecánicos una vez por semana.

MANTENIMIENTO ELECTRICO:

Todos los interruptores, arrancadores magnéticos, estaciones de botones ductos, tuberías deben mantenerse limpias.

Como se acumula el polvo en todos los artículos descritos anteriormente deben estar limpios y en condiciones de operar siempre.

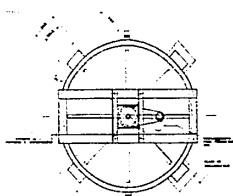
CAPITULO 4. PLANOS DE LA PLANTA DE SULFATO DE MAGNESIO

4.1 PLANO DE LA PLANTA DE CONJUNTO.

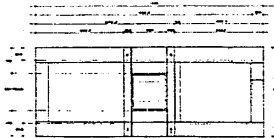
4.2 PLANO DEL SISTEMA DE RECOLECCION DE AGUA.

4.3 PLANO DE MAQUINARIA Y EQUIPO

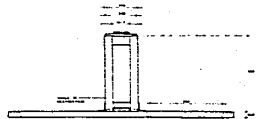
4.4 PLANO DEL CRISTALIZADOR



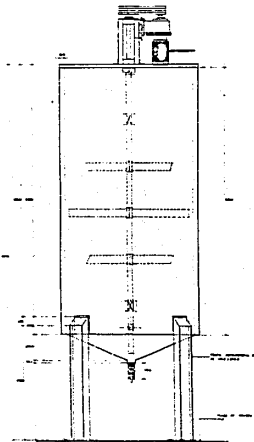
VISTA SUPERIOR



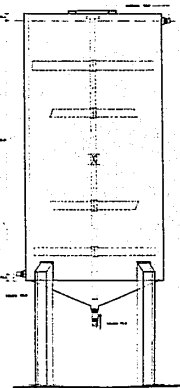
VISTA SUPERIOR



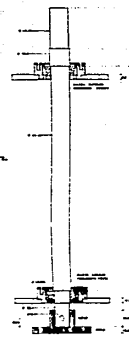
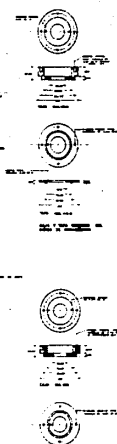
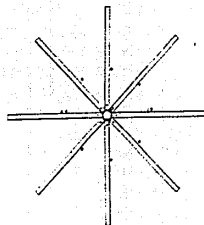
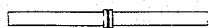
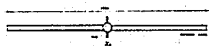
VISTA FRONTAL



VISTA FRONTAL

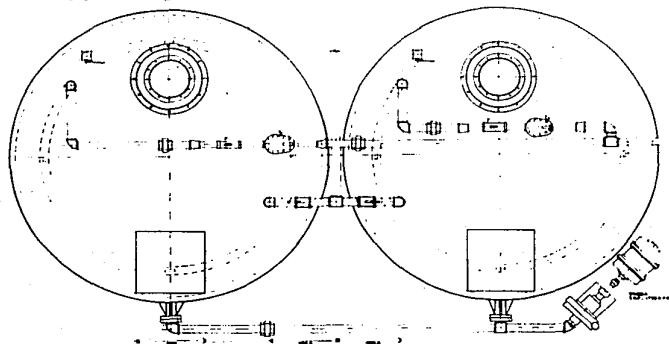


VISTA LATERAL



OMERON S.A.
 Via ...
 ...
OMITAL S.A.
 Via ...
 ...

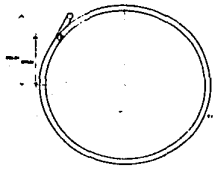
4.5 PLANO DE LOS CONCENTRADORES.



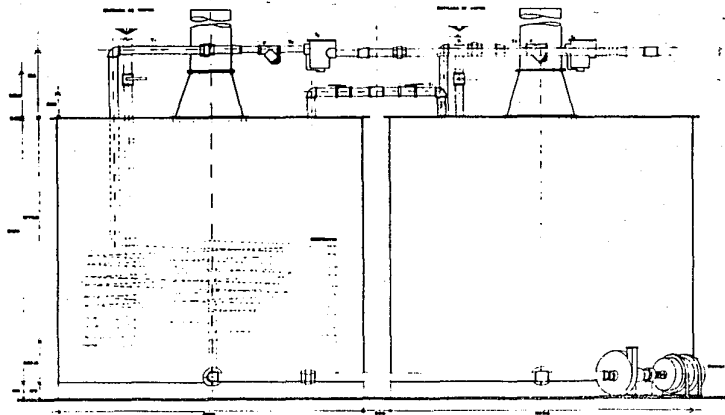
VISTA SUPERIOR INC. 100

- 1. Vista superior de cámara de 100
- 2. Vista superior de cámara de 100
- 3. Vista superior de cámara de 100
- 4. Vista superior de cámara de 100

SERPENTIN

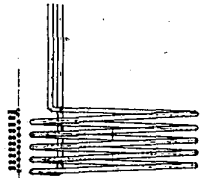


VISTA SUPERIOR DE 100



VISTA LATERAL INC. 100

VISTA SUPERIOR DE 100



VISTA FRONTAL INC. 100

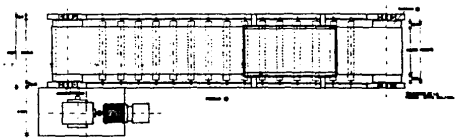
COMEROQUIM S A
 SIDA DE INDUSTRIA Y PROYECTOS

PLANTA DE SALFATO DE SODIO
 REFINATORIA

QUIMETAL S A

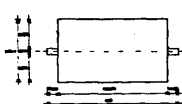
ATENCION DIRECCION PLANTA DE SALFATO REFINATORIA SIDA DE INDUSTRIA Y PROYECTOS QUIMETAL S A	CALLE 100 AV. 100 SAN FERRER SAN FERRER SAN FERRER	10000 10000 10000 10000 10000 10000
--	--	--

4.6 PLANO DE LA BANDA TRANSPORTADORA.



VISTA SUPERIOR

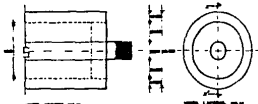
RODILLO ②



VISTA FRONTAL

VISTA LATERAL

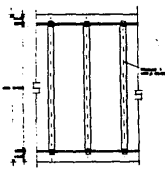
CORTE Y-Y'



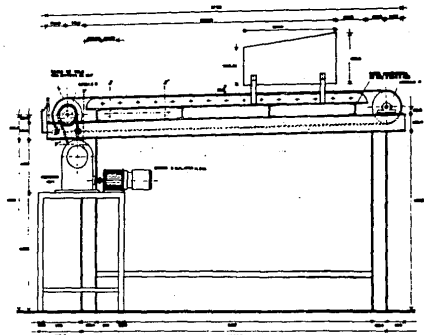
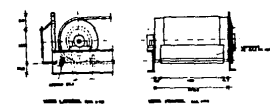
CORTE X-X'



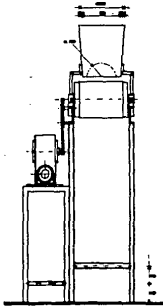
CORTE Z-Z'



CORTE V-V'



VISTA LATERAL



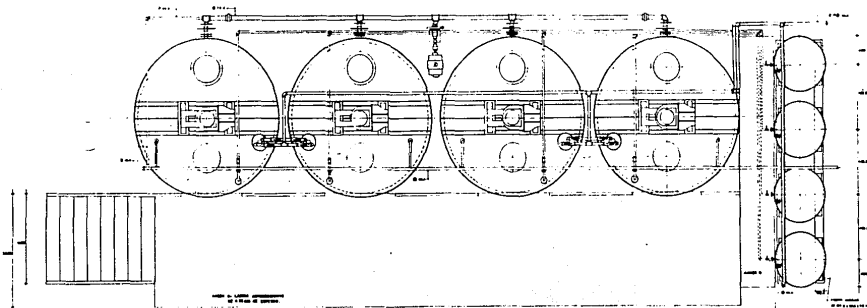
VISTA POSTERIOR

COMERQUIM S.A.
 SIDA DE INGENIERIA Y PROYECTOS
 PLANTA DE FABRICA DE ANILLOS
 DE ACERO

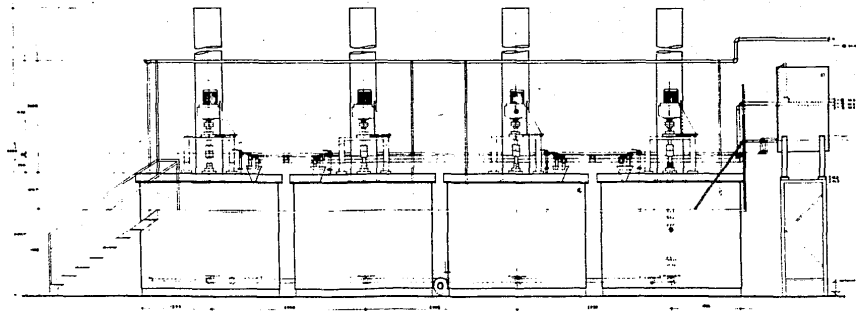
QUIMETAL S.A.

