

UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



**OBTENCIÓN DE CLORURO DE SODIO (NaCl) POR
ELECTROCRISTALIZACIÓN A PARTIR DE UNA SALMUERA MARINA**

REALIZADO POR:

**ROSELYN ALEXANDRA FERNÁNDEZ CIPRIANI
CARLOS GREGORIO VÁSQUEZ ROSAS**

Trabajo de grado presentado ante la Universidad de Oriente como
requisito parcial para optar al título de:

INGENIERO QUÍMICO

PUERTO LA CRUZ, NOVIEMBRE DE 2011

UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



**OBTENCIÓN DE CLORURO DE SODIO (NaCl) POR
ELECTROCRISTALIZACIÓN A PARTIR DE UNA SALMUERA MARINA**

ASESOR ACADÉMICO

Ing. Quim. Frank Parra

PUERTO LA CRUZ, NOVIEMBRE DE 2011

UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE ANZOÁTEGUI
ESCUELA DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA



**OBTENCIÓN DE CLORURO DE SODIO (NaCl) POR
ELECTROCRISTALIZACIÓN A PARTIR DE UNA SALMUERA MARINA**

JURADO

Ing. Quím. Frank Parra
Asesor Académico

Ing. Quím. Fidelina Moncada M. Sc
Jurado Principal

Ing. Quím. Ana Colmenares
Jurado Principal

PUERTO LA CRUZ, NOVIEMBRE DE 2011

RESOLUCIÓN

De acuerdo al artículo 41 del Reglamento de Trabajo de Grado de la Universidad de Oriente:

“Los trabajos de grado son de la exclusiva propiedad de la Universidad de Oriente y sólo podrán ser utilizados para otros fines con el consentimiento del Concejo de Núcleo respectivo, quién lo participará al Concejo Universitario”

DEDICATORIA

Primeramente a ti Dios Todopoderoso, que me distes la oportunidad de vivir y de regalarme una familia unida... que siempre has estado y estarás acompañándome en todo momento... que me iluminaste y distes fortaleza en mis momentos de flaqueza.

Con mucho amor a mis padres, que me dieron la vida y han estado conmigo en todo momento... gracias por todo papá (Alejandro) y mamá (Rosa), por darme una carrera para mi futuro y por creer en mí; aunque hemos pasado momentos difíciles, siempre han estado apoyándome y brindándome todo su amor... por todo esto les agradezco de todo corazón, el que estén conmigo...a mi lado..... Los quiero con todo mi corazón y éste trabajo que me llevó años lograrlo, es para ustedes, aquí esta lo que me brindaron, solamente estoy empezando a devolverles lo que ustedes me dieron en un principio... Sin ustedes; no hubiese podido lograr ésta meta!

LOS AMO.....!!!

A mis hermanos, Javier, María y Alejandrino, gracias por estar conmigo, escucharme y apoyarme siempre.... a mi sobrinita Valeria por ser un rayito de luz y alegría en mi vida....los quiero muchísimo!

A mis tíos Carlos y Nelly, por ser unas bellas personas, siempre pendientes de mí y brindándome todo el amor y apoyo que pueden darme, son parte importante de mi vida....Los quiero mucho!

Y no podía dejar a de nombrar a esas personas que estuvieron conmigo muchos años y que querían verme lograr ésta meta brindándome

mucho amor y consejos... mi tía-abuela Teresa y mi tío Poli....quienes desde el cielo me bendicen...esto también es para ustedes...ojala pudieran estar aquí compartiendo esta alegría con nosotros... los extraño mucho...

Y a la Sra. Mirna...amiga incondicional y quien asumió parte de las responsabilidades de una madre en mis momentos de apuros y soledad al venirme a estudiar lejos de mi casa...

En fin, a todos... no me puedo despedir sin antes decirles, que sin ustedes a mi lado no lo hubiera logrado, tantas desveladas sirvieron de mucho...aquí está el fruto, les agradezco y dedico éste logro con toda mi corazón, por estar en mi vida y compartir momentos agradables y tristes, los cuales nos hacen crecer y valorar a las personas que nos rodean.....!

Roselyn Fernández

DEDICATORIA

A mi Dios y mi Santa Virgen del Valle, por haberme permitido cumplir a cabalidad mis metas; por darme las fortalezas cuando más lo necesite, por haberme dado salud para lograr mis objetivos, además de tu infinita bondad y amor, al mismo tiempo de cuidarme y guiarme siempre cuando tropezaba con las piedras del camino.

A mis padres José y Elidia por darme la vida, la educación y los buenos principios. Por apoyarme y darme los consejos cuando los necesitaba, mamá mil gracias por ser padre y madre al mismo tiempo...

A mis hermanos José, Elidmar y Luis, por estar allí cuando los necesitaba, por escucharme y estar siempre pendientes.

A Roselyn Fernández, mil gracias por compartir estos cuatro años de larga y dura batalla pero al final lo conseguimos. Mil gracias por enseñarme y soportarme tanto tiempo, por saberme llevar y estar siempre ahí conmigo en todo momento, nunca olvidare todos los momentos compartidos, con la ayuda de los dos lo logramos! Es nuestro triunfo!

A Eduardo Díaz, con quien compartí mucho tiempo de alegrías y jodederas, gracias por tu apoyo, siempre estuviste dándome ánimo y fortaleza en los momentos difíciles.

Carlos Vásquez

AGRADECIMIENTO

Hace varios años que mi vida cambió por completo, jamás había tenido la intención, ni la más profunda sensación de vivir sola, quizás si hubiese sabido todas las carencias que me enfrentaría y los problemas que me acogerían, jamás lo hubiera intentado. No obstante, con el paso del tiempo se aprende que la felicidad es gratis y fiel compañera de todos los días.

Deseo agradecer profundamente a la casualidad que la vida me otorgó al haberme puesto en un hogar maravilloso al nacer, el cual recuerdo ahora de manera nostálgica. Sin el apoyo en todo sentido de mis padres y hermanos, el placer cotidiano de vivir sería simple monotonía. Es difícil imaginar cómo sería el andar cotidiano sin recordar su comprensión, su apoyo inmenso y su amor. Gracias a mis padres, hermanos y tíos-abuelos por compartir y dedicar gran parte de sus vidas conmigo... por darme aliento para la ardua tarea de caminar hacia la perspectiva de un nuevo día; de verdad serán inolvidables.

A mi compañero de tesis Carlos Vásquez, por estar siempre ahí conmigo en todo momento durante estos últimos casi 4 años de mi carrera, por su amistad, apoyo y porque a pesar de todos los momentos difíciles que tuvimos pudimos salir adelante con nuestro trabajo...que hoy vemos culminado.

Agradezco al profesor Frank Parra, tutor de Tesis, quien ha venido guiando desde hace varios años mi formación no solamente académica, sino como persona y amigo. De gran aprendizaje resultó para mí que la realización de ésta Tesis no haya tenido resultados inmediatos; muy por el contrario, en ocasiones no encontraba la llave mágica que abre las puertas hacia el camino de las soluciones. Prof. Frank muchas gracias por tener la

paciencia ante mis dudas y por escuchar atentamente los problemas que a lo largo de ésta Tesis surgieron.

A muchos que colaboraron y brindaron su apoyo en la realización de la tesis de una u otra forma, como la prof. Shirley Marfisi, el prof. Acosta, los Sres. Esnider Perales, Zorrilla, Carlos Guzmán (SACOSAL), y no podía faltar la Sra. Yamilet quien todos los días estaba pendiente y me recibía con un cafecito...entre otros que en estos momentos no recuerdo...mis disculpas...

Roselyn Fernández

AGRADECIMIENTO

A mis compañeros de estudio Richard, Lean, Thamara, entre otros...mil gracias por enseñarme cosas que aun no sabía, por ayudarme y darme el apoyo cuando lo necesite, con ustedes compartí mucho tiempo de estudios e información.

Al ingeniero Frank Parra, quien fue un artífice en este logro, mil gracias por apoyarnos en los momentos difíciles, mil gracias por ser el consejero y tutor, por sus buenos consejos y sabios conocimientos en el momento oportuno.

A David Silvestri, por estar siempre ahí entendiendo y apoyándome a lo largo de estos años de estudio.

A todos que de alguna u otra manera fueron y son promotores de este logro y que por motivos que aun yo desconozco se me pasaron por alto... Mil gracias...

En fin a mi querida Universidad de Oriente, que fue mi residencia durante mucho tiempo, agradecido eternamente por darme todos los conocimientos y enseñanzas necesarias para afrontar el nuevo reto laboral.

A todos ellos, mi reconocimiento y agradecimientos.....

Carlos Vásquez

RESUMEN

La presente investigación fue realizada en el laboratorio de Estudios Ambientales del Departamento de Ingeniería Química, de la universidad de Oriente, núcleo de Anzoátegui. Dicha investigación tiene como objetivo fundamental obtener cloruro de sodio (NaCl) por electrocristalización a partir de una salmuera marina. Para ello, la metodología consistió en la realización de varios experimentos y pruebas de laboratorio, utilizando una celda electrolítica formada por dos cubas, un puente salino, generador de corriente, electrodos de acero inoxidable y donde el electrolito utilizado fue la salmuera marina con 29 °Be proveniente de las salinas de Araya (SACOSAL), la corriente y el voltaje aplicado por el generador de corriente fueron variados en cada una de las pruebas realizadas logrando la cristalización y precipitación del cloruro de sodio; el cual, fue separado por filtración y secado. Luego se les aplicaron diversos análisis a los cristales depositados como lo son el de absorción atómica, titulación y turbidimetría para lograr determinar el contenido de sodio, magnesio, calcio, potasio, cloro y sulfato presentes en la muestra, así como también se les analizó a través de rayos X y con microscopía de barrido electrónico. En esta investigación se estudiaron tres variables fundamentales sobre la electrocristalización del cloruro de sodio, las cuales fueron: tiempo de electrocristalización, voltaje y corriente. Los resultados revelan que los valores más prometedores para estas variables son: 14 horas de electrocristalización, 18 voltios y 0,10 amperios respectivamente. Con estas condiciones, se obtuvo un rendimiento de cloruro de sodio de 32,58% con una pureza de 98,33%.

