

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**OBTENCIÓN DE CLORURO DE POTASIO POR CRISTALIZACIÓN
FRACCIONADA A PARTIR DE SALMUERAS DE SAN JUAN DE SALINAS
AZÁNGARO Y SALAR DE PERKA PLATERÍA**

TESIS

PRESENTADA POR:

VELARDE CALLA CESAR FELIPE

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUÍMICO

PROMOCION 2011

PUNO-PERÚ

2016

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“OBTENCIÓN DE CLORURO DE POTASIO POR CRISTALIZACIÓN
FRACCIONADA A PARTIR DE SALMUERAS DE SAN JUAN DE SALINAS
AZÁNGARO Y SALAR DE PERKA PLATERÍA”**

TESIS PRESENTADA POR:

VELARDE CALLA CESAR FELIPE

PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE: INGENIERO QUIMICO

FECHA DE SUSTENTACION: 28 DE DICIEMBRE DE 2016

APROBADA POR EL JURADO REVISOR COFORMADO POR:

PRESIDENTE

:

.....

M. Sc. Salomón Ttito León

PRIMER MIEMBRO

:

.....

Dr. Teófilo Donaires Flores

SEGUNDO MIEMBRO

:

.....

M. Sc. Roger Huanqui Pérez

DIRECTOR DE TESIS

:

.....

M. Sc. German Quille Calizaya

AREA: PROCESOS INDUSTRIALES

TEMA: OBTENCIÓN DE PRODUCTOS INDUSTRIALES

LINEA: TECNOLOGÍA INDUSTRIAL



DEDICATORIA

A Dios, por permitirme seguir adelante
A Mis padres, por su labor y comprensión
A Leocadia por acompañarme en esta vida

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mis padres, mis hermanos, mi pareja mis docentes y demás personas e instituciones que, en la forma de orientación, ayuda y estímulo fueron fundamentales para la realización de este trabajo.

Especialmente a:

Mis padres, por el apoyo incondicional, la cual me ha permitido lograr mis objetivos tan anhelados. A mi compañera que me brinda su cariño y tiempo. A mis hermanos por comprenderme y apoyarme en los momentos más difíciles.

A la Universidad Nacional del Altiplano y a la Facultad de Ingeniería Química por la formación profesional brindada.



INDICE

RESUMEN	11
INTRODUCCIÓN	13
CAPÍTULO I	15
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA, ANTECEDENTES, OBJETIVOS Y.....	15
JUSTIFICACIÓN	15
1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	15
1.2. ANTECEDENTES.....	17
1.3. OBJETIVOS DEL ESTUDIO	20
1.3.1. OBJETIVO GENERAL	20
1.3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	20
1.4. JUSTIFICACIÓN.....	21
CAPÍTULO II	22
MARCO TEÓRICO, MARCO CONCEPTUAL E HIPÓTESIS	22
2.1. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE CLORURO DE POTASIO	22
2.2. SOLUBILIDAD DE LOS SALES Y LA TEMPERATURA	23
2.3. CRISTALIZACIÓN	25
2.4. CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA	26
2.5. CRECIMIENTO Y PROPIEDADES DE LOS CRISTALES.....	28
2.6. PROCESAMIENTO DE SALES	30
2.6.1. PROCESAMIENTO DE SALES DE CLORURO DE POTASIO.....	30
2.7. OBTENCIÓN DE CLORURO DE POTASIO POR FLOTACIÓN DE SILVINITA	34
2.7.1. PROCESAMIENTO DE SULFATO DE POTASIO	39
2.8. PROCESAMIENTO DE CLORURO DE SODIO.....	41
2.9. MARCO CONCEPTUAL	42
2.10. HIPÓTESIS	44
2.10.1. HIPÓTESIS GENERAL.....	44
2.10.2. HIPÓTESIS ESPECÍFICA.....	45
CAPÍTULO III	46

METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN	46
3.1. EQUIPOS MATERIALES Y REACTIVOS	46
3.1.1. EQUIPOS Y MATERIALES	46
3.1.2. REACTIVOS E INSUMOS	46
3.2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	47
3.2.1. TOMAS DE MUESTRA	47
3.2.2. TOMA DE MUESTRA INSTANTÁNEA	48
3.2.3. TOMA DE MUESTRA COMPUESTA	49
3. ANÁLISIS QUÍMICO DE LA SALMUERA	50
3.3.1. DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL EN SALMUERAS	50
3.3.2. DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN SALMUERAS	51
3.3.3. CÁLCULOS Y RESULTADOS	51
3.3.4. DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN SALMUERAS	52
3.3.5. DETERMINACIÓN DE SULFATOS EN SALMUERA	53
3.3.6. CÁLCULOS	54
3.4. DETERMINACIÓN DE POTASIO EN LAS SALMUERAS POR FOTOMETRÍA DE LLAMA	55
3.5.1. ELIMINACIÓN DE SILICATOS, CALCIO Y MAGNESIO	56
3.5.2. ELIMINACIÓN DE SULFATOS EN SALMUERAS	56
3.6. OBTENCIÓN DE CLORURO DE POTASIO POR CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA	57
3.7. DISEÑO EXPERIMENTAL	58
CAPÍTULO IV	62
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	62
4.1. CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DE LAS SALMUERAS	62
4.2. CRISTALIZACIÓN DE CLORURO DE POTASIO A PARTIR DE SALMUERA PERKA PLATERÍA	63
4.3. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DEL DISEÑO FACTORIAL	67
4.4. ANÁLISIS DE VARIANZA	67
4.5. OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA	69
4.6. CRISTALIZACIÓN DE CLORURO DE POTASIO A PARTIR DE SALMUERA DE SAN JUAN DE SALINAS	71

4.7. ANÁLISIS DE VARIANZA	75
4.8. OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA.....	77
CONCLUSIONES	80
RECOMENDACIONES	82
BIBLIOGRAFÍA	83
ANEXOS	86



ÍNDICE DE TABLAS

Tabla N° 1. Composición química de la salmuera San Juan de Salinas	
Azángaro.....	19
Tabla N° 2. Propiedades físicas y químicas del cloruro de potasio.....	22
Tabla N° 3. Solubilidad de la sal en agua a diferentes temperaturas.....	23
Tabla N° 4. Poder colector de acuerdo al tamaño de cadena, grado de saturación y recuperación.	37
Tabla N° 5. Instrumento de recojo de muestra.	50
Tabla N° 6. Operacionalización de las variables.....	60
Tabla N° 7. Niveles máximos y mínimos.....	60
Tabla N° 8. Matriz de diseño factorial.	61
Tabla N° 9. Caracterización química de la salmuera Perka Platería.....	62
Tabla N° 10. Caracterización química de la salmuera San Juan de Salinas....	63
Tabla N° 11. Cálculo de porcentaje de evaporación a temperatura de 70°C salmuera Perka Platería.....	63
Tabla N° 12. Curva de enfriamiento salmuera Perka Platería.....	64
Tabla N° 13. Curva de saturación salmuera Perka Platería.....	65
Tabla N° 14. Cálculo de la cantidad de KCl en salmuera Perka Platería.	66
Tabla N° 15. Resultados de la prueba experimental salmuera Perka Platería.	66
Tabla N° 16. Efectos estimados para gramos de cloruro de potasio.....	67
Tabla N° 17. Análisis de Varianza para gramos de cloruro de potasio.	67
Tabla N° 18. Coeficiente de regresión para gramos de cloruro de potasio.	68
Tabla N° 19. Variables óptimas del proceso de cristalización.....	69
Tabla N° 20. Cálculo de porcentaje de evaporación a 70°C salmuera San Juan	71

Tabla N° 21. Curva de enfriamiento salmuera San Juan de Salinas..... 71

Tabla N° 22. Curva de saturación salmuera San Juan de Salinas..... 72

Tabla N° 23. Cálculo de la cantidad de KCl en salmuera San Juan de Salinas.
..... 73

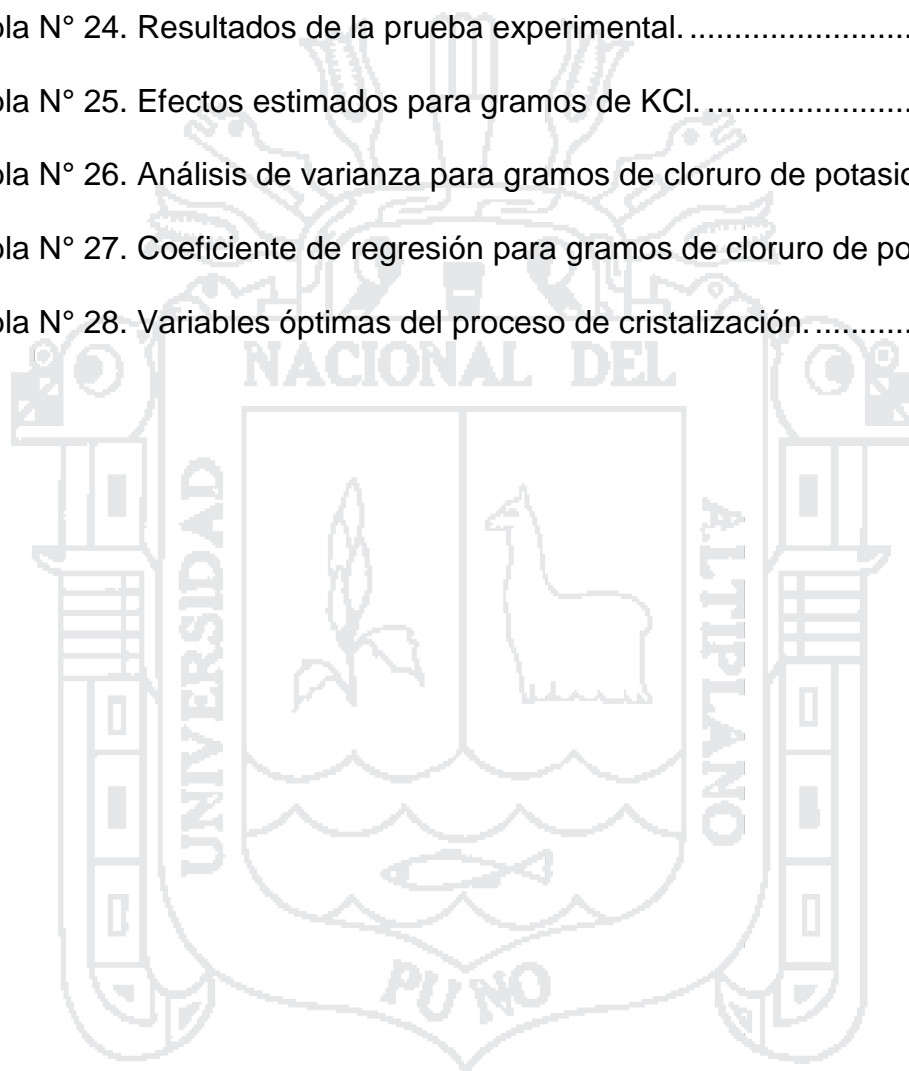
Tabla N° 24. Resultados de la prueba experimental..... 74

Tabla N° 25. Efectos estimados para gramos de KCl..... 74

Tabla N° 26. Análisis de varianza para gramos de cloruro de potasio..... 75

Tabla N° 27. Coeficiente de regresión para gramos de cloruro de potasio..... 76

Tabla N° 28. Variables óptimas del proceso de cristalización..... 77



ÍNDICE DE FIGURAS

Figura N° 1. Curvas de solubilidad de los sales a diferentes temperaturas	24
Figura N° 2. Curva de solubilidad de KNO_3 , KCl , $NaCl$ y $CaCrO_4$	27
Figura N° 3. Curva de solubilidad de KNO_3 , KCl , $NaCl$, $NaNO_3$, $CaCl_2$	28
Figura N° 4. Diagrama de flujo para procesamiento de sulfato de potasio.	40
Figura N° 5. Curva de enfriamiento salmuera Perka.....	64
Figura N° 6. Curva de saturación salmuera Perka.....	65
Figura N° 7. Diagrama de Pareto estandarizado.....	69
Figura N° 8. Efectos principales de cristalización de KCl	70
Figura N° 9. Superficie de respuesta	70
Figura N° 10. Curva de enfriamiento salmuera san juan salinas	72
Figura N° 11. Curva de saturación salmuera san juan salinas.....	73
Figura N° 12. Diagrama de Pareto estandarizado.....	77
Figura N° 13. Efectos principales de cristalización de KCl	78
Figura N° 14. Superficie de respuesta.	78

RESUMEN

El presente trabajo se enfoca en el objetivo principal de la obtención del cloruro de potasio por cristalización fraccionada a partir de las salmueras de San Juan de Salinas Azángaro y salar de Perka Platería.

Según la caracterización química las muestras de salmuera de San Juan de Salinas contienen 18,41 g/L de K, y con altas concentraciones en cloruros y sulfatos. Mientras que las muestras de salmuera de salar Perka Platería contiene 6,12 g/L de K, y relativamente bajas concentraciones en cloruros y sulfatos en comparación de salmueras de San Juan de salinas Azángaro.

La cristalización es la Técnica de separación de disoluciones en la que las condiciones se ajustan de tal forma que sólo puede cristalizar alguno de los solutos permaneciendo los otros en la disolución. Esta operación se utiliza con frecuencia en la separación y purificación de las sustancias que, generalmente, se obtienen acompañadas de impurezas.

Las variables óptimas en la obtención de cloruro de potasio mediante el proceso de cristalización fraccionada a partir de salmueras tratadas de salar de Perka Platería fueron: Porcentaje de evaporación 57% y temperatura de evaporación 70°C. Sin embargo las variables óptimas para salmueras de San Juan de Salinas son: porcentaje de evaporación 60% y temperatura de evaporación 70°C.

El diseño experimental factorial 2ⁿ ha permitido optimizar las variables del proceso de cristalización fraccionada siendo las variables del proceso: Porcentaje de evaporación y temperatura de evaporación

El producto obtenido cloruro de potasio por cristalización fraccionada a partir de salmuera Perka Platería tiene una pureza de 94% de KCl y 92% de cloruro de potasio a partir de la salmuera San Juan de Salinas Azángaro.

Palabras claves: salmuera, cristalización fraccionada, cloruro de potasio.

ABSTRACT

The present work focuses on the principal objective of the obtaining the potassium chloride for crystallization fractionated as from Salinas Azángaro's brines of San Juan and putting salt of Perka Platería.

Salinas's signs brine of San Juan contain 18.41 g according to the chemical characterization L of K, and with loud concentrations in chlorides and sulfates. In the meantime than the signs of brine to put salt in Perka Platería contains 6.12 g/L of K, and relatively you reduce concentrations in chlorides and sulfates in comparison of brines of San Juan salt mines Azángaro.

Crystallization is the Technique of separation of dissolutions in which conditions are adjusted in such a way that only you can crystallize any one of the solutos continuing to be the other ones in the dissolution. You utilize this operation frequently in separation and purification of the substances than, generally, they obtain themselves accompanied of impurities.

The optimal variables in the obtaining of intervening potassium chloride the process of crystallization fractionated as from processed brines putting salt in of Perka Platería they went: Percentage of evaporation 57% and temperature of evaporation 70°C. However the optimal variables for brines in San Juan of Salinas music: Percentage of evaporation 60% and temperature of evaporation 70°C.

The experimental design factorial 2ⁿ has allowed optimizing the variables of the process of fractionated crystallization being the variables of the process: Percentage of evaporation and temperature of evaporation

The obtained product potassium chloride for crystallization fractionated as from brine Perka Platería has a purity of 94% of KCl and 92% of potassium chloride as from the brine San Juan of Salinas Azángaro.

Keywords: Brine, fractionated crystallization, potassium chloride.

INTRODUCCIÓN

Para la intensificación del proceso, se hace relevante el repaso de conceptos teóricos que permiten entender los mecanismos físicos que conllevan al diseño de un proceso para la obtención de KCl por cristalización fraccionada. El cloruro de potasio se encuentra naturalmente como Silvita, y puede extraerse de la silvinita. También puede extraerse de agua salada y puede producirse por cristalización, por flotación o por separación electrostática de minerales apropiados. Es un subproducto de la fabricación de ácido nítrico a partir de nitrato de potasio y ácido clorhídrico.

En la cristalización fraccionada el compuesto se mezcla con un disolvente, se calienta y luego se enfría gradualmente a fin de que, como cada uno de sus componentes cristaliza a diferente velocidad, se puede eliminar en forma pura de la disolución, separado de los demás compuestos, (Chang, 2002).

Cristalización fraccionada es una técnica de separación de disoluciones en la que las condiciones se ajustan de tal forma que sólo puede cristalizar alguno de los solutos permaneciendo los otros en la disolución. Esta operación se utiliza con frecuencia en la industria para la purificación de las sustancias que, generalmente, se obtienen acompañadas de impurezas.

En este proceso, una sustancia sólida con una cantidad muy pequeña de impurezas se disuelve en un volumen mínimo de disolvente (caliente si la solubilidad de la sustancia que se pretende purificar aumenta con la temperatura). A continuación la disolución se deja enfriar muy lentamente, de manera que los cristales que se separen sean de la sustancia pura, y se procede a su filtración. El filtrado, que contiene todas las impurezas, se suele desechar, (Tavare, 1995).

Es un método de purificación de sustancias basado en las diferencias de solubilidad. Si dos o más sustancias están disueltas en un disolvente y éste se va evaporando, dichas sustancias cristalizan en la disolución (precipitan) a diferentes velocidades. La cristalización puede ser inducida por cambios en la concentración, la temperatura o por otros medios.

Las pruebas experimentales de cristalización fraccionada fueron realizadas en el Laboratorio de control de calidad de la Facultad de Ingeniería Química. En total se han realizado 7 ensayos para salmuera de Perka Platería y 7 ensayos para salmueras de San Juan de Salinas Azángaro.



CAPÍTULO I

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA, ANTECEDENTES, OBJETIVOS Y JUSTIFICACIÓN

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El principal uso de cloruro y sulfato de potasio, a nivel mundial, es como fertilizante, al ser un nutriente primario junto con el fósforo y el nitrógeno. La utilización de potasio como nutriente es cerca al 95% de la producción mundial y en particular como fertilizante para cereales seguido por oleaginosas, (Sarquis y Lenzo 1994).

Los lagos salados, como un tipo de recursos, ha sido atraído por muchos investigadores, especialmente los recursos de litio. Muchos tipos de salmueras existen en el mundo dependiendo en la composición de la salmuera. Basados en su composición química las salmueras pueden ser clasificadas como los tipos de cloruros, carbonatos y sulfatos. Para diferentes tipos de salmueras de formación de sales tendrá gran diferencia y requiere diferentes tipos de tecnología para separación de estas sales para obtener el producto deseado.

La mayoría del cloruro de potasio que se produce es utilizado en la fabricación de fertilizantes y la agricultura, su presencia es de gran importancia para la salud del suelo, el crecimiento de las plantas y la nutrición animal.

Los principales países productores de potasio son Canadá, Alemania, Rusia, Bielorusia, Israel, Estados Unidos, Jordania, Francia, España y el Reino Unido. La producción y comercio dentro de la industria del potasio puede ser

considerada como oligopolio de sólo 14 países, los cuales producen esencialmente para la agricultura. Rusia y Bielorusia poseen el 34% de la capacidad mundial de producción, en conjunto Estados Unidos y Canadá alcanzan el 35%, el oeste europeo el 18% y Jordania e Israel el 7%, (Foot et al, 1984).

La región de Puno cuenta con reservas de recursos evaporativos (depósitos salinos) en la zonas de San Juan de Salinas Provincia de Azángaro y salar del Centro Poblado de Perka Distrito de Platería. Cuyos recursos no se viene aprovechando en la industrialización, debido a la falta de estudio y tecnología, dado que los elementos que componen la salmuera tienen aplicaciones en diferentes campos de la ciencia e ingeniería, en el caso de KCl tiene potencial uso en agricultura como fertilizante, el litio tiene aplicación en fabricación de baterías. Además no se conoce su composición química real de reservas salineras. Frente a este vacío de conocimiento se propone caracterizar las salmueras y realizar estudios en la extracción de cloruro de potasio por cristalización fraccionada a partir de las salmueras de San Juan de salinas Azángaro y salar de Perka Distrito de Platería.

FORMULACIÓN DEL PROBLEMA GENERAL

¿En qué medida se podrá obtener el cloruro de potasio por cristalización fraccionada a partir de las salmueras de San Juan de salinas Azángaro y salar de Perka Platería?

FORMULACIÓN DE PROBLEMAS ESPECÍFICOS

¿Cuáles serán las características químicas de las salmueras provenientes de San Juan de Salinas Azángaro y salar de Perka Platería?

¿Cuál será el porcentaje de evaporación de agua óptima en la cristalización de cloruro de potasio a partir de salmuera?

¿Cuál será la temperatura de evaporación adecuada en la cristalización de cloruro de potasio?

¿Cuál será las características químicas del producto final?

1.2. ANTECEDENTES

Miller y Yalamanchili (1994), indica que las salmueras concentradas que contienen carnalita ($KCl \cdot MgCl_2 \cdot 6H_2O$) y cloruro de sodio, el cloruro de magnesio es precipitado por cristalización, quedando silvinita, la cual precipita en una posterior cristalización, luego se flota para separar el KCl del NaCl.

Epstein et al (1975), proponen un procedimiento para la recuperación de potasio a partir de salmueras por precipitación como perclorato de potasio, seguido por la conversión al cloruro de potasio por intercambio aniónico líquido con una amina terciaria en la forma de su hidrocioruro. La regeneración de la sal de amina se efectúa por medio de cal y ácido clorhídrico. El proceso se puso a prueba en el mar muerto salmuera, que contiene 13 g/L de KCl. La precipitación a 30°C dio un rendimiento del 40% de potasio, de enfriar a 0°C aumentó el rendimiento a más de 80%. El intercambiador aniónico utilizado fue el clorhidrato de triocetilamina disuelto en tolueno; este realiza satisfactoriamente y la separación de fases fue fácil.

Foot et al (1984), se propusieron la recuperación de potasio a partir de salmueras de proceso y salmueras residuales utilizando un método de evaporación solar y flotación. Los resultados demostró que la recuperación de potasio a partir de ambos tipos de salmuera es técnicamente factible y que este proceso puede ser adaptado a plantas ya existentes. Primero se realizaron ensayos de evaporación y flotación a escala laboratorio y basados en estos resultados; los recipientes de evaporación solar a gran escala fueron construidos para producir suficiente evaporita tipo sulfato para la posterior flotación en un proceso continuo. La evaporación solar de 10 000 galones de salmuera residual, produjo una evaporita conteniendo 24,5% de schoenita, 20% de Silvita y 51,5% de halita, fue recuperado más del 99% del potasio en la evaporita. De la flotación se recuperó más del 95% de potasio en concentrados de schoenita y Silvita conteniendo 28 y 62,3% de K_2O . Los concentrados de Silvita constituyen un producto comercializable, pero la schoenita debe ser convertida a K_2SO_4 .