ATTENCION: ...
 ...
 ...

4.7 PLANO DE LOS REACTORES.



VISTA SUPERIOR Esc. 1/10



VISTA POSTERIOR Esc. 1/10



DETALHADOS

- 1. MESA
- 2. SILLAS
- 3. SILLAS
- 4. SILLAS
- 5. SILLAS
- 6. SILLAS
- 7. SILLAS
- 8. SILLAS
- 9. SILLAS
- 10. SILLAS
- 11. SILLAS
- 12. SILLAS
- 13. SILLAS
- 14. SILLAS
- 15. SILLAS
- 16. SILLAS
- 17. SILLAS
- 18. SILLAS
- 19. SILLAS
- 20. SILLAS
- 21. SILLAS
- 22. SILLAS
- 23. SILLAS
- 24. SILLAS
- 25. SILLAS
- 26. SILLAS
- 27. SILLAS
- 28. SILLAS
- 29. SILLAS
- 30. SILLAS
- 31. SILLAS
- 32. SILLAS
- 33. SILLAS
- 34. SILLAS
- 35. SILLAS
- 36. SILLAS
- 37. SILLAS
- 38. SILLAS
- 39. SILLAS
- 40. SILLAS
- 41. SILLAS
- 42. SILLAS
- 43. SILLAS
- 44. SILLAS
- 45. SILLAS
- 46. SILLAS
- 47. SILLAS
- 48. SILLAS
- 49. SILLAS
- 50. SILLAS
- 51. SILLAS
- 52. SILLAS
- 53. SILLAS
- 54. SILLAS
- 55. SILLAS
- 56. SILLAS
- 57. SILLAS
- 58. SILLAS
- 59. SILLAS
- 60. SILLAS
- 61. SILLAS
- 62. SILLAS
- 63. SILLAS
- 64. SILLAS
- 65. SILLAS
- 66. SILLAS
- 67. SILLAS
- 68. SILLAS
- 69. SILLAS
- 70. SILLAS
- 71. SILLAS
- 72. SILLAS
- 73. SILLAS
- 74. SILLAS
- 75. SILLAS
- 76. SILLAS
- 77. SILLAS
- 78. SILLAS
- 79. SILLAS
- 80. SILLAS
- 81. SILLAS
- 82. SILLAS
- 83. SILLAS
- 84. SILLAS
- 85. SILLAS
- 86. SILLAS
- 87. SILLAS
- 88. SILLAS
- 89. SILLAS
- 90. SILLAS
- 91. SILLAS
- 92. SILLAS
- 93. SILLAS
- 94. SILLAS
- 95. SILLAS
- 96. SILLAS
- 97. SILLAS
- 98. SILLAS
- 99. SILLAS
- 100. SILLAS

COMERQUIUM S. A.
 AVDA. DE LAS CORTES, 100 - MADRID

PLANTA DE MAQUINARIA DE MAQUINARIA
 OPTIMIZADA

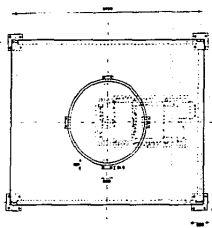
QUIMETAL S. A.
 AVDA. DE LAS CORTES, 100 - MADRID

PLANTA DE MAQUINARIA DE MAQUINARIA
 OPTIMIZADA

PLANTA DE MAQUINARIA DE MAQUINARIA
 OPTIMIZADA

PLANTA DE MAQUINARIA DE MAQUINARIA
 OPTIMIZADA

4.8 PLANO DE LA ESTRUCTURA DE LA CENTRIFUGA.



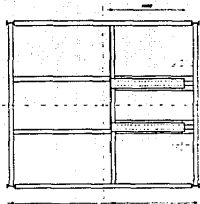
VISTA SUPERIOR 1000



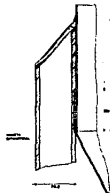
DETALLE P-F 1000



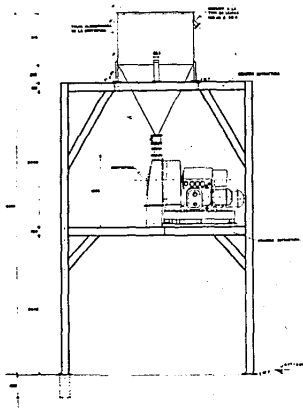
DETALLE P-F



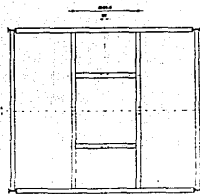
FRONTAL ESTRUCTURAL 1000



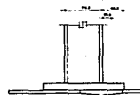
DETALLE P-F



VISTA PORTANTER 1000



SEMI-VISTA ESTRUCTURAL 1000



DETALLE P-F

COMERQUIM S A

GRUPO DE INGENIERIA Y PROYECTOS

PLANTA DE DISEÑO DE MARCADO

REF: 0000000000

QUIMETAL S A

AV. 1000 1000 1000 1000

1000 1000 1000 1000

1000 1000 1000 1000

1000 1000 1000 1000

1000 1000 1000 1000

4.9 PLANO DE LA TINA DE LEJIAS

SECCION III DIMAS 1:50

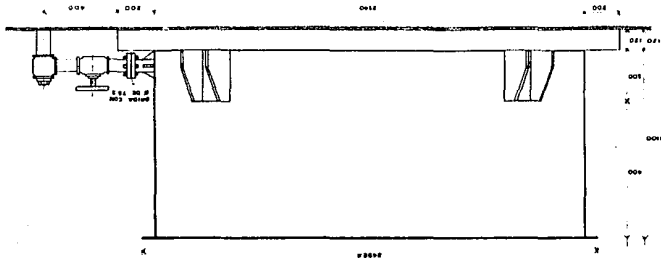
ALBERQUQUE
PLANTA DE PARED DE LATA
CON TUBERIA
CORONA EN CUBO
FORMA 7/11/78
ACERCA 1/20/77

QUIMETAL S.A.

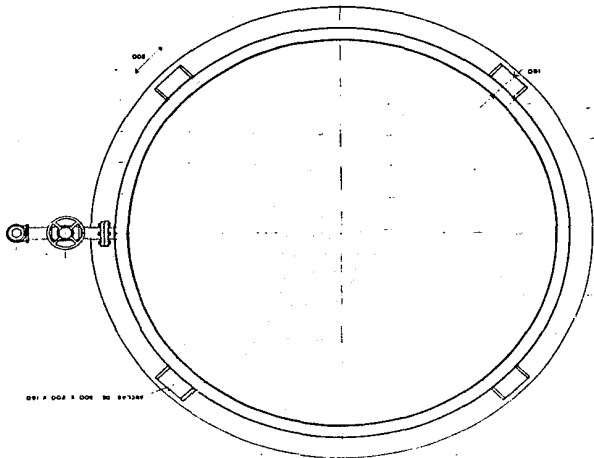
PLANTA DE SULFATO DE MAGNESIO
HEPTAHIDRADO.

DEPTO DE INGENIERIA Y PROYECTOS
COMERQUIA S.A.

VISTA POSTERIOR ESC 1:10



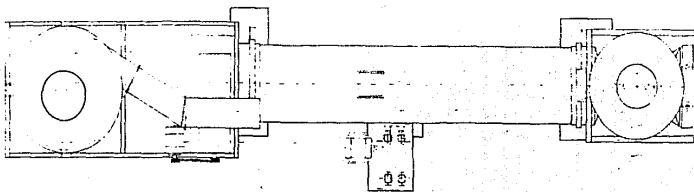
VISTA SUPERIOR ESC 1:10



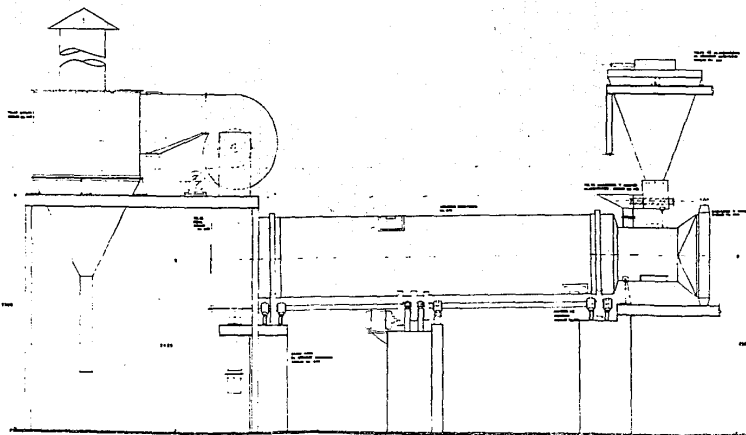
1. CADA DE RESERVA (MATERIA 1.87)
EN FORMA DE CUBO EN LATA
CON TUBERIA ALBERQUQUE

ESPECIFICACIONES

4.10 PLANO DEL SECADOR ROTATORIO.



VISTA SUPERIOR, 000' x 000'