INDICE GENERAL

RESOLUCIÓN.....	IV
DEDICATORIA.....	V
DEDICATORIA.....	VII
AGRADECIMIENTO.....	VIII
AGRADECIMIENTO.....	X
RESUMEN	XI
INDICE GENERAL	XII
LISTA DE TABLAS.....	XVI
LISTA DE FIGURAS.....	XVIII
CAPITULO II	22
INTRODUCCIÓN.....	22
1.1 Introducción	22
1.2 Planteamiento del Problema.....	24
1.3 Objetivos.....	27
1.3.1 Objetivo General	27
1.3.2 Objetivos Específicos	27
CAPITULO II	28
MARCO TEÓRICO.....	28
2.1 Antecedentes	28
2.2 Electroquímica	30
2.2.1 Conductores de corriente eléctrica.....	30
2.2.1.1 Electrolitos	31
2.2.2 Ionización	32
2.2.3 Reacciones de óxido-reducción	33
2.3 Procesos de electrólisis	35
2.3.1 Celda electrolítica.....	36
2.3.1.1 Componentes de una celda electrolítica.....	36

2.3.1.2 Trayectoria de la corriente eléctrica	38
2.3.2 Leyes de Faraday.....	40
2.4 Salmueras marinas	43
2.4.1 Características de las salmueras marinas.....	44
2.5 Características del cloruro de sodio (NaCl).....	44
2.6 Operaciones unitarias necesarias para la obtención del cloruro de sodio (NaCl)	46
2.6.1 Cristalización	46
2.6.1.1 Factores que influyen en la formación de cristales	47
2.6.2 Filtración.....	48
2.6.3 Secado	49
2.7 Métodos analíticos requeridos para la identificación de cloruro de sodio (NaCl)	49
2.7.1 Absorción Atómica	50
2.7.2 Difracción de rayos X.....	50
2.7.2.1 Identificación de compuestos cristalinos por difracción de rayos X.....	51
2.7.2.2 Interpretación de los patrones de difracción	52
2.7.3 Fotomicrografía electrónica de barrido.....	53
CAPITULO III	55
MARCO METODOLÓGICO	55
3.1 Materia prima	55
3.2 Descripción del equipo experimental	55
3.2.1 Equipo para electrocristalización.....	56
3.2.2 Equipo de filtración.....	58
3.2.3 Equipo de secado.....	58
3.3 Procedimiento experimental.....	58
3.4 Procedimiento para llevar a cabo las corridas experimentales. ...	60

3.5	Análisis de la influencia del tiempo sobre el recobro de cloruro de sodio mediante electrocristalización.....	60
3.6	Determinar la combinación de corriente y voltaje aplicable a la salmuera marina para la electrocristalización de cloruro de sodio	62
3.7	Identificación de los cristales de cloruro de sodio obtenidos mediante difracción de rayos X	63
3.8	Estudio fotomicrográfico de los cristales obtenidos	64
3.9	Datos obtenidos	66
3.10.	Muestra de cálculo.....	70
3.10.1	Balance de masa.....	70
3.10.1.1	Balance de masa por componentes.....	70
3.10.1.2	Balance de masa en el licor.....	71
3.10.1.3	Balance de masa en el sólido	75
3.10.2	Porcentaje de rendimiento.....	77
3.10.2.1	Cálculo del recobro teórico	78
3.10.2.2	Cálculo del recobro real de NaCl	78
3.10.2.3	Cálculo del porcentaje de rendimiento.....	79
CAPITULO IV		80
DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES.....		80
4.1	INFLUENCIA DEL TIEMPO SOBRE EL RECOBRO DE CLORURO DE SODIO MEDIANTE ELECTROCRISTALIZACIÓN.....	80
4.2.	DETERMINACIÓN DE LA COMBINACIÓN DE CORRIENTE Y VOLTAJE APLICABLE A LA SALMUERA MARINA PARA LA ELECTROCRISTALIZACIÓN DE CLORURO DE SODIO	90
4.3.	IDENTIFICACIÓN DE LOS CRISTALES OBTENIDOS DE CLORURO DE SODIO MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X	96
4.4.	CONCLUSIONES	
113		
BIBLIOGRAFÍA		115

ANEXO A	117
ANÁLISIS QUÍMICOS.....	118
TABLAS DE RESULTADOS.....	124
ANEXO B	130
B.1.- ANÁLISIS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X	131
B.2.- ANÁLISIS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	131
METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:	132

LISTA DE TABLAS

Tabla 3.1 Densidad y composición iónica de la salmuera	55
Tabla 3.2 Composiciones iónicas del producto sólido seco (torta) obtenido para un voltaje de 12 voltios y 0,10 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	66
Tabla 3.3 Composiciones iónicas del producto sólido seco (torta) obtenido para un voltaje de 14 voltios y 0,11 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	66
Tabla 3.4 Composiciones iónicas del producto sólido seco (torta) obtenido para un voltaje de 16 voltios y 0,12 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	67
Tabla 3.5 Composiciones iónicas del producto sólido seco (torta) obtenido para un voltaje de 18 voltios y 0,14 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	67
Tabla 3.6 Composiciones iónicas de los licores obtenidos para un voltaje de 12 voltios y 0,10 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	68
Tabla 3.7 Composiciones iónicas de los licores obtenidos para un voltaje de 14 voltios y 0,11 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	68
Tabla 3.8 Composiciones iónicas de los licores obtenidos para un voltaje de 16 voltios y 0,12 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	69
Tabla 3.9 Composiciones iónicas de los licores obtenidos para un voltaje de 18 voltios y 0,14 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	69

Tabla A.1 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 12 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización	124
Tabla A.2 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 14 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización	124
Tabla A.3 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 16 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización	125
Tabla A.4 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 18 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización	125
Tabla A.5 Composiciones moleculares de los licores obtenidos para un voltaje de 12 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización	126
Tabla A.6 Composiciones moleculares de los licores obtenidos para un voltaje de 14 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización	126
Tabla A.7 Composiciones moleculares de los licores obtenidos para un voltaje de 16 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización	127
Tabla A.9 Variación del recobro real, porcentaje de rendimiento y pureza del NaCl para un voltaje de 12 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	128
Tabla A.10 Variación del recobro real, porcentaje de rendimiento y pureza del NaCl para un voltaje de 14 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	128
Tabla A.11 Variación del recobro real, porcentaje de rendimiento y pureza del NaCl para un voltaje de 16 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	129
Tabla A.12 Variación del recobro real, porcentaje de rendimiento y pureza del NaCl para un voltaje de 18 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	129

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Ionización del cloruro de sodio (Netto, 2006)	33
Figura 2.2 Diagrama de una celda electrolítica (Atkyns, 2006)	38
Figura 2.3 Representación gráfica de una señal eléctrica de corriente continua (Ramirez, 2004).....	39
Figura 2.4 Trayectoria de la corriente (Ramírez, 2004)	40
Figura 2.5 Estructura cristalina cúbica de la sal (Vargas, 2003).....	45
Figura 3.1. Diagrama esquemático del equipo de electrocristalización	57
Figura 3.2. Diagrama esquemático del equipo de filtración.....	58
Figura 3.3. Diagrama de flujo del proceso de obtención de cloruro de sodio (NaCl).....	60
Figura 4.1 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 12 voltios y una corriente de 0,10 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	80
Figura 4.2 Variación del porcentaje de rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un voltaje de 12 voltios y una corriente de 0,10 amperios en función del tiempo de electrocristalización ...	82
Figura 4.3 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 14 voltios y una corriente de 0,11 amperios en diferentes tiempos de electrocristalización	83
Figura 4.4 Variación del porcentaje de rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un voltaje de 14 voltios y una corriente de 0,11 amperios en función del tiempo de electrocristalización ...	84
Figura 4.5 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 16 voltios y una corriente de 0,12 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	86

Figura 4.6 Variación del porcentaje de rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un voltaje de 16 voltios y una corriente de 0,12 amperios en función del tiempo de electrocristalización ...	87
Figura 4.7 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 18 voltios y una corriente de 0,14 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización.....	88
Figura 4.8 Variación del porcentaje de rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un voltaje de 18 voltios y una corriente de 0,14 amperios en función del tiempo de electrocristalización ...	89
Figura 4.9 Variación del rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un tiempo de electrocristalización de 10 horas en función del voltaje	91
Figura 4.10 Variación del rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un tiempo de electrocristalización de 12 horas en función del voltaje	92
Figura 4.11 Variación del rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un tiempo de electrocristalización de 14 horas en función del voltaje	93
Figura 4.12 Variación del rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un tiempo de cristalización de 16 horas en función del voltaje	95
Figura 4.13 Difractograma patrón del cloruro de sodio (NaCl)	96
Figura 4.14 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina	1
por electrocristalización a 18voltios-14horas.....	1
Figura 4.15 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina	1
por electrocristalización a 18voltios-10horas.....	1

Figura 4.16 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina	1
por electrocristalización a 16voltios-16horas	1
Figura 4.17 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina	1
por electrocristalización a 18voltios-12horas	1
Figura 4.18 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina	1
por electrocristalización a 12voltios-12horas	1
Figura 4.19 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina	1
por electrocristalización a 14 voltios-12horas	1
Figura 4.20 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 14 horas (2.5 μm)	106
Figura 4.21 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 14 horas (10 μm)	106
Figura 4.22 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 10 horas (1 μm)	107
Figura 4.23 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 10 horas (25 μm)	107
Figura 4.24 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 16 voltios y un tiempo de 16horas (2.5 μm)	108

Figura 4.25 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 16 voltios y un tiempo de 16 horas (500nm)	108
Figura 4.26 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 12 horas (2.5 μm).....	110
Figura 4.27 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 12 horas (10 μm)	110
Figura 4.28 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 12 voltios y un tiempo de 12 horas (2.5 μm).....	111
Figura 4.30 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 14 voltios y un tiempo de 12 horas (2.5 μm)	112
Figura 4.31 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 14 voltios y un tiempo de 12 horas (2.5 μm)	112



CAPITULO II INTRODUCCIÓN

1.1 Introducción

Aunque el recobro de sales a partir de agua de mar mediante la evaporación solar se ha venido realizando hace miles de años atrás, es solo a comienzos del siglo veinte cuando se profundizan las investigaciones desde el punto de vista físico-químico para entender los factores que rigen este proceso. Mundialmente se ha ido progresando en la explotación de otras sales presentes en las aguas marinas, diferentes al cloruro de sodio, tales como: cloruro de magnesio, sulfatos de magnesio, sulfatos de calcio, cloruro de potasio, entre otros; esto mediante la evaporación solar de salmueras residuales o amargas.

Según estudios realizados, es posible precipitar algunas sales e hidróxidos a partir del agua de mar utilizando un método relativamente sencillo llamado electrocristalización, con el cual se puede lograr la obtención del cloruro de sodio por un método diferente al utilizado hasta nuestros días, esto surge debido a que se han venido presentando en varias ocasiones problemas meteorológicos que escapan del control humano ya que dependen básicamente de la naturaleza, lo cual impide la producción de dicha sal por medio de la evaporación solar durante algún tiempo, lo que significa pérdidas para las plantas productoras así como también implicaría la posible escases en el mercado.