Gaska et al (1985), experimentaron que la separación de NaCl-KCl por cristalización y flotación de producto de menor pureza que los obtenidos en cristalizadores de vacío. Otra forma de separarlas a partir de una solución saturada en ambas sales es por burbujeo de amoníaco gaseoso. Observaron que en estas condiciones, y a medida que la concentración de amoníaco en la solución aumenta (a cualquier isoterma), la solubilidad de cloruro de sodio aumenta y la del cloruro de potasio disminuye, y se encontraron que, la máxima diferencia entre las solubilidades de ambas sales se obtiene con una concentración de amoníaco de 38% en solución. En este punto la concentración del ion amonio es lo suficientemente alta para desplazar las moléculas de agua de la esfera de solvatación del ion sodio (incrementando la solubilidad de su sal) en tanto que, al ser el radio del catión potasio más grande que el del sodio, el agua se hidrata débilmente y el dipolo del amoníaco (más débil que el del agua) no alcanza a hidratarlo. Los autores describen además el flowsheet del proceso para la recuperación del KCl a partir de las salmueras, puntualizando que, como se puede utilizar salmueras más diluidas (que la utilizada en la cristalización), el contenido de impurezas en el KCl obtenido es menor y que los costos de este proceso son inferiores al de cristalización convencional.

Sarquís y González (2000) obtienen un producto con más del 95% de cloruro de potasio a partir de una muestra de sal recristalizada obtenida por solution mining (el bajo grado de liberación de este tipo de mineral, se mejora con la lixiviación del concentrado). Como colectores selectivos se utilizan sales acéticas de n-alquilamonio de un largo de cadena de 12 a 20 carbonos que poseen gran actividad superficial y excelentes propiedades espumantes. El colector interactúa solamente con la superficie de la Silvita aunque el cloruro de sodio posea la misma estructura cristalina (Sarquís y González, 2000; Alonso *et al.*, 1990).

Sarquís y Lenzo (1994) prepararon una pulpa al 20% de sólidos formada con sales molidas y salmuera saturada en halita y Silvita. Luego acondicionaron con un floculante sintético y una goma como agente inhibidor de ganga. En su trabajo, Sarquís y González (2000), trabajaron con una muestra sintética y otra de sal recristalizada, utilizando una poliacrilamida como floculante y un derivado de la goma guar para enmascarar las lamas, un colector y un espumante. En

estas condiciones obtuvieron una concentración de mayor ley para el mineral sintético ya que el mineral recristalizado ocluye impurezas.

Arce (1997), realizó estudios de obtención del cloruro de litio a partir de salmuera proveniente de la localidad de San Juan de Salinas Azángaro, cuyos resultados de caracterización se muestran en la tabla N° 1.

Tabla N° 1. Composición química de la salmuera San Juan de Salinas Azángaro

Compuestos	Muestras						Promedio
	M1	M2	M3	M4	M5	M6	
FeCl ₃	0,03%	0,07%	0,05%	0,07%	0,07%	0,07%	0,06%
FeCl ₂	0,36%	0,35%	0,36%	0,35%	0,36%	0,35%	0,36%
NaAlO ₂	0,76%	0,75%	0,76%	0,73%	0,74%	0,72%	0,75%
Ca(HCO ₃) ₂	0,02%	0,03%	0,03%	0,02%	0,03%	0,02%	0,03%
Mg(HCO ₃) ₂	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%
Na ₂ CO ₃	0,02%	0,02%	0,02%	0,01%	0,02%	0,01%	0,02%
KCl	1,09%	1,11%	1,12%	1,10%	1,09%	1,10%	1,11%
LiCl	0,21%	0,21%	0,21%	0,20%	0,20%	0,20%	0,21%
NaCl	95,35%	95,02%	95,00%	95,12%	95,18%	95,15%	95,14%
Na ₂ SO ₄	1,20%	1,25%	1,23%	1,24%	1,19%	1,19%	1,22%
H ₂ O	0,80%	0,94%	1,05%	1,01%	0,95%	1,02%	0,96%
Insolubles	0,15%	0,18%	0,11%	0,10%	0,12%	0,13%	0,13%
Total	100,03%	100,00%	100,00%	99,99%	100,01%	100,00%	99,99%

Fuente. Arce Sancho Siles Nilo (1997).

Gutiérrez (2001), estudió en la obtención del cloruro de potasio a partir de salmueras del salar de Uyuni-Bolivia, que por el proceso de evaporación-cristalización se consiguió concentrar el cloruro potasio desde 15 g/l hasta 33,9 g/l a 60% de evaporación, a la temperatura de 70°C, quedando en la solución de la salmuera residual 13,57 g/l de potasio después de la última etapa de evaporación en la evaporación II. En la etapa de flotación de sales solubles, la sal de potasio como cloruro se ha logrado concentrar hasta un 99% con una recuperación del 95,80% después de efectuar la etapa de limpieza del concentrado. Inmediatamente caracterizada las muestras, se procede a eliminar sulfatos como

sulfato de bario, empleando solución de cloruro de bario y eliminar el magnesio existente como hidróxido de magnesio, con solución de hidróxido de sodio. Posteriormente la salmuera que solamente contiene NaCl y KCl se procesa vía cristalización fraccionada. En primera instancia se trabaja con soluciones artificiales preparadas cuyas composiciones son idénticas a las salmueras pretratadas. Estas muestras se evaporan a 100 °C para cristalizar NaCl, la evaporación continúa hasta que la solución esté saturada en ambos componentes. Seguidamente la solución madre es enfriada hasta 25 °C proceso en el que cristaliza KCl. Analizado el producto obtenido (KCl), se observa que tiene una pureza por encima del 99 % lo que representa una alternativa técnica para obtener cloruro de potasio a partir de salmuera.

1.3. OBJETIVOS DEL ESTUDIO

1.3.1. OBJETIVO GENERAL

- Obtener el cloruro de potasio por cristalización fraccionada a partir de salmueras de San Juan de Salinas Azángaro y salar de Perka Platería.

1.3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar la composición química de las salmueras
- Determinar el grado de evaporación en la cristalización de cloruro de potasio a partir de salmueras de San Juan de Salinas Azángaro y Salar de Perka Platería.
- Determinar la temperatura de evaporación adecuada en la cristalización de cloruro de potasio a partir de salmueras de San Juan de Salinas Azángaro y Salar de Perka Platería.
- Caracterizar el producto final.

1.4. JUSTIFICACIÓN

Justificación técnica

La existencia de reservas salares en la región de Puno y su estudio extractiva de elementos alcalinos como Li, Na y K es de suma importancia, debido a que estos elementos tiene múltiples aplicaciones por ejemplo el Li se utiliza en la industria electrónica, el potasio se utiliza en la fabricación de fertilizantes y el cloruro de sodio como sal de cocina. Se diseñará un proceso de extracción de cloruro de potasio por cristalización fraccionada a partir de salmueras y se evaluarán los principales variables del proceso, los cuales serán aplicados a nivel industrial como una tecnología propia a condiciones ambientales de la región altiplánica.

Justificación económica

La tecnología evaporativa de cristalización de cloruro de potasio a partir de salmueras existentes en las zonas de San Juan de Salinas Azángaro y salar de Perka Distrito de Platería resulta económico, debido que no se utilizará procesos complejos. Además por su gran potencialidad de reserva de salmueras nos ofrece ventajas económicas para su explotación.

Justificación social

La presencia de minería en la región de Puno contribuye al desarrollo económico y social, generando fuentes de trabajo para los pobladores que habitan en lugares más inhóspitas del país. Habrá más capacidad de producción, lo que permite una mejoría en las condiciones laborales y aspectos de seguridad en la mina; además de requerir más personal por lo que activaría económicamente a los pueblos de la región. Al explotarse el cloruro de potasio contribuirá en la producción agrícola en el Departamento de Puno.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO, MARCO CONCEPTUAL E HIPÓTESIS

2.1 . PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS DE CLORURO DE POTASIO

El cloruro de potasio, KCl, es una sal que cristaliza en el sistema cúbico, formando cristales incoloros, no higroscópicos. A continuación, se indican algunas de las más importantes propiedades físicas de este compuesto.

Tabla N° 2. Propiedades físicas y químicas del cloruro de potasio.

Propiedades físicas del cloruro de potasio	
Masa molecular relativa	74,55 g/mol
Punto de fusión	771C°
Densidad	1,987 g/cm ³
Índice de refracción	1,4903
Calor específico	693,7 J/Kg.K
Calor de fusión	337,7 KJ/Kg
Entalpía de formación	-436,7 KJ/mol
Entropía	82,55 J/mol.K
Dureza Mohs	2-2,5
Dureza Brinell	14 HB
Constante dieléctrica (a 10 ⁶ Hz)	4,68
Coefficiente de expansión térmica	33,7x10 ⁻⁶ K ⁻¹

Fuente. Schultz et al., 1993.

Tabla N° 3. Solubilidad de la sal en agua a diferentes temperaturas

Temperatura (C°)	Solubilidad (g de sal/100 g de agua)
0	28,1
10	31,2
20	34,2
30	37,2
40	40,2
50	43,1
60	45,9
70	48,6
80	51,3
90	53,8
100	56,2

Fuente. Schultz et al., 1993

2.2. SOLUBILIDAD DE LOS SALES Y LA TEMPERATURA

Se tiene una disolución saturada cuando se ha disuelto la máxima cantidad de una sustancia en un disolvente, a una temperatura dada. Antes de que se alcance este punto, cuando una disolución contiene menor cantidad de soluto que la que le permite su capacidad para disolver, se tiene una disolución insaturada. Es una disolución saturada existe un proceso de equilibrio dinámico. Tómese por ejemplo, una disolución saturada de LiBr. La disolución se puede preparar añadiendo un exceso de LiBr sólido a un vaso de agua a 25°C. En cada instante se disolverán en el agua algunos iones de Li y Br provenientes del sólido, mientras que un número igual de iones Li⁺ y Br⁻ de la disolución se depositarán para reconstituir el LiBr sólido. El proceso por el cual un soluto disuelto se separa de la disolución y forma cristales se denomina cristalización. (Chang, 2002).

La solubilidad depende principalmente de la temperatura, mientras que la presión tiene un efecto despreciable sobre ella. Los datos se expresan en forma de curvas en la que se grafica la solubilidad en función de la temperatura. En

general, la solubilidad de la mayoría de las sales aumenta ligera o notablemente al aumentar la temperatura. Así la solubilidad es una medida de la capacidad de una determinada sustancia para disolver en un líquido. Puede expresarse en moles por litro, en gramos por litro, o en porcentaje de soluto; en algunas condiciones se puede sobrepasarla, denominándose solución sobresaturada. En la solubilidad, el carácter polar o apolar de la sustancia influye mucho, ya que, debido a estos la sustancia será más o menos soluble, (Domic, 2001).

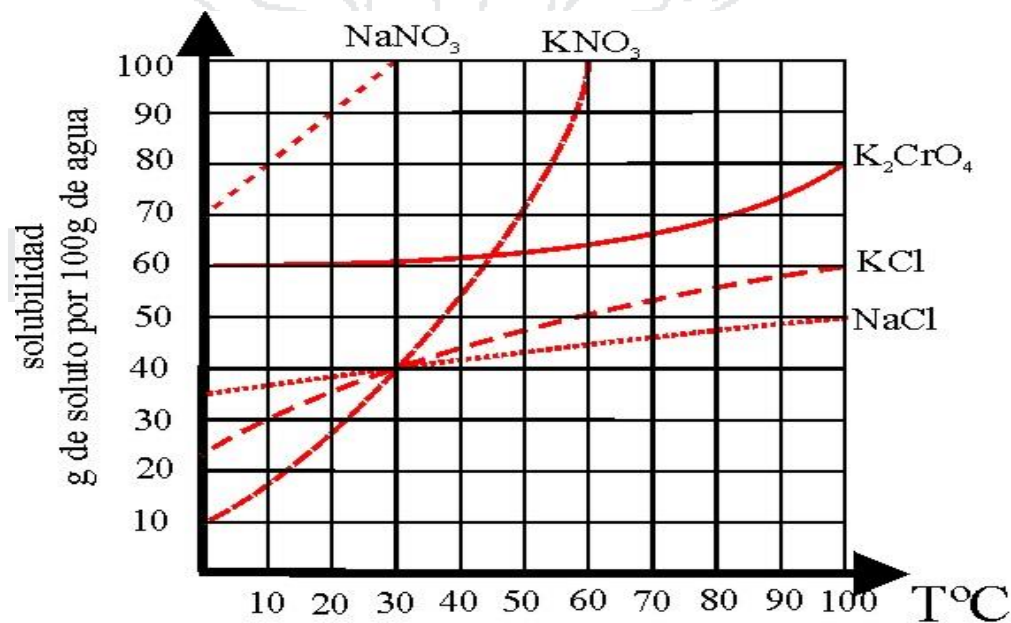


Figura N° 1. Curvas de solubilidad de las sales a diferentes temperaturas

El término solubilidad se utiliza tanto para designar al fenómeno cualitativo del proceso de disolución como para expresar cualitativamente la concentración de las soluciones. La solubilidad de una sustancia depende de la naturaleza del disolvente y del soluto, así como de la temperatura y la presión del sistema, es decir, a la tendencia del sistema a alcanzar el valor máximo de entropía. Al proceso de interacción entre las moléculas del disolvente y las partículas del soluto para formar agregados se le llama solvatación y si el solvente es agua, hidratación.

Para poder ser transferido a la fase sólida, es decir cristalizar un soluto cualquiera debe eliminar su calor latente o entalpía de fusión, por lo que el estado cristalino además de ser el más puro, es el de menor nivel energético de los tres estados físicos de la materia, en el que las moléculas permanecen inmóviles

unas respecto a otras, formando estructuras en el espacio, con la misma geometría, sin importar la dimensión del cristal, (Domic, 2001)

2.3. CRISTALIZACIÓN

La cristalización es la operación de separación sólido-líquido en el cual se produce la transferencia de soluto desde una disolución a una fase sólida cristalina del mismo, mediante un cambio en la temperatura o en la composición. Se trata de una operación controlada simultáneamente por la transferencia de materia y la transmisión de calor, el procedimiento más habitual es concentrar la disolución y después enfriarla en condiciones controladas. De este modo la concentración de soluto supera el valor de su solubilidad a esa temperatura y a partir de la disolución se produce la formación de sus cristales. Es una operación necesaria para todo producto químico que se presenta comercialmente en forma de polvos o cristales, ya sea el azúcar o sacarosa, sal común o cloruro de sodio. En la cadena de operaciones unitarias de los procesos de fabricación se ubica después de la evaporación y antes de la operación de secado de los cristales y envasado. Toda sal o compuesto químico disuelto en algún solvente en fase líquida puede ser precipitada por cristalización bajo ciertas condiciones de concentración y temperatura, dependiendo de las características y propiedades de la solución, principalmente la solubilidad o concentración de saturación, (Domic, 2001).

Si se prepara una disolución concentrada a altas temperaturas y se enfría, se forma una disolución sobre saturada, que es aquella que tiene, momentáneamente, más soluto disuelto que el admisible por la disolución a esa temperatura en condiciones de equilibrio. Posteriormente, se puede conseguir que la disolución cristalice mediante un enfriamiento controlado. Esto se realiza para que los cristales tengan un tamaño medio, ya que si los cristales son muy pequeños las impurezas quedan depositadas en la superficie de toda la masa, y si los cristales son muy grandes las impurezas quedan atrapadas dentro de las redes cristalinas. Esencialmente cristaliza el compuesto principal, y las que se enriquecen

con las impurezas presentes en la mezcla inicial al no alcanzar su límite de solubilidad.

Para que se pueda emplear este método de purificación debe haber una variación importante de la solubilidad con la temperatura, lo que no siempre es el caso. La sal marina (NaCl), por ejemplo, tiene este efecto. La cristalización es un proceso de formación de un sólido cristalino a partir de un producto fundido o a partir de una disolución. En este segundo caso, los cristales se obtienen al enfriar una disolución saturada en caliente del compuesto sólido en un disolvente adecuado. El disolvente o mezcla de disolventes será seleccionado de acuerdo con la solubilidad del sólido y de las impurezas (es necesario que éstas no cristalicen en las mismas condiciones). Así, es necesario encontrar un disolvente en el que el compuesto sólido que queremos cristalizar sea soluble en caliente e insoluble en frío. Si en una primera cristalización no se consigue la purificación completa, el proceso se puede repetir y hablaremos de recristalización, (Domic, 2001).

La operación de cristalización es aquella por medio de la cual se separa un componente de una solución líquida transfiriéndolo a la fase sólida en forma de cristales que precipitan. Es una operación necesaria para todo producto químico que se presenta comercialmente en forma de polvos o cristales, ya sea el azúcar o sacarosa, sal común o cloruro de sodio. En la cadena de operaciones unitarias de los procesos de fabricación se ubica después de la evaporación y antes de la operación de secado de los cristales y envasado. Toda sal o compuesto químico disuelto en algún solvente en fase líquida puede ser precipitada por cristalización bajo ciertas condiciones de concentración y temperatura, dependiendo de las características y propiedades de la solución, principalmente la solubilidad o concentración de saturación, viscosidad de la solución, etc, (Domic, 2001).

2.4. CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA

La dependencia de la solubilidad se define como la máxima cantidad de un soluto que se puede disolver en una determinada cantidad de un solvente a una temperatura específica.

La dependencia de la solubilidad de un sólido respecto de la temperatura varía de manera considerable. Por ejemplo, la solubilidad de NaNO_3 aumenta muy rápido con la temperatura, mientras que la del NaBr prácticamente no cambia. Esta gran variación proporciona una forma para obtener sustancias puras a partir de mezclas. La cristalización fraccionada es la separación de una mezcla de sustancias en sus componentes puros con base en sus diferentes solubilidades, hace uso de este hecho. Supóngase que se tiene una muestra de 90 g de KNO_3 contaminada con 10 g de NaCl . Para purificar el nitrato de potasio, se disuelve la muestra en 100 ml de agua a 60°C y entonces se enfría de manera gradual la disolución hasta los 0°C . A esta temperatura las solubilidades del KNO_3 y NaCl son 12,1 g/100 g de H_2O y 34,2 g/100 g de H_2O respectivamente. Así que se separarán de la disolución (90-12) g o 78 g de KNO_3 , pero todo el NaCl permanecerá disuelto. De esta manera se puede obtener en estado puro casi 90% del KNO_3 original. Los cristales de KNO_3 se pueden separar de la disolución por filtración, (Chang, 2002).

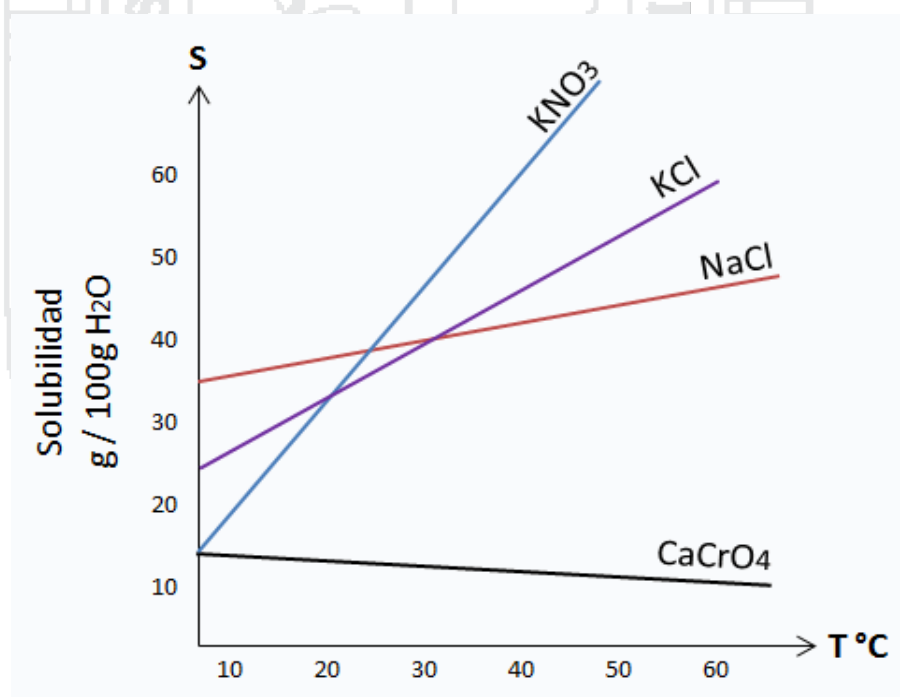


Figura N° 2. Curva de solubilidad de KNO_3 , KCl , NaCl y CaCrO_4

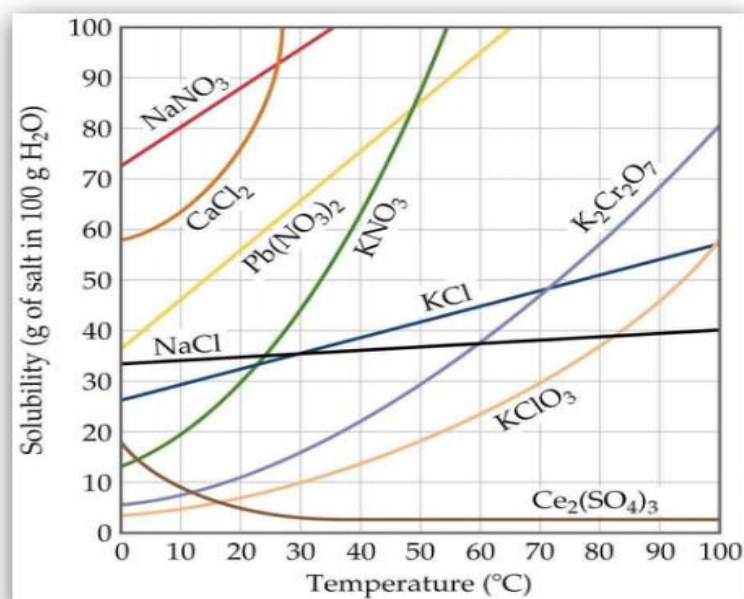


Figura N° 3. Curva de solubilidad de KNO_3 , KCl , NaCl , NaNO_3 , CaCl_2

Muchos de los compuestos sólidos, inorgánicos y orgánicos, que se utilizan en el laboratorio se purifican mediante cristalización fraccionada. El método funciona mejor si el compuesto que se va a purificar tiene una curva con una fuerte pendiente, es decir, si es mucho más soluble a altas temperaturas que a bajas temperaturas. De otra manera, una gran parte del compuesto permanecerá disuelto a medida que se enfría la disolución. La cristalización fraccionada también funciona si la cantidad de impurezas en la disolución es relativamente pequeña, (Aguilar, 1973).