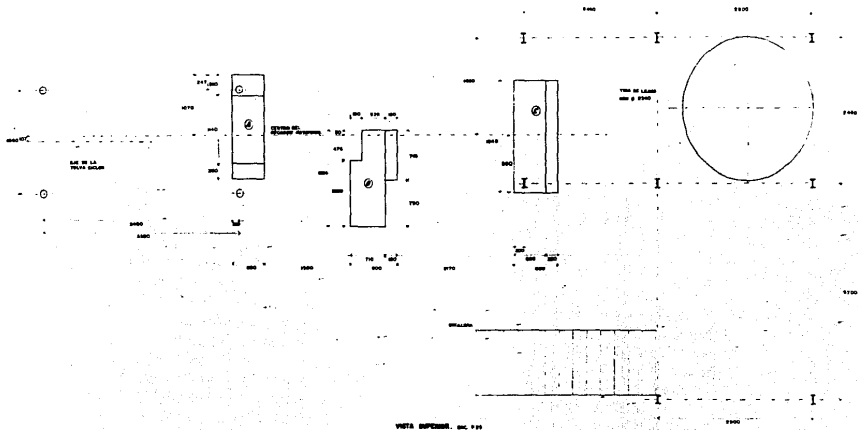


VISTA LATERAL, 000' x 000'

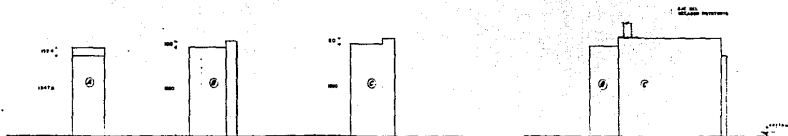
COMERQUI S.A.
 DEPÓSITO DE INGENIERÍA Y PRODUCTOS
 PLANTA DE SALFATO DE MAGNESIO
 HEPTAHIDRATO
QUIMETAL S.A.

ESTRUC.	PROYECTO	FECHA	1950
CONSTR.	1951	HOJA	000000
ALZADO: DATADOR		REVISADO: CON TOLVA.	
PROYECTO		HOJA 000	

4.11 PLANO DE LA BASE DEL SECADOR ROTATORIO.



VISTA SUPERIOR, ESC. 1/50



VISTA LATERAL, ESC. 1/20

VISTA POSTERIOR, ESC. 1/20

COMERQUI M. S. A.
 EDIFICIO DE SEGURIDAD Y PROTECCIÓN.

PLANTA DE MOLINATO DE BARBERMO
 DESFACHORIZADO.

QUIMETAL S. A.

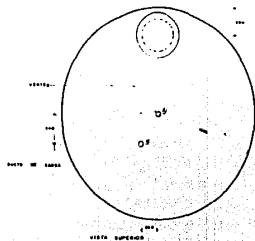
PROYECTO	MOJAS DE ORO	PLANTA EXTERIOR
ESTUDIO PRELIMINAR	CONTRATO	PROYECTO
PROYECTO DEFINITIVO	PROYECTO DEFINITIVO	PROYECTO DEFINITIVO
PROYECTO DEFINITIVO	PROYECTO DEFINITIVO	PROYECTO DEFINITIVO
PROYECTO DEFINITIVO	PROYECTO DEFINITIVO	PROYECTO DEFINITIVO

1961-72

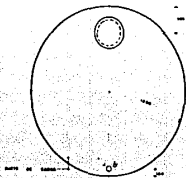
PROYECTO

PROYECTO

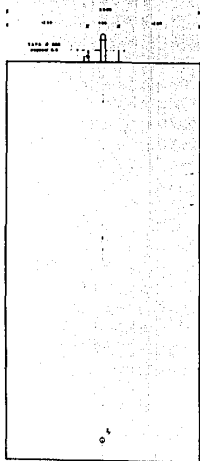
4.12 PLANO DE LOS TANQUES DE ALMACENAMIENTO



VISTA SUPERIOR



VISTA SUPERIOR



VISTA FRONTAL

TANQUE DE ALMACENAMIENTO DE ACIDO SEC 125



VISTA FRONTAL

TANQUE DE ALMACENAMIENTO DE AGUA SEC 125

GENERALIDADES:

CANTIDAD DEL TANQUE DE ACIDO
40000 LITROS.

CAPACIDAD DEL TANQUE DE AGUA
28000 LITROS.

6.35mm ESPESOR DE LOS TANQUES, ACERO AL CARBON CALIBRO COMERCIAL.

2 TANQUES PARA ACIDO.

2 TANQUES PARA AGUA.

508 mm Ø INTERIOR PARA SALIDA DE TUBERIAS A1

1143 mm Ø INTERIOR PARA SALIDA DE TUBERIAS A1

COMEROQUIM S.A.
DEPTO. DE INGENIERIA Y PROYECTOS.

PLANTA DE SULFATO DE MAGNESIO
HEPTAHIDRATADO.

QUIMETAL S.A.

AVISACION: DISEÑO DEL: OFP FECHA: 7/11/66
CONTRATO: 191289 ACOP. 10/00/000000
MATERIALES:

TANQUES DE ALMACENAMIENTO.

AVISACION
DISEÑO DEL: OFP
CONTRATO: 191289
MATERIALES:

ESCALA: 1/25

08/10/66

24/10/66

CAPITULO 5

CONCLUSIONES

- 1 Antes de decidir la ubicación de una planta, realizar un diagnóstico ecológico.
- 2 El proceso de fabricación seleccionado no contamina el ambiente y cumple con la legislación vigente de la Secretaría de Desarrollo Urbano y Ecología, además los permisos que otorgan las Secretarías de Salud, Trabajo y Previsión Social. Cuando sea necesario también de Agricultura y Recursos Hidráulicos.
- 3 Las aguas de deshecho se reciclan al proceso.
- 4 Se utiliza un combustible de bajo contenido de azufre, menos contaminante.
- 5 En trabajos semejantes deberá hacerse un monitoreo y evaluación de impacto ambiental.
- 6 La planta está ubicada en una zona industrial.
- 7 La planta cuenta con adecuada iluminación natural y artificial.
- 8 Realizar controles de contaminación por ruido.
- 9 El sulfato de magnesio por sus características, tiene múltiples usos.
- 10 Los métodos de obtención son varios, pero el más viable y rentable es el utilizado.
- 11 El control de las materias primas y del producto terminado es muy importante hoy en día, por lo que se seleccionaron las técnicas analíticas más apropiadas.
- 12 El diseño de la planta, se hizo considerando satisfacer la demanda nacional y posteriormente la exportación, ahorrando y trayendo divisas al país.
- 13 Conocer y utilizar los apoyos para exportar, que da el Gobierno Federal, a través de organismos descentralizados.
- 14 La planta presenta una versatilidad, ya que puede fabricarse otro producto, de proceso semejante.
- 15 La operación de la planta es sencilla y ocupa poco personal.
- 16 En el balance de materiales, la base considerada, satisface los objetivos de producción.
- 17 El equipo utilizado en la planta es de fabricación nacional en un 90%.
- 18 El dimensionamiento es flexible, porque satisface los requerimientos actuales y posibilita el aumento de la producción.
- 19 El diagrama de flujo muestra con claridad la secuencia de fabricación del sulfato de magnesio.
- 20 Las instrucciones y medidas de seguridad para operar la planta, contemplan a todas las áreas y equipo.
- 21 Los planos muestran objetivamente, localización e instalaciones de la planta; construcción y distribución del equipo.
- 22 Se recomienda construir, además del drenaje sanitario, un drenaje químico y otro pluvial.
- 23 La planta opera en forma eficiente y rentable.
- 24 El presente trabajo muestra alternativas viables para sustituir importaciones y favorece el desarrollo tecnológico e industrial de México.

APENDICE. A

A. 1 ANALISIS DEL OXIDO DE MAGNESIO

Determinación del contenido del óxido de magnesio.

Aparatos y equipos.

Balanza analítica con aproximación de 0.001 g. y equipo común de laboratorio.

Materiales y reactivos.

Acido sulfúrico 1N.

Hidróxido de sodio 1N

Solución de anaranjado de metilo.

PROCEDIMIENTO.

Se pasa con exactitud una muestra de 1.0 g. de óxido de magnesio se pone la muestra en un vaso de 250 ml. se añade al mismo de 15 a 20 ml. de agua con el fin de humedecer la muestra.

Se agrega al mismo vaso, 50 ml. de solución 1N. de ácido sulfúrico y se calienta la solución hasta ebullición, después de esto, se deja enfriar la solución y se titula el ácido residual, con una solución de anaranjado de metilo.

Cuando por la adición de la solución de hidróxido de sodio llega a la cantidad necesaria para la neutralización, se obtiene un color amarillo de la solución, bastará agregar de 1 a 2 gotas de solución 1 N. de H_2SO_4 para agregar al color naranja, punto final de la titulación.

INTERPRETACION DE RESULTADOS.