En la actualidad el cloruro de sodio con alta pureza, se produce a partir del agua de mar utilizando el sol para llevar a cabo la evaporación y cristalización del NaCl. La pureza del cloruro de sodio obtenido en esta investigación depende de la combinación de voltaje, corriente y tiempo de



CAPITULO II: INTRODUCCIÓN

electrocristalización, los cuales son fundamentales para la obtención de una buena morfología de los cristales de cloruro de sodio.

La importancia de la producción del NaCl, radica en la necesidad de utilización del mismo en diferentes ramas, como lo son, en la parte de los procesos de síntesis de productos químicos tales como resinas, esteres, alcoholes se utiliza la sal para aumentar el efecto salino en el reactor y así aumentar la separación de los productos orgánicos y separarlos del agua producida, en la industrias de alimento para la conservación de carnes de res, de cerdo y para la deshidratación del pescado; en cuanto a la industria farmacéutica se emplea en la elaboración de infusiones, drogas y sueros clínicos, entre otros usos.

Se desea que el tamaño del cristal sea adecuado y uniforme para su comercialización y aceptación por los consumidores. La importancia de esta investigación radica en la posibilidad de contribuir con una nueva técnica relativamente sencilla y funcional para la obtención de cloruro de sodio.

El diseño y montaje del equipo se efectuó en el laboratorio de Estudios Ambientales del Departamento de Ingeniería Química, de la universidad de Oriente, núcleo de Anzoátegui; los análisis químicos en el laboratorio de análisis químicos de la UDO en el área de postgrado de Ingeniería Química en Anzoátegui, los análisis fotomicrográficos en IBCAUDO (Cumana – Edo. Sucre) y la difracción de rayos X en la refinería el Chaure (Edo. Anzoátegui).

Todo el material que se presenta, dará una información acerca de la obtención del cloruro de sodio (NaCl) por medio del método de la electrocristalización a partir de una salmuera marina, lo cual servirá como herramienta útil para estudios posteriores.



1.2 Planteamiento del Problema

El agua de mar constituye una fuente de riqueza mineral, ya que en ella se encuentran disueltos diversos iones, tales como: sodio, magnesio, potasio, cloro, sulfato y calcio. La producción de sal (NaCl) a nivel industrial, se realiza a partir de salmueras marinas obtenidas por evaporación solar, lo cual consiste en el bombeo de las aguas con contenido de sal (salmuera) a través de una serie de estanques en donde por la acción del sol, se evapora el agua hasta lograr la precipitación del cloruro de sodio en los cristalizadores.

En esta investigación se pretende recuperar el ión sodio bajo la forma de cloruro de sodio (NaCl) mediante una técnica conocida y sencilla como lo es la electrocristalización. Para la aplicación de esta técnica se observa que desde el punto de vista físico y químico, las diferencias entre el agua dulce, el agua de mar y la salmuera sólo están en las distintas concentraciones de sales de cada una, variando aproximadamente entre 0-0,5 gramos por litro en agua dulce, 0,5-59 en el agua de mar y >59 en la salmuera.

La electrodeposición de metales constituye el proceso electroquímico industrial más relevante en cuanto a volumen de producción e impacto económico. La misma permite mejorar las características superficiales de materiales de bajo costo y uso generalizado; consiste en la aplicación de corriente eléctrica para reducir cationes en una solución acuosa que los contiene, propiciando la precipitación de estos, que suelen ser metales, sobre un objeto conductor que será el cátodo de la celda, creando un fino recubrimiento alrededor de éste con el material reducido. Esta técnica permite depositar una amplia variedad de materiales metálicos, elementos puros y aleaciones sobre sustratos metálicos de todo tipo y sobre sustratos aislantes metalizados. Una de sus ventajas es su bajo costo, los equipos de electrodeposición son económicos y requieren poco mantenimiento.



CAPITULO II: INTRODUCCIÓN

Esta investigación tiene como propósito fundamental obtener cloruro de sodio (NaCl) a través de la electrocristalización partiendo de una salmuera marina. Esto se llevará a cabo mediante la realización de varios experimentos y pruebas de laboratorio utilizando una celda electrolítica, donde el electrolito a utilizar será la salmuera; en la cual, la corriente y el voltaje aplicado serán variados en cada prueba hasta obtener la mejor combinación de estos, logrando así obtener la mayor cantidad de cloruro de sodio en el menor tiempo posible. Este estudio se llevará a cabo en el laboratorio de Estudios Ambientales del Departamento de Ingeniería Química, de la universidad de Oriente, núcleo de Anzoátegui.

La importancia de esta investigación radica en la posibilidad de contribuir con nuevos aportes que sirvan como base para posteriores estudios en la aplicación de un método sencillo y funcional a nivel industrial para lograr la obtención del cloruro de sodio a gran escala, en el cual no se necesitarían diversas condiciones operacionales como lo son buenas condiciones de terreno para la construcción de pozas de evaporación solar (terreno plano, impermeable, y con suficiente resistencia para soportar las pozas), las mejores condiciones meteorológicas lo cual incluye un clima caliente y seco, preferiblemente áreas con humedad relativa de 10%, 5 cm de lluvia anual y temperaturas de 30°C. Se tiene información de pocos estudios relacionados con esta investigación, siendo estos enfocados desde el mismo punto de partida pero con otros fines, los cuales, servirán de guía para investigar y alcanzar resultados satisfactorios en la obtención del cloruro de sodio por medio del método de electrocristalización a partir de una salmuera marina.

Actualmente el cloruro de sodio es un producto de gran importancia a nivel mundial, ya que es una fuente de cloro que proporciona a la industria química este elemento en grandes cantidades, el cual es empleado en la elaboración del plástico denominado PVC (Policloruro de Vinil) y como aditivo



CAPITULO II: INTRODUCCIÓN

en la formación de ciertas cerámicas; así como también en la elaboración de otras sales derivadas como pueden ser el hipoclorito cálcico ($\text{Ca}(\text{ClO})_2$), dióxido de cloro (ClO_2), clorato sódico (NaClO_3), fluorsilicato sódico (Na_2SiF_6), hipoclorito sódico (NaClO) y perclorato sódico ($\text{NaClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$). En la parte de los procesos de síntesis de productos químicos tales como resinas, esteres, alcoholes se utiliza la sal para aumentar el efecto salino en el reactor y así aumentar la separación de los productos orgánicos y separarlos del agua producida, en la industrias de alimento para la conservación de carnes de res, de cerdo y para la deshidratación del pescado; en cuanto a la industria farmacéutica se emplea en la elaboración de infusiones, drogas y sueros clínicos, entre otros usos.



1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Obtener Cloruro de Sodio (NaCl) por electrocristalización a partir de una salmuera marina.

1.3.2 Objetivos Específicos

Analizar la influencia del tiempo sobre el recobro de cloruro de sodio mediante electrocristalización.

Determinar la combinación de corriente y voltaje aplicable a la salmuera marina para la electrocristalización de cloruro de sodio.

Identificar los cristales de cloruro de sodio obtenidos mediante difracción de rayos X.

Realizar un estudio fotomicrográfico de los cristales obtenidos.



CAPITULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

Son pocos los estudios que se han realizado en referencia con el tema aquí tratado, sin embargo se pueden considerar algunos, que de una u otra forma se relacionan y sirven de aporte, tanto teórico como metodológico a esta investigación. A continuación se citan algunos de ellos que sustentan el aporte e innovación del presente estudio.

A nivel internacional, Panchi (2009), desarrolló una investigación sobre el proceso de electrodeposición de metales sobre una base polimérica, consiguiendo demostrar que la capacidad de la fuente debe ser adecuada para el trabajo que se desee realizar, dependiendo del tamaño de la pieza a ser depositada se necesitará un amperaje determinado, a mayor tamaño mayor amperaje; en cuanto al uso de los voltajes, determinó que se pueden utilizar inferiores a 2,5V, pero el depósito será lento, por lo que se recomienda que deben oscilar entre 3 y 3,5V, así se lograrán depósitos sin poros y de una buena adhesión, ya que si el voltaje es elevado se obtendrá un depósito poroso y sin adhesión.

Existe una relación con el estudio realizado por Panchi, ya que dicho estudio, investiga y explica haciendo énfasis en el procedimiento e intensidad de corriente y voltaje necesarios, para así obtener buenos resultados en el menor tiempo posible; en este caso servirá de aporte para canalizar la obtención de la mayor cantidad de deposición del cloruro de sodio.

Mientras que Hernández (2007), planteó una guía simple de la electrólisis donde especificó que el voltaje recomendado no debe superar los 6 voltios pues, a mayor voltaje la reacción tiende a ser muy violenta y forma burbujas que se acumulan e interfieren en el proceso. En cuanto a la



CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

corriente, refleja que idealmente oscile entre 1 y 10 amperios, aunque se pueden utilizar corrientes mucho más bajas, así también especificó que independientemente del amperaje, siempre se debe utilizar corriente directa, ya que se debe mantener un flujo eléctrico con un sentido constante que haga mover los iones.

La guía presentada por Hernández y esta investigación, guardan analogía debido a que él plantea un rango o margen de corriente y voltaje que deberían ser aplicados en el proceso de electrólisis para la obtención de mejores resultados, lo cual servirá como punto de partida para lograr una buena deposición del cloruro de sodio; así como también presenta recomendaciones adicionales que serán de gran ayuda en esta investigación.

Córdova (2002), evaluó el impacto que tiene sobre la operación de las celdas electrolíticas la calidad del ánodo, logrando afirmar que es evidente que el comportamiento del ánodo en una celda electrolítica va ser en función de la calidad del mismo, del diseño de la celda y de la operación de la misma, ya que estos tres elementos tienen un impacto decisivo sobre el consumo del ánodo en una celda de reducción electrolítica.

La semejanza que hay entre la evaluación que realizó Córdova y este estudio, recae sobre la utilización del ánodo, donde se explica la importancia de las características que debe poseer el mismo para dar buenos aportes a la deposición, lo cual servirá como referencia para la elección del ánodo a emplear en esta investigación.

Por otra parte García (1982) mediante un estudio realizado, planteó distintos experimentos modelos en la electroquímica, pudiendo llegar a la conclusión de que la tensión necesaria para alcanzar la intensidad de corriente propuesta para un proceso de electrólisis, va depender de la concentración de la solución electrolítica utilizada en dicho ensayo.



Esta investigación guarda relación con el estudio realizado por García, debido a que este explica la importancia que posee la concentración del electrolito en el proceso de la electrólisis y sobre todo al momento de aplicar la cantidad de corriente necesaria para lograr la deposición, lo cual servirá de guía, ya que se pondrá en práctica el proceso de la electrocristalización utilizando una salmuera marina con una concentración definida, a la cual, se le deberá suministrar una cantidad de corriente específica para así lograr la deposición de cloruro de sodio.