2.5. CRECIMIENTO Y PROPIEDADES DE LOS CRISTALES

Nucleación

Para asegurar el crecimiento de cristales en una solución supersaturada, esta debe contener un número de pequeñas partículas sólida conocida como semillas o núcleos. El proceso de nucleación puede ser tanto primario como secundario. A su vez, la nucleación primaria puede desarrollarse tanto homogénea como heterogéneamente. El mecanismo exacto de una nucleación homogénea

primaria de un sólido desde una solución acuosa es desconocido. La formación de tales núcleos es realmente un proceso dificultoso debido no sólo a que las moléculas constituyentes tienen que coagular y resistir la tendencia a la redisolución, sino que tiene que llegar a posicionarse dentro de un reticulado que la fije. El inicio de la nucleación se desfavorece en aquellas regiones supersaturadas donde los niveles de energía crecen temporalmente para favorecer este proceso sin embargo, es muy difícil encontrar algún ejemplo verdadero de una nucleación homogénea espontánea durante el desarrollo del proceso de cristalización. Contrariamente, la nucleación heterogénea primaria inducida por la presencia de partículas extrañas ocurre mucho más frecuentemente. El polvo atmosférico pertenece a esta categoría de partículas extrañas y sus concentraciones en los laboratorios o en las áreas abiertas de plantas industriales pueden alcanzar el rango de una 10^6 a 10^8 partículas por litro. Tales concentraciones son suficientemente grandes como para inducir la cristalización. En efecto la concentración de partículas extrañas tendría que mantenerse por debajo de 10^3 partículas por litro para evitar una nucleación heterogénea. El tamaño óptimo de estas partículas extrañas, que pueden inducir la nucleación, está en el rango de 0,1 a 1 micrón. Sin embargo que no es necesario que las partículas extrañas sean necesariamente cristalinas, en su estado natural, ya que materiales amorfos pueden inducir la nucleación en casos específicos. Casos específicos en resumen, debe tenerse presente que el cambio de energía libre asociada a la formación de un núcleo, bajo condiciones heterogéneas, es mucho menor que la asociada a la nucleación homogénea, (Tavare, 1995).

El fenómeno de la nucleación es esencialmente el mismo para la cristalización a partir de una solución, cristalización a partir de un producto fundido, condensación de gotas de niebla en un vapor sobre enfriado, y generación de burbujas en un líquido sobrecalentado, en todos los casos, la nucleación se produce como consecuencia de rápidas fluctuaciones locales a escala molecular en una fase homogénea que está en estado de equilibrio meta estable.

Los núcleos cristalinos se pueden formar a partir de moléculas, átomos o iones. En soluciones acuosas pueden ser hidratados, debido a sus rápidos movimientos, estas partículas reciben el nombre de unidades cinéticas. Para un volumen

pequeño, la teoría cinética establece que las unidades cinéticas individuales varían grandemente en localización, tiempo, velocidad, energía y concentración. Los valores aparentemente estacionarios, de las propiedades intensivas, densidad, concentración y energía, correspondientes a una masa macroscópica de solución, son en realidad valores promediados en el tiempo de fluctuaciones demasiado rápidas y pequeñas para poder ser medidas a escala macroscópica, (Domic, 2001).

2.6. PROCESAMIENTO DE SALES

2.6.1. PROCESAMIENTO DE SALES DE CLORURO DE POTASIO

El potasio junto con el fósforo y el nitrógeno representan los principales nutrientes de las plantas. El cloruro, sulfato y nitrato de potasio son utilizados como fertilizantes, y la principal fuente comercial de potasio, son los siguientes minerales: Silvita (KCl), kainita ($4(\text{KCl} \cdot \text{MgSO}_4) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y carnalita ($\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

La silvinita es una mezcla mecánica de Silvita y halita, y es el mineral natural más importante como fuente de potasio. La halita representa la impureza más común de la Silvita (es de tipo no "isótropa"). Además las sales son acompañadas generalmente por impurezas insolubles tales como arcillas, cuarzo, etc. En general la liberación de componentes de la silvinita se obtiene en tamaños gruesos, por lo tanto es común tratarla en una granulometría comprendida entre 12 y 50 mallas. En esta clase granulométrica hay muy pocas partículas ligadas cloruro de sodio-cloruro de potasio. Se ha comprobado que en granulometría 70-100 mallas la liberación es casi total, (Sarquís y González, 2000).

ELIMINACIÓN DE INSOLUBLES PREVIA A LA SEPARACIÓN DE SALES POR FLOTACIÓN

Cuando el contenido de minerales insolubles que acompañan las sales es importante, es necesaria su remoción previa a la separación de las sales. Los insolubles son principalmente arcillas de tipo mortmorillonita, en general alcanzan porcentajes del 1 al 6% m/m y poseen una gran capacidad de intercambio catiónico por lo que, si las sales se separan por flotación, absorben el reactivo colector y esto dificulta la separación de Silvita.

Atrición y lavado

Se atriciona la muestra con salmuera saturada para desprender de las sales el material arcilloso no ocluido en los cristales, que es separado posteriormente por clasificación en un hidrociclón convencional. Esta separación es efectiva gracias a la diferencia de tamaño existente entre los cristales de sal y las arcillas.

Esta separación también puede realizarse en un clasificador tipo tornillo (separador Akins) en el cual el material fino se desprende de la superficie por el mismo rozamiento entre los granos de sal que son transportados por el tornillo para descargar en la parte superior del equipo. La descarga de finos se produce por rebalse de la suspensión (compuesta por finos más solución saturada) en la parte inferior del equipo. La eficiencia de la separación es regulada por la altura del rebalse, que evita la pérdida de granos de sal de menor granulometría.

Floculación con poliacrilamidas

Las partículas de los minerales arcillosos en suspensión pueden ser “aglomeradas” por adición de un reactivo floculante. Generalmente se utilizan poliacrilamidas de alto peso molecular del tipo aniónico o no iónico que interactúan con la superficie de las arcillas conformando agregados llamados “flóculos”, que pueden separarse por distintos métodos:

- a) utilizando un hidrociclón por aire esparcido (ASH, Air Sparged Hydrocyclon):

El equipo realiza una flotación rápida de finos en un campo centrífugo y posee 100 veces la capacidad específica de una celda convencional. Se generan pequeñas burbujas de aire que “adhieren” al mineral hidrofóbico para transportarlo a la fase de espuma que es descargada en el overflow, mientras que la fase acuosa con las partículas hidrofílicas es descargada por el underflow. Yalaman-chili y Miller (1995) utilizaron un ASH para remover los insolubles de minerales de silvinita y evaluaron el efecto de las variables experimentales sobre la recuperación de los mismos. Realizaron pruebas previas con muestras sintéticas para determinar las relaciones [flujo de aire: flujo de pulpa] y [ancho de overflow: ancho de underflow] óptimas para lograr la mejor recuperación de insolubles. Una vez encontrado un óptimo, realizaron ensayos sobre una muestra proveniente de depósitos en Saskatchewan, Canadá, que contenía 7% de insolubles (1/3 de minerales arcillosos como caolinita e illita y 2/3 de minerales no arcillosos como dolomita, hematita, cuarzo). Dosificaron floculante y colector, mantuvieron una relación [flujo de aire: flujo de pulpa] igual a 6 y lograron una disminución de los insolubles de 7% a 1% manteniendo el contenido de Silvita entre el 92 y 95%. Además los autores afirman que el consumo de reactivos en la operación industrial con un ASH es menor que el utilizado en una celda de flotación convencional y éste a su vez será menor que el utilizado en laboratorio durante los ensayos.

- b) flotación convencional y flotación en celdas Jameson:

Burns *et al.* (1994) estudiaron a escala piloto las posibilidades de reemplazar las celdas de desbaste y limpieza Denver por celdas Jameson en la planta de dicha compañía y encontraron que si bien existe una mejora en la recuperación y en la ley del concentrado, se presentan problemas de manejo de sólidos en el transporte de las espumas a la salida de la celda Jameson que serían de difícil resolución en la escala industrial, el concentrado contiene una apreciable cantidad de aire incorporado que no se libera fácilmente.

Depresión en suspensión

Cuando el porcentaje de insolubles es bajo, directamente se deprimen en el proceso de flotación directa de las sales utilizando depresores enmascarantes específicos: almidones, carboximetilcelulosa (CMC) ó goma guar, que actúan sobre las arcillas que quedan dispersas en la pulpa y no son flotadas por el colector en la etapa de flotación de la Silvita. Este método se usa también para deprimir los insolubles remanentes después de haber separado la mayor cantidad de finos por alguna de las alternativas anteriormente detalladas. La flotación debe hacerse a pH inferior a 8 puesto que a pH superior ocurre la alteración de las propiedades eléctricas de las arcillas que impide la acción efectiva del depresor. Pawlik *et al.* (2003) estudiaron el efecto depresor de la CMC sobre partículas de illita y dolomita que pueden estar presentes durante la recuperación de cloruro de potasio por flotación en una salmuera saturada. Los autores evaluaron la influencia de la concentración de sales de la salmuera sobre la estructura de la CMC en solución, y cómo esto modifica la adsorción de la misma en la superficie de la illita y de la dolomita, para que permanezcan dispersas y no reaccionen con la amina que irá a colectar la Silvita.

Comparando el porcentaje de insolubles eliminados de una muestra natural por flotación directa y por flotación con deslamado previo, se encuentra que para el segundo caso, entre lo eliminado en el overflow del hidrociclado y luego, en las colas de la flotación, se supera por casi un 20% la cantidad de insolubles que se eliminan en las colas de la flotación directa. La disminución de insolubles por deslamado previo puede provocar la depresión de Silvita, (aumenta el tenor de K_2O en las colas de flotación) por un exceso de reactivo depresor. Por lo tanto hay que ajustar la fórmula de flotación adecuando las dosis de reactivos a las diferentes composiciones de las muestras (Sarquís y Lenzo, 1994; Sarquís y González, 2000; Alonso et al., 1990).

ELIMINACIÓN DE INSOLUBLES EN SALMUERA

Los finos insolubles presentes en las salmueras obtenidas durante la extracción por *solution mining* (salmueras bombeadas directamente desde las ca-

pas profundas de los salares) o salmueras saturadas remanentes en las operaciones de atrición y lavado pueden separarse por hidrociclizado o por centrifugación.

En un trabajo realizado por la empresa Cleveland Potash Ltd. en 2001, McConnell y Gilchrist evaluaron las posibles modificaciones a introducir en el circuito de planta para incrementar la recuperación general de la misma. Para ello estudiaron la posibilidad de disminuir la pérdida de salmuera saturada en cloruro de potasio incorporando al circuito un filtro de banda a presión, que permitió bajar dichas pérdidas de salmuera con los sólidos en comparación con lo que se obtiene separándolos con una centrífuga de canasto. Además, el filtro permite una recuperación adicional de cloruro por lavado de la torta de mineral arcilloso dentro del mismo filtro.

2.7. OBTENCIÓN DE CLORURO DE POTASIO POR FLOTACIÓN DE SILVINITA

La flotación con reactivos catiónicos produce cloruro de potasio apto para su comercialización directa y es el método más difundido para el tratamiento de menas de silvinita.

Alonso et al. (1990), utilizaron una muestra natural tomada del yacimiento Río Colorado, en Mendoza además de una muestra artificial para realizar ensayos de laboratorio. Estudiaron la flotabilidad de cloruros de diferentes cationes (tales como sodio, calcio, bario y amonio) y de la Silvita en un tubo Hallimond modificado utilizando el mismo colector acetoamínico para todos ellos. A excepción del cloruro sodio, todos los demás cloruros son flotados por el colector. Este hecho es aprovechado en la purificación de cloruro de potasio por flotación ya que el cloruro de sodio es su principal contaminante. Las otras sales en menas de este tipo existen en baja proporción y por eso se solubilizan totalmente en la salmuera portadora y no suelen impurificar los concentrados de Silvita.

La flotación es directa y debe realizarse en un medio de salmuera que se encuentra en equilibrio con el mineral (saturada en sales solubles). La saturación es necesaria porque de lo contrario el producto buscado se disolvería y no podría separarse. En este medio los minerales solubles se comportan como insolubles.

Diversos autores han estudiado el mecanismo de adsorción del colector sobre la superficie de la sal. El modelo de las superficies hidratadas de Schubert plantea la existencia de dos formas diferentes de adsorción del colector en la superficie de las partículas:

a) los grupos polares del colector se adsorben en forma directa a la red de iones de la sal y luego las terminales de las cadenas no polares del colector se asocian entre sí. Éste es el caso de Silvita flotada con compuestos n-alquilammonio o n-alkilsulfatos.

b) el colector se adhiere a la superficie hidratada del ión por medio de enlaces hidrógeno, que es el caso de halita flotada con n-alkilaminas o ácidos grasos.

La selectividad de la adsorción de aminas de cadena lineal larga sobre el KCl respecto del NaCl se debe a las diferencias en la hidratación de los iones Na^+ y K^+ en la red cristalina. Siendo el KCl una superficie menos hidratada, la unión es más probable. Además la máxima flotación se da a una concentración de sal de amina en solución cercana al límite de solubilidad. Como las aminas de cadena más larga son más insolubles, precipitan a concentraciones menores que a las que precipitan las aminas de cadena más corta y por ello es menor la cantidad de colector que se requiere para que la superficie de la Silvita quede cubierta e hidrofóbica y flote. Además si la cadena es más larga, mayor es la asociación entre las cadenas y ello hace que disminuya el impedimento para que una nueva molécula se adsorba en la superficie y así, ésta se cubre más rápido aún con menor concentración, (Schubert, 1967).

Román et al. (1968) propusieron un modelo donde el colector se adsorbe como iones a través de dipolos que se forman en las moléculas neutras. Laskowski *et al.* (1988) propusieron un mecanismo de atracción electrostática entre la superficie electrostática y las partículas coloidales de colector. Estos modelos fueron rechazados por Yalamanchili et al. (1993) que consideraron que la fuerza iónica del medio donde se realiza esta flotación es mucho mayor que cualquier interacción de fuerzas electrostáticas.

Miller y Yalamanchili (1994) determinaron la carga superficial de haluros alcalinos a través de mediciones electrocinéticas y de esta forma demostraron que la flotación de las sales de haluros alcalinos se debe a la adsorción de coloides de carga opuesta (el colector) con la consecuente heterocoagulación. Encontraron que la Silvita posee carga negativa, y que la halita posee carga positiva (cargas que son independientes del pH). Anteriormente compararon sus mediciones con la carga superficial predicha por la teoría de la hidratación de un sólido iónico, que plantea que el signo de la carga superficial está determinado por la magnitud de la energía de hidratación de los respectivos iones de red superficiales. Esto es, por ejemplo: si los cationes superficiales tienen una energía de hidratación más negativa que los aniones superficiales, entonces la superficie tendrá carga negativa, y viceversa y atribuyeron la discrepancia entre los signos de la carga superficial medidos y predichos por la teoría de hidratación de iones, a las contribuciones de defectos en la red iónica y fenómenos de relajación en las sales estudiadas (Yalamanchili et al., 1993). Es por ello que, la Silvita (carga superficial negativa) puede ser flotada selectivamente de la halita mediante cloruros de alquilaminas de distinto largo de cadena, debido a la heterocoagulación superficial que se produce entre la superficie negativa de la sal y los coloides que se forman cuando la concentración del colector está próxima a su límite de solubilidad y ocurre la precipitación en solución de las sales amónicas y que llevan carga positiva, en general, hasta pH elevado y cercano a 11. La cantidad necesaria de coloide heterocoagulado en superficie para lograr la flotación, dependerá del largo de la cadena alquídica y del pH de flotación. Es así que, estos autores descartan la adsorción de iones del colector.

Sarquís y Lenzo (1994) evaluaron la acción colectora de diferentes aminas en distintas concentraciones tomando como parámetros la ley del concentrado, el porcentaje de recuperación de silvita y el índice de selectividad. Los resultados se sintetizan en la siguiente tabla N° 4:

Tabla N° 4. Poder colector de acuerdo al tamaño de cadena, grado de saturación y recuperación.

Poder Colector	Tamaño de Cadena	Grado de Saturación	Recuperación	Ley de KCl
Alto	Larga	Alto	Alta	Baja
Bajo	Corta	Bajo	Baja	-----
Mediano	Larga	Bajo	Alta	Alta
Mediano	Corta	Alto	Alta	Alta

Fuente. Sarquís y Lenzo (1994).

En general, a mayor largo de cadena de la amina se obtienen mayores porcentajes de recuperación y ley de Silvita en el concentrado, con menor extracción de impurezas insolubles. A igual largo de cadena, aquellas aminas de menor grado de saturación son las que permiten obtener leyes mayores de cloruro de potasio, pero con mayor extracción de insolubles que las que poseen un grado de saturación mayor. Teniendo en cuenta estas variables y su influencia en los parámetros estudiados los colectores de mejor funcionamiento resultan ser los de mediano poder colector, (Alonso *et al.*, 1990).

Con el reemplazo parcial del colector por fuel-oil, gas-oil o kerosene se reduce su consumo en un 25-30%. Con gasoil se obtiene la mayor extracción de Silvita compatible con una buena selectividad. Estos compuestos permiten recuperar a las partículas gruesas de Silvita que tienen una menor cinética de flotación, (Sarquís y Lenzo, 1994; Laskowski, 1994).

En su trabajo, Wang *et al.* (1995) desarrollan un proceso de flotación en el que se incluye un premezclado del espumante con una solución acuosa de la amina colectora que resulta en una mejora de la flotación. Otra posibilidad es mezclar el espumante con la emulsión de aceite promotor (fuel-oil, gas-oil, etc.) conteniendo la amina. Con esta combinación de reactivos han logrado flotar muy bien tanto las partículas gruesas de Silvita como las finas, en columnas cortas de flotación y también en celdas con aireación mecánica. Los mejores espumantes resultaron ser metil-iso-butil-carbinol (MIBC) y hexanol.

En general, en este tipo de separaciones se trabaja a temperaturas entre 20 y 35° C. Los cambios de temperatura alteran el equilibrio y la performance de las aminas que desciende con el aumento de temperatura, siendo el intervalo de 15 a 25° C el que permite la mayor selectividad (Sarquís y González, 2000). Según Alonso et al. (1990) la recuperación de Silvita disminuye con el aumento de temperatura debido a que la solubilidad del colector aumenta en esa dirección. Este hecho retrasa la formación del precipitado de cloruro amínico el cual colabora en cierto grado en la colección de Silvita. Para los colectores de cadena larga y mayor grado de saturación prácticamente no se observa variación con la temperatura porque las aminas saturadas forman precipitados con mayor facilidad que las menos saturadas. El contenido de insolubles en el concentrado también disminuye al aumentar la temperatura a causa del aumento en la solubilidad del colector.

Sarquís y Lenzo (1994) estudiaron el efecto de la temperatura en la adsorción de las aminas sobre el cloruro de potasio. Encontraron que a temperaturas muy bajas (alrededor de 5° C), la adsorción del colector sobre Silvita es menor porque la disolución del mismo en la pulpa es menor.

Por otra parte se estudió el efecto del pH en la colección, regulado con agregados de ácido clorhídrico o de hidróxido de sodio. Por encima de pH= 9 cae abruptamente la recuperación de Silvita, la ley en el concentrado y también la selectividad. Esto se debe a que entre pH= 4 y pH= 7 el colector se encuentra enteramente como RNH_3^+ que es la especie que se adsorbe y que actúa selectivamente. A pH= 10, el 80% de la amina se encuentra ionizada y a pH= 11 solamente el 30%. Otro efecto que explicaría lo observado a pH alcalino es la disminución abrupta del ángulo de contacto (Alonso *et al.*, 1990).

Alonso et al. (1990) estudiaron el efecto de iones contaminantes y encontraron que todos disminuyen la ley del concentrado, siendo el efecto mayor para NH_4^+ y Fe^{3+} . Dicha disminución se puede atribuir a la competencia entre estos iones y los cationes colectores por la superficie del mineral. Para la partícula de

mineral el ión NH_4^+ posee igual radio iónico y propiedades químicas que el colector RNH_3^+ , pero no le confiere hidrofobicidad a su superficie. El Fe^{3+} es preferido para la adsorción debido a la mayor carga iónica, pero al pH de trabajo (pH=8) no se encuentra disponible para competir con el ión amino. Quizás la deposición de cloruro férrico insoluble sobre el mineral que no es colectable por la amina utilizada explique la disminución de la ley del concentrado de Silvita.

PURIFICACIÓN DE LOS CONCENTRADOS DE FLOTACIÓN

Como el concentrado final de cloruro de potasio contiene usualmente partículas finas de cloruro de sodio libres e inclusiones en la red cristalina, se obtienen leyes bajas que pueden ser mejoradas con dos etapas de lixiviación, para cada etapa se utiliza agua o salmuera preparada con sal de alta ley, (Sarquís y González, 2000).

2.7.1. PROCESAMIENTO DE SULFATO DE POTASIO

A PARTIR DE LANGBEINITA

Importantes depósitos de langbeinita ($\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 2\text{MgSO}_4$) se pueden encontrar en Nuevo México, Estados Unidos. La langbeinita puede ser convertida a sulfato de potasio según:



El mineral también contiene halita y cantidades variables de Silvita e insolubles, de los cuales se puede aislar por separación gravitacional, flotación y disolución de halita, dando varios tamaños de cristal. La fracción fina de langbeinita se hace reaccionar con cloruro de potasio para producir sulfato de potasio. El proceso se esquematiza en el siguiente diagrama, (Handbook of Extractive Metallurgy, 1997).

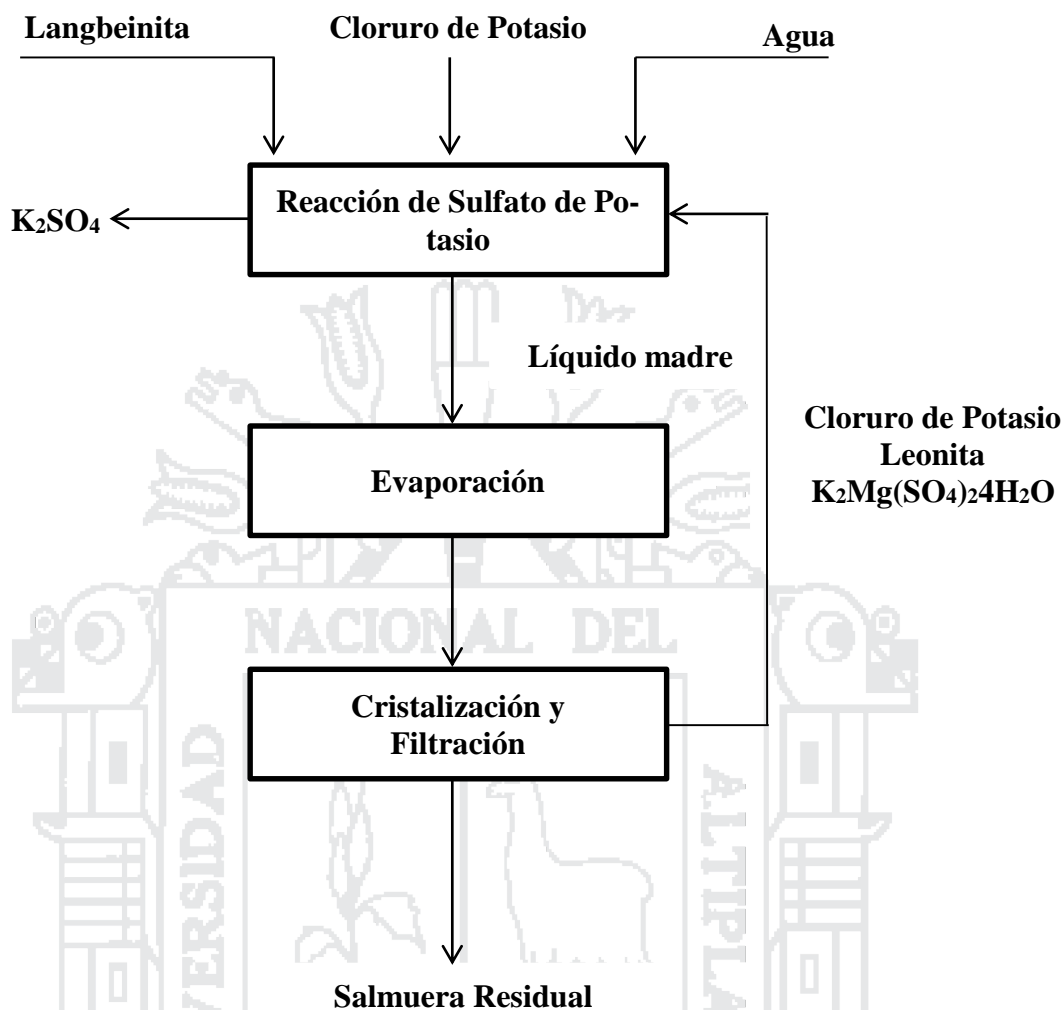
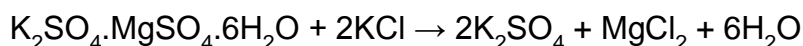


Figura N° 4. Diagrama de flujo para procesamiento de sulfato de potasio.