Del volumen total de ácido sulfúrico consumido en la neutralización de la muestra de óxido de calcio en la muestra de óxido de magnesio usada (25 mg. de óxido de calcio equivalen a 1 ml. de ácido sulfúrico 1N). La diferencia corresponde al volumen de ácido sulfúrico 1N equivalente solo al óxido de magnesio presenta cada ml. de ácido sulfúrico 1N equivale a 20.16 mg. de óxido de magnesio.

DETERMINACION DEL OXIDO DE CALCIO.

Aparatos y equipo.

Crisol con porosidad máxima de 4.4 micrones balanza analítica, mufla y equipo común de laboratorio.

MATERIALES Y REACTIVOS.

Acido sulfúrico.

Alcohol etílico.

Acido sulfúrico 10%

PROCEDIMIENTO.

Se pesa 0.4 g. de óxido de magnesio, se disuelve en una mezcla de 3 ml de ácido sulfúrico y 22 ml. de agua.

Se añade a esta solución 50 ml. de alcohol etílico y se deja reposar - por espacio de 12 horas mínimo. Si apareciendo cristales, de sulfato de magnesio se disuelven calentando la solución a 50°C.

Se filtran los cristales de sulfato de calcio que se hayan precipitado a través de un crisol, el cual haya sido previamente lavado con solución de -- ácido sulfúrico al 10% agua y alcohol etílico y se calcina a 800°C hasta llegar a peso constante.

Se lavan los cristales de sulfato de calcio en el crisol con una solución de 2 volúmenes de alcohol etílico y el volumen de solución de ácido sulfúrico al 10% se calcina el crisol con el contenido por espacio de 30 minutos a -- 800°C una vez hecho esto, se enfría y se pesa nuevamente.

INTERPRETACION DE RESULTADOS.

El peso de sulfato de calcio que se obtiene se multiplica por el factor, de 0.412 y esto equivale al peso de óxido de calcio presente.

DETERMINACION DE OXIDO DE HIERRO.

Aparatos y equipo

Mechero Bunsen

Balanza analítica y

Equipo común de laboratorio

Materiales y Reactivos.

Acido clorhídrico al 15 %
 Indicador anaranjado de metilo.
 Indicador difenilamina.
 Hidróxido de sodio al 14%
 Dicromato de potasio 0.02
 Acido sulfúrico.
 Acido fosfórico

PROCEDIMIENTO.

Se pesan 10g. de óxido de magnesio, se humedece con agua y se disuelve añadiendo 100 ml. de ácido clorhídrico al 15%.

Se añade tres gotas de indicador de anaranjado de metilo se diluye con agua a un volumen de 300 ml. y se pone a hervir la solución durante 5 minutos.

Se añade poco a poco hidróxido de sodio al 14% a la solución de ebullición hasta que se alcalinice esta, a fin de precipitar el ión fierro presente en la solución.

Se continúa hieviendo la solución por espacio de 5 minutos después se filtra y se lava el precipitado cinco veces con 20 ml. de agua en cada ocasión.

Se descarta el filtrado y las lavadas, se disuelve al hidróxido férrico que se quedó en el papel filtro, en un vaso de precipitados de 250 ml. con 20 ml. de ácido clorhídrico caliente al 15%.

Se lava el residuo con 5 porciones de 20 ml. de agua caliente y se agregan las lavadas a la solución ácida.

Se reduce el fierro agregando aproximadamente 5g. de plomo de prueba y se hierve hasta que la solución cambie a incolora.

Se hierve por 5 minutos más y se enfría a la temperatura ambiente en un baño de agua. Se decanta la solución en un vaso de precipitado de 400 ml. y se lava el residuo de plomo con 5 porciones de 20 ml. de agua fría desionizada.

Se combinan las lavadas con la solución, se agregan 15ml. de una mezcla de ácido fosfórico y ácido sulfúrico (150 ml. de ácido sulfúrico y 150 ml. de ácido fosfórico al 65% en un litro de solución).

4 gotas de indicador difenilamina 1 g. por cada 100 ml. de ácido sulfúrico y se titula con una solución 0.02 N de dicromato de potasio.

El punto final se indica por el cambio en el color de amarillo pálido, a -- un color azul violeta intenso estable.

Interpretación de resultados.

Cada mililitro de la solución 0.02 N de dicromato de potasio equivale a --- 1.60 mg. de óxido férrico.

DETERMINACION DE CENIZAS.

Aparatos y equipo.

Crisol de porcelana ó platino.

Mechero tipo Mocker.

Mufla

Balanza analítica.

PROCEDIMIENTO.

Se pesa con exactitud una muestra de 2g. de óxido de magnesio en un crisol- previamente tarado.

Se pone el crisol a la flama baja de un mechero y gradualmente se sube el - calor y se calcina por 5 minutos.

El incremento gradual del calor tiene por objeto evitar proyecciones, de la muestra al exterior.

Posteriormente se pasa el crisol a una mufla a 1000°C y se calcina la mue - stra hasta obtener un peso constante.

CALCULOS Y RESULTADOS.

La diferencia entre los pesos inicial y final del crisol más la muestra del material por 100 corresponde a el porciento de pérdida por ignición.

El porciento de cenizas se obtiene por diferencia entre 100 y el porciento- de pérdidas por ignición.

DETERMINACION DEL AGUA COMBINADA.

Aparatos y equipo.

Mechero.

Balanza analítica y

Material común de laboratorio.

Materiales y reactivos.

Acido acético.

PROCEDIMIENTO.

Para determinar el agua combinada se debe discriminar previamente la existencia de bióxido de carbono.

Se pesa 100 mg. de óxido de magnesio se añade 5 ml. de agua y se lleva a ebullición, se deja enfriar y se añade 5 ml. de ácido acético, si se produce efervescencia esto indica la presencia de bióxido de carbono, el cual debe -- determinarse según la Norma Oficial Mexicana DER-N-171 en vigor.

El agua combinada es igual a la pérdida por ignición menos el bióxido de carbono en una muestra en base seca.

INTERPRETACION DE RESULTADOS.

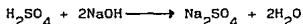
Si no se produce efervescencia esto indica la ausencia de bióxido de -- carbono y en este caso la pérdida por ignición equivale al agua combinada.

A.2 ANALISIS DEL ACIDO SULFURICO.

Este metodo es aplicable a todas las concentraciones de grados comerciales - de acidos sulfúricos puros y gastados.

TECNICA:

Las muestras de ácido sulfúrico son pesadas y disueltas en agua destilada -- y la solución es titulada con una solución patrón de hidróxido de sodio hasta el punto final dada por un indicador que puede ser anaranjado o rojo de metilo. La neutralización se lleva a cabo de acuerdo con la siguiente ecuación.



REACTIVOS:

Los reactivos que a continuación se detallan deben ser grado analítico y -- cuando se mencione agua, esta deberá ser destilada.

Solución valorada de hidróxido de sodio 0.1 N.

Solución indicadora de rojo de metilo al 0.1% en alcohol etílico.

Solución indicadora de anaranjado de metilo al 0.1% en etanol.

MATERIALES:

- 1.- Bureta de 50 ml. graduada en 0.1 ml.
- 2.- Matraz aforado de 250 ml.
- 3.- Pipeta volumétrica de 25 ml.
- 4.- Pesafiltros con tapón esmerilado.
- 5.- Bulbos de vidrio aprox. 1 ml. de capacidad, Tubo Dely o pipeta -
Lunge - Rey.
- 6.- Guantes y saco de neopreno.
- 7.- Careta de seguridad.
- 8.- Material común de laboratorio.

APARATOS Y EQUIPO.

- Balanza analítica de alta sensibilidad.
- Campana de extracción.

PROCEDIMIENTO:

Se pesa cuidadosamente un pequeño pesafiltros de tapón esmerilado completamente seco; con una pipeta graduada, también seca; se miden dentro del pesafiltros 0.7 ml. aprox. del ácido sulfúrico. Rápidamente se cierra y se vuelve a pesar, obteniéndose por diferencia la cantidad exacta de la muestra. Todo el manejo de ácido sulfúrico debe hacerse en la campana de extracción.

Como métodos alternos para obtener la muestra de ácido sulfúrico que va a ser valorada se puede emplear, ya sea una esferita de vidrio, la cual se rompe en el seno del agua liberando el ácido que se titula directamente o se lleva -- cuantitativamente a un matraz aforado de 250 ml. y se titulan varias alícuotas -- cuando se emplea la pipeta Lunge-Rey se obtiene la muestra por diferencia de pesadas y se lleva la solución a un matraz volumétrico de 250 ml. aforado hasta el trazo y de la solución así obtenida se toman alícuotas y se titulan.

PROCEDIMIENTO:

En un matraz aforado de 250 ml. provisto de un embudo y con un poco de agua en su interior, (50 a 100 ml.) se vierte el ácido sulfúrico que se pesó, lavando con el chorro fino de la piseta tanto el interior como el exterior del pesafiltros, así como la tapa, con el objeto de que el ácido pase cuantitativamente al matraz. Se retira el embudo, lavándolo también, se lleva el volumen del líquido -- hasta cerca del trazo; se enfría la solución que por efecto del ácido sulfúrico -- subió la temperatura; cuando se tenga la que indica el matraz, se completa el -- volumen hasta la línea de aforo, y se mezcla por inversiones sucesivas.