2.2 Electroquímica

La institucionalización de la electroquímica como ciencia corresponde a investigadores como Michael Faraday, John Daniell y Johann Hittorf. Luego le siguieron otros, entre los que cabe destacar a Svante Arrhenius, Walter Nernst y Jacobus Van'tHoff; los cuales supieron interpretar observaciones y sistematizar conceptos, conducentes al desarrollo de las teorías sobre las que descansa la electroquímica. La electroquímica se ocupa del estudio de sistemas químicos en los cuales intervienen partículas cargadas eléctricamente (Fernández, 1986).

Los fenómenos de interés incluyen el transporte de cargas eléctricas en un sistema de un lado a otro, también la transferencia de cargas eléctricas entre diferentes especies, incluso a través de la frontera entre dos fases, mediante una reacción química. Se puede definir entonces a la electroquímica como el estudio de los equilibrios y procesos que ocurren en disoluciones de partículas cargadas y en las fronteras entre dichas disoluciones y otras fases (Bockris, 1992).

2.2.1 Conductores de corriente eléctrica

Cualquier material que ofrezca poca resistencia al flujo de electricidad se denomina conductor eléctrico, tal es el caso de las disoluciones de la



mayoría de los ácidos inorgánicos, bases y sales, los cuales, son buenos conductores de la electricidad; por el contrario, todo material que impida el paso de la corriente eléctrica es denominado mal conductor o aislador eléctrico, como las disoluciones de azúcar, alcohol, glicerina y muchas otras sustancias orgánicas. La diferencia entre un conductor y un aislante, es de grado más que de tipo, ya que todas las sustancias conducen electricidad en mayor o en menor medida.

Un buen conductor de electricidad como la plata o el cobre, pueden tener una conductividad mil millones de veces superior a la de un buen aislante, como lo es el vidrio o la mica. En los conductores sólidos la corriente eléctrica es transportada por el movimiento de los electrones; en disoluciones y gases, lo hacen por iones. Los conductores se clasifican en:

Conductores de 1º clase: son aquellos que dejan fluir la electricidad sin sufrir alteración, como los metales.

Conductores de 2º clase o electrolitos: son aquellos que se ionizan y entonces conducen la corriente eléctrica, como las soluciones acuosas de ácidos, bases y sales, así también las sales fundidas. Los electrolitos a su vez se clasifican en:

- Fuertes: los electrolitos que proporcionan disoluciones altamente conductoras.
- Débiles: los electrolitos que producen disoluciones de baja conductividad (Netto, 2006).

2.2.1.1 Electrolitos

Los ácidos, sales, bases y sales sólidas son malos conductores de la electricidad, pero cuando cualquiera de estas sustancias se disuelve en agua la solución resultante es conductora. Cualquier sustancia que puede disociarse al disolverse, produciendo iones en solución, se les conoce como electrolitos (Vante, 2001).



Las sales son iónicas aún en estado sólido, pero cuando se disuelven o se funden, los iones se separan y adquieren libertad de movimiento. De esta manera, de acuerdo a la capacidad de disociación de los solutos en disolución acuosa, los electrolitos pueden clasificarse en electrolitos fuertes y débiles. En la mayoría de las soluciones acuosas, entre mayor sea la cantidad de sales disueltas mayor será la conductividad, este efecto continúa hasta que la solución está tan llena de iones que se restringe la libertad de movimiento y la conductividad puede disminuir en lugar de aumentar (Martínez, 2006).

2.2.2 Ionización

Cuando una de esas sustancias electrolíticas se disuelven en agua, se disocian en partículas con carga eléctrica (positiva o negativa) llamadas iones y a la disociación en iones se la denomina ionización. Así un ión, se define como un átomo o grupo de átomos con carga eléctrica. Un átomo que pierde un electrón forma un ión de carga positiva, llamado catión; mientras que, un átomo que gana un electrón forma un ión de carga negativa, llamado anión.

Al combinarse sodio con cloro, para formar cloruro de sodio, cada átomo de sodio cede un electrón a un átomo de cloro, dando como resultado un ión sodio con carga positiva y un ión cloro con carga negativa (ver figura 2.1). Dado que las moléculas no poseen carga eléctrica neta, en número las cargas positivas que llevan los cationes en una solución es igual al número de cargas negativas que llevan los aniones. Esto es claro en la disolución del NaCl, donde el número de cationes Na^+ producido, es igual al número de aniones Cl^- , por lo tanto la carga eléctrica total es cero.



La condición de electro-neutralidad se cumple para todos los electrolitos, incluso aquellos que producen aniones con un número de cargas negativas diferente a las asociadas a los cationes, como por ejemplo el sulfato de sodio el cual produce dos moles de cationes Na^+ y un mol de aniones SO_4^{2-} por cada mol de Na_2SO_4 disuelto en agua.

La carga total de todo sistema líquido homogéneo, que bien puede contener electrolitos disociados o moléculas neutras, es cero.

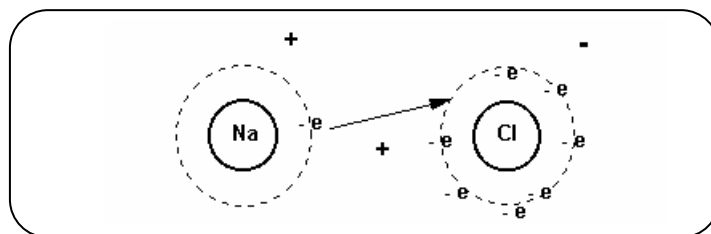


Figura 2.1 Ionización del cloruro de sodio (Netto, 2006)

2.2.3 Reacciones de óxido-reducción

El número de electrones asociados a cada partícula en disolución puede variar mediante reacciones de transferencia electrónica. Durante estas reacciones algunas partículas pierden electrones al tiempo que otras lo reciben. Estas reacciones, conocidas como oxido-reducción, implican un cambio en el número de electrones asociados a las diferentes partículas a medida de que la reacción progresa desde su estado inicial hasta su estado final. En este tipo de reacciones, una especie química dona electrones, es decir, se oxida, mientras que otra especie química los recibe, por lo que una reacción de reducción siempre va acompañada de un aumento en el número de electrones asociados con la especie que se reduce. Ambos procesos ocurren simultáneamente, lo cual justifica el nombre de reacciones de oxido-reducción ó reacciones redox, como también se les conoce.

A fin de que ocurra una oxidación, debe ocurrir por lo tanto una reducción. Esto se debe a que los electrones participan en la reacción como



CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

si fueran un reactivo químico, a pesar de que no sea posible obtenerlos por separado, sino asociados con alguna otra especie química. Por lo tanto, la única forma de que una especie química reciba electrones y se reduzca, es que alguna otra los proporcione oxidándose (Dosal, 1998).

El concepto de estado de oxidación ó número de oxidación de los elementos es importante en la descripción de las reacciones de óxido-reducción y se define como el número de electrones en exceso o en defecto, con respecto al número atómico del elemento, que están asociados a un átomo dado en un compuesto químico. Un defecto de electrones denotará un estado de oxidación positivo, mientras que un exceso de electrones, un estado de oxidación negativo; a los elementos no combinados les corresponde un estado de oxidación cero.

Para los iones monoatómicos, como el Fe^{2+} , H^+ ó Cl^- el estado de oxidación es igual a la carga del ión, es decir, +2 para el Fe^{2+} , +1 para el Cl^- . En compuestos o en iones que contengan más de un átomo, se calcula el estado de oxidación de cada elemento a partir de la carga neta de la partícula (cero para una molécula, diferente de cero para los iones) y los estados de oxidación de los otros elementos presentes.

A fin de facilitar los cálculos de los estados de oxidación de los elementos en compuestos químicos, es de suma utilidad considerar lo siguiente (Mostue, 1992):

Los elementos en su estado natural tienen un estado de oxidación igual a cero, por ejemplo: Na, Fe, Cl_2 y O_2 .

El oxígeno aparece en combinaciones químicas con un estado de oxidación -2, siempre y cuando no esté formando peróxidos, en cuyo caso su estado de oxidación es -1.



El hidrógeno se combina con un estado de oxidación de +1, a excepción de los hidruros (combinación de hidrógeno con metales) en cuyo caso aparece con un número de oxidación de -1.

El estado de oxidación de los iones monoatómicos es igual a la carga del ión.

Los metales alcalinos aparecen en compuestos químicos con estados de oxidación de +1.

Los metales alcalinotérreos adquieren estado de oxidación de +2 al combinarse.

2.3 Procesos de electrólisis

A diferencia de las reacciones redox espontáneas, que convierten la energía química en energía eléctrica, en la electrólisis se utiliza la energía eléctrica para inducir una reacción química que no es espontánea. Arrhenius fue uno de los primeros en enunciar sus teorías sobre la electrólisis, en cuyos principios se basa mucho de lo que en la actualidad se conoce. Electrólisis procede de dos radicales, electro que hace referencia a la electricidad y lisis que quiere decir ruptura.

La electrolisis es un método de separación de los elementos que forman un compuesto aplicando electricidad, se produce en primer lugar la descomposición de iones, seguido de diversos efectos o reacciones secundarias según los casos concretos.

La principal ventaja del método electrolítico es, que no es necesario aumentar la temperatura para que la reacción tenga lugar, evitándose pérdidas energéticas y reacciones secundarias (Artigas, 2005). Industrialmente es uno de los procesos más empleado en diferentes áreas, como la obtención de elementos a partir de compuestos (cloro, hidrógeno, oxígeno), la purificación de metales (el mineral metálico se disuelve en ácido, obteniéndose por electrólisis el metal puro) o la realización de recubrimientos



metálicos protectores y/o embellecedores como niquelado, cromado, etc. (Lusaro, 2002).

2.3.1 Celda electrolítica

Es un dispositivo simple de los electrodos, sumergidos en un electrolito capaz de realizar cambios químicos, mediante el consumo de energía eléctrica. Esto se logra, ya que, ambos electrodos se conectan a una fuente de corriente continua, o sea, un flujo constante y unidireccional de electrones (Atkyns, 2006).

2.3.1.1 Componentes de una celda electrolítica

A continuación se describen los componentes constituyentes de una celda electrolítica, los cuales se indican en la figura 2.2 (Atkyns, 2006).

- Fuente generadora de corriente eléctrica: Es el equipo destinado a suministrar la energía eléctrica de manera continua al proceso, para permitir el flujo constante de electrones.

- Cuba: Representa el recipiente de producción de la celda electrolítica, ya que contiene el electrolito a emplear. Debe ser fabricada de un material aislante, resistente a cambios de temperatura que puedan ocurrir durante el proceso, así como también al almacenamiento de soluciones ácidas por tiempo prolongado. La forma más empleada para la fabricación de estos recipientes es la de cubo o paralelepípedo, ya que permite una buena colocación de los electrodos.