A PARTIR DE SALMUERAS NATURALES

La salmuera de algunos lagos (por ejemplo el Great Salt, en Estados Unidos) contiene una mezcla de sales simples, dobles e hidratadas, las cuales se separan y se convierten en general en sulfato de potasio. Por ejemplo, las sales dobles shoenita ($K_2SO_4 \cdot MgSO_4 \cdot 6H_2O$) y kainita ($KCl \cdot MgSO_4 \cdot 3H_2O$) pueden separarse por flotación con colectores tipo amínicos y carboxílicos. La shoenita (con carga superficial positiva) flota solamente con un colector aniónico como el laurato de sodio, y si se quiere flotar kainita, la cual tiene una superficie negativa, se hace con un colector catiónico tipo amina. No se produce la flotación de shoenita ni kainita cuando la concentración del colector está por debajo de su límite de solubilidad. Después de recuperar la shoenita ($K_2SO_4 \cdot MgSO_4 \cdot 6H_2O$) como

concentrado de flotación, se la hace reaccionar con silvita para producir sulfato de potasio por cristalización controlada:



(Miller y Yalamanchili, 1994; Handbook of Extractive Metallurgy, 1997).

2.8. PROCESAMIENTO DE CLORURO DE SODIO

Los depósitos de cloruro de sodio se encuentran en todos los países del mundo y aquellos que no cuentan, lo producen a partir del agua de mar o de lagos salados por el método de evaporación solar. Los principales países productores de cloruro de sodio son Estados Unidos, China, Alemania, Canadá, India, Australia y México, (Kostick, 1994).

La recuperación de cloruro de sodio (llamado comúnmente sal) de la naturaleza se ha practicado desde tiempos remotos. Se obtiene a partir de dos fuentes: salmueras y sal de roca. Las salmueras pueden dividirse en dos clases: agua de mar y aguas continentales (donde se encuentran las salinas) y se deben diferenciar según la concentración de sal que posean, porque de eso dependen la elección del método de procesamiento. La recuperación de sal de agua del mar se limita a zonas donde el clima es seco y cálido. Para salmueras naturales de baja concentración los métodos empleados para la recuperación de cloruro de sodio son: son procesos de concentración solar o por viento y concentración por enfriamiento. Para aquellas de concentración altas se utilizan otros métodos industriales de recuperación. El cloruro de sodio sólido o sal de roca, que se extrae como tal por el método de cámara y pilares a partir de depósitos subterráneos o superficiales, es triturado, tamizada para separar los finos, ensacada, palletizada y preparada para el consumo, quedando el producto con una pureza del 96% o más.

Por otra parte, la sal de roca que es extraída formando salmuera artificial (solución mining) por inyección de agua en el depósito, que contienen un 25% de sal, es bombeada a la superficie y evaporada, al igual que en caso de las

salmueras naturales de alta concentración, por calentamiento con fuego directo o con vapor. Los salares son depósitos de sales sólidas impregnados por salmueras complejas saturadas. Actualmente el cloruro de sodio se obtiene por evaporación y cristalización a partir de salmueras.

2.9. MARCO CONCEPTUAL

SALMUERA

La salmuera es agua con una alta concentración de sal (NaCl) disuelta.

SALES

Se refiere a compuestos químicos salinos, que incluyen tanto orgánicos como inorgánicos.

RESERVA DE LA SALINA

Es la cantidad de sal que potencialmente que contiene el depósito.

CRISTALIZACIÓN

La cristalización es un proceso por el cual a partir de un líquido o una disolución, los iones, átomos o moléculas establecen enlaces hasta formar una red cristalina, la unidad básica de un cristal. La cristalización se emplea con bastante frecuencia en Química para purificar una sustancia sólida.

CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA

La cristalización fraccionada es un método de purificación de sustancias basado en las diferencias de solubilidad.

SILVITA

La Silvita (KCl, cloruro de potasio) es una roca sedimentaria salina formada como evaporita, puede considerarse como sinónimo de su componente fundamental, el mineral silvina.

CLORURO DE POTASIO

El cloruro de potasio es un haluro metálico compuesto de potasio y cloro, se encuentra naturalmente como Silvita. También puede extraerse de agua salada y puede producirse por cristalización.

CLORURO DE LITIO

El cloruro de litio es una sal formada por litio y cloro en proporción 1:1: Se comporta como un compuesto iónico típico, aunque el ion litio es muy pequeño. Es un compuesto orgánico.

CLORURO DE SODIO

El cloruro de sodio, más conocido como sal de mesa, o en su forma mineral halita, es un compuesto químico con la fórmula NaCl. Es cristalino y forma una red cúbica.

FLOTACIÓN

Es un proceso fisicoquímico de separación y concentración mediante el uso de reactivos de flotación.

SOLUBILIDAD

Se trata de una medida de la capacidad de disolverse de una determinada sustancia (soluta) en un determinado medio (solvente). Implícitamente nos indica la máxima cantidad en peso de soluto que se disuelve en 100 g de agua, a una temperatura determinada.

FACTOR DE DILUCIÓN

El factor de dilución es la relación entre el volumen de aforo y el volumen de alícuota.

SOLUCIÓN SATURADA

Solución saturada es aquella solución que contiene mayor concentración de soluto en un volumen de solvente dado, es decir que la solubilidad de soluto llegó a su límite.

SOLUCIÓN SOBRESATURADA

Son aquellas soluciones en la que se ha logrado disolver un poco más de la máxima cantidad de soluto disuelto, con ayuda de calentamientos suaves o ligeros.

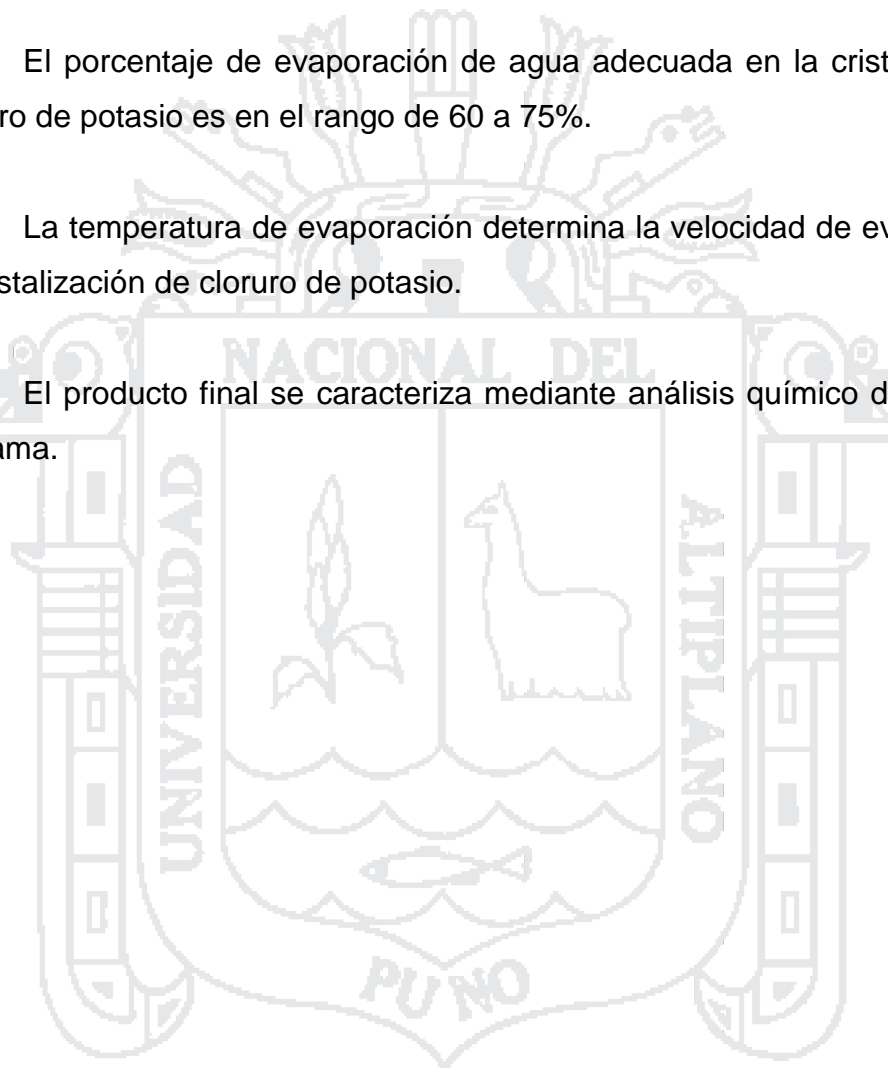
2.10. HIPÓTESIS

2.10.1. HIPÓTESIS GENERAL

➤ El cloruro de potasio se obtiene por cristalización fraccionada a partir de salmueras de San Juan de Salinas Azángaro y salar de Perka del Distrito de Platería.

2.10.2. HIPÓTESIS ESPECÍFICA

- La composición química de las salmueras de San Juan de Salinas Azán-garo y salar de Perka Platería se caracteriza mediante análisis químico de foto-metría de llama.
- El porcentaje de evaporación de agua adecuada en la cristalización de cloruro de potasio es en el rango de 60 a 75%.
- La temperatura de evaporación determina la velocidad de evaporación y la cristalización de cloruro de potasio.
- El producto final se caracteriza mediante análisis químico de fotometría de llama.



CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1. EQUIPOS MATERIALES Y REACTIVOS

3.1.1. EQUIPOS Y MATERIALES

- Fotómetro de llama con filtros para sodio y potasio
- Cristalizador
- Termómetro
- Balanza analítica
- Agitador magnético
- pH-metro
- Estufa
- Plancha de calentamiento
- Bureta digital
- Matraz Erlenmeyer de 125 mL
- Matraz aforado de 50 mL
- Vasos de precipitados
- Probeta de 50 mL
- Pipeta graduada de 5 y 10 mL
- Papel filtro Whatman 40

3.1.2. REACTIVOS E INSUMOS

- Salmuera
- Óxido de calcio de 98% de pureza
- Disoluciones de 100 mg/L de Na^+ y K^+
- Hidróxido de sodio de 98% pureza

- Cloruro de sodio de 99,5% pureza
- Cloruro de potasio de 99,5% pureza
- Cloruro de bario dihidratado 99% de pureza
- Ácido nítrico de 65% pureza
- Ácido clorhídrico de 37% pureza
- Ácido sulfúrico 0,02 N
- Nitrato de plata 0,014 N
- Cromato de potasio
- Solución amortiguadora pH 10
- EDTA 0,01 M
- Eriocromo negro de T
- Hidroxilamina
- Indicador fenolftaleína
- Indicador heliantina
- Buffer pH 10
- Agua destilada

3.2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.2.1. TOMAS DE MUESTRA

Las muestras de agua (salmuera) se tomaron de dos lugares; primero de la laguna de San Juan de Salinas Azángaro y segundo de la zona (salar Perka) del Centro Poblado de Perka Distrito de Platería-Puno. Los recipientes empleados han de tener una capacidad mínima de 2 litros, si bien es útil disponer de otros de mayor capacidad cuando la técnica analítica así lo exija.

Antes de la toma de la muestra se marcará el frasco mediante rotulador resistente al agua, con una referencia que permita su identificación. En todo caso la muestra se acompañará de una ficha o etiqueta en la que se consignen los datos necesarios que, como mínimo, serán los siguientes: datos del interesado, tipo de agua o muestra, lugar de ubicación, hora de muestreo y fecha.

En ríos, lagos o cursos de agua será preciso considerar diversos factores, tales como: profundidad, caudal, distancia a la orilla, etc. La muestra se tomará lo más lejos posible de la orilla, procurando no remover el fondo y evitando los remansos o zonas de estancamiento.

Para tomar una muestra del agua de un lago o de un río se sujetará el frasco por el fondo en posición invertida, sumergiéndolo completamente y dándole la vuelta en sentido contrario a la corriente (río) o desplazándolo horizontalmente en la dirección de la boca del frasco (lago).

En manantiales naturales, o fuentes de caudal continuo, sin dispositivos de intermitencia, se tomará la muestra directamente sin adoptar medidas especiales de drenaje.

Una vez tomada la muestra se acondicionará de modo que quede en la oscuridad, debiendo remitirse cuanto antes al laboratorio. Es conveniente iniciar el análisis antes de que transcurran seis horas desde la toma de la muestra. Sin embargo, podrá demorarse su análisis hasta veinticuatro horas cuando haya sido conservada en refrigeración a ($\pm 2^{\circ}\text{C}$), (PNUMA, 2010).

3.2.2. TOMA DE MUESTRA INSTANTÁNEA

Las tomas de muestras serán instantánea y compuesta. Las muestras instantáneas, puntuales o aleatorias son aquellas que se toman en un lugar y luego se analizan en ella los componentes de interés. El muestreo instantáneo sólo suministra información sobre las características del agua muestreada en ese momento. No es representativa por tanto, del comportamiento del agua en un período de tiempo de 24 horas por ejemplo. Los muestreos instantáneos se establecen cuando se requiere conocer el comportamiento en el tiempo de las concentraciones de diferentes componentes y determinar los máximos y mínimos, (PNUMA, 2010).

3.2.3. TOMA DE MUESTRA COMPUESTA

Una muestra compuesta nos proporciona una estimación de la composición promedio del agua muestreada durante el período de tiempo que comprende el muestreo.

Una muestra compuesta se obtiene mezclando en un frasco una serie de muestras instantáneas de volúmenes iguales o proporcionales.

La manera más sencilla de tomar una muestra compuesta es tomar un volumen fijo del agua que se muestrea cada un intervalo de tiempo determinado hasta completar un volumen establecido. Por ejemplo, tomar 100 mL de agua que se muestrea cada una hora. En 24 horas ello hará un total de 2400 mL o sea 2,4 L. Este tipo de muestreo puede aplicarse cuando el caudal del agua se mantiene constante dentro de determinados límites, o sea no tiene grandes variaciones. Cuando ocurren grandes variaciones de caudal debe tomarse una muestra compuesta con volúmenes proporcionales al caudal.

La manera más simple de tomar una muestra proporcional al caudal es mezclando volúmenes de agua proporcionales al caudal, extraídos a intervalos regulares y definidos de tiempo. La aplicación de este método presupone el conocimiento del caudal medio (promedio aritmético) del sistema que se va a muestrear. El caudal de un sistema colector de aguas residuales varía en el tiempo y presenta máximos y mínimos. La fórmula que se aplicará será la siguiente:

$$V_{muestra} = \frac{Q_i \times V_{total}}{Q_m \times N^{\circ}muestras}$$

$V_{muestra}$, es el volumen de muestra que se toma expresado en mL, Q_i es el caudal en el momento que se toma la muestra expresada en m³/seg (o en L/seg si Q_m está en L/seg). Q_m , es el caudal promedio durante el período de muestreo expresado en m³/seg (o en L/seg si Q_i está en L/seg). V_{total} , es el volumen final total de la muestra compuesta en mL. $N^{\circ}muestras$ es el número de muestras que se

van a tomar para constituir la muestra compuesta. Por ejemplo si se va a tomar una muestra cada una hora durante 24 horas, será 24, si se va a tomar una muestra cada media hora durante 24 horas será 48, etc. (PNUMA, 2010).

Tabla N° 5. Instrumento de recojo de muestra.

1. Ubicación geográfica : San Juan de Salinas Azángaro y Perka Platería
2. Fecha y hora de muestreo: 20/11/2015
3. Número de muestra: 2 (muestra salmuera salinas y Perka)
4. Origen (pozo, laguna, manantial, río): lagunas
5. Procedencia (descripción del punto de muestreo): centro de lagunas
6. Volumen de muestra: 6L muestra Salinas y 6L muestra Perka
7. Población: no determinado
8. Estado: líquido
9. Profundidad de toma de muestra: a 20 cm debajo de la superficie del agua
10. Nombre del muestreador: Velarde Calla, Cesar Felipe
11. Motivo: trabajo de tesis de investigación
12. Flujo de recarga: continuo
13. Descripción cualitativa (color, olor, turbiedad): líquido transparente, inodoro e incoloro y sabor salado.
14. Observaciones: cristalización de NaCl por evaporación natural

Fuente. Elaboración propia en base a protocolos de muestreo.

3. ANÁLISIS QUÍMICO DE LA SALMUERA

3.3.1. DETERMINACIÓN DE DUREZA TOTAL EN SALMUERAS

Procedimiento

- a) Se toma 25 mL de muestra con una pipeta volumétrica y se vierten en un erlenmeyer de 250 mL.
- b) Se añade 2 mL de la solución amortiguadora; el pH de la muestra debe ser de 10.0 ± 1 .
- c) Se añade 1 ml de la solución inhibidora de hidroxilamina.

- d) Se agrega 3 y 4 gotas de indicador eriocromo negro T hasta que el líquido vire a rojo vino o azul violáceo, anotar el volumen de gasto de EDTA y calcular. (PNUMA, 2010).

$$\frac{mg}{L} CaCO_3 = \frac{V.M.mmol CaCO_3.1000000}{Volumen de muestra}$$

3.3.2. DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN SALMUERAS

Procedimiento

- En un matraz colocar 25 mL de muestra. Agregar 3-4 gotas de fenolftaleína.
- Si la muestra da color rosado, titular con 0,02 N H₂SO₄, hasta que el color desaparezca y anotar la cantidad de ácido gastado (F).
- Al mismo matraz añadir ahora. 3-4 gotas de anaranjado de metilo volver a llenar la bureta y a continuación titular hasta viraje de amarillo a anaranjado. Anotar el volumen de ácido utilizado (M).
- Llamaremos total (T), a la suma de los gastos de fenolftaleína (F) y anaranjado de metilo (M).

3.3.3. CÁLCULOS Y RESULTADOS

Para los cálculos se utilizará el volumen de ácido sulfúrico empleado en la titulación, el cual tomará valores de F, M, T o una combinación de ellas, dependiendo de la especie química (o especies químicas) presentes en la muestra.

- Si F = T: Entonces sólo existe hidróxido.
- Si F = M Entonces sólo existe carbonato.
- Si F = 0 y M > 0: Entonces sólo existe bicarbonato.
- Cuando F > ½ total y M > 0: Existe carbonato e hidróxido. La cantidad de carbonato es igual a 2 M = 2(T-F) y la cantidad de hidróxido es igual a T - 2 M = 2 F - T.

- e) Cuando $F < \frac{1}{2} T$ y $M > F$: Existe carbonatos y bicarbonatos. La cantidad de carbonato es $2 F$ y la de bicarbonatos se calcula utilizando $T-2F$. (Luna, 1982).

La alcalinidad se expresa usualmente en unidades partes por millón de CaCO_3

$$\text{ppm de CaCO}_3 = \frac{V \times N \times 0,05}{\text{muestra}} \times 10^6$$

V = Volumen de ácido sulfúrico gastado en la titulación (mL).

Muestra = Volumen de muestra analizado (mL)

N = Normalidad del ácido estandarizado utilizando carbonato de sodio. Se calcula utilizando la siguiente ecuación:

$$\text{Normalidad de H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{Peso de Na}_2\text{CO}_3}{0,053 \times \text{volumen H}_2\text{SO}_4}$$

Donde:

Peso de Na_2CO_3 = Utilizado en la titulación del ácido (g)

0,053 = Peso equivalente del Na_2CO_3 dividido por 1000

Volumen de H_2SO_4 = Volumen del ácido utilizado en la titulación del carbonato de sodio (mL)

3.3.4. DETERMINACIÓN DE CLORUROS EN SALMUERAS

Procedimiento

En un matraz colocar 100 mL de muestra de agua (salmuera) y 3 gotas de indicador fenolftaleína. Se dan dos posibilidades:

- Si la solución se torna de color rojo, bajar la alcalinidad de la muestra agregando gotas de ácido nítrico diluido hasta coloración rosa débil.
- Si con la fenolftaleína la solución permanece incolora, agregar gotas de NaOH diluido hasta rosa débil.

En este punto se agregan aproximadamente 1 mL de solución de cromato de potasio al 5% con los que la solución de la muestra vira a amarillo intenso.

Titular los cloruros con la solución estándar de nitrato de plata hasta la aparición persistente de un color rojo ladrillo. Anotar el Volumen gastado (V). (PNUMA, 2010).

Blanco

Para reducir el error por contaminación con cloruros de los materiales y reactivos se suele hacer una prueba utilizando el procedimiento descrito pero sin colocar la muestra.

Para los cálculos y resultados, al gasto de nitrato de plata en la muestra se le resta el gasto de nitrato de plata en el blanco (V_{blanco}).

CÁLCULOS Y RESULTADOS

$$\text{ppm } Cl^- = \frac{(V - V_{\text{blanco}}) \times N_{AgNO_3} \times 35,5}{V_{\text{muestra}} \text{ (ml)}} \times 1000$$

V = Volumen gastado en la titulación de la muestra y el blanco (mL);

N_{AgNO_3} = Normalidad de la solución de nitrato de plata. Se calcula con los datos de la estandarización: $N = m_{NaCl} / (V_{AgNO_3} \times 0,0585)$. Donde, m es el peso de NaCl que se tituló con V (mL) de la solución de V_{AgNO_3} .