De esta solución se miden con pipetas volumétricas o con bureta porciones -- de 25 ml. las cuales se titulan con solución valorada de hidróxido de sodio 0.1N

Usando anaranjado o rojo de metilo como indicador. La titulación se lleva -- hasta el punto de vire del indicador, que en ambos casos es del color rojo al -- amarillo.

CALCULOS:

La acidez total, expresada como porcentaje en peso de ácido sulfúrico se calcula, por la siguiente expresión.

$$\% \text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{V \times N \times \text{m.e.q.} \times 100}{\text{Peso muestra.}}$$

DONDE:

V = mililitros de la solución de hidróxido de sodio gastados en la titulación.

N = normalidad de la solución de hidróxido de sodio utilizada en la titulación.

m. e. q. = miliequivalente de ácido sulfúrico (0.04904).

B.1 DETERMINACION DE SULFATO DE MAGNESIO EN SULFATO DE MAGNESIO.

ALCANCE:

Esta norma establece el método para la determinación de sulfato de magnesio en sulfato de magnesio.

FUNDAMENTO:

Se basa en la propiedad que presenta la sal disódica del EDTA de formar compuestos complejos poco ionizados con los iones divalentes y que, en un medio alcalino y haciendo uso de eriocromo negro T y murexida, es aplicable para la cuantificación indirecta del magnesio.

APARATOS Y EQUIPO:

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Estufa eléctrica capaz de mantener $100 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

Mufla eléctrica capaz de mantener $550 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

Crisol de pocalana de 25 - 30 ml.

Desecador con agente desecante apropiado.

Agitador magnético.

Microbureta de 5 ml. con subdivisiones de 0.01 ml.

Equipo de uso común de laboratorio.

MATERIALES REACTIVOS Y SOLUCIONES:

Los reactivos y soluciones que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua, debe enterse agua destilada.

Solución de EDTA (Complejón, versenato o titriplex III) 0.10 M. se disuelven 40.0 g. de la sal disódica del EDTA en 800 ml. de agua, se agregan 0.5 g. de NaOH y 0.1 g. de $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ disueltos en 75 ml. de agua y se diluye a un litro en un matraz volumétrico. El título de esta solución se ajusta de tal manera que 1 ml. sea equivalente a 10.00 mg. de CaCO_3 .

Solución tipo de carbonato de calcio se disuelve 1.0000 g. de carbonato de calcio anhidro, previamente secado a 105°C durante 2 horas, en 6 ml. de solución de ácido clorhídrico 1+1, contenidos en un matraz erlenmeyer; evitando las proyecciones se agita hasta disolución total.

Se añade 50 ml. de agua y se lleva a ebullición moderada para eliminar el CO_2 . Se enfría y se neutraliza con hidróxido de amonio 1+10. Se transfiere cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml. y se afora con agua libre de CO_2 . Esta solución contiene el equivalente a 1.0 mg. de CaCO_3 por ml.

Solución reguladora pH.

Se disuelven 16.9 g. de cloruro de amonio con 143 ml. de hidróxido de amonio concentrado, se transfieren a un matraz volumétrico de 250 ml. y se afora con agua.

Indicador de eriocromo negro T.

Se mezclan 0.5 g., de eriocromo negro T con 4.5 g. de clorhidrato de hidroxilamina y se disuelven con 100 ml. de alcohol etílico.

Indicador de Murexida.

cloruro de sodio (ó cloruro de potasio) se muelen en un mortero 0.2 g. de murexida (purpurato de amonio) y 100 g. de cloruro de sodio, mezclándolos hasta homogeneizar.

Solución de hidróxido de sodio al 20%.

Se disuelven 200 g. de NaOH en 800 ml. de agua libre de CO_2 .

Titulación de la solución de EDTA 0.1 M.

Se toman 100 ml. de la solución de CaCO_3 y se transfieren a un matraz erlenmeyer de 500 ml.

Se añade 1 ml. de la solución reguladora o la cantidad necesaria para conseguir un pH = 10, se agita y se agregan 5 gotas de la solución de eriocromo negro T.

Se titula con la solución de EDTA 0.1 M hasta la aparición de un color azul turquesa; si el volumen de EDTA consumido en la titulación difiere de 10.0 ml., la solución se ajusta convenientemente hasta que 1 ml. sea equivalente a 10 mg. de CaCO_3 .

PREPARACION DE LA MUESTRA:

Una porción de 200 g. de la muestra representativa obtenida según la Norma Oficial de muestreo para sulfato de magnesio, se homogeneiza y conserva en un recipiente provisto de cierre hermético.

DETERMINACION:

El residuo contenido en el crisol que se utilizó para la determinación de pérdida por calcinación en sulfato de magnesio se transfiere cuantitativamente a un vaso de precipitados de 600 ml, mediante adiciones sucesivas de ácido clorhídrico al 3% caliente, hasta completar unos 200 ml.

Se deja enfriar, se transfiere cuantitativamente a un matraz volumétrico de 500 ml. y se afora con agua.

Se toma una alícuota de 25 ml. se vierte en un vaso de precipitados de 400 ml. y se diluye con 100 ml. de agua; se agrega una cantidad suficiente de la solución reguladora hasta conseguir un pH = 10 y 10 gotas de eriocromo negro T.

Se titula con la solución de EDTA 0.1 M hasta el cambio de color rojo vino a azul turquesa, se anota el volumen utilizado en esta determinación, designándolo como "A".

Se toma otra alícuota de 25 ml. del aforo de 500 ml., se transfiere a un vaso de precipitados de 400 ml. y se diluye con 100 ml. de agua.

Con la solución de NaOH al 20%, se ajusta el pH a 12.0, se agrega a una pequeña cantidad del indicador de murexida y en caso de que la solución adquiera un color "salmón", se titula con EDTA hasta que aparezca un color violeta se anota el volúmen utilizado en esta determinación, designándolo como "B".

CALCULOS Y RESULTADOS:

El contenido de sulfato de magnesio en la muestra, se expresa en base anhidra y se calcula con la siguiente expresión:

$$\% \text{MgSO}_4 = \frac{(A-B) \times 0.1 \times 0.12038 \times 500 \times 100}{25 C}$$

EN DONDE:

A = Ml de EDTA utilizados en la titulación.

B = Ml de EDTA utilizador en la titulación.

C = Peso de la muestra, en gramos.

REPRODUCCION DE LA PRUEBA:

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe ser mayor de 1%, de error relativa; en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

OBSERVACIONES:

Este método se aplica sobre el residuo del análisis de la pérdida por calcinación debido a que se trata de un compuesto químicamente estable que permite una determinación más precisa.

Esta solución debe conservarse en recipientes de polietileno y no de vidrio para evitar que se fije el cambio de estos últimos.

En la preparación de la muestra no se indica su molienda, en virtud de que el sulfato de magnesio es eflorescente y pierde agua de cristalización desde los 19°C.

ALCANCE:

Esta norma establece el método para la determinación de la pérdida por calcinación en sulfato de magnesio.

FUNDAMENTO:

Se basa en el calentamiento del sulfato de magnesio a elevada temperatura - con objeto de establecer su contenido original de agua de cristalización y obtener un compuesto químicamente estable que pueda utilizarse en determinaciones - posteriores.

APARATOS Y EQUIPO:

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Estufa eléctrica capaz de mantener $100 \pm 1^{\circ}\text{C}$

Mufla eléctrica capaz de mantener $550 \pm 5^{\circ}\text{C}$

Crisol de porcelana de 25-30 ml.

Desecador con agente desecante apropiado.

Equipo de uso común de laboratorio.

PREPARACION DE LA MUESTRA:

Una porción de 200 g. de la muestra representativa obtenida según la Norma-Oficial de muestreo para sulfato de magnesio en vigor, se homogeneiza y conserva en un frasco provisto de cierre hermético.

PROCEDIMIENTO:**DETERMINACION:**

En un crisol de porcelana previamente puesto a peso constante a 550°C , se pesan con exactitud unos 2 ó 3 g. de muestra se lleva el crisol a la estufa y se mantiene a 100°C durante dos horas; posteriormente se somete a calcinación en la mufla a una temperatura de 550°C durante una hora.

Se transfiere a un desecador, se permite que enfríe hasta la temperatura ambiente y se pesa. La diferencia en peso del crisol, corresponde a la pérdida por calcinación.

CALCULOS Y RESULTADOS:

El porcentaje que la pérdida por calcinación representa en la muestra, se calcula con la siguiente expresión:

$$\% \text{ Pérdida por calcinación} = \frac{(C - A)}{(C - A)} \cdot 100$$

EN DONDE:

A = Peso del crisol con muestra calcinada, en gramos.

B = Peso del crisol vacío (tara), en gramos.

C = Peso del crisol con muestra original, en gramos.