- Cátodo: Representa el polo negativo de la celda electrolítica, el cual, se conecta al terminal negativo de la fuente generadora de corriente



CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

eléctrica, a él se dirigen los iones que tienen carga positiva (cationes) y es el electrodo en el que se lleva a cabo la reducción.

- **Ánodo:** Representa el polo positivo de celda electrolítica, conectado al terminal positivo de la fuente generadora de corriente eléctrica, a él se dirigen los iones que tienen carga eléctrica negativa (aniones) y es el electrodo en el que se lleva a cabo la oxidación. Los ánodos pueden ser solubles o insolubles. En el primer caso, están constituidos por láminas purísimas de metal a depositar, los cuales con el desarrollo de la operación se van disolviendo en el electrolito para mantener su riqueza. En el caso de que el ánodo fuera insoluble, la solución poco a poco va perdiendo su fuerza, por lo que deberá reponerse. Los ánodos insolubles suelen ser de carbón, plomo o platino; se recurre a su empleo cuando sería muy costoso usar un ánodo soluble.

- **Solución electrolítica:** Es la solución en la cual se encuentran sumergidos los electrodos y que al someterse al proceso de electrólisis sus componentes se separan en cargas eléctricas opuestas. Los electrolitos se separan por disolución de sus constituyentes, ya sea frío o en caliente. En el primer caso, la operación es muy lenta y puede requerir varios días; por su parte, el segundo caso consiste en disolver previamente la sustancia en una pequeña cantidad de agua y agregar luego esta solución concentrada al resto del líquido.

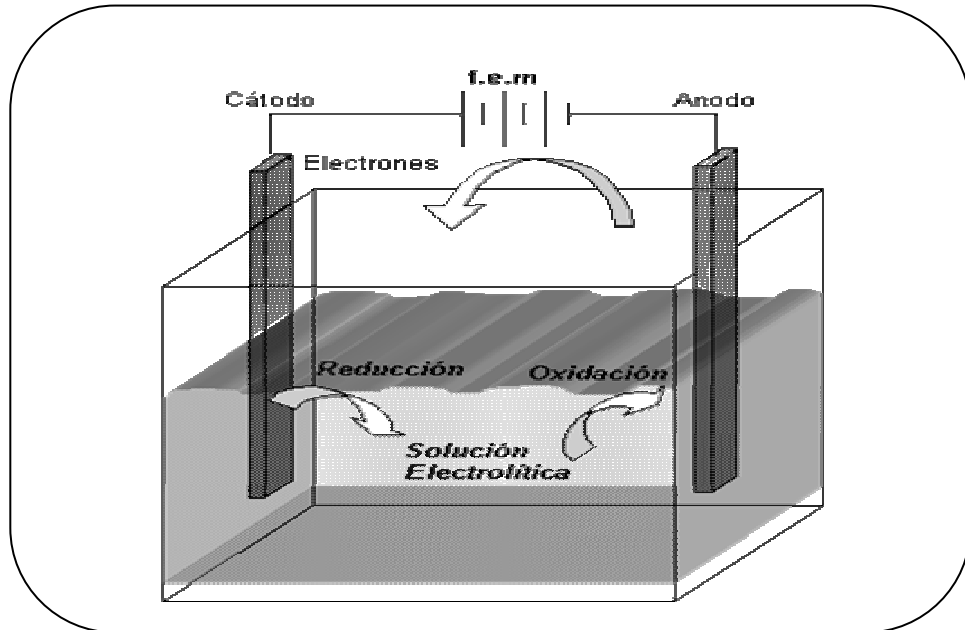


Figura 2.2 Diagrama de una celda electrolítica (Atkyns, 2006)

2.3.1.2 Trayectoria de la corriente eléctrica

Si en un espacio físico o un cuerpo hay acumulación de cargas positivas en un sitio y negativas en otro se produce un movimiento de electrones de la zona negativa a la positiva, al movimiento de electrones se le llama corriente eléctrica. La corriente eléctrica se mide por la cantidad de carga que pasa por la unidad de tiempo. Su unidad es el amperio: 1A equivale a 1Coul/s. de esta manera se tiene que:

$$I = \frac{Q}{t} \quad (\text{Ec. 1.1})$$

Donde:

I: Intensidad de corriente eléctrica [A]

Q: Unidad para medir la carga eléctrica [Coulombio]

t: Tiempo [s]



CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

La corriente eléctrica se presenta en dos modalidades, continua y alterna. DC ó CC significa corriente directa ó corriente continua (figura 2.3), se aplica siempre que la corriente tenga magnitud y sentido constante con el tiempo. Por su parte AC significa corriente alterna, comprende el estudio y aplicación de corrientes que varían en magnitud y sentido con el tiempo.

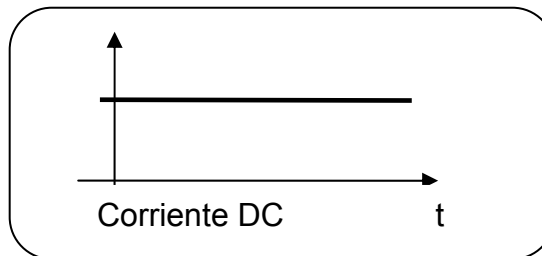


Figura 2.3 Representación gráfica de una señal eléctrica de corriente continua (Ramirez, 2004)

El voltaje o potencial eléctrico entre dos puntos de un circuito, es la energía que se usa para transportar cada coulombio de carga entre esos dos puntos. De manea análoga, la potencia de un elemento eléctrico corresponde al producto del voltaje por la corriente:

$$P = V \times I \quad (\text{Ec. 2.2})$$

Donde:

P: potencia [W]

V: voltaje [V]

I: intensidad [A]

En circuitos DC se aplica directamente, se tiene en cuenta que si la corriente entra por el polo positivo de voltaje y sale por el negativo, el elemento está recibiendo energía de las cargas eléctricas y se dice que está



CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

en situación pasiva; si la corriente entra por el (-) y sale por el (+) el elemento entrega energía a las cargas y está en situación activa (Ramírez, 2004).

La marcha de la corriente eléctrica se puede apreciar gráficamente en la figura 2.4; entra en el electrolito por el ánodo y después de haberlo atravesado sale por el cátodo. La carga eléctrica a través de la disolución se transporta por iones, en la figura 2.4 las flechas indican el sentido de la corriente; al actuar esta corriente sobre el electrolito, lo descompone en dos partes, los cationes que se desplazan hacia el cátodo y los aniones hacia el ánodo.

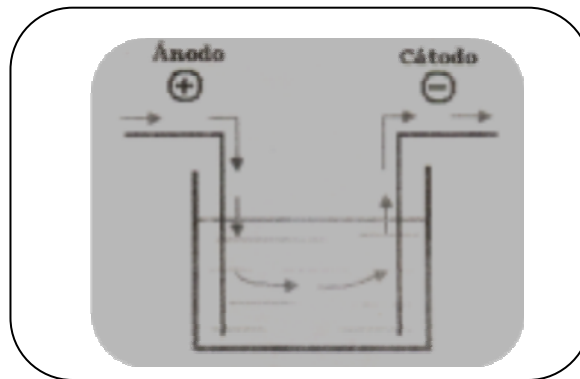


Figura 2.4 Trayectoria de la corriente (Ramírez, 2004)

2.3.2 Leyes de Faraday

Las investigaciones de Michael Faraday (1791-1867), llevaron al descubrimiento de las relaciones cuantitativas entre la cantidad de electricidad que pasa a través de una solución y la cantidad de materia separada o precipitada en los electrodos. Estas relaciones quedan concretadas en dos leyes que reciben el nombre de dicho físico.

La primera ley de Faraday señala que la masa de una sustancia involucrada en la reacción de cualquier electrodo es directamente proporcional a la cantidad de electricidad que pasa por la solución; la segunda ley, expresa la relación fundamental entre las cantidades de diferentes sustancias separadas en los electrodos por una misma cantidad



CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

de electricidad; a saber: una misma cantidad de electricidad separa en dos electrodos, el mismo número de equivalentes químicos de las diferentes sustancias. En otras palabras, la cantidad de plata separada en el cátodo por el paso de 20 coulombios de electricidad, a través de una solución salina de plata, es el doble de la que se obtendrá mediante el paso de una corriente de 10 coulombios.

El pasó de una misma cantidad de electricidad a través de soluciones salinas de plata, cobre, hierro, cinc, entre otros, resultarán proporcionales a sus pesos equivalentes. Para lograr explicar estos fenómenos, supuso Faraday que las moléculas neutras en disolución, de un electrolito constaba de dos partes cargadas con signos contrarios, a los cuales denominó iones. Los que se desplazan hacia el cátodo fueron llamados cationes y los que se dirigen al ánodo aniones. Cuando circula la corriente, los iones positivos son atraídos hacia el cátodo, cargado negativamente, en donde se neutraliza su carga y quedan en libertad. Del mismo modo, los aniones se desplazan hacia el ánodo, en donde son neutralizados. Esta hipótesis de Faraday, puesta de acuerdo con los descubrimientos posteriores y la teoría de la disolución electrolítica, es aceptada hoy en día universalmente.

El equivalente electrolítico de un elemento o grupo de elementos, es el número de gramos de dicha sustancia, depositadas por el paso de una cantidad de electricidad de un coulombio, a través de un electrolito. De acuerdo a las leyes de Faraday, los equivalentes electroquímicos son proporcionales a los equivalentes químicos. Un coulombio separa 0,00111800 gramos de plata de una solución salina de dicho metal. Si dividimos el equivalente – gramo de plata por su propio equivalente electroquímico, se obtendrá: $107,88 : 0,00111800 = 96493$ coulombios. Donde esta cantidad de electricidad recibe el nombre de “Faraday”.

De acuerdo con la segunda ley de la electrólisis, si pasa un faradio por un conductor electrolítico, se separa en cada electrodo un equivalente de



CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

cada sustancia. Si pasa un Faraday por una solución que contiene varios electrolitos, la suma de las cantidades de los diferentes productos separados en cada electrodo expresada en equivalentes, será a unidad.

Al parecer, no hay excepciones de la segunda ley de Faraday, esta es independiente de la concentración del electrolito y se cumple a cualquier temperatura y para cualquier clase de disolución. Así mismo, se cumple tanto en conductores electrolíticos como en las sales fundidas. Ahora bien, el coulombio es una unidad de cantidad de electricidad demasiado pequeña para fines prácticos; por esta razón, en la práctica se usa otra unidad llamada Amperio-hora. Puesto que un coulombio es la cantidad de electricidad transportada por una corriente de un amperio que actúa durante un segundo, entonces: un amperio – hora (Ah) será una unidad 3.600 veces mayor que el coulombio. El número de amperios – hora es igual al producto de la intensidad en amperios por el tiempo expresado en horas, es decir:

$$Ah = A \times t \quad (\text{Ec. 2.3})$$

Donde:

El Ah es una cantidad definida de electricidad y no tiene absolutamente nada que ver con el tiempo que tarda en pasar o producir esta cantidad.