V_{muestra} = cantidad de muestra titulada (mL)

3.3.5. DETERMINACIÓN DE SULFATOS EN SALMUERA

Procedimiento

Curva de calibración:

1. De la solución patrón de sulfatos previamente preparado, tomar alícuotas de 0, 5 10, 15, 20, 25, 30 y 40 mL a la serie de matraces aforados de 100 mL respectivamente.
2. Completar con agua destilada hasta el enrase. Añadir exactamente 5 mL de solución acondicionadora. Homogenizar.
3. Transferir las soluciones a erlenmeyer de 250 mL secos y limpios. Conectar al agitador magnético.

4. Mientras se mantiene en agitación, agregar una cucharita (una pizca) de $BaCl_2$ (s). a partir de ese instante tomar el tiempo, agitándose exactamente por 1 min a velocidad constante.
5. Calibrar el equipo espectrofotómetro con el blanco de agua destilada, llevando el porcentaje de transmitancia al 100 % a una longitud de onda de 420 nm.
6. Verter la parte del precipitado en un tubo de celda e insertar en el portamuestra y lecturar la absorbancia.
7. Con los datos obtenidos, trazar la curva de calibración en papel milimetrado Concentración Vs Absorbancia. (luna, 1982).

Determinación de sulfatos en salmueras

1. Pipetear 25 mL de muestra a erlenmeyer de 250 ml, luego agregar 75 mL de agua destilada.
2. Agregar exactamente 5 mL de solución acondicionadora y mezclar en el aparato de agitación.
3. Mientras mantiene la agitación agregar una cucharadita de $BaCl_{2(s)}$, luego agitar por 1 minuto a velocidad constante.
4. Lectura en el equipo la absorbancia de la muestra y calcular la concentración de sulfatos.

3.3.6. CÁLCULOS

El valor de transmitancia que se obtiene se transforma a absorbancia ($A = \log \frac{100}{\%T}$) y de la curva estándar se encuentra el factor F, y se calcula su concentración como:

$$mgSO_4^- / L = \frac{Abs \times F \times 100}{V_{muestra}}$$

Donde:

Abs: es la absorbancia de la muestra

F: factor obtenido de la curva de calibración

3.4. DETERMINACIÓN DE POTASIO EN LAS SALMUERAS POR FOTOMETRÍA DE LLAMA

Fundamento

Cuando se aspira una disolución acuosa de sales inorgánicas en una llama adecuada de un quemador, los iones presentes emiten una radiación característica, cuya intensidad de emisión es función lineal de su concentración, lo que permite su determinación cuantitativa.

La espectroscopia de llama, por tanto, mide la potencia radiante de una línea emitida por un analito aspirado dentro de una llama caliente. Para separar dicha línea de la radiación producida por la llama o por los demás componentes de la muestra se emplea un monocromador o filtro, (Skoog, 2001).

Recta de calibrado para K^+

Se prepara solución estándar de 100 mg/L de K^+ a partir de cloruro de potasio y por dilución se preparan 0, 20, 40, 60, 80 y 100 mg/L de K^+ respectivamente y se completa hasta el enrase con agua destilada. Se mide la señal de estas disoluciones patrón empleando los filtros correspondientes. Hacer la representación gráfica de las concentraciones de estándares de potasio versus concentración lectura en equipo fotómetro de llama, (Manual del equipo Fotómetro de Llama FP 902).

DETERMINACIÓN DE SODIO EN LAS SALMUERAS POR FOTOMETRÍA DE LLAMA

Recta de calibrado para Na^+

Se prepara solución estándar de 100 mg/L de Na^+ a partir de cloruro de sodio y por dilución se preparan 0, 20, 40, 60, 80 y 100 mg/L de Na^+ y se completa hasta el enrase con agua destilada. Se mide la señal de estas disoluciones patrón empleando los filtros correspondientes. Hacer la representación gráfica de la concentraciones de estándares de sodio versus concentración lectura en equipo fotómetro de llama, (Manual de equipo fotómetro de llama FP 902).

Medida de las muestras

Aspirar la disolución de la muestra y leer en la escala del instrumento la señal correspondiente a la emisión producida. Deducir el valor de la concentración de analito por interpolación en la correspondiente recta de calibrado.

3.5. ELIMINACIÓN DE LAS IMPUREZAS DE LAS SALMUERAS POR PRECIPITACIÓN

3.5.1. ELIMINACIÓN DE SILICATOS, CALCIO Y MAGNESIO

En un vaso de precipitado tomar muestras de salmuera y agregar solución de hidróxido de amonio 0,5 N y solución de carbonato de amonio al 2%, agitar con una bagueta durante 5 min, calentar en plancha eléctrica a ebullición la solución hasta que no se sienta el olor de amoníaco es decir hasta pH 7. Dejar en reposo durante 24 horas.

Separar el precipitado por la operación de decantación y filtración, en esta operación se logra eliminar el hierro como hidróxido, los silicatos, calcio y magnesio como carbonatos que quedan en el residuo, (Gutiérrez, 2001).

3.5.2. ELIMINACIÓN DE SULFATOS EN SALMUERAS

Al filtrado se le agrega solución de HCl 0,5 N que sirve para eliminar el exceso de carbonato y para favorecer la separación de sulfatos. Para separar los sulfatos presentes en la salmuera se le agrega solución de cloruro de bario al 2% y se forma un precipitado blanco de sulfato de bario, y luego se deja en reposo por 24 horas.

Se filtra para separar el precipitado con un papel de filtro simple cuyo filtrado se recibe en un matraz Erlenmeyer.

Luego se agrega solución de carbonato de amonio al 2% a la solución filtrada anteriormente para eliminar el exceso de iones bario como carbonato, el cual precipita y se le separa por filtración, para luego eliminar el amoníaco presente en el filtrado se calienta a ebullición durante 15 min, luego los carbonatos

del filtrado con solución de HCl 0,5 N queda libre de iones interferentes, (Gutiérrez, 2001).

3.6. OBTENCIÓN DE CLORURO DE POTASIO POR CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA

En la cristalización fraccionada es una operación unitaria que se realiza para separar mezclas por diferencia de solubilidad, la operación consiste en calentar y enfriar gradualmente a fin de que, como cada uno de sus componentes cristaliza a diferente velocidad, se puede eliminar en forma pura de la disolución, separado de los demás compuestos.

Esta técnica se utiliza a menudo en ingeniería química para obtener sustancias muy puras a partir de disoluciones concentradas. La cristalización fraccionada puede ser utilizada para la purificación de sustancias o para el análisis químico.

Para el proceso de cristalización fraccionada las muestras se evaporan a temperaturas de 60 y 70°C utilizando una estufa eléctrica hasta la evaporación de 57% y 60% de sal, de esta manera se logra una solución saturada de cloruro de potasio. Seguidamente la solución es enfriada hasta 30°C proceso en el que cristaliza el KCl.

Procedimiento experimental

1. Tomar 100 mL de salmuera pre tratada anteriormente y transferir en vaso precipitado de 250 mL.
2. Llevar a la cocinilla eléctrica y evaporar hasta 20% a temperaturas de 70°C luego enfriar a temperatura ambiental y observar si se forma cristales. No hay formación de cristales. El tiempo de evaporación fue de 7 minutos.
3. Llevar nuevamente a la cocinilla eléctrica y evaporar hasta 20% a temperatura de 70°C y enfriar a temperatura ambiental y observar si se forma cristales. No hay formación de cristales. Tiempo de evaporación 6 minutos.

4. Llevar nuevamente a la cocinilla eléctrica y evaporar hasta 18% a temperatura de 70°C y enfriar a temperatura ambiental, se observó formación de cristales a la temperatura de 30°C. Hay formación de cristales al 58% de evaporación. Tiempo de evaporación 5 minutos.
5. Separar los cristales formados de cloruro de potasio por filtración utilizando papel filtro simple.
6. Secar el cloruro de potasio obtenido en la estufa a temperatura de 80°C durante 24 horas.
7. Colocar en desecador para enfriar y pesar en balanza analítica.
8. Calcular la cantidad de producto obtenido.

3.7. DISEÑO EXPERIMENTAL

El diseño factorial 2^2 , considera dos factores cada uno de ellos a dos niveles, contiene cuatro combinaciones de niveles de factores, dos efectos principales (X_1 y X_2), una interacciones de dos factores (X_1X_2), además con tres réplicas en el punto central.

Elaborar una ecuación estadística – matemática que permita controlar la cristalización de cloruro de potasio en función de las variables más importantes. En el presente estudio se elabora un Diseño Factorial 2^n donde “n” es igual a 2 variables independientes y “2” significa 2 niveles mínimo y máximo. En el proceso de cristalización se ha considerado los variables independientes siguientes:

1. Porcentaje de evaporación de agua
2. Temperatura de evaporación

VARIABLES Y OPERACIONALIZACIÓN DE VARIABLES

VARIABLES INDEPENDIENTES (VI)

Es una variable de proceso que puede tomar valores independientes de las otras variables. Para definir una variable dependiente debe existir por lo menos una variable independiente, pueden ser clasificados dentro de las siguientes categorías, variables controlables, no controlables, desconocidas e indirectas.

Las variables independientes consideradas son:

- Porcentaje de evaporación de agua
- Temperatura de evaporación

VARIABLE DEPENDIENTE (VD)

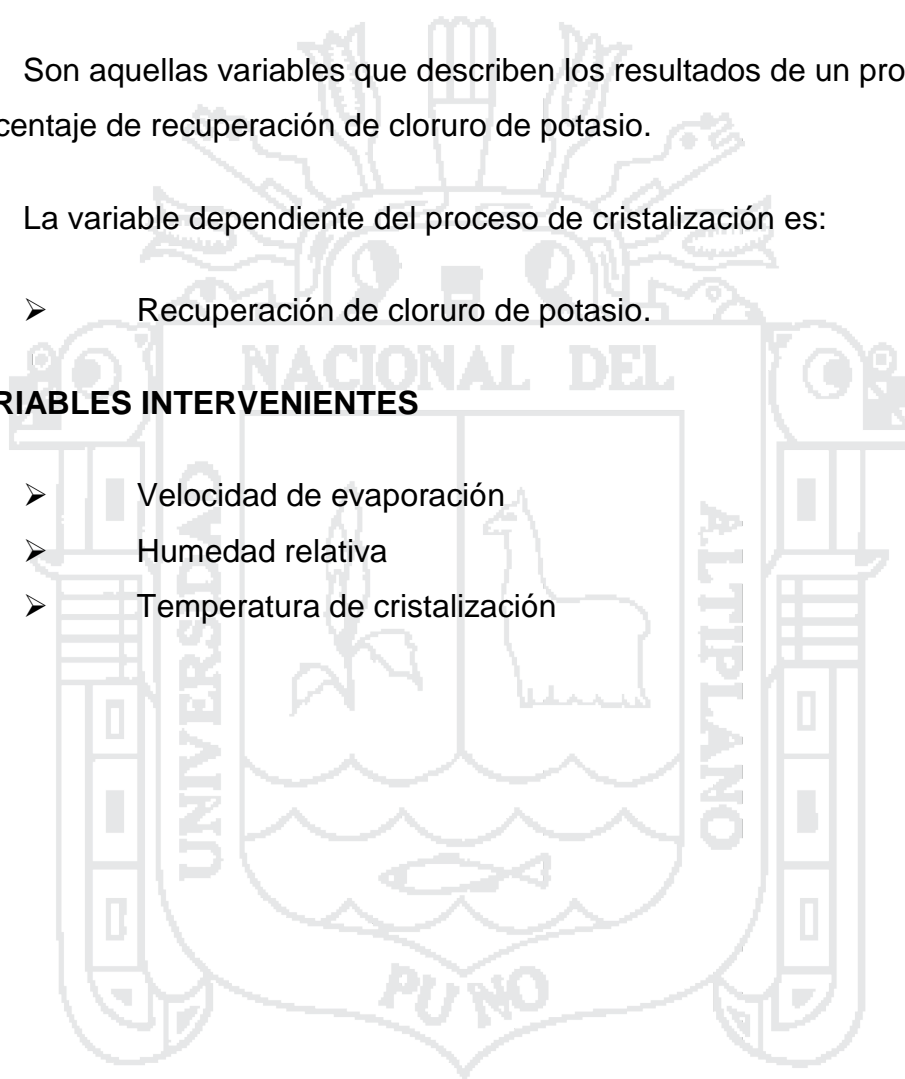
Son aquellas variables que describen los resultados de un proceso. Como porcentaje de recuperación de cloruro de potasio.

La variable dependiente del proceso de cristalización es:

- Recuperación de cloruro de potasio.

VARIABLES INTERVENIENTES

- Velocidad de evaporación
- Humedad relativa
- Temperatura de cristalización



OPERACIONALIZACION DE VARIABLES

Tabla N° 6. Operacionalización de las variables.

VARIABLES	INDICADORES	ÍNDICE
<u>VARIABLES INDEPENDIENTES</u> Salmueras provenientes de los salares de Salinas Azángaro y salar de Perka Platería	Cantidad de agua evaporada Temperatura de evaporación	% °C
<u>VARIABLE DEPENDIENTE</u> Cloruro de potasio obtenido	Gramos de cloruro de potasio	g
<u>VARIABLES INTERVINIENTES</u> Velocidad de evaporación Humedad relativa Temperatura de cristalización	Pérdida de agua Contenido de humedad en aire Temperatura de formación de cristales	mL/min % °C

Fuente. Elaboración propia.

Tabla N° 7. Niveles máximos y mínimos

CÓDIGO	FACTOR	UNIDAD	MÍNIMO	MÁXIMO
A	Porcentaje de Evaporación	%	-1	+1
B	Temperatura de evaporación	°C	-1	+1

Fuente. Elaboración propia en base a niveles máximos y mínimos.

Tabla N° 8. Matriz de diseño factorial.

N°	A	B	X1	X2	Recuperación
1	-1	-1	-1	-1	Y1
2	+1	-1	+1	-1	Y2
3	-1	+1	-1	+1	Y3
4	+1	+1	+1	+1	Y4
5	0	0	0	0	Y5
6	0	0	0	0	Y6
7	0	0	0	0	Y7

Fuente. Elaboración propia en base a diseño factorial 2².

Ecuación de regresión

El modelo de la ecuación es:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_1X_2$$

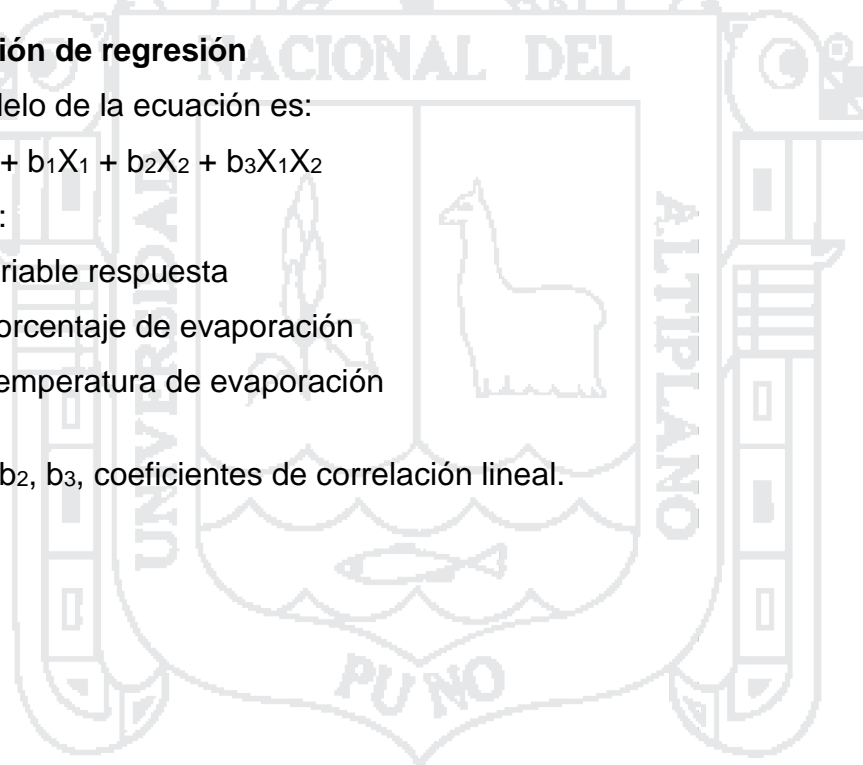
Donde:

Y = Variable respuesta

X₁ = Porcentaje de evaporación

X₂ = Temperatura de evaporación

b₀, b₁, b₂, b₃, coeficientes de correlación lineal.



CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS DE LAS SALMUERAS

Tabla N° 9. Caracterización química de la salmuera Perka Platería.

Composición de la salmuera	Concentración
Dureza	9,804 g/L
Alcalinidad	0,764 g/L
Cloruros	60,480 g/L
Sulfatos	28,800 g/L
Magnesio	0,286 g/L
Calcio	3,620 g/L
Sodio	15,020 g/L
Potasio	6,120 g/L
Litio	0,200 mg/L

Fuente. Resultados de análisis químico de laboratorio.

Tabla N° 10. Caracterización química de la salmuera San Juan de Salinas.

Composición de la salmuera	Concentración
Dureza	189,80 g/L
Alcalinidad	4,707 g/L
Cloruros	165,95 g/L
Sulfatos	140,00 g/L
Magnesio	55,39 g/L
Calcio	15,26 g/L
Sodio	72,45 g/L
Potasio	18,41 g/L
Litio	0,5 mg/L

Fuente. Resultados de análisis químico de laboratorio.

4.2. CRISTALIZACIÓN DE CLORURO DE POTASIO A PARTIR DE SALMUERA PERKA PLATERÍA

Condiciones de operación

Volumen de salmuera: 100 mL

Concentración de K en salmuera: 6,04 g/L

Temperatura de evaporación: 60 y 70°C

Tabla N° 11. Cálculo de porcentaje de evaporación a temperatura de 70°C salmuera Perka Platería

Volumen inicial (mL)	Volumen final (mL)	Volumen evaporado (mL)	% Evaporación	Concentración de K (g/L)
100	100	0	0	6,04
100	85	15	15	7,11
100	70	30	30	8,63
100	55	45	45	10,98
100	43	57	57	14,05

Fuente. Elaboración propia en base a resultados de pruebas de laboratorio.

Tabla N° 12. Curva de enfriamiento salmuera Perka Platería.

Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Concentración de KCl (g/L)
0	70	26,84
5	56	26,84
10	45	26,84
15	37	26,84
20	30	1,91
25	29	1,91
30	25	1,91
35	22	1,91
40	20	1,91

Fuente. Elaboración propia en base a medición de temperatura en laboratorio.

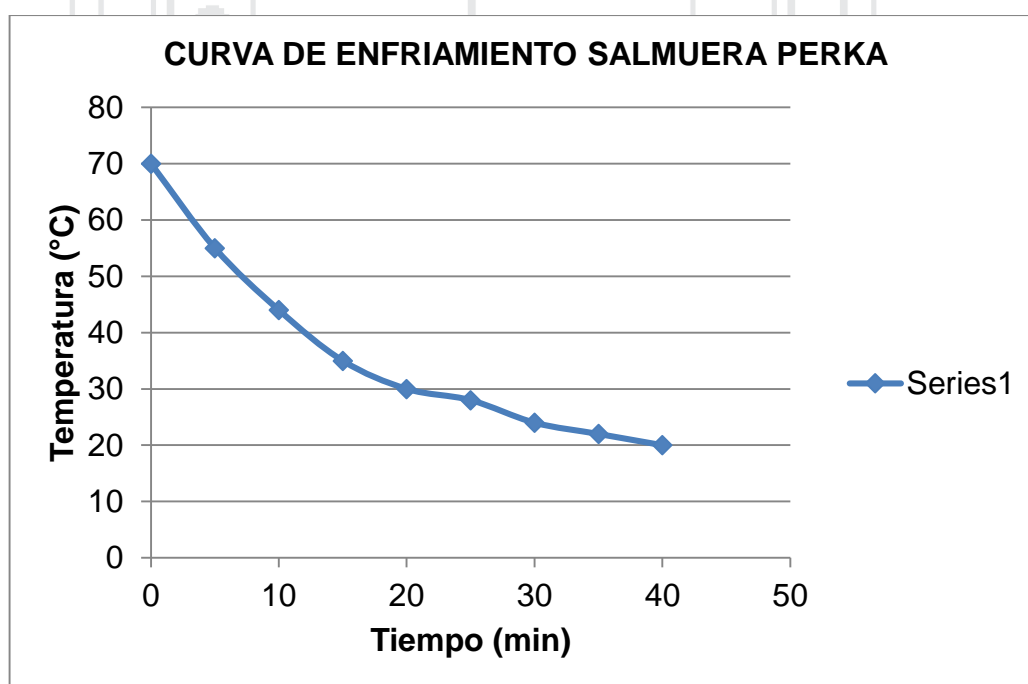


Figura N° 5. Curva de enfriamiento salmuera Perka.

En la figura N° 5, nuestra una gráfica de la temperatura frente al tiempo de enfriamiento, para una solución que contiene NaCl y KCl. Se observa la velocidad en el cual se solidifica el KCl a la temperatura de 30°C en un tiempo aproxi-

mado de 18 minutos. En seguida se observa el enfriamiento del sólido cristalizado de KCl, hasta temperatura de 20°C, mientras el NaCl se mantiene en solución.

Tabla N° 13. Curva de saturación salmuera Perka Platería.

Temperatura (°C)	Concentración de k (g/L)	Concentración de KCl (g/L)
15	10,95	20,91
30	11,45	21,87
52	12,56	23,99
70	14,05	26,84

Fuente. Elaboración propia en base a resultados de ensayos de laboratorio.

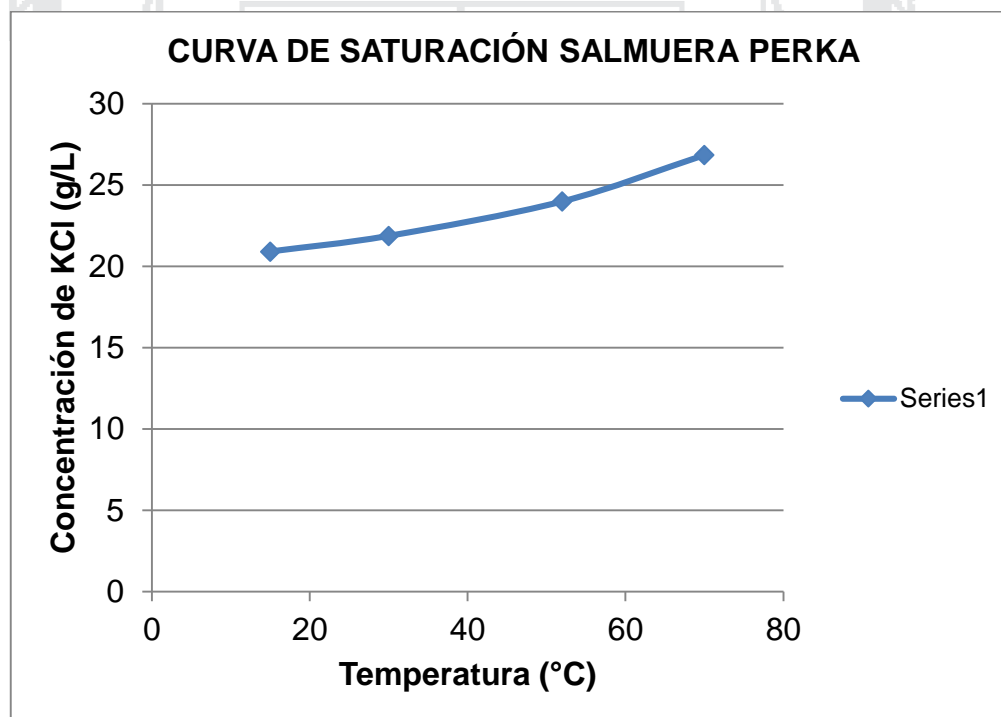


Figura N° 6. Curva de saturación salmuera Perka.