REPRODUCCION DE LA PRUEBA:

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe ser mayor de 1%, de error relativo, en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

OBSERVACIONES:

En la preparación de la muestra no se indica su molienda, en virtud de que el sulfato de magnesio es eflorescente y pierde agua de cristalización desde los 19°C.

El residuo de la pérdida por calcinación debe conservarse para la determinación de sulfato de magnesio.

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

B.2 DETERMINACION DEL RESIDUO INSOLUBLE EN AGUA EN SULFATO DE MAGNESIO.**ALCANCE:**

Esta norma establece el método para la determinación del residuo insoluble que resulta de una disolución acuosa de sulfato de magnesio.

FUNDAMENTO:

Se basa en la cuantificación gravimétrica del residuo insoluble que resulta de una disolución acuosa de sulfato de magnesio.

APARATOS Y EQUIPO:

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Bomba de vacío.

Estufa eléctrica capaz de mantener $105 \pm 1^\circ\text{C}$

Crisol Schott de porosidad media, de 25 ml.

Equipo de uso común de laboratorio.

MATERIALES, REACTIVOS Y SOLUCIONES.:

Cuando se especifique el uso de agua, debe entenderse agua destilada.

PREPARACION DE LA MUESTRA:

Una porción de 200 g. de la muestra representativa obtenida según la Norma Oficial de muestreo para sulfato de magnesio en vigor, se homogeneiza y conserva en un frasco provisto de cierre hermético.

DETERMINACION:

Se pesan con precisión aproximadamente 200 g. de muestra y se transfieren a un vaso de precipitados de 600 ml; se agregan 200 ml. de agua y se lleva a ebullición lenta durante 10 minutos, agitando frecuentemente para favorecer la disolución.

Por duplicado, no debe ser mayor de 4% de error relativo; en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

OBSERVACIONES:

En la preparación de la muestra no se indica su molienda en virtud de que - el sulfato de magnesio es eflorescente y pierde agua de cristalización desde los 19°C.

B.3 DETERMINACION DE HIERRO EN SULFATO DE MAGNESIO.**ALCANCE:**

Esta norma establece el método para la determinación de hierro, como Fe, en sulfato de magnesio.

FUNDAMENTO:

Se basa en la propiedad que presenta la sal disódica del EDTA, de formar complejos internos hidrosolubles no disociados (quelatos) con diversos iones metálicos y que, a un pH = 2.5 y en presencia de ácido sulfosalicílico como indicador, resulta específica para el hierro.

APARATOS Y EQUIPO:

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.
Plancha de calentamiento con regulador.
Estufa eléctrica capaz de mantener $105 \pm 1^{\circ}\text{C}$
Desecador con agente desecante apropiado.
Microbureta de 5 ml. con subdivisiones de 0.01 ml.
Agitador magnético.
Equipo de uso común de laboratorio.

MATERIALES, RACTIVOS Y SOLUCIONES:**REACTIVOS Y SOLUCIONES:**

Los reactivos y soluciones que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua, debe entenderse agua destilada.

Solución de EDTA (complejón, versenato o titriplex III) 0.01 M.

De la solución señalada en el método para la determinación de sulfato de magnesio se toma una alícuota de 100 ml. se transfiere a un matraz volumétrico de 1000 ml. se afora con agua y se homogeneiza 1 ml. de esta solución equivale a 1.0 mg. de CaCO_3 .

Titulación de la Solución de EDTA 0.01 M.

Se procede en las mismas condiciones que las indicadas en el método de referencia, modificando únicamente el volumen de la alícuota de CaCl_2 a 50 ml.

Se titula con la solución de EDTA 0.01 M, hasta la aparición de un color azul turquesa; si el volumen de EDTA consumido difiere de 10 ml. la solución se ajusta convenientemente a 1.0 mg. de CaCO_3 .

Solución indicadora de ácido sulfosalicílico se disuelven 5.0 g. de ácido sulfosalicílico en 95 ml. de agua.

PREPARACION DE LA MUESTRA:

Una porción de 200 g. de la muestra representativa obtenida según la Norma Oficial de muestreo para sulfato de magnesio en vigor, se homogeneiza y conserva en un recipiente provisto de cierre hermético.

PROCEDIMIENTO:

DETERMINACION:

Se pesan con exactitud aproximadamente 10 g. de muestra, se transfieren a un vaso de precipitados de 600 ml. y se disuelven con 100 ml. de agua se agregan 10 ml. de HNO_3 1:3 y se lleva a ebullición moderada hasta reducir el volumen de 50 ó 60 ml.

Se deja enfriar, se adiciona agua hasta tener 200 ml. y se ajusta el pH a 2.5 con HNO_3 1:1 ó NaOH 1:1, según sea el caso.

Se añade 1.0 ml. de la solución indicadora de ácido sulfosalicílico, originándose si hay hierro, una coloración rojiza; se procede a la titulación de la solución de EDTA 0.01 M, hasta conseguir el cambio de color amarillo brillante.

CALCULOS Y RESULTADOS:

El contenido de hierro, como (Fe), en la muestra, se calcula en acuerdo con la siguiente expresión:

$$\% \text{ Fe} = \frac{0.05565 \cdot A}{B}$$

EN DONDE:

A = Ml de solución de EDTA 0.01 M. utilizados en la titulación de la muestra.

B = Peso de la muestra, en gramos.

REPRODUCCION DE LA PRUEBA:

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe ser mayor de 0.0004 % Fe en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

OBSERVACIONES:

Esta solución debe conservarse en recipientes y no de vidrio para evitar que se fije el calcio de estos últimos.

En la preparación de las muestras no se indica su molienda, en virtud de que el sulfato de magnesio es eflorescente y pierde agua de cristalización de los 19°C.

B.4 DETERMINACION DE ARSENICO EN SULFATO DE MAGNESIO.**ALCANCE:**

Esta norma establece el método para la determinación de arsénico en sulfato de magnesio.

FUNDAMENTO:

Se basa en la formación de arsina (AsH_3) por la acción del hidrógeno sobre compuestos de arsénico, mediante catálisis con Zinc. La arsina reacciona con bromuro mercuríco, formando un compuesto coloreado proporcional al contenido de arsénico en la muestra, cuantificándose en ésta por comparación con patrones.

APARATOS Y EQUIPO:

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Generador Gutzeit

Baño de agua

Equipo de uso común de laboratorio.

MATERIALES REACTIVOS Y SOLUCIONES:**MATERIALES:**

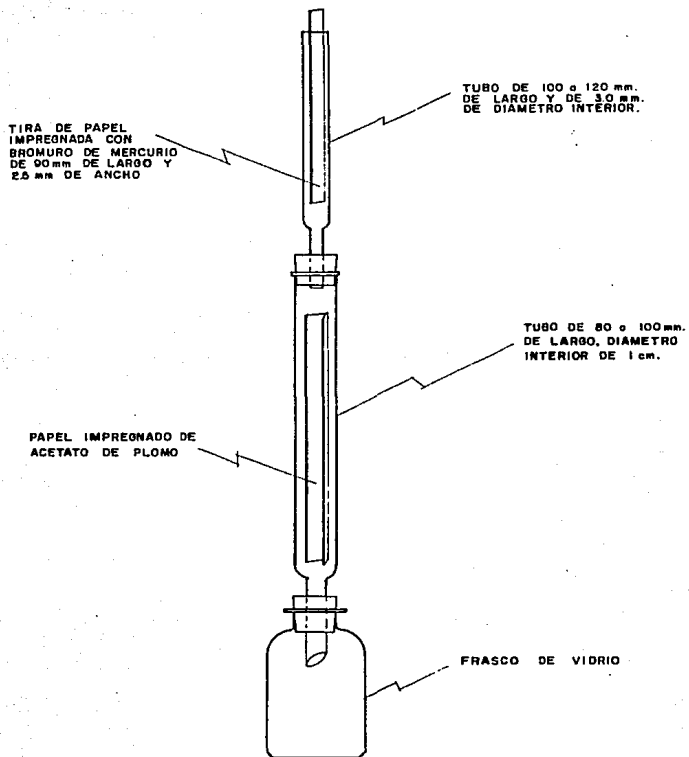
Papel especial para determinación de arsénico.

Papel filtro cualitativo.

REACTIVOS Y SOLUCIONES:

Los reactivos y soluciones que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua, debe entenderse agua destilada.

Solución de acetato de plomo $Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3 H_2O$ y se disuelven con 90 ml. de agua que contenga 5 ml. de ácido acético.

**APARATO GUTZEIT.**

ZINC:

Granalla de zinc (libre de arsénico y de 4 a 8 mm. de diámetro), se trata con ácido clorhídrico hasta que la superficie quede completamente limpia y brillante. Se lava con agua perfectamente y se guarda inundada con agua en un frasco provisto de cierre hermético.

MEZCLA ACIDA:

100 ml. de ácido sulfúrico concentrado (libre de arsénico) se diluyen con 400 ml. de agua y se agregan 10 g. de cloruro de sodio por cada 100 ml. de solución.