La ley de Faraday puede expresarse de una manera sencilla, sí:

C: representa el número de coulombios

P: peso total del metal depositado

Q: cantidad determinada que se depositada al paso de un solo coulombio

Luego se puede escribir:

$$P = Q \times C \quad (\text{Ec.2.4})$$

Se sabe que:

$$C = A \times t \quad (\text{Ec.2.5})$$



Donde:

A: representa la intensidad [A]

t: tiempo [s]

Sustituyendo la ecuación 2.2, se obtiene:

$$P = Q \times A \times t \quad (\text{Ec. 2.6})$$

Es decir, el peso depositado de un metal es igual a la cantidad de metal depositado por el coulombio multiplicado por el número de amperios y por el tiempo en segundos que dura el proceso. En los trabajos prácticos, la cantidad real de coulombios requeridos en un proceso electrolítico es mayor que lo indicado por la teoría, en la realidad esto no obedece a un fallo de las leyes de Faraday sino a otras causas. Puede haber en cada electrodo, sin caer en cuenta, separación de más de una sustancia. Los productos de la electrólisis pueden sufrir pérdidas mecánicas, también puede haber en ellas reacciones secundarias. Además, pueden haber pérdidas de corriente, cortocircuitos y pérdidas en forma de calor (Chang, 1999).

2.4 Salmueras marinas

Las salmueras marinas son soluciones acuosas de sales, cuya concentración en iones es elevada y se obtienen en los depósitos de salinas, mediante la evaporación de las aguas procedentes de los mares, dejando así un lecho de sólidos cristalizados en el fondo, cuya composición química varía de acuerdo al régimen de evaporación practicada.

Las salmueras en el desierto se encuentran formando reservorios de aguas subterráneas que saturan sedimentos sueltos de edad reciente y cuerpos irregulares de evaporitas contenidos en algunos reservorios. Estos reservorios de diferentes tamaños y espesor se emplean hacia el centro y a lo largo del desierto.



Cuando el suelo se satura de salmuera, una parte de ésta desciende mientras que las soluciones que se quedan cerca de la superficie retroceden por capilaridad y cuando se seca la superficie, se forman las costras de sales compuestas por cloruros, sulfatos de calcio, magnesio, potasio y carbonatos (Vargas, 2003).

2.4.1 Características de las salmueras marinas

Las características de las salmueras marinas son similares a las que presenta el agua de mar, pero su concentración en iones es mayor, lo cual se debe a la mayor densidad que estas poseen. Las salmueras concentradas, con una densidad de $1,34 - 1,35 \text{ gr/cm}^3$, poseen un color cristalino transparente, una apariencia aceitosa muy viscosa, alta tensión superficial, debido a la elevada concentración de cloruros y sulfatos de magnesio, olor fuerte por presencia de bromuros, sabor picante amargo, alto poder higroscópico y una temperatura de ebullición de $188 \text{ a } 120^\circ\text{C}$. Las salmueras tienen gran cantidad de iones disueltos tales como: sodio, calcio, magnesio, potasio, cloruros, sulfatos, carbonatos; entre los principales constituyentes mayoritarios, lo cual ha permitido que adquieran una gran importancia económica (Vargas, 2003).

2.5 Características del cloruro de sodio (NaCl)

La sal está compuesta por redes de iones de (Cl^-) y (Na^+) en cristales que poseen una estructura en forma de sistema cúbico. El cloruro de sodio (NaCl) posee el mismo número de átomos de cloro que de sodio, el enlace químico existente entre los iones está clasificado como iónico, el cual une un catión de sodio (Na^+) y un anión de cloro (Cl^-) , de tal forma que la molécula NaCl se compone de la siguiente forma:





CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

La estructura cristalina formada por los dos iones posee menos energía que los iones separados y ésta es una garantía de estabilidad. El NaCl posee una estructura cristalina cúbica tan sencilla que puede encontrarse habitualmente en los libros de cristalografía como un ejemplo ilustrado sencillo y pedagógico de red cúbica. La sal pura posee cerca de 60,66% de peso de cloro elemental y un 39,34% de sodio (a veces aparece aproximado como un 60-40).

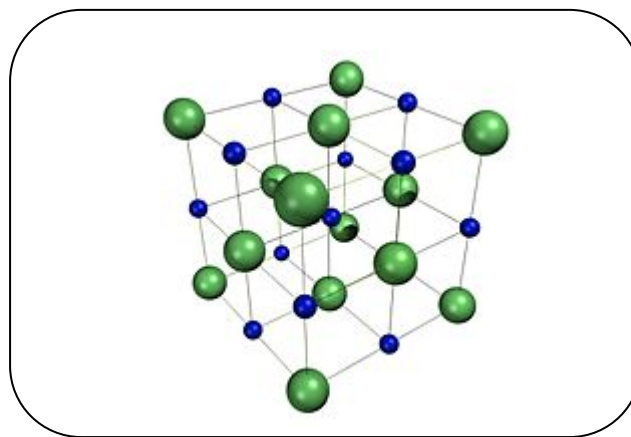


Figura 2.5 Estructura cristalina cúbica de la sal (Vargas, 2003)

La concentración del cloruro de sodio depende en gran medida de la forma como se procesó la sal, los cristales son incoloros e inodoro, la presencia de colores en algunos casos se debe a la presencia de algunas trazas de algunos minerales (denominados en la teoría cristalina como: centros de farbe) en las redes cristalinas de la sal. El cloruro de sodio (halita) presenta las siguientes propiedades físicas y químicas (Perry, Green, 1992):

- Estado de agregación: sólido
- Peso molecular: 58,4 g/gmol
- Apariencia: incoloro, aunque parece blanco si son cristales finos y pulverizados



- Densidad: 2165 kg/m^3 ; $2,165 \text{ g/cm}^3$
- Punto de fusión: 1074 K ($801 \text{ }^\circ\text{C}$)
- Punto de ebullición: 1738 K ($1465 \text{ }^\circ\text{C}$)
- Solubilidad en agua: $35,9 \text{ g}$ por 100 ml de agua
- Kps: $37,79 \text{ mol}^2$

2.6 Operaciones unitarias necesarias para la obtención del cloruro de sodio (NaCl)

Para lograr la fabricación de cloruro de sodio en este proyecto, será necesaria la utilización de operaciones unitarias de gran importancia y aplicación en muchas de las industrias.

2.6.1 Cristalización

La cristalización se define como un proceso de formación de partículas sólidas a partir de una fase homogénea. Estas partículas o cristales se pueden considerar como un tipo de materia, no viva, más altamente organizada que se conoce, debido a que sus partículas constituyentes se encuentran dispuestas en formaciones ordenadas tridimensionalmente llamadas redes espaciales.

La importancia de esta operación radica en el número de los productos, cada día mayor, que se comercializan en formas de cristales, así como también la posibilidad de obtener productos puros a partir de soluciones relativamente impuras en un solo paso de procesamiento. En la obtención de un cristal se refiere a dos fases: el nacimiento de una partícula y su crecimiento hasta un tamaño apropiado. La primera fase recibe el nombre de nucleación. La velocidad de nucleación es el número de nuevas partículas formadas por unidad de tiempo y por unidad de volumen del magma o de aguas madres exentas de sólidos. La segunda fase conocida como el



crecimiento de los cristales en un proceso difusional en donde las moléculas o iones del soluto alcanzan las caras en crecimiento de un cristal por difusión a través de la fase líquida, para luego ser aceptadas por el cristal y organizarse dentro de la red, cabe destacar de las dos etapas tiene lugar si la solución no está sobresaturada. En un cristalizador la distribución de tamaños de cristales está determinada por la interacción de las velocidades de nucleación y crecimiento.

La cristalización puede lograrse por diversos métodos que conlleven a lograr lo que es su fuerza impulsora, a saber la sobresaturación; en una disolución no saturada o saturada no puede ocurrir ni nucleación ni crecimiento (McCabe, Smith, 1991).

2.6.1.1 Factores que influyen en la formación de cristales

Los cristales formados tienen que ser del mayor tamaño posible para que fácilmente se puedan separar de las aguas madres, bien sea por el filtrado o centrifugado; al mismo tiempo se pueden lavar con pequeñas cantidades del disolvente empleado. Si por el contrario los cristales son pequeños, entonces tienden a formar núcleos de cristalización (gérmenes de la cristalización), que al ser excesivo su número impide la formación de nuevos núcleos.

El número de estos núcleos es tanto mayor, cuanto más enfriada esté la solución por debajo del punto de saturación (sobresaturación muy usual en las sales que posean agua de cristalización y cuando más elevadas sean las temperaturas de saturación y el concentrado de la solución). La velocidad de crecimiento del cristal aumenta también al hacerlo la sobresaturación y la temperatura; aunque ambos factores sean iguales, el número de gérmenes y de velocidad de crecimiento varían con distinta intensidad. Los cristales obtenidos serán grandes cuando el número de gérmenes sea menor que la



velocidad de crecimiento y pequeños en el caso contrario (McCabe, Smith, 1991).

2.6.2 Filtración

Es una operación destinada a separar un sólido de un líquido. Se realiza mediante el empleo de una pared separadora (mediante filtrante) cuyos poros son más pequeños que los granulos del cuerpo sólido que debe separar.

Las filtraciones industriales van desde un sencillo colado hasta separaciones altamente complejas. El fluido circula a través del medio filtrante en virtud de una diferencia de presión a través del medio. Así, los filtros se clasifican atendiendo a este aspecto en los que operan con una presión aguas arriba del medio filtrante, los que lo hacen con presión atmosférica aguas arriba del medio filtrante y aquellos que presentan vacío aguas abajo. Presiones superiores a la atmosférica se logran por acción de la fuerza de gravedad actuando sobre una columna de líquido, por medio de una bomba o soplando, o bien por medio de fuerza centrífuga.

En la filtración se utiliza un medio filtrante de poros con diámetro mucho mayor que el de las partículas retenidas, los cuales aún al reducirles el diámetro efectivo de los canales, normalmente no llegan a bloquearse completamente. En el laboratorio químico, la filtración se lleva a cabo a menudo por medio de un embudo Buchner, siendo el líquido succionado a través de la fina capa de partículas mediante una fuente de vacío; en casos aún más sencillos, la suspensión es vertida en un embudo cónico provisto de un papel filtro.

La filtración es esencialmente una operación mecánica y requiere menos energía que la evaporación o el secado, en las que debe suministrarse el elevado calor latente del líquido, generalmente agua (Coulson, Richardson, 2003).



2.6.3 Secado

El secado de materiales constituye a menudo la operación final de un proceso de fabricación. Se entiende por secado la eliminación final del agua y a menudo esta operación sigue a la evaporación, la filtración o la cristalización.