En la figura N° 6, se observa la gráfica de concentración de KCl en función de la temperatura. Se evapora el agua de la disolución desde 15°C a medida que se incrementa la temperatura de evaporación la concentración aumenta hasta 70°C, en este punto se satura el KCl, desde 20,91 g/L hasta 26,84 g/l de KCl. La solución saturada es cristalizada por enfriamiento espontáneo.

Tabla N° 14. Cálculo de la cantidad de KCl en salmuera Perka Platería.

Volumen de salmuera (mL)	Concentración de K en salmuera (g/L)	Cantidad de K en salmuera (g)	Cantidad de KCl en salmuera (g)
100	6,04	0,604	1,152

Fuente. Elaboración propia en base a análisis de potasio por fotometría de llama.

Cálculo de KCl en salmuera Perka Platería

Peso molecular de KCl: 74,55 g/mol

Peso Atómico de K: 39,10 g/mol

$$\frac{74,55 \text{ g KCl}}{39,10 \text{ g K}} \times 0,604 \text{ g K} = 1,152 \text{ g KCl}$$

Tabla N° 15. Resultados de la prueba experimental salmuera Perka Platería.

N°	Cantidad de KCl en salmuera (g)	Porcentaje de evaporación (%)	Temperatura de evaporación (°C)	Peso de KCl obtenido por cristalización (g)
1	1,152	55	60	0,874
2	1,152	57	60	0,981
3	1,152	55	70	0,791
4	1,152	57	70	1,070
5	1,152	56	65	0,921
6	1,152	56	65	0,946
7	1,152	56	65	0,915

Fuente. Elaboración propia en base a resultados obtenidos en laboratorio.

En la tabla N° 15. Nos muestra los resultados obtenidos por cristalización fraccionada en gramos de cloruro de potasio a partir de salmueras de Perka Platería. Además nos muestran los porcentajes de evaporación y temperatura de evaporación.

4.3. TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DEL DISEÑO FACTORIAL

Tabla N° 16. Efectos estimados para gramos de cloruro de potasio.

Efecto	Estimado	Error Estd.	V.I.F.
Promedio	0,928286	0,00509635	
A:porcentaje de evaporación	0,193	0,0134837	1,0
B:Temperatura	0,003	0,0134837	1,0
AB	0,086	0,0134837	1,0

Fuente. Efectos estimados por programa STATGRAPHICS XVI.

Esta tabla N° 16, muestra las estimaciones para cada uno de los efectos estimados y las interacciones. También se muestra el error estándar de cada uno de estos efectos, el cual mide su error de muestreo. Note también que el factor de inflación de varianza (V.I.F.) más grande, es igual a 1,0. Para un diseño perfectamente ortogonal, todos los factores serían igual a 1. Factores de 10 o más normalmente se interpretan como indicativos de confusión seria entre los efectos.

4.4. ANÁLISIS DE VARIANZA

Tabla N° 17. Análisis de Varianza para gramos de cloruro de potasio.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:porcentaje de evaporación	0,037249	1	0,037249	204,88	0,0007
B:Temperatura	0,000009	1	0,000009	0,05	0,8382
AB	0,007396	1	0,007396	40,68	0,0078
Error total	0,000545429	3	0,00018181		
Total (corr.)	0,0451994	6			

Fuente. Análisis de varianza calculada por programa STATGRAPHICS XVI.

R-cuadrada = 98,7933 por ciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 97,5866 por ciento

Error estándar del est. = 0,0134837

Error absoluto medio = 0,00587755

Estadístico Durbin-Watson = 2.52645 (P=0,8174)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0,425503

La tabla N° 17 ANOVA particiona la variabilidad de gramos de KCl en partes separadas para cada uno de los efectos. Entonces la prueba de significancia estadística de cada efecto comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental. En este caso, 2 efectos tienen un valor-P menor que 0,05, indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95,0%.

El estadístico R-cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 98,7933% de la variabilidad en gramos de KCl. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 97.5866%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0,0134837. El error medio absoluto (MAE) de 0,00587755 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5,0%, no hay indicación de autocorrelación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5,0%.

Tabla N° 18. Coeficiente de regresión para gramos de cloruro de potasio.

Coeficiente	Estimado
Constante	26,8088
A:porcentaje de evaporación	-0,4625
B:Temperatura	-0,4813
AB	0,0086

Fuente. Coeficientes estimados por programa STATGRAPHICS.

Esta ventana despliega la ecuación de regresión que se ha ajustado a los datos. La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Gramos de KCl} = 26,8088 - 0,4625 \cdot \text{porcentaje de evaporación} - 0,4813 \cdot \text{Temperatura} + 0,0086 \cdot \text{porcentaje de evaporación} \cdot \text{Temperatura}$$

4.5. OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA

Meta: maximizar gramos de KCl

Valor óptimo = 1,06929

Tabla N° 19. Variables óptimas del proceso de cristalización.

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
porcentaje de evaporación	55,0	57,0	57,0
Temperatura	60,0	70,0	70,0

Fuente. Optimización de respuesta por programa STATGRAPHICS XVI.

La tabla N° 19, muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza la recuperación de cloruro de potasio a partir de salmuera Perka Platería. También muestra la combinación de factores a la cual se alcanza el óptimo. La máxima recuperación alcanzada es 1,06929 g de cloruro de potasio. Así mismo muestra las variables óptimas de porcentaje de evaporación 57% y temperatura de evaporación de 70°C.

Diagrama de Pareto Estandarizada para gramos de KCl

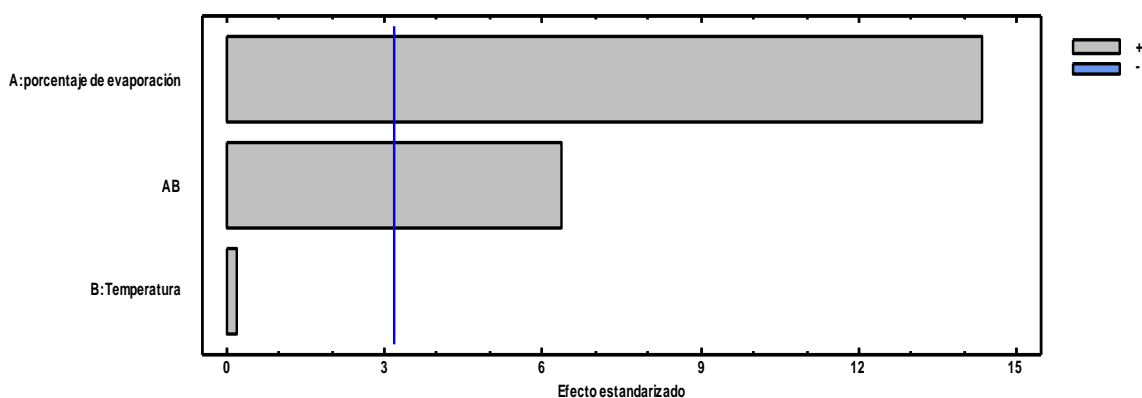


Figura N° 7. Diagrama de Pareto estandarizado.

El diagrama de Pareto de la figura N° 7, nos muestra los efectos de los factores en la cristalización fraccionada para la obtención de cloruro de potasio a partir de salmueras. El factor puro A (porcentaje de evaporación) tiene mayor efecto en la cristalización de cloruro de potasio. Seguido de la interacción AB, y el de menor efecto el factor puro B (temperatura de evaporación).

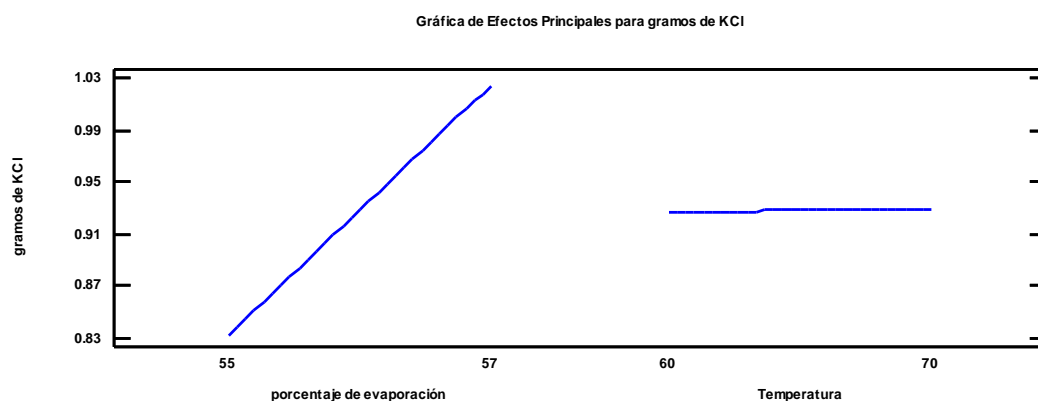


Figura N° 8. Efectos principales de cristalización de KCl.

La figura N° 8, nos indica los efectos principales de porcentaje de evaporación y temperatura de evaporación en la obtención de cloruro de potasio por cristalización fraccionada. El efecto porcentaje de evaporación se incrementa muy rápidamente en la obtención de cloruro de potasio y el efecto temperatura de evaporación se mantiene constante durante el proceso de cristalización.

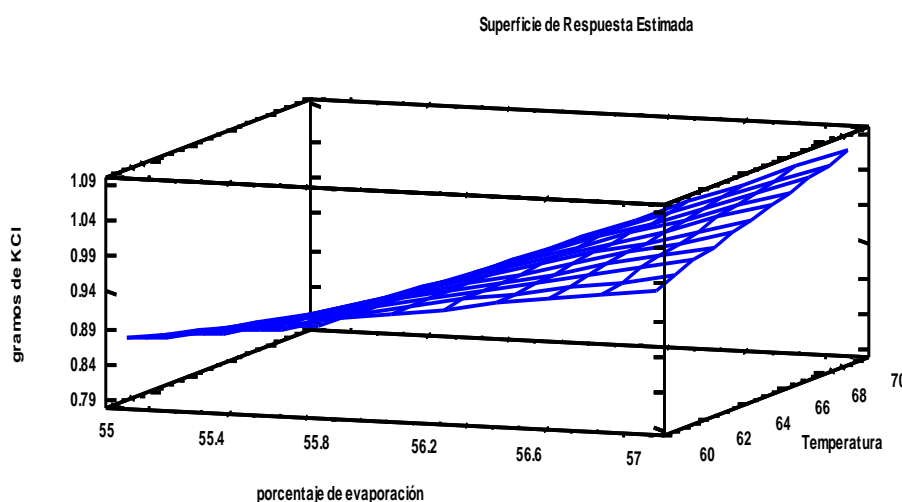


Figura N° 9. Superficie de respuesta

4.6. CRISTALIZACIÓN DE CLORURO DE POTASIO A PARTIR DE SALMUERA DE SAN JUAN DE SALINAS

Condiciones de operación

Volumen de salmuera: 100 mL

Concentración de K en salmuera: 18,36 g/L

Temperatura de evaporación: 60 y 70°C

Tabla N° 20. Cálculo de porcentaje de evaporación a 70°C salmuera San Juan de Salinas.

Volumen inicial (mL)	Volumen final (mL)	Volumen evaporado (mL)	% Evaporación	Concentración De K (g/L)
100	100	0	0	18,36
100	85	15	15	21,60
100	70	30	30	26,23
100	55	45	45	33,38
100	40	60	60	45,90

Fuente. Elaboración propia en base a resultados de pruebas de laboratorio.

Tabla N° 21. Curva de enfriamiento salmuera San Juan de Salinas.

Tiempo (min)	Temperatura (°C)	Concentración de KCl (g/L)
0	70	87,67
5	55	87,67
10	44	87,67
15	35	87,67
20	30	9,48
25	28	9,48
30	24	9,48
35	22	9,48
40	20	9,48

Fuente. Elaboración propia en base a medición de temperatura en laboratorio.

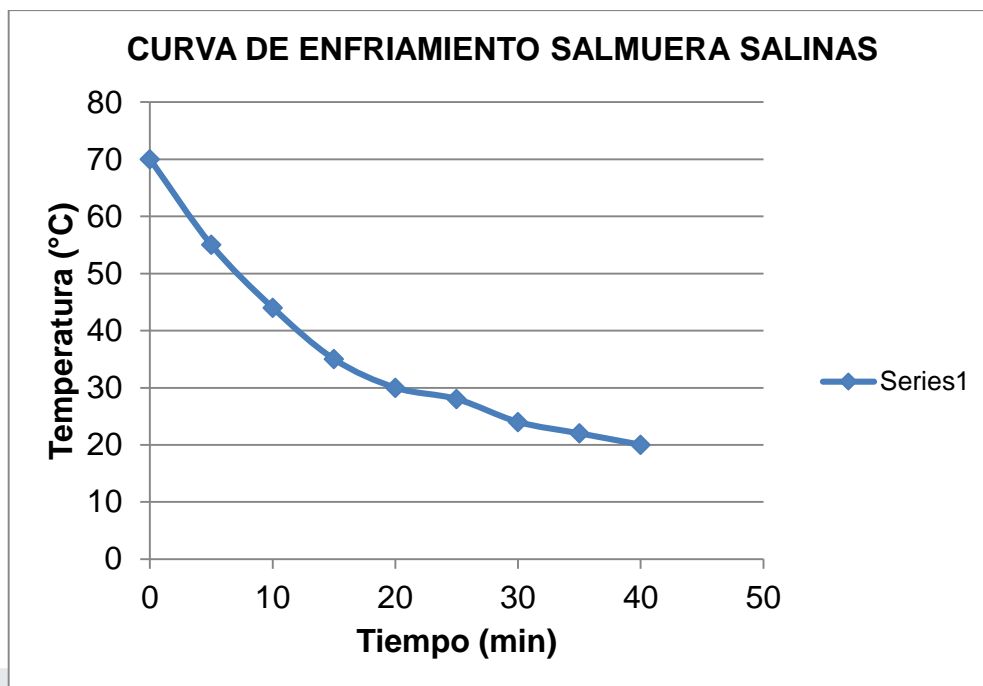


Figura N° 10. Curva de enfriamiento salmuera san juan salinas

En la figura N° 10, nuestra una gráfica de la temperatura frente al tiempo de enfriamiento, para una solución que contiene NaCl y KCl. Se observa la velocidad en el cual se solidifica el KCl a la temperatura de 30°C en un tiempo aproximado de 20 minutos. En seguida se observa el enfriamiento del sólido cristalizado de KCl, hasta temperatura de 20°C, mientras el NaCl se mantiene en solución sin cristalizar.

Tabla N° 22. Curva de saturación salmuera San Juan de Salinas.

Temperatura (°C)	Concentración de k (g/L)	Concentración de KCl (g/L)
15	33,40	63,79
30	35,57	67,94
52	40,13	76,65
70	45,90	87,67

Fuente. Elaboración propia en base a resultados de ensayos de laboratorio.

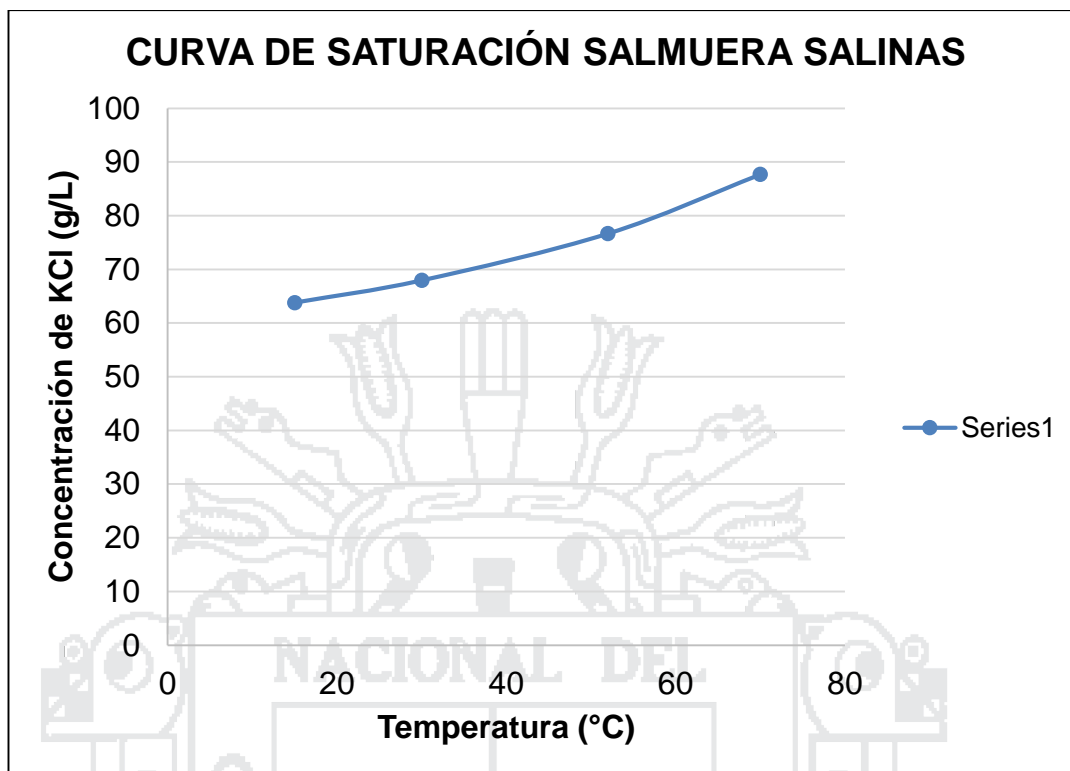


Figura N° 11. Curva de saturación salmuera san juan salinas.

En la figura N° 11, se observa la gráfica de concentración de KCl en función de la temperatura. Se evapora el agua de la disolución desde 15°C a medida que se incrementa la temperatura de evaporación la concentración aumenta hasta 70°C, a esta temperatura se satura el KCl, desde 63,79 g/L hasta 87,67 g/l de KCl. La solución saturada es cristalizada por enfriamiento espontáneo.

Tabla N° 23. Cálculo de la cantidad de KCl en salmuera San Juan de Salinas.

Volumen de salmuera (mL)	Concentración de K en salmuera (g/L)	Cantidad de K en salmuera (g)	Cantidad de KCl en salmuera (g)
100	18,36	1,836	3,500

Fuente. Elaboración propia en base a análisis de potasio por fotometría de llama.

Cálculo de KCl en salmuera salina

Peso molecular de KCl: 74,55 g/mol

Peso Atómico de K: 39,10

$$\frac{74,55 \text{ g KCl}}{39,10 \text{ g K}} \times 1,836 \text{ g K} = 3,50 \text{ g KCl}$$

Tabla N° 24. Resultados de la prueba experimental.

N°	Cantidad de KCl en salmuera (g)	Porcentaje de evaporación (%)	Temperatura de evaporación (°C)	Peso de KCl obtenido por cristalización (g)
1	3,50	58	60	2,853
2	3,50	60	60	3,100
3	3,50	58	70	2,972
4	3,50	60	70	3,150
5	3,50	59	65	2,946
6	3,50	59	65	2,962
7	3,50	59	65	2,945

Fuente. Elaboración propia en base a resultados obtenidos en laboratorio.

En la tabla N° 24, nos muestra los resultados obtenidos por cristalización fraccionada en gramos de cloruro de potasio a partir de la salmuera San Juan de Salinas. Además nos muestran los porcentajes de evaporación y temperatura de evaporación.

Tabla N° 25. Efectos estimados para gramos de KCl.

Efecto	Estimado	Error Estd.	V.I.F.
Promedio	2,98971	0,0195797	
A: Porcentaje de evaporación	0,2125	0,0518031	1,0
B: Temperatura	0,0845	0,0518031	1,0
AB	-0,0345	0,0518031	1,0

Fuente. Efectos estimados por programa STATGRAPHICS XVI.

Esta tabla N° 25, muestra las estimaciones para cada uno de los efectos estimados y las interacciones. También se muestra el error estándar de cada uno de estos efectos, el cual mide su error de muestreo. Note también que el

factor de inflación de varianza (V.I.F.) más grande, es igual a 1,0. Para un diseño perfectamente ortogonal, todos los factores serían igual a 1. Factores de 10 o más normalmente se interpretan como indicativos de confusión seria entre los efectos.

Para graficar los estimados en orden decreciente de importancia, seleccione Diagrama de Pareto de la lista de Opciones Gráficas. Para probar la significancia estadística de los efectos, seleccione Tabla ANOVA de la lista de Opciones Tabulares. Puede retirar efectos significativos pulsando el botón secundario del ratón, seleccionando Opciones de Análisis, y pulsando el botón de Excluir.

4.7. ANÁLISIS DE VARIANZA

Tabla N° 26. Análisis de varianza para gramos de cloruro de potasio.

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Porcentaje de evaporación	0,0451562	1	0,0451562	16,83	0,0262
B:Temperatura	0,00714025	1	0,00714025	2,66	0,2014
AB	0,00119025	1	0,00119025	0,44	0,5531
Error total	0,00805068	3	0,00268356		
Total (corr.)	0,0615374	6			

Fuente. Análisis de varianza calculada por programa STATGRAPHICS XVI.

R-cuadrada = 86,9174 porciento

R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 73,8349 porciento

Error estándar del est. = 0,0518031

Error absoluto medio = 0,0331837

Estadístico Durbin-Watson = 3,46609 (P=0,9933)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0,837766

La tabla N° 26, ANOVA particiona la variabilidad de gramos de KCl en partes separadas para cada uno de los efectos. Entonces prueba la significancia

estadística de cada efecto comparando su cuadrado medio contra un estimado del error experimental. En este caso, 1 efectos tienen un valor-P menor que 0,05, indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95,0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 86,9174% de la variabilidad en Gramos de KCl. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 73,8349%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0,0518031. El error medio absoluto (MAE) de 0,0331837 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo. Puesto que el valor-P es mayor que 5,0%, no hay indicación de autocorrelación serial en los residuos con un nivel de significancia del 5,0%.

Tabla N° 27. Coeficiente de regresión para gramos de cloruro de potasio.

Coeficiente	Estimado
Constante	-17,059
A: Porcentaje de evaporación	0,3305
B: Temperatura	0,212
AB	-0,00345

Fuente. Coeficientes estimados por programa STATGRAPHICS.