SOLUCION DE SULFATO FERRICO AMONICO:

Se mezclan 84 g. de sulfato férrico amónico $\text{Fe NH}_4 (\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ con 10 ml. de ácido sulfúrico y se diluye con agua hasta la marca, en un matraz volumétrico de 1000 ml. Esta solución contiene aproximadamente 50 mg. $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{ml}$.

SOLUCION TIPO DE ARSENICO:

Se pesan 0.132 g. de trióxido de arsénico, se transfieren a un vaso de precipitados de 250 ml. y se disuelven con 10 ml. de NaOH al 10 %, se diluyen con 50 ml. de agua y se neutralizan con 10 ml. de ácido sulfúrico concentrado.

La solución se traspasa cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml. y se completa el volumen hasta la marca con agua. Una vez homogeneizada, esta solución contiene 0.1 mg. de As/ml.

Se toma una alícuota de 100 ml. de la solución anterior y se transfiere a un matraz volumétrico de 1 litro, se afora con agua y se homogeneiza. Esta solución contiene 0.01 mg As/ml.

SOLUCION DE BROMURO MERCURIO AL 0.35%:

Se pesan 0.35g. de bromuro mercurio y se disuelven con 100 ml. de alcohol etílico.

POR SENSIBILIZADO CON BROMURO MERCURICO:

Las tiras de papel especial se introducen en la solución de bromuro mercúrico se secan en un desecador y se conservan en un frasco perfectamente tapado y seco.

PAPEL REACTIVO DE ACETATO DE PLOMO:

Se mojan las tiras de papel filtro cualitativo en la solución de acetato de plomo, se secan a 60°C y se conservan en un frasco bien tapado.

PREPARACION DE LA MUESTRA:

Una porción de 200 g. de la muestra representativa obtenida según la Norma Oficial de muestreo para sulfato de magnesio en vigor, se homogeneiza y conserva en un frasco provisto de cierre hermético.

PROCEDIMIENTO:**DETERMINACION:**

Se pesa con precisión 1g. de muestra se transfiere a un vaso de precipitados, de 100 ml. y se disuelve con 5 ml. de agua. Se adicionan 10 ml. de ácido sulfúrico al 20%, se traspasa cuantitativamente al aparato de Guitzeit y se diluye con agua hasta 50 ml.

Se agregan 5 ml. de la mezcla ácida, 2 ml. de la solución de fierro, 0.5 ml de la solución de cloruro estano y 1.5 g. de granalla de zinc, e inmediatamente se tapa el frasco con el resto del aparato (previamente preparado con el papel reactivo de acetato de plomo y con la tira de papel sensibilizado con bromuro mercúrico como se indica en el generador Guitzeit.

Se agita de tiempo en tiempo el aparato para que la reacción se lleve a cabo regularmente, manteniendo la temperatura entre 25 y 27°C por inmersión del aparato en un baño de agua fría o caliente, según sea el caso.

Se permite que la arsina se desprenda durante una hora y en caso de que la mancha del papel sensible no cambie en intensidad y tamaño, se prolonga por 40 minutos más hasta que la mancha se estabilice. Enseguida se saca la tira del papel sensibilizado, se sumerge en parafina fundida y se compara con los patrones.

PREPARACION DE LOS PATRONES DE COMPARACION.

Se miden y transfieren a sendos aparatos de Gutzeit, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, y 3.0 ml. de la solución tipo de arsénico que contiene 0.01 mg. As/ml.

Se adicionan las mismas cantidades de reactivos indicadas y se continúa como se indicó anteriormente.

CALCULOS Y RESULTADOS:

El contenido de arsénico en la muestra, se calcula de acuerdo con la siguiente expresión:

$$\% \text{ As} = \frac{A \times 100}{B}$$

EN DONDE:

A = Mg de As contenidos en el patrón con el que corresponde la muestra.

B = Peso de la muestra en mg.

REPRODUCCION DE LA PRUEBA:

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe exceder de 0.0005 unidades de por ciento en el resultado; en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

OBSERVACIONES:

El papel especial para la determinación de arsénico, se presenta en tiras uniformes de 90 mm de longitud por 2.5 mm de ancho. Puede conseguirse a través de "Fisher Scientific Co". (catálogo No. 1-413), o bien de "Matheson Scientific" (catálogo No. 470-42).

El papel filtro cualitativo se corta en tiras de 7 x 5 cms. se recomienda el papel filtro Whatman No. 40 o similar.

La adición de ácido acético es con el fin de mantener el acetato de plomo en solución.

Esta solución se prepara en el momento de hacer la determinación.

El papel deberá tener una uniformidad completa en su estructura y grueso, pues cualquier irregularidad hace que se fije desigualmente el reactivo mercúrico produciendo deficiencias en la coloración.

Este papel tiene como objeto quitar las trazas de H_2S que pudiera contener los distintos reactivos, cuya presencia interfiere en la determinación.

En la preparación de la muestra no se indica su molienda, en virtud de que el sulfato de magnesio es eflorescente y pierde agua de cristalización desde los $19^{\circ}C$.

Cada oportunidad en que se cambie alguno o varios de los reactivos utilizados en la determinación, es necesario preparar nuevamente todos los patrones de comparación.

8.5 DETERMINACION DE PLOMO EN SULFATO DE MAGNESIO.**ALCANCE:**

Esta norma establece el método para la determinación de metales pesados, expresados como plomo en sulfato de magnesio.

FUNDAMENTO:

Se basa en una comparación visual del color de una solución de sulfato de magnesio tratada convenientemente, con una serie de soluciones coloidales cuya concentración en plomo se conoce. La coloración se debe a los sulfuros de los metales pesados producidos por la reacción entre el ácido sulfhídrico y los compuestos que los contienen.

APARATOS Y EQUIPO:

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.
Tubos de Nessler de 50 ml.
Aparatos de Kipp para generación de H_2S o similar.
Baño de agua.
Equipo de uso común de laboratorio.

MATERIALES, REACTIVOS Y SOLUCIONES:**REACTIVOS Y SOLUCIONES:**

Los reactivos y soluciones que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua, debe entenderse agua destilada.

SOLUCION TIPO DE PLOMO:

Se pesan con precisión 0.1598 g. de nitrato de plomo y se transfieren cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1 litro; se disuelven con 100 ml. de agua acidulada con 1 ml. de ácido nítrico y se diluye hasta la marca. Una vez homogeneizada, esta solución contiene 0.1 mg. Pb/ml.

Se toma una alícuota de 10 ml. de la solución anterior y se transfiere a un matraz volumétrico 100 ml. se afora con agua y se homogeneiza. Esta solución contiene 0.01 mg. Pb/ml.

SOLUCION DE ACIDO ACÉTICO AL 6%.

Se miden 6 ml. ácido acético glacial (D=1.058 g/c.c.) y se diluyen con 94 ml. de agua.

SOLUCION DE HIDROXIDO DE AMONIO AL 10%.

Se diluyen 166 ml. de hidróxido de amonio (D=0.90 g/c.c.) con agua, en un matraz volumétrico de 550 ml.

SOLUCION SATURADA DE H₂S.

Se pesan aproximadamente 20 g. de sulfuro ferroso (FeS) y se transfieren al aparato de Kipp; se adicionan 150 ml. de ácido clorhídrico 1 + 3 y se burbujea el ácido sulfhídrico producido, en 250 ml. de agua durante 20 minutos.

SOLUCION DE ACIDO CLORHIDRICO AL 10%.

A 150 ml. de ácido clorhídrico concentrado, se agregan 400 ml. de agua.

PREPARACION DE LA MUESTRA.

Una porción de 200 g. de la muestra representativa obtenida según la Norma Oficial de muestreo para sulfato de magnesio en vigor, se homogeneiza y conserva en un frasco de vidrio provisto de cierre hermético.

PROCEDIMIENTO:

PREPARACION DE LOS PATRONES DE COMPARACION:

Se toma 2, 4, 6, 8, 10, y 12 ml. de la solución tipo de plomo (que contiene 0.01 mg Pb/ml.) y se transfiere a sendos tubos de Nessler de 50 ml.

A cada tubo se agregan 2 ml. de ácido acético al 6 % y 10 ml. de solución saturada de H_2S ; se agita y se afora con agua. Esta serie de patrones comprende un intervalo desde 0.02 hasta 0.12 mg. de plomo.

DETERMINACION:

Se pesan con precisión 4 g. de muestra y se transfieren a un vaso de precipitados de 250 ml., se disuelven con 10 ml. de ácido clorhídrico al 10%, se evapora a sequedad en un baño de agua y disuelve el residuo con 20 ml. de agua.

Se agregan 10 ml. de solución saturada de H_2S , se agita y se diluye con agua hasta la marca. Se deja en reposo durante 10 minutos y se procede a efectuar la comparación con los patrones.

CALCULOS Y RESULTADOS:

El contenido de metales pesados en la muestra, expresados como plomo, se calcula como se indica a continuación:

$$\% \text{ Pb} = \frac{A}{B} \times 100$$

EN DONDE:

A = Mg de plomo contenidos en el tipo con el que corresponde la muestra.

B = Peso de la muestra en mg.