El secado es una parte esencial del proceso de fabricación y se lleva a cabo por una o más de las siguientes razones:

Para el costo de transporte.

Para obtener un material más manejable, por ejemplo jabón en polvo, colorantes, fertilizante.

Para proporcionar una determinada propiedad.

Para evitar la presencia de humedad, que podría provocar la corrosión.

En los productos cristalinos es necesario asegurarse de que los cristales no resulten perjudicados durante el secado. Con la excepción del secado parcial de un material mediante prensado o la eliminación de agua por adsorción, casi todos los procesos de secado implican la eliminación de agua por evaporación, requiriendo por tanto el suministro de calor (Coulson, Richardson, 2003).

2.7 Métodos analíticos requeridos para la identificación de cloruro de sodio (NaCl)

Actualmente existen diversos métodos y técnicas que se emplean para la identificación de iones, elementos y compuestos en una determinada muestra; unos métodos tienen mayor grado de veracidad que otros, por lo cual es necesario algunas veces emplear un método de análisis a la muestra para así tener mayor confiabilidad de los resultados obtenidos por alguna otra técnica. Entre algunos métodos para caracterizar los iones y los compuestos tenemos:



2.7.1 Absorción Atómica

Esta se define como el paso de radiación policromática ultravioleta o visible a través de un medio constituido por partículas monoatómicas como mercurio o sólidos gaseosos, produce la absorción de sólo unas pocas frecuencias bien definidas. La relativa simplicidad de tales espectros se debe al pequeño número de posibles estados energéticos de las partículas absorbentes. La excitación solo puede producirse mediante un proceso electrónico en el que uno o varios de los electrones del átomo se promocionan a un nivel de energía más alto.

Las longitudes de ondas ultravioleta y visibles tienen energía suficiente para originar transiciones sólo de los electrones de enlace. Por otra parte, las frecuencias de los rayos X son varias órdenes de magnitud energéticas y son capaces de interactuar con los electrones más próximos a los núcleos de los átomos. Los picos de absorción correspondientes a las transiciones electrónicas de estos electrones más internos se observan, por tanto, en la región de los rayos X (Chang, 1999).

2.7.2 Difracción de rayos X

Actualmente la difracción de rayos X es de principal importancia para la elucidación de las estructuras de productos naturales tan complejos como los esteroides, vitaminas y antibióticos. La difracción de rayos x proporciona también un medio cómodo y práctico para la identificación cualitativa de complejos cristalinos.

Esta aplicación se basa en el hecho de que el patrón de difracción de rayos X es único para cada sustancia cristalina. Así, puede entonces hallarse una coincidencia exacta entre el patrón de una muestra desconocida y una de referencia, con lo que puede suponerse entonces su identidad química. Además se emplean a veces datos de difracción para la medición



cuantitativa de un compuesto cristalino en una mezcla. Este método puede proporcionar datos difíciles o imposibles de obtener por otros medios, como por ejemplo, el porcentaje de grafito en una mezcla de grafito y carbón vegetal.

Para identificar la estructura de un sólido por difracción de rayos X, se introduce la muestra en el equipo, a la cual se dirige un haz de rayos X, los átomos del cristal absorben parte de la radiación recibida y luego la emiten, a este proceso se le denomina dispersión de rayos X y los resultados se visualizan en las gráficas (Skoog, West, 1995).

2.7.2.1 Identificación de compuestos cristalinos por difracción de rayos X

-Preparación de la muestra: para estudios de difracción analíticos, la muestra se reduce a un polvo fino y homogéneo. En tal forma, el enorme número de pequeños cristallitos se orienta en todas las direcciones posibles: así, cuando un haz de rayos X atraviesa el material, un número importante de partículas pueden esperarse que se orienten de tal modo que cumpla la condición de Bragg para la reflexión desde cualquier posible esparcimiento interplanar.

Las muestras pueden mantenerse en el haz en tubos capilares de vidrios de pared delgada o celofán. Alternativamente, pueden mezclarse una muestra con un aglutinador no cristalino apropiado y moldearse en forma apropiada.

-Registro fotográfico: el método clásico y todavía muy usado para registrar patrones de difracción, es el fotográfico. Quizás el instrumento más común para este objeto es la cámara de polvo de DebyeScherrer. Aquí, el haz de un tubo Coolidge se filtra para producir un haz casi monocromático, que se limita haciéndola pasar por un tubo estrecho. La radiación no



difractada sale luego de la cámara por un estrecho tubo de salida. La cámara cilíndrica y equipada de modo que sostenga una punta de la película alrededor de su pared interna. El diámetro interior del cilindro es generalmente de 11,46cm, de modo que cada milímetro lineal de película es igual a 0,5 grado en Θ . La muestra se mantiene en el centro del haz por una montura ajustable.

- Registro electrónico: en este caso, la fuente fija es un tubo de Coolidge filtrado. La muestra sustituye al cristal único en su montura. El patrón de difracción se obtiene entonces por registros automáticos, de igual modo que para un espectro de emisión de absorción (Skoog, West, 1995).

2.7.2.2 Interpretación de los patrones de difracción

La identificación de una especie por su patrón de difracción del polvo se basa en la disposición de las líneas y sus intensidades relativas. El ángulo de difracción se determina por el espaciamiento entre un conjunto particular de planos: con la ayuda de la ecuación de la Bragg, esa distancia se calcula fácilmente partiendo de la longitud de onda de la fuente y del ángulo medio. Las intensidades de las líneas dependen del número y de la clase de centros de reflexión atómica que existen en cada conjunto de planos (Skoog, West, 1995).

La identificación de los cristales es empírica. La American Society for Testing Materials (ASTM), publican tarjetas para archivos que contienen espaciamientos de intensidades de líneas, relativas para compuestos puros, se han compilado datos de casi 10000 materiales cristalinos.

Estas tarjetas están dispuestas según el orden de los espaciamientos d para la línea más intensa, se sacan las tarjetas del archivo en base a un espaciamiento d que se encuentra dentro de unos pocos décimos de angstrom del espaciamiento d de la línea más intensa para el analito. Hay una mayor eliminación de posibles compuestos si se considera el



espaciamiento para la segunda línea más intensa, y luego la tercera y así sucesivamente. Por lo general, con tres o cuatro espaciamentos basta para identificar el compuesto sin lugar a duda.

Si la muestra contiene dos o más compuestos cristalinos, la identificación es más compleja. En este caso, se usan varias combinaciones de las líneas más intensas hasta que pueda encontrarse una correspondencia midiendo la intensidad de las líneas de difracción y comparándola con los patrones, es posible también un análisis cuantitativo de mezclas cristalinas (Skoog, West, 1995).

2.7.3 Fotomicrografía electrónica de barrido

La fotomicrografía electrónica de barrido es aquella que utiliza electrones en lugar de fotones o luz visible para formar imágenes de objetos diminutos. Los microscopios electrónicos permiten alcanzar una capacidad de aumento muy superior a los microscopios convencionales (hasta 2 aumentos comparados con los de los mejores microscopios ópticos) debido a que la longitud de onda de los electrones es mucho menor que la de los fotones "visibles".

Los microscopios electrónicos, funcionan con un haz de electrones generados por un cañón electrónico, acelerados por un alto voltaje y focalizados por medio de lentes magnéticas (todo ello al alto vacío ya que los electrones son absorbidos por el aire). Los electrones atraviesan la muestra (debidamente deshidratada) y la amplificación se produce por un conjunto de lentes magnéticas que forman una imagen sobre una placa fotográfica o sobre una pantalla sensible al impacto de los electrones que transfiere la imagen formada a la pantalla de un ordenador. Los microscopios electrónicos sólo se pueden ver en blanco y negro, puesto que no utilizan la luz, pero se le pueden dar colores en el ordenador, su funcionamiento es semejante a un



CAPITULO II: MARCO TEÓRICO

monitor monocromático. Estos microscopios tienen sus limitaciones como lo son:

-El limitado diámetro de la apertura no permite que la información detallada alcance la imagen, limitando de este modo la resolución.

-El contraste de amplitud (que radica en la naturaleza corpuscular de los electrones) se debe al contraste de difracción, provocado por la pérdida de electrones del rayo. Es un contraste dominante en especímenes gruesos.

-El contraste de fase (que radica en la naturaleza ondulatoria de los electrones) se debe al contraste de interferencia provocado por los desplazamientos en las fases relativas de las porciones del rayo. Es un contraste dominante en especímenes finos.

-Existen también distintas aberraciones producidas por las lentes: astigmática, esférica y cromática

-El problema de la función de transferencia de contraste (CTF): la CTF describe la respuesta de un sistema óptico a una imagen descompuesta en ondas cuadráticas.



CAPITULO III

MARCO METODOLÓGICO

La presente investigación se llevó a cabo a partir de salmuera proveniente del proceso de producción de cloruro de sodio (SACOSAL), ubicada en la Península de Araya, Estado Sucre. Las pruebas se realizaron en el laboratorio de Estudios Ambientales de Postgrado de ingeniería Química de la Universidad de Oriente, Núcleo de Anzoátegui.

3.1 Materia prima

La materia prima para el presente trabajo de investigación, es la salmuera marina del proceso de producción de NaCl en las salinas de Araya (SACOSAL). Siendo su densidad de 29°Be.

Dicha salmuera fue filtrada en un filtro presurizado para eliminar las partículas que se encontraban en el seno del líquido. Una vez filtrado, se tomó una muestra y se analizó químicamente obteniéndose las siguientes composiciones iónicas:

Tabla 3.1 Densidad y composición iónica de la salmuera

DENSIDAD (°Be)	Composición en iones (%) Peso					
	Na⁺	K⁺	Mg⁺⁺	Ca⁺⁺	Cl⁻	SO₄⁼
29	3,31	0,51	2,60	0,034	7,49	5,08

3.2 Descripción del equipo experimental

El equipo utilizado en esta investigación, en sus diferentes pasos consta de las siguientes secciones:



3.2.1 Equipo para electrocristalización

El estudio se realizó en una celda electrolítica constituida por:

- 2 Cubas de vidrio con un área de 1400cm^3
- Electrolito (salmuera)
- Puente salino (preparado con Agar y solución saturada de KCl)
- Dos electrodos (ánodo y cátodo de acero inoxidable) con un área de 75cm^2
- Una fuente generadora de corriente

En las cubas se tienen 800ml de electrolito (cátodo) y en la otra 300 ml (ánodo), las cuales se hallan conectadas a través de un puente salino; en cada una de ellas se encuentra sumergido un electrodo, quienes a su vez están conectados a la fuente generadora de corriente, que es donde se ajusta la intensidad de corriente y voltaje en la que se desea trabajar, en la figura 3.1 está representado el diagrama esquemático de un equipo de electrocristalización.