Esta ventana despliega la ecuación de regresión que se ha ajustado a los datos. La ecuación del modelo ajustado es

$$\text{Gramos de KCl} = -17,059 + 0,3305 * \text{Porcentaje de evaporación} + 0,212 * \text{Temperatura} - 0,00345 * \text{Porcentaje de evaporación} * \text{Temperatura}$$

4.8. OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA

Meta: maximizar gramos de KCl

Valor óptimo = 3,12096

Tabla N° 28. Variables óptimas del proceso de cristalización.

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Porcentaje de evaporación	58,0	60,0	60,0
Temperatura	60,0	70,0	70,0

Fuente. Optimización de respuesta por programa STATGRAPHICS XVI.

La tabla N°28, muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza la recuperación de cloruro de potasio a partir de salmuera San Juan de Salinas. También muestra la combinación de factores a la cual se alcanza el óptimo. La máxima recuperación alcanzada es 3,12096 g de cloruro de sodio. Así mismo muestra las variables óptimas de porcentaje de evaporación 60% y temperatura de evaporación de 70°C.

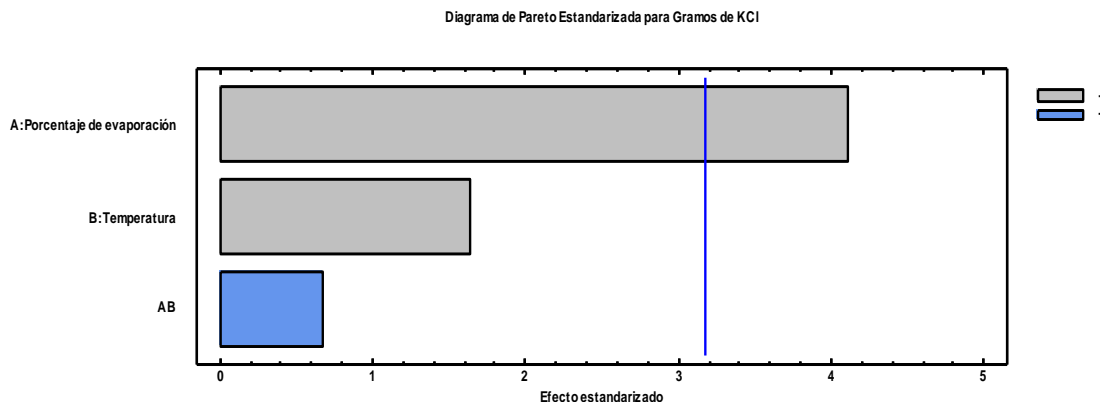


Figura N° 12. Diagrama de Pareto estandarizado.

El diagrama de Pareto de la figura N° 12, nos muestra los efectos de los factores en la cristalización fraccionada para la obtención de cloruro de potasio a partir de salmueras. El factor puro A (porcentaje de evaporación) tiene mayor efecto en la cristalización de cloruro de potasio. Seguido de factor puro B (temperatura de evaporación), y el de menor efecto la interacción AB.

Gráfica de Efectos Principales para Gramos de KCl

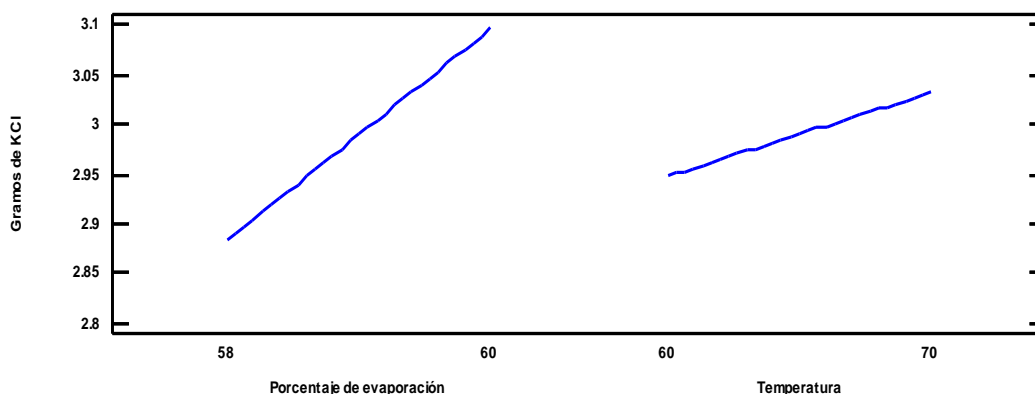


Figura N° 13. Efectos principales de cristalización de KCl.

La figura N° 13, nos indica los efectos principales de porcentaje de evaporación y temperatura de evaporación en la obtención de cloruro de potasio por cristalización fraccionada. El efecto porcentaje de evaporación se incrementa rápidamente en la obtención de cloruro de potasio y el efecto temperatura de evaporación se incrementa lentamente durante el proceso de cristalización.

Superficie de Respuesta Estimada

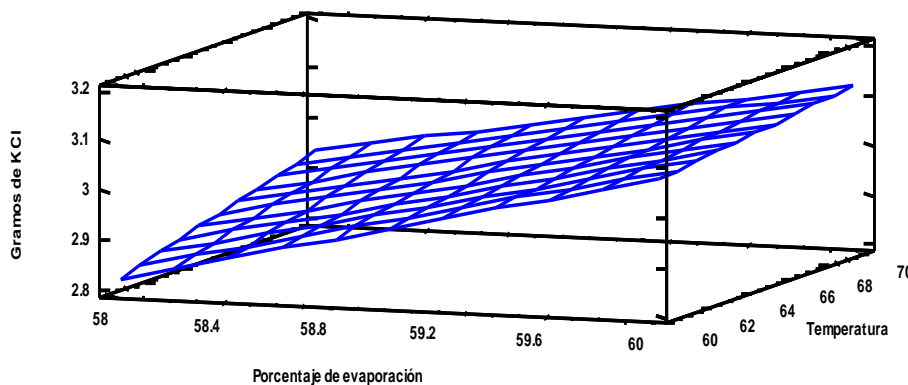


Figura N° 14. Superficie de respuesta.

CARACTERÍSTICAS DE PRODUCTO

Cloruro de potasio obtenido a partir de salmuera Salar de Perka Platería

- ✓ Aspecto: sólido en cristales
- ✓ Color: incoloro
- ✓ Olor: característico del producto
- ✓ Forma de cristalización: cúbica
- ✓ Pureza: 94% de KCl
- ✓ Densidad: 1,9534 g/cm³
- ✓ Índice de refracción: 1,4435
- ✓ Solubilidad en agua a 20°C: 33,78 g de KCl/ 100 g de agua

Cloruro de potasio obtenido a partir de salmuera San Juan de Salinas

Azángaro

- ✓ Aspecto: sólido en cristales
- ✓ Color: incoloro
- ✓ Olor: característico del producto
- ✓ Forma de cristalización: cúbica
- ✓ Pureza: 92% de KCl
- ✓ Densidad: 1,9475 g/cm³
- ✓ Índice de refracción: 1,4418
- ✓ Solubilidad en agua a 20°C: 32,45 g de KCl/ 100 g de Agua

COMPARACION DE RESULTADOS

- Según Sarquis y Gonzales (2000), obtuvo más de 95% de pureza de cloruro de potasio.
- Gutiérrez (2001), estudió en la obtención de cloruro de potasio a partir de salmuera del salar de Uyuni-Bolivia ha recuperado con una pureza de 99% en la etapa de flotación.
- En los resultados de la presente trabajo de investigación se ha obtenido cloruro de potasio con una pureza de 94% a partir de salmuera Salar de Perka Platería. Mientras que a partir de salmuera San Juan de Salinas Azángaro se obtuvo con 92% de pureza.

CONCLUSIONES

- Se ha caracterizado las salmueras de San Juan de Salinas y salar de Perka Platería cuyos resultados fueron:

Salmuera Perka Platería

- ✓ Cloruros: 60,480 g/L
- ✓ Sulfatos: 28,800 g/L
- ✓ Calcio: 3,620 g/L
- ✓ Sodio: 15,02 g/L
- ✓ Potasio: 6,120 g/L

Salmuera San Juan de Salinas

- ✓ Cloruros: 165,95 g/L
- ✓ Sulfatos: 140,00 g/L
- ✓ Calcio: 15,26 g/L
- ✓ Sodio: 72,45 g/L
- ✓ Potasio: 18,41 g/L

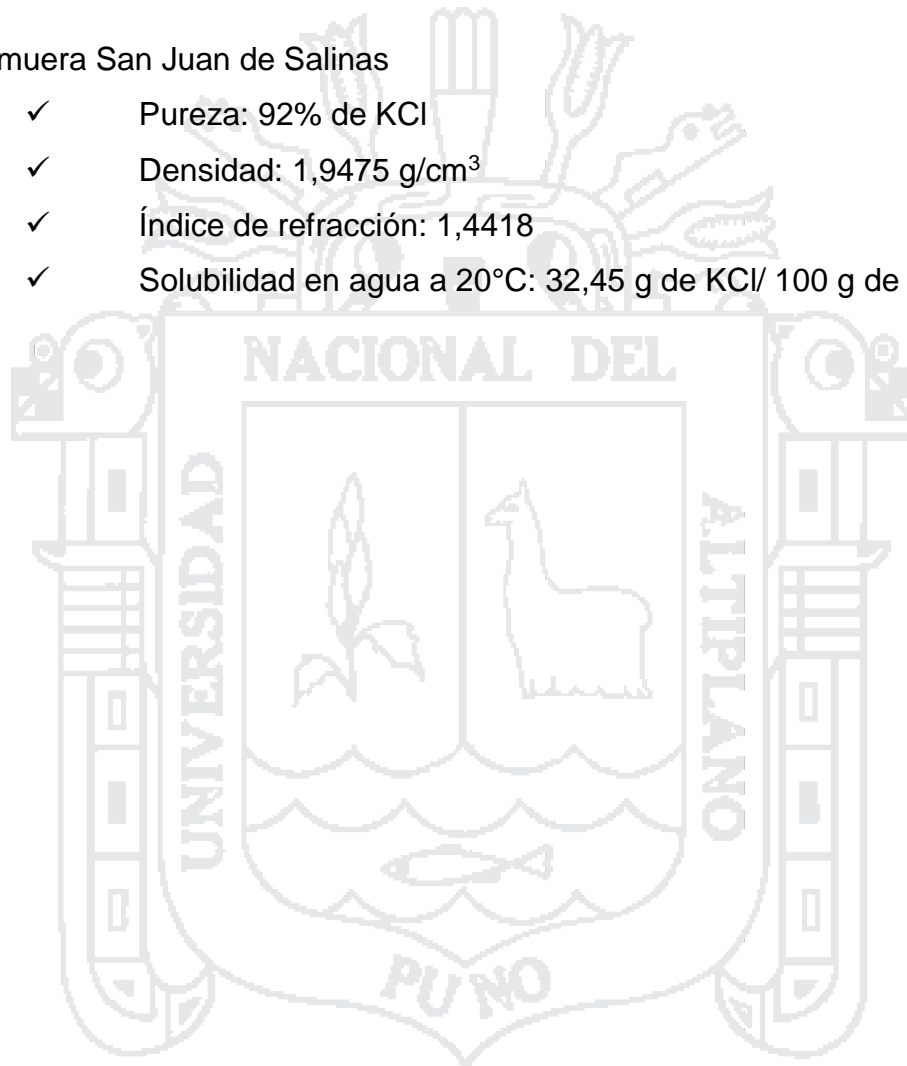
- El porcentaje de evaporación óptima en la obtención de cloruro de potasio a partir de salmueras salar de Perka platería fue de 57%. Y de San Juan de Salinas Azángaro fue de 60% de evaporación.
- La temperatura de evaporación adecuada en la obtención de cloruro de potasio a partir de las salmueras salar de Perka Platería y San Juan de Salinas Azángaro fueron de 70°C.
- El producto obtenido cloruro de potasio por cristalización fraccionada a partir de salmueras presentan características siguientes:

Salmuera Perka Platería

- ✓ Pureza: 94% de KCl
- ✓ Densidad: 1,9534 g/cm³
- ✓ Índice de refracción: 1,4435
- ✓ Solubilidad en agua a 20°C: 33,78 g de KCl/ 100 g de agua

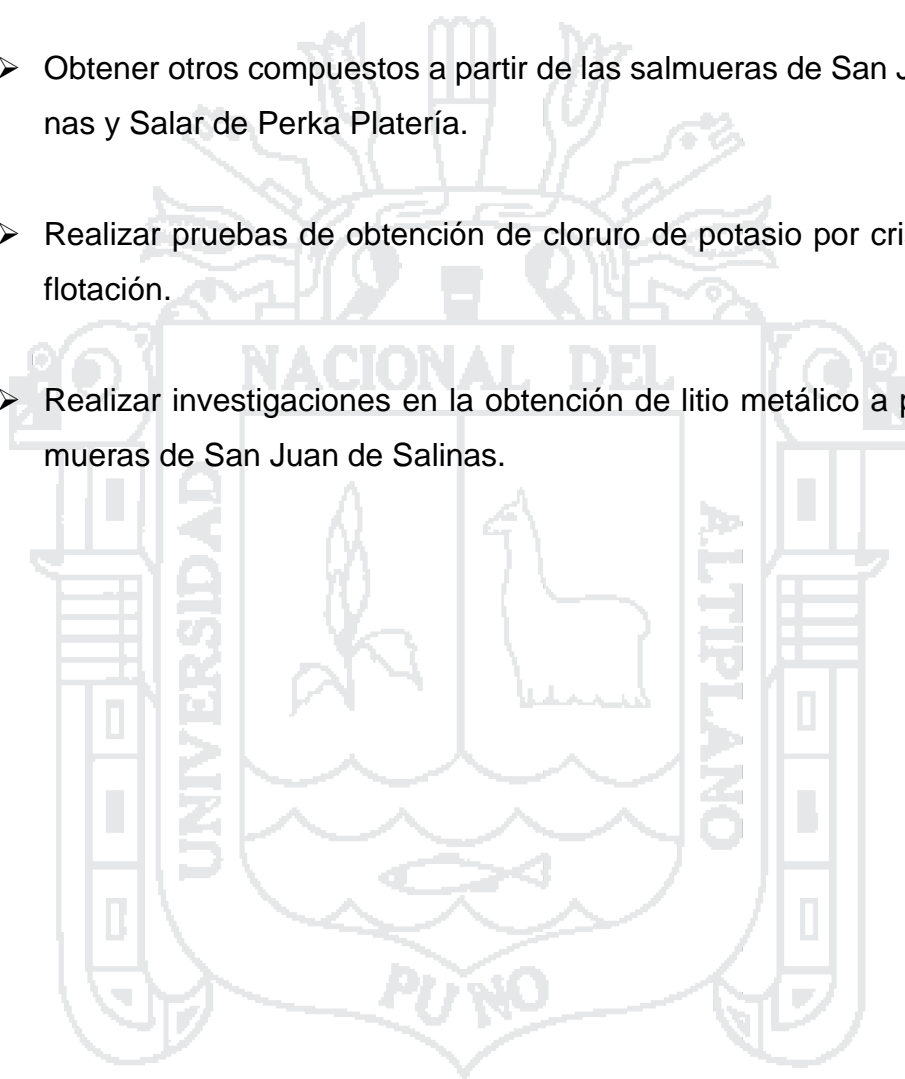
Salmuera San Juan de Salinas

- ✓ Pureza: 92% de KCl
- ✓ Densidad: 1,9475 g/cm³
- ✓ Índice de refracción: 1,4418
- ✓ Solubilidad en agua a 20°C: 32,45 g de KCl/ 100 g de Agua



RECOMENDACIONES

- Caracterizar las salmueras de San Juan de Salinas y Salar de Perka Platería por espectroscopia de emisión atómica, a fin de conocer la presencia de otros elementos.
- Obtener otros compuestos a partir de las salmueras de San Juan de Salinas y Salar de Perka Platería.
- Realizar pruebas de obtención de cloruro de potasio por cristalización y flotación.
- Realizar investigaciones en la obtención de litio metálico a partir de salmueras de San Juan de Salinas.



BIBLIOGRAFÍA

- Alonso, E., Gil, J., Gomez, A., (1990). "Flotación de sales solubles de potasio". IV Jornadas Argentinas de Ingeniería de Minas, Jujuy, Argentina: 293-313.
- Arce, S., N. (1997). Obtención de cloruro de litio contenido en la sal de la laguna salinera de San Juan de Salinas. Título para optar Ingeniero Químico, Universidad Nacional del Altiplano-Puno.
- Aguilar, P. (1973). Curso de Introducción a las ciencias Físicas, Editorial Reverté, S.A. México.
- Burriel, M., F., Lucena, C., F., (1989). "Química Analítica Cualitativa", Decimoctava edición, Ed. Thomson, España.
- Burns, M., Coates, G., Barnard, L., (1994). "Use of Jameson cell flotation technology at Cleveland Potash Ltd., North Yorkshire, England". Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy, Section C, Mineral Processing and Extractive Metallurgy, May-August (103): C162-C167.
- Chang, R. (2002). Química, séptima edición, McGraw-Hill, México.
- Cochran, W. G., Cox, G. M., (1997), Diseños experimentales, Trillas, 2da edición, México.
- Comisión Nacional de Investigaciones Espaciales, (1979). "Prospección de litio en la Puna". Argentina: 1-6.
- Evans, R. K., (1986). "Further developments of the Salar de Atacama, Chile". 7th Industrial Minerals International Congress, Monte Carlo: 87-91.
- Epstein, J. A., Altaras, D., Feist, E. M., Rosenzweig, J. (1975). The recovery of potassium chloride from Dead Sea brines by precipitation and solvent extraction. Hydrometallurgy, 1, 39-50.
- Foot, D.G., Huiatt, J. L., Froisland, L.J., (1984). "Potash recovery from process and waste brines by solar evaporation and flotation". Bureau of Mines. RI/8911:1-26.
- Gaska, R.A., Goodenough, R. D., Stuart, G. A., (1965). "Ammonia as a solvent". Chemical Engineering Progress, 61(1): 139-144.
- Gutiérrez, B. W., (2001). Obtención del cloruro de potasio a partir de salmueras del salar de Uyuni. Universidad Técnica de Oruro, Bolivia.
- Hand Book of Extractive Metallurgy, (1997). Edited by Fathi Habashi, (4): 2035-2036, 2040, 2090- 2092, 2132, 2194-2196.

- Kunasz, I., (1983). "Lithium Raw Materials" Industrial Minerals and Rocks. 5th Edition, (2): 876.
- Kostick, D. S., (1994). "Soda Ash". En: Industrial Minerals and Rocks .6th Edition Donald D. Carr Senior Editor. AIME, 929-958.
- Laskowski, J., (1994). "Flotation of potash ores". Reagents for Better Metallurgy (P.S. Mulukutla, ed.), SME, Littleton: 225-243.
- Luna, C. C. (1982). Química Analítica Cuantitativa Mineral, segunda edición, Puno-Perú.
- Laskowski, J., Vurdela, R., Liu, Q., (1988). "The colloid chemistry of weak-electrolyte collector flotation". XVI International Mineral Processing Congress, Amsterdam: 703-714.
- Leutz, R., (1974). "The recovery of sodium chloride from sea water". International Journal of Mineral Processing, Revista, (2): 163-171.
- Miller, J., Yalamanchili, M., (1994). "Fundamental aspects of soluble salt flotation". Minerals Engineering, 2/3 (7): 305-317.
- Murray, J., Terry, L.S., (1971). "A method for sampling and analyzing trona dust". Bureau of mines. IR/7506: 1-4.
- PNUMA, (2010). Curso de capacitación en tratamiento de aguas residuales, Facultad de Ingeniería Química UNA-Puno.
- Panorama Minero, (1994). "El salar del hombre muerto", Revista, Marzo-Abril (180): 23-25.
- Panorama Minero, (1996). "Los avances del salar del hombre muerto", Revista, Septiembre (205): 60-65.
- Panorama Minero, (2002). "FMC-proyecto Fenix. Minera del altiplano S. A.", Revista, Julio (273): 18-22.
- Pawlik, M., Laskowski, J., Ansari, A., (2003). "Effect of carboxymethylcellulose and ionic strength on stability of mineral suspensions in potash ore flotation systems" J. of Colloid & Interface Science. (260): 251-258.
- Roman, R., Fuerstenau, M., Seidel, D., (1968). "Mechanisms of soluble salt flotation". Parte I, Trans AIME (241): 56-64.
- Skoog, D. Holler, Nieman T. (2001). Principio de Análisis Instrumental, España, 5^a Edición. – Mc Graw Hill.

- Sarquís, P., González, M., 2000. "Flotación de KCl a partir de sal recristalizada". VI Jornadas Argentinas de Tratamiento de Minerales, Salta, Argentina, (1): 195-200.
- Schultz, H.; Bauer, G.; Hagedorn, F.; Schmittinger, P., (1993). "Potassium Compounds". En: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Volume A22, Fifth Edition, 39-103.
- Sarquís, P., Lenzo, R., (1994). "Separación de silvita con colectores catiónicos". III Jornadas Argentinas de Tratamiento de Minerales, San Luis, Argentina: 153-156.
- Schubert, H., (1967). "What goes on during potash flotation". Engineering and Mining Journal, 168 (3): 94-97.
- The Industrial Minerals Handbook III. (1992). "Lithium Minerals and Brines": 113-116. Ting, A.M., Lynn, S., Praustnitz, J.M., "Liquid-liquid equilibria for aqueous systems containing N, N- diethymethylamine and sodium chloride or sodium sulfate". Journal of Chemical Engineering Data, 37 (2): 252-259.
- Titkov, S., Sabirovb, R., Panteleevaa, N., (2003). "Investigations of alkylmorpholines, collectors for a new halite flotation process". Minerals Engineering, 16 (11): 11661-11666.
- Tavaré, N .S. (1995). *Cristalización Industrial*, Editorial reverté, S.A. Nueva York.
- Wang, Q., Alonso, E., Laskowski, J., (1995). "The effect of frothers on potash ore flotation". Proceedings of the XIX International Mineral Processing Congress, Flotation Operating Practices and Fundamentals-San Francisco, USA, (3): 49-53.
- Yalamanchili, M., Kellar, J., Miller, J., (1993). "Adsorption of collector colloids in the flotation of alkali halide particles". International Journal of Mineral Processing, (39): 137-153.
- Yalamanchili, M., Miller, J., (1995). "Removal of insoluble slimes from potash ore by air-sparged hydrocyclone flotation". Minerals Engineering, 1/2 (8): 169-177.