REPRODUCCION DE LA PRUEBA:

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe exceder de 0.0003 unidades por ciento en el resultado; en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

B6 DETERMINACION DE CLORUROS EN SULFATO DE MAGNESIO.**ALCANCE:**

Esta norma establece el método para la determinación de cloruros en sulfato de magnesio.

FUNDAMENTO:

Se basa en una comparación visual de la turbiedad que presenta una suspensión, cuyo contenido de cloruros se conoce, con otra correspondiente a la muestra que se analiza. Las turbiedades que se comparan son originadas por un fino precipitado de cloruro de plata en suspensión, que resulta de la reacción, entre el nitrato de plata y los iones cloruro.

APARATOS Y EQUIPO:

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Estufa eléctrica capaz de mantener $105 \pm 1^\circ\text{C}$.

Tubos de Nessler de 50 ml.

Desecador con agente desecante adecuado.

Equipo de uso común de laboratorio.

MATERIALES REACTIVOS Y SOLUCIONES:**REACTIVOS Y SOLUCIONES:**

Los reactivos y soluciones que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua, debe entenderse agua destilada.

SOLUCION TIPO DE CLORURO DE SODIO:

Se pesan con precisión 0.1649 g. de cloruro de sodio, previamente secado a 105°C durante 3 horas y se transfieren cuantitativamente a un matraz volumétrico de 1000 ml, se disuelven con agua y se diluye hasta la marca. Una vez homogeneizada, esta solución contiene 0.1 mg. GIT/ml.

SOLUCION REACTIVO DE PLATA.

Se disuelven 1.70 g. de nitrato de plata en 100 ml. de agua.

PROCEDIMIENTO:**PREPARACION DE LOS PATRONES DE COMPARACIONES:**

Se toman 2, 4, 6, 8, y 10 ml. de la solución tipo de cloruro de sodio y se transfieren a sendos tubos de Nessler. A cada tubo se agrega 0.0 ml. de la solución reactivo de plata y se diluye con agua hasta la marca, Esta serie de tipos comprende un intervalo desde 0.2 hasta 1.0 mg. de cloruros.

DETERMINACION:

Se pesan con precisión 4 g. de muestra, se transfieren cuantitativamente a un tubo de Nessler de 50 ml. y se disuelven con 25 ml. de agua.

Se agregan 1.0 ml. de la solución reactivo de plata, se afora con agua hasta la marca y se homogeneiza.

Se procede a efectuar una comparación visual con las soluciones tipo y se toma nota del tubo que guarda mayor parecido con la muestra.

CALCULOS Y RESULTADOS:

El contenido de cloruros en la muestra, se calcula con la siguiente expresión:

$$\% \text{ Cl} = \frac{A \times 100}{B}$$

EN DONDE:

A = Mg de cloruros contenidos en el tipo con el que corresponde la muestra.

B = Peso de la muestra, en mg.

REPRODUCCION DE LA PRUEBA:

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe exceder de 0.0025 unidades de por ciento en el resultado, en caso contrario se recomienda repetir la determinación.

OBSERVACIONES:

Si se prefiere medir la turbiedad mediante el uso de algún instrumento tal como espectrofotómetro, colorímetro, nefelómetro, debe preverse la influencia de tres variables principales: Longitud de onda, profundidad óptica efectiva y un medio dispersante capaz de mantener el precipitado en suspensión.

Esta solución debe conservarse en un frasco oscuro para prevenir su descomposición por efecto de la luz.

En el caso de que la turbiedad debida a la muestra supere a la del tipo de máxima concentración, se prepara otro testigo utilizando mayor volumen de solución patrón de cloruro hasta que se consiga igualar las turbiedades de muestra y testigo.

B.7 DETERMINACION DE SULFATO DE SODIO EN SULFATO DE MAGNESIO.**ALCANCE:**

Esta norma establece el método para la determinación de sodio, como $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, en sulfato de magnesio.

FUNDAMENTO:

Se basa en la cuantificación gravimétrica del precipitado de acetato de zinc uranilo hexahidratado, que se produce por la adición de un gran volumen de solución de acetato de zinc uranilo previamente saturada con sal de sodio sobre una disolución acuosa concentrada de sulfato de magnesio.

APARATOS Y EQUIPOS:

Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 g.

Bomba de vacío.

Crisol Gooch de 30 ml.

Estufa eléctrica capaz de mantener $105 \pm 1^\circ\text{C}$.

Desecador con agente desecante apropiado.

Equipado de uso común de laboratorio.

MATERIALES, REACTIVOS Y SOLUCIONES:**MATERIALES:**

Papel filtro Whatman No. 40 ó similar.

Asbesto en fibra media.

Los reactivos y soluciones que a continuación se mencionan deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se especifique el uso de agua, debe obtenerse agua destilada.

SOLUCION I.

Se mezcla 10 g. de acetato de uranilo $UO_2(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$, 1.7 ml. de ácido acético glacial y 54 ml. de agua; se calienta hasta disolución total.

SOLUCION II.

Se mezclan 30 g. de acetato de zinc $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ 1.0 ml. de ácido acético glacial y 52 ml. de agua; se calienta hasta disolución total.

SOLUCION REACTIVO DE ACETATO DE ZINC URANILO.

Se mezclan volúmenes iguales de las soluciones I y II; se agregan unos 0.10 g. de NaCl, se deja reposar la muestra durante 24 horas o más y se filtra, dejándose así al reactivo saturado con la sal triple.

SOLUCION ALCOHOLICA SATURADA.

Se saturan 100 ml. de alcohol etílico al 95%, con acetato de zinc uranilo sódico puro.

Eter dietílico.

PREPARACION DE LA MUESTRA:

Una porción de 200 g. de la muestra representativa obtenida según la Norma Oficial de muestreo para sulfato de magnesio en vigor, se homogeneiza y conserva en un recipiente provisto de cierre hermético.

PROCEDIMIENTO:**DETERMINACION:**

Se pesan con exactitud aproximadamente 2.5 g. de muestra, se transfiere a un vaso de precipitados de 150 ml. se disuelven con la menor cantidad posible de agua.

Se agregan 10 ml. de la solución reactivo de acetato de zinc uranilo y se mezclan; se tapa el vaso con un vidrio de reloj y se permite el desarrollo de la reacción durante una hora, agitándose frecuentemente para conseguir una precipitación completa.

Se filtra el precipitado en un crisol Gooch, previamente preparado con asbesto y puesto a peso constante a 105°C durante dos horas, se succiona hasta sequedad y se baja el precipitado del vaso con pequeñas porciones de 2 ml. de solución reactivo.

Se hace pasar una corriente de aire por el crisol para evaporar el éter permanente y se lleva al desecador, pesado periódicamente hasta conseguir peso constante.

CALCULOS Y RESULTADOS:

El contenido de sodio (como $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), en la muestra, se calcula con la siguiente expresión:

$$\% \text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = \frac{10.478 (A-B)}{C}$$

EN DONDE:

A = Peso del crisol con el precipitado, en gramos.

B = Peso del crisol vacío (tara), en gramos.

C = Peso de la muestra en gramos.

REPRODUCCION DE LA PRUEBA:

La diferencia entre determinaciones efectuadas por duplicado, no debe ser mayor de 2% de error relativo; en caso contrario se recomienda la determinación.

OBSERVACIONES:

Se filtra para desechar el precipitado de acetato de zinc uranilo sódico que se forma, tanto por la adición de NaCl, como por las trazas de sodio que contienen los reactivos que se utilizan en las soluciones I y II.

Esta solución debe filtrarse cada vez que se utilice, si presenta alguna turbiedad.

Debe conservarse en un recipiente de vidrio "Pyrex" o de polietileno.

Si no se dispone del reactivo puro, esta solución puede prepararse por saturación con acetato de zinc uranilo y 1 g. de acetato de sodio, filtrando luego el precipitado formado.

El éter dietílico puede sustituirse por acetona.

En la preparación de la muestra no se indica su molienda, en virtud de que el sulfato de magnesio es eflorescente y pierde agua de cristalización desde los 19°C.

Es importante que no se deje secar el reactivo en las paredes del crisol porque es difícil redisolverlo, debiendo drenarse el crisol en cada oportunidad por succión.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.

- (1) Dirección general de normalización, Norma Oficial Mexicana, NOM-K-226-1979 Acido sulfurico - determinación de acides total.
NOM - K - 204 - 1974. Determinación de óxido de magnesio. Secretaría de - Comercio y Fomento Industrial de México.
- (2) Industrial Chemical División Acido sulfurico, Stauffer Chemical División - Wesport, connecticut, U.S.A. Sin fecha.
- (3) Inorganic Chemical Department Magnesium Compunds The Dow Chemical Company - Midland Michigan, U.S.A. Sin fecha.
- (4) Manual de procedimientos de Comerquim, S.A. México, D.F.
- (5) Orozco D. Fernando Análisis Químico Cuantitativo Ed. Porrúa. México, D.F.
- (6) Perry/Chilton Manual de Ingeniero Químico Mc. Graw Hill México, 1982.