Universidad Nacional del Altiplano - Puno
 FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
 LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD



LQ-2016 N0801

Certificado de Análisis

ASUNTO : Análisis Físico Químico de AGUA: Lago San Juan de Salinas
PROCEDENCIA : Lago San Juan de Salinas, Distrito de Azángaro, Provincia de Azángaro
INTERESADO : Bach. Cesar Felipe Velarde Calla
MOTIVO : Ejecución de tesis
MUESTREO : 08/11/2015, por el interesado
ANÁLISIS : 13/11/2015
COD. MUESTRA: B - 2015/02

CARACTERÍSTICAS ORGANOLEPTICAS:

ASPECTO : Líquido
COLOR : Incoloro
OLOR : Inodoro

CARACTERÍSTICAS FÍSICO - QUÍMICAS

PARÁMETROS	UNIDAD	RESULTADOS	METODO
Dureza Total como CaCO ₃	g/L	189.80	Volumétrico
Alcalinidad como CaCO ₃	g/L	4.707	Volumétrico
Cloruros como Cl ⁻	g/L	165.95	Volumétrico
Sulfatos como SO ₄ ²⁻	g/L	140.00	Volumétrico
Magnesio como Mg ⁺⁺	g/L	55.39	Volumétrico
Calcio como Ca ⁺⁺	g/L	15.26	Fotometría de llama
Sodio como Na ⁺	g/L	72.45	Fotometría de llama
Potasio como K ⁺	g/L	18.41	Fotometría de llama
Litio como Li ⁺	g/L	0.5	Fotometría de llama

Puno, C.U. 06 de Octubre de 2016.



[Signature]
 M. Sc. Edith Tello Palma
 DECANA F.I.Q.



Universidad Nacional del Altiplano - Puno
 FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
 LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD



LQ-2016 N°986

Certificado de Análisis

ASUNTO : Análisis Físico Químico de AGUA: LAGO-PERKA PLATERIA
PROCEDENCIA : Lago Perka, Distrito de Platería, Provincia de Puno - Puno
INTERESADO : Bach. Cesar Felipe Velarde Calla
MOTIVO : Ejecución de tesis
MUESTREO : 10/11/2015, por el interesado
ANÁLISIS : 12/11/2015
COD. MUESTRA: B - 2015/01

CARACTERÍSTICAS ORGANOLEPTICAS:

ASPECTO : Líquido
COLOR : Incoloro
OLOR : Inodoro

CARACTERÍSTICAS FÍSICO - QUÍMICAS

PARÁMETROS	UNIDAD	RESULTADOS	METODO
Dureza Total como CaCO ₃	g/L	9.804	Volumétrico
Alcalinidad como CaCO ₃	g/L	0.764	Volumétrico
Cloruros como Cl ⁻	g/L	60.480	Volumétrico
Sulfatos como SO ₄ ²⁻	g/L	20.800	Volumétrico
Magnesio como Mg ⁺⁺	g/L	0.286	Volumétrico
Calcio como Ca ⁺⁺	g/L	3.620	Fotometría de llama
Sodio como Na ⁺	g/L	15.02	Fotometría de llama
Potasio como K ⁺	g/L	6.120	Fotometría de llama
Litio como Li ⁺	g/L	0.2	Fotometría de llama

Puno, C.U. 06 de Octubre de 2016.



M. Sc. Edith Tello Palma
 DECANA F.I.Q.



Universidad Nacional del Altiplano - Puno
 FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
 LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD



N0875

LQ-2016

Certificado de Análisis

ASUNTO : Análisis Físico Químico de: CLORURO DE POTASIO / KCl
PROCEDENCIA : Salmuera Salar de Perka - Platería, San Juan de Salinas-Azángaro-Puno
INTERESADO : Bach. Felipe Velarde Calla
MOTIVO : Control de calidad
MUESTREO : 03/10/2015, por el interesado
ANÁLISIS : 05/10/2016
COD. MUESTRA: B - 2045

CARACTERÍSTICAS FÍSICO - QUÍMICAS

Parámetro	KCl de salmuera Salar de Perka Platería-Puno	KCl de salmuera San Juan de Salinas-Azángaro	Unidades
Aspecto	Sólidos en cristales	Sólidos en cristales	S/U
Color	Incoloro	Incoloro	S/U
Olor	Característico	Característico	S/U
Forma de cristalización	Cúbica	Cúbica	S/U
Pureza de KCl	94	92	%
Densidad	1,9534	1,9475	g/cm ³
Índice de refracción	1,4435	1,4418	ns
Solubilidad en agua	33,78	32,45	g de KCl/100g de agua

Puno, C.U. 22 de diciembre de 2016.
 VºBº

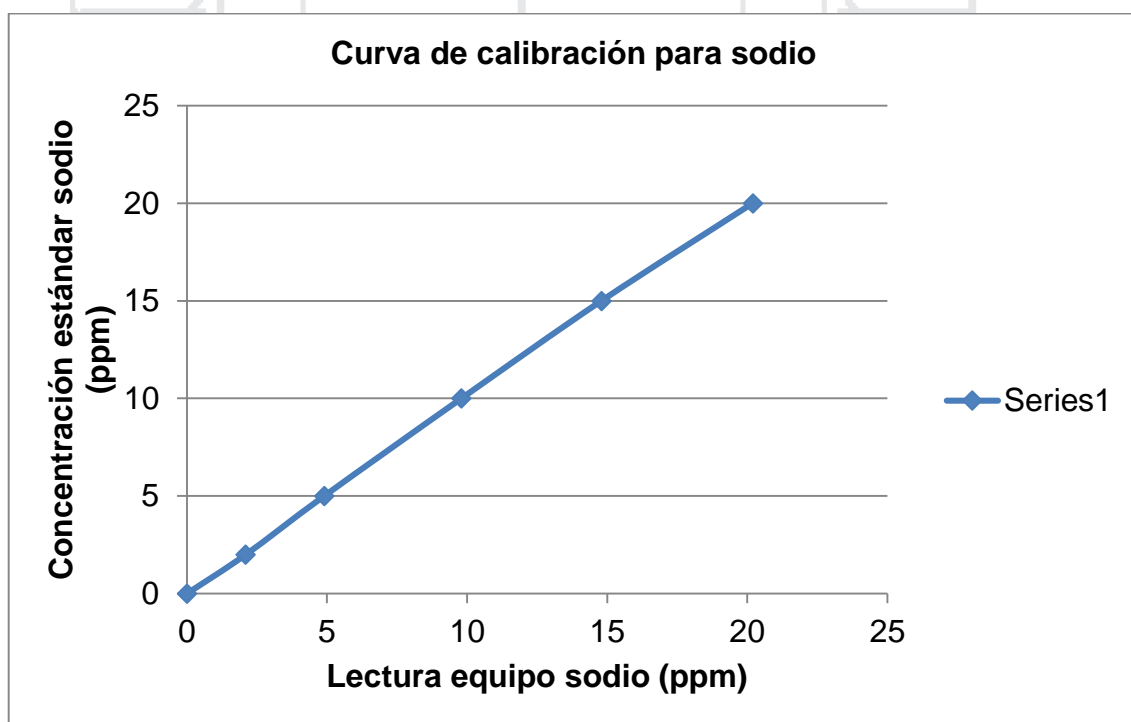


[Firma]
 Ing. M. Sc. Edith Tello Palma
 DECANA F.I.Q.

CURVA DE CALIBRACIÓN PARA SODIO

N° Estándares	Concentración de la solución estándar sodio (ppm)	Lectura en equipo fotómetro de llama (ppm)
1	0	0
2	20	20,1
3	40	40,5
4	60	60,2
5	80	80,1
6	100	99,8

Fuente: Elaboración propia en base a resultados obtenidos del equipo fotómetro de llama.

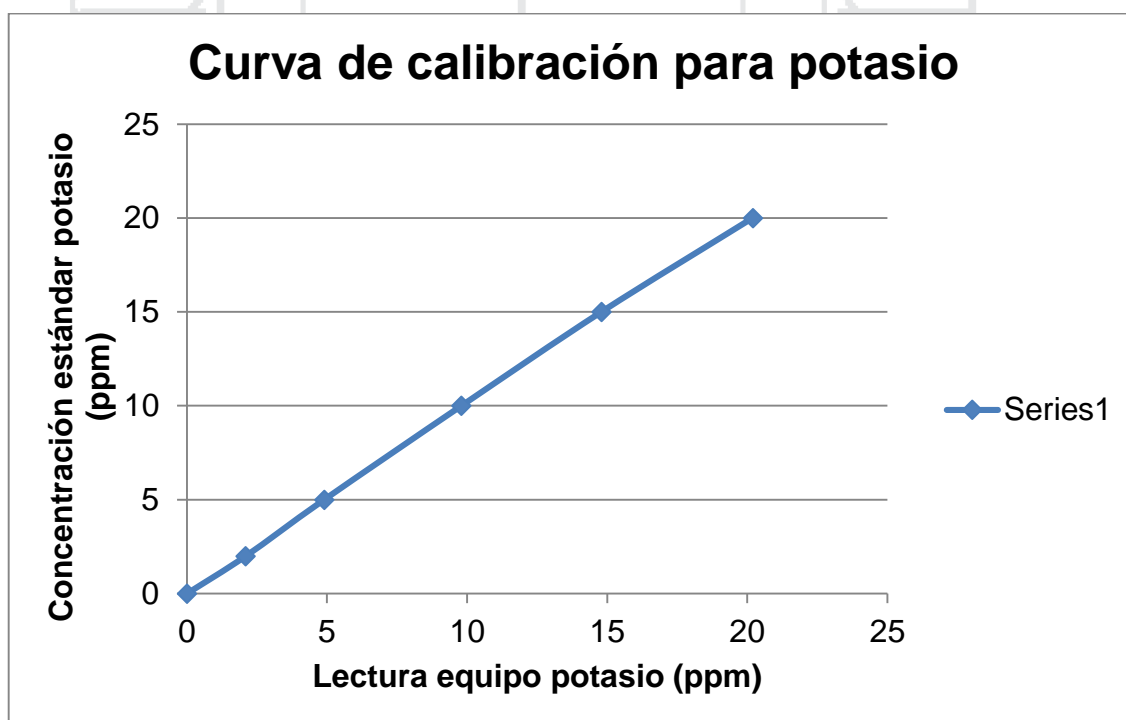


Fuente: Elaboración propia.

CURVA DE CALIBRACIÓN PARA POTASIO

N° Estándares	Concentración de la solución estándar potasio (ppm)	Lectura en equipo fotómetro de llama (ppm)
1	0	0
2	20	19,8
3	40	40,2
4	60	60,1
5	80	80,3
6	100	99,5

Fuente: Elaboración propia en base a resultados obtenidos del equipo fotómetro de llama.

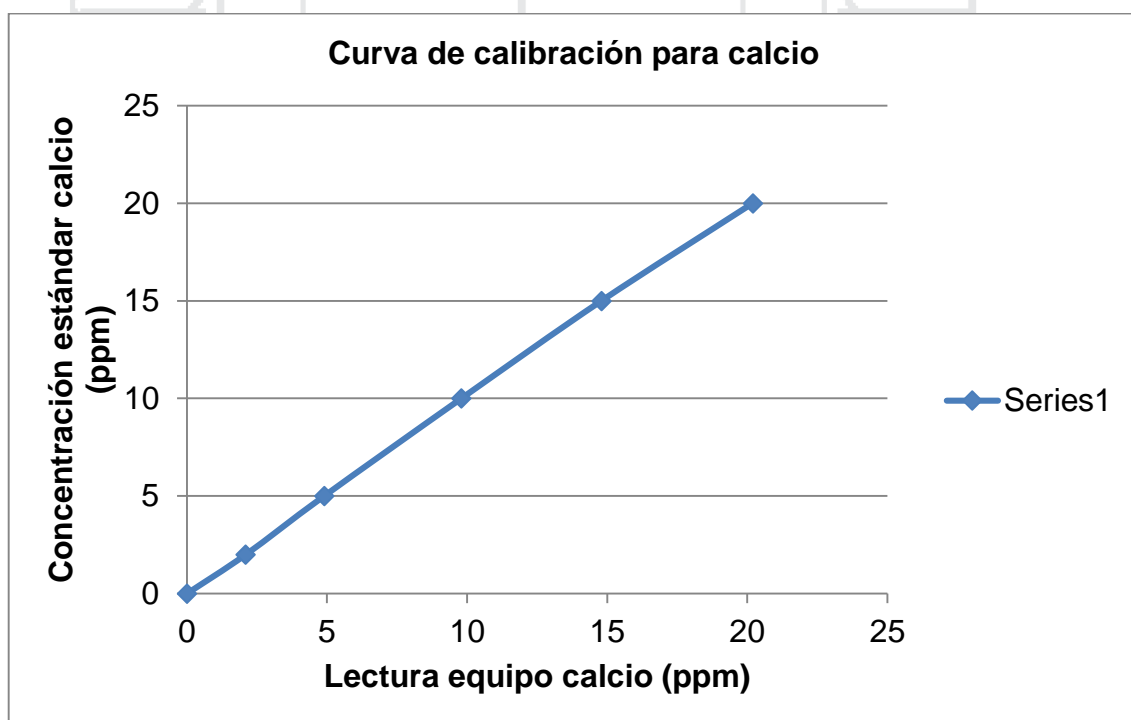


Fuente: Elaboración propia.

CURVA DE CALIBRACIÓN PARA CALCIO

N° Estándares	Concentración de la solución estándar calcio (ppm)	Lectura en equipo fotómetro de llama (ppm)
1	0	0
2	20	20,2
3	40	40,1
4	60	59,5
5	80	79,6
6	100	99,8

Fuente: Elaboración propia en base a resultados obtenidos del equipo fotómetro de llama.

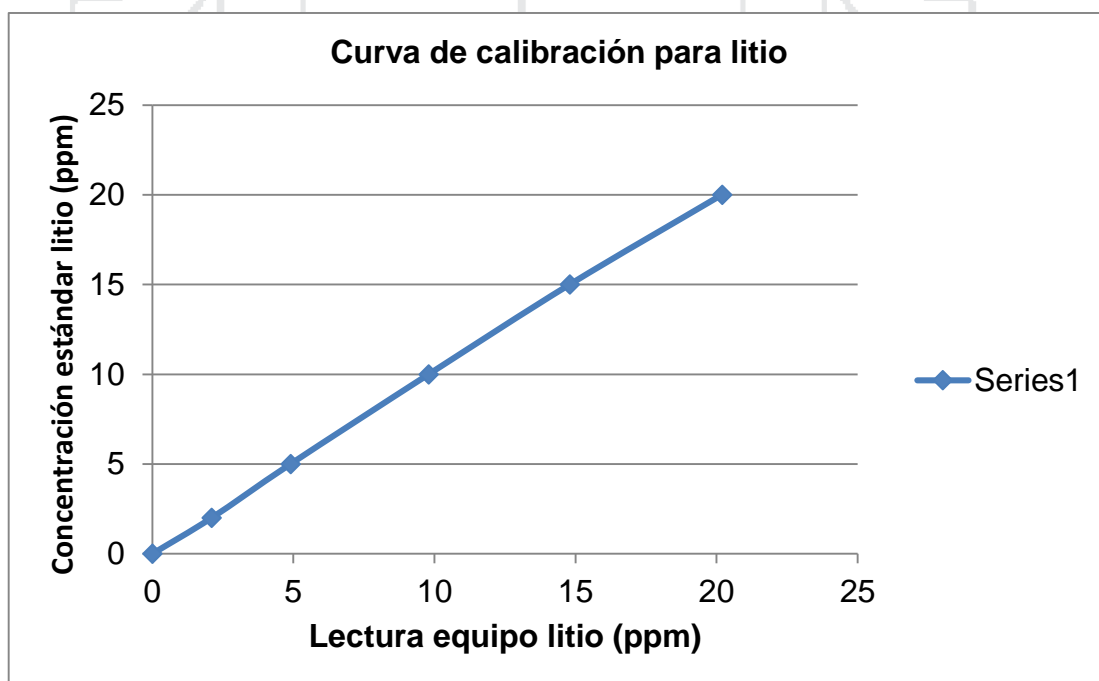


Fuente: Elaboración propia.

CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LITIO

N° Estándares	Concentración de la solución estándar litio (ppm)	Lectura en equipo fotómetro de llama (ppm)
1	0	0
2	2	2,1
3	5	4,9
4	10	9,8
5	15	14,8
6	20	20,2

Fuente: Elaboración propia en base a resultados obtenidos del equipo fotómetro de llama.



Fuente: Elaboración propia.

CURVA DE CALIBRACIÓN PARA SULFATOS

N° Estándares	Concentración de la solución estándar sulfato (ppm)	Absorbancia
1	0	0
2	10	0,06
3	15	0,09
4	20	0,12
5	25	0,15
6	30	0,18

Fuente: Elaboración propia en base a resultados obtenidos del equipo fotómetro de llama



FOTOS



FOTO 01. EVAPORACION DE LA MEZCLA DE KCl y NaCl (ENSAYO)



FOTO 02: MEDICION DE LA TEMPERATURA ÓPTIMA DE CRISTALIZACION



FOTO 03. MEDICION DE LA TEMPERATURA OPTIMA 70°C

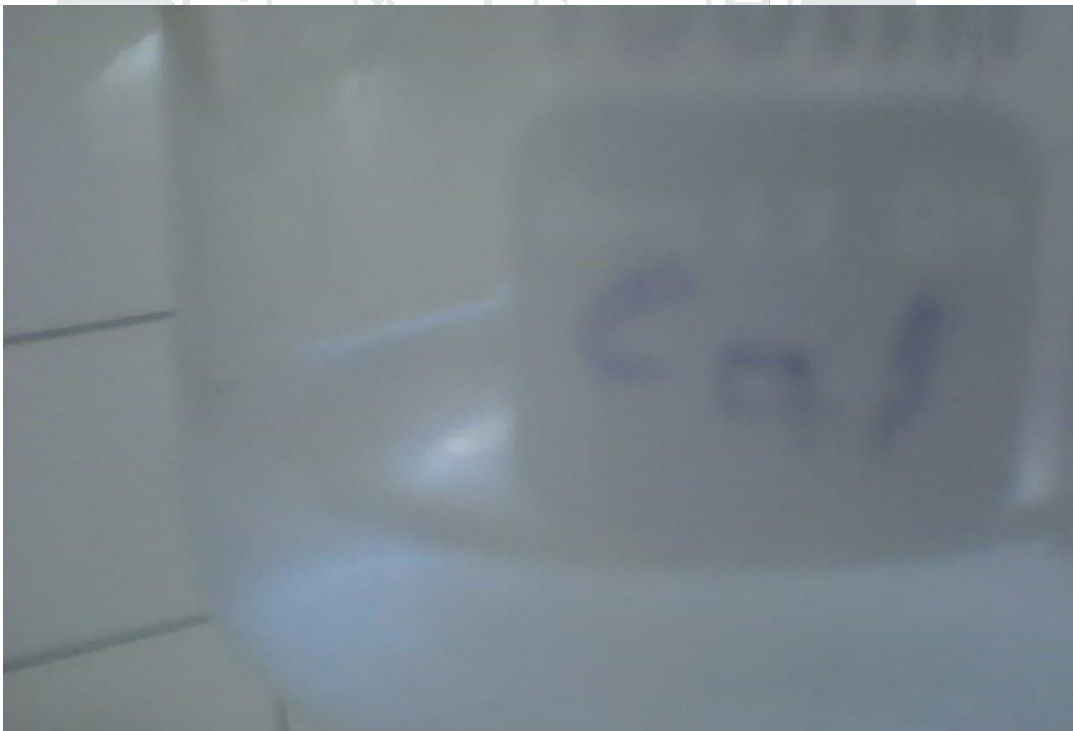


FOTO 04. PRUEBA CON LECHADA DE CAL

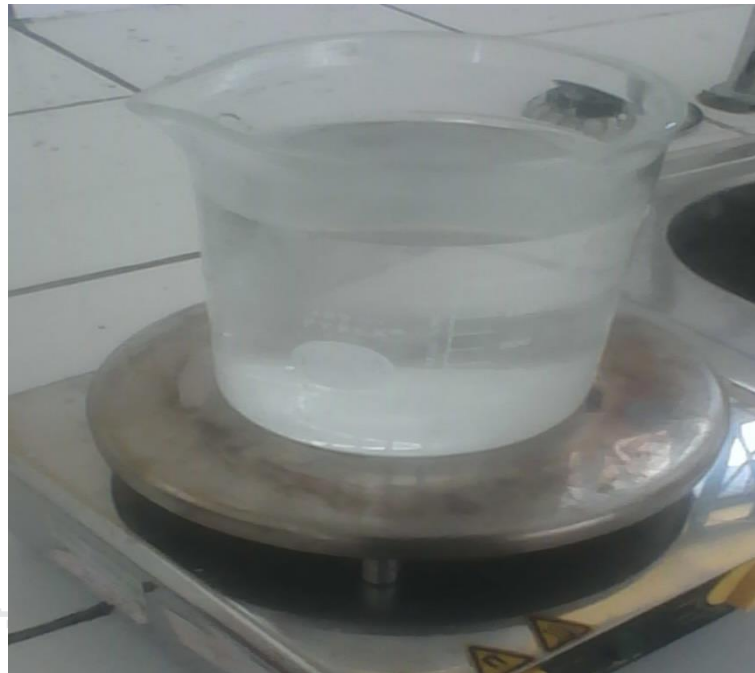


FOTO 05. PRUEBA CON HIDROXIDO DE AMONIO



FOTO 06. EVAPORACION DE LAS MUESTRAS



FOTO 07. FORMACION DE CRISTALES DE KCl

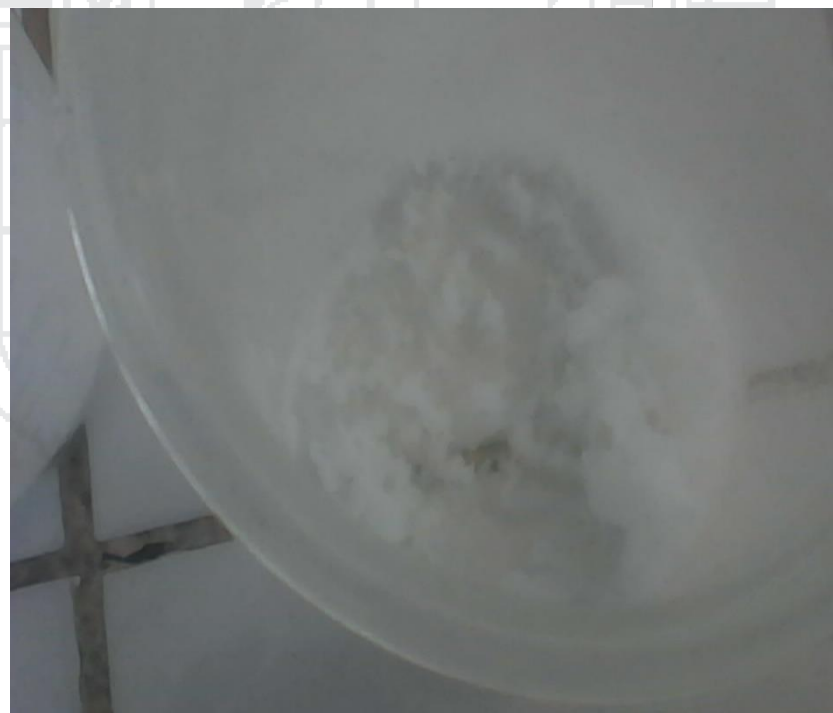


FOTO 08. FORMACION DE CRISTALES



FOTO 09. PRUEBA CON CLORURO DE BARIO



FOTO 10. FORMACION DE CRISTALES EN FRIO