Figura 3.1. Diagrama esquemático del equipo de electrocristalización



3.2.2 Equipo de filtración

El equipo está constituido por un embudo buchner donde se coloca un papel de filtro whatman N°42; éste se encuentra conectado a un matraz de kitasato al cual se le hace vacío mediante una bomba. La presión de vacío ejercida dentro del matraz hace que el líquido contenido en la suspensión colocada sobre el embudo pase a través del medio filtrante y se deposite en el matraz obteniendo así el licor, mientras que la torta del sólido permanece en el filtro.



Figura 3.2. Diagrama esquemático del equipo de filtración

3.2.3 Equipo de secado

Es un horno en el cual se coloca a 95°C la torta obtenida en la filtración. La función es lograr la eliminación del líquido remanente en dicha torta.

3.3 Procedimiento experimental

El objetivo principal de ésta investigación es el de obtener cristales de cloruro de sodio a partir de una salmuera proveniente de la planta productora de cloruro de sodio (SACOSAL) de la península de Araya, esto a través de



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

electrocristalización. El procedimiento para la realización de las pruebas experimentales es el siguiente:

1. Se prepara el puente salino, calentándose 50ml de solución saturada de cloruro de potasio (KCl) hasta alcanzar 90°C, se le agregan 3,5gr de Agar pulverizado, se agita hasta disolver completamente para luego verterlo rápidamente en el tubo en forma de U y esperar que gelifique totalmente dentro del mismo.

2. Se colocan 800ml de electrolito en una cuba (donde se da la reducción) y 200 ml en la otra (donde se da la oxidación).

3. Se sumergen en el electrolito los electrodos, éstos a su vez ya se encuentran conectados a la fuente generadora de corriente.

4. Se introduce el puente salino conectando así las dos cubas y cerrando el circuito.

5. Una vez instalado el equipo, se enciende la fuente generadora de corriente con la intensidad establecida.

6. Se acciona el cronómetro y se comienza a registrar el tiempo.

7. Al transcurrir el tiempo de residencia fijado se apaga la fuente generadora de corriente.

8. Se retiran los electrodos y el puente salino.

9. La suspensión se filtra empleando un equipo de filtrado al vacío.

10. La torta se coloca sobre un vidrio de reloj para ser secada en un horno a una temperatura de 95°C durante 3 horas.

11. El licor se envasa y se ubica en un lugar a temperatura ambiente para luego ser analizado químicamente.

12. Una vez obtenida del horno la muestra completamente seca, se envasa y se coloca en un desecador para realizarle posteriormente los análisis químicos.



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

13. Una vez realizadas varias pruebas, se toman unas muestras y se analizan mediante estudios de difracción de rayos X y de microscopía electrónica de barrido.

3.4 Procedimiento para llevar a cabo las corridas experimentales.

En esta sección se establecen ciertos valores de las variables en estudio, con el fin de observar la influencia de cada una de ellas sobre la electrocristalización del cloruro de sodio. Cabe destacar que para el estudio de una variable específica, las restantes se mantuvieron en valores constantes; los cuales fueron fijados de acuerdo a combinaciones obtenidas mediante pruebas preliminares. En la figura 3.3 está representado el diagrama de flujo.

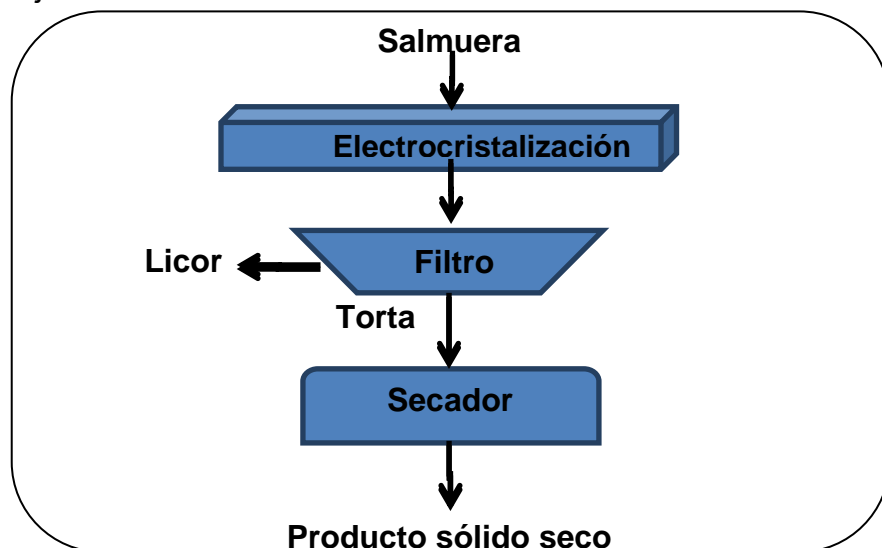


Figura 3.3. Diagrama de flujo del proceso de obtención de cloruro de sodio (NaCl)

3.5 Análisis de la influencia del tiempo sobre el recobro de cloruro de sodio mediante electrocristalización

Para analizar la influencia del tiempo en función del recobro del cloruro de sodio, se estableció un rango de tiempo de 0 a 16 horas, esto luego de



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

pruebas preliminares donde se observó el comportamiento del mismo y se escogió el rango a estudiar en esta investigación.

Una vez establecido el rango, se procedió a realizar las diferentes pruebas, para esto, se instaló el equipo de electrocristalización que consta de un generador de corriente, dos cubas, electrolito (salmuera marina) y dos electrodos (láminas de acero); previamente los electrodos fueron lijados y luego introducidos cada uno en una cuba las cuales contenían salmuera marina con una densidad de 29°Be , colocando el cátodo en la cuba con 800ml y el ánodo en la cuba que contiene 200ml de la salmuera marina, estos a su vez conectados a la fuente generadora de corriente.

Para cerrar el circuito se coloca el puente salino, quien conecta las dos cubas utilizadas y permite el paso de la corriente eléctrica a través de él, lo que evita que el producto se contamine con la corrosión que se produce en el ánodo, lo cual es necesario para poderse llevar a cabo el método de la electrocristalización.

Una vez instalado completamente el equipo, se procede a ponerlo en funcionamiento encendiendo la fuente generadora de corriente en el valor establecido y activando el cronómetro; siempre tomando en cuenta que para poder analizar la influencia del tiempo en el recobro de cloruro de sodio, éste se varia en un rango de 0 a 16 horas mientras que las variables restantes como lo son el voltaje y corriente se mantienen constantes a lo largo de la prueba.

Alcanzado el tiempo establecido, se apaga la fuente generadora de corriente y se procede a desmontar el equipo; el electrolito utilizado en la cuba donde se encuentra el ánodo es desechado debido a que en él se produce la corrosión, mientras que el electrolito de la cuba donde se encuentra el cátodo es el que se estudia en esta investigación, ya que en él es donde se produce la electrocristalización del cloruro de sodio.



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

Seguidamente se procede con la filtración al vacío de la suspensión, logrando así la separación de los cristales formados, los cuales son llevados en un vidrio de reloj al horno durante un período de 3 horas a una temperatura de 95°C para retirarle el exceso de humedad. Transcurrido el tiempo, la muestra se envasa y se pasa a un desecador para el enfriamiento de la sal, una vez seca se le determina el peso y se procede a realizarles los análisis de absorción atómica, turbidimetría y titulación para lograr determinar el contenido de sodio, magnesio, calcio, potasio, cloro y sulfato presentes en la muestra, los cuales se utilizaron para la realización de los balances.

El mismo procedimiento se repite para las demás pruebas variando solamente los tiempos dentro del rango establecido (10 a 16 horas) y en base a los resultados de los balances obtenidos en todas las pruebas se escogieron los mejores tiempos.

3.6 Determinar la combinación de corriente y voltaje aplicable a la salmuera marina para la electrocristalización de cloruro de sodio

Para determinar la combinación de corriente y voltaje aplicable a la salmuera marina mediante la electrocristalización y lograr la obtención de cloruro de sodio, inicialmente se realizaron pruebas preliminares para determinar el rango de voltaje y corriente a utilizar en la investigación, donde se estableció que el rango para la aplicación del voltaje es de 12 a 18 voltios; en cuanto a la corriente, ésta se midió una vez encendido el equipo de electrocristalización en cada voltaje establecido con una pinza tester multímetro digital, esto debido a que para cada voltaje le corresponde una corriente, siendo los voltajes de (12, 14, 16, 18) voltios con una corriente de (0,10, 0,11, 0,12, 0,14) amperios respectivamente.

Se llevaron a cabo 16 pruebas experimentales siguiendo los mismos pasos expuestos en la etapa anterior para el equipo de electrocristalización y filtrado, variando en cada una de estas pruebas y manteniéndolo fijo a lo



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

largo de la misma el voltaje y la corriente dentro del rango establecido (12 a 18 voltios y 0,10 a 0,14 amperios respectivamente), en cuanto al tiempo, éste varia en un rango de 0 a 18 horas; igualmente cada uno de los licores (muestras líquidas) y tortas (muestras sólidas) obtenidas en las diferentes pruebas son analizadas y se les determinaron el contenido de sodio, magnesio, calcio, potasio, cloro y sulfato, con los cuales se realizaron los balances para lograr establecer la mejor combinación de corriente y voltaje para cada tiempo estudiado.

3.7 Identificación de los cristales de cloruro de sodio obtenidos mediante difracción de rayos X

Para lograr la identificación de los cristales de cloruro de sodio mediante el análisis de difracción de rayos X una vez obtenidas las muestras sólidas, se pulverizaron previamente en un mortero Agatha y se colocó en el orificio del porta muestra de forma compacta, este se instaló dentro del difractómetro y se encendió el generador de rayos X.

Desde el computador se comanda el tiempo de barrido, el ángulo de difracción y una longitud de onda, de esta forma el rayo incide sobre la muestra y una vez concluido el barrido se registró el difractograma en la impresora. Seguidamente se comparan los difractogramas obtenidos de las diferentes muestras en estudio (analito) con el correspondiente difractograma de la muestra patrón que se muestra en la figura 4.13 (ver capítulo IV) y con la tabla B.1 (ver anexo B) donde se tabula la intensidad de la sustancia para cada ángulo presentado, en este caso con la de cloruro de sodio.

Se realizaron análisis de difracción de rayos X a los sólidos obtenidos con mayor y menor cantidad de cloruro de sodio de acuerdo a los balances realizados luego de los análisis de absorción atómica, turbidimetría y titulación para cada prueba, en los difractogramas se representan la



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

intensidad o cuentas por segundo (tiempo que tarda el rayo X en difractarse con el mismo ángulo con el cual incidió sobre el retículo cristalino) contra el ángulo de barrido de dicho rayo con la estructura cristalina.

La intensidad del pico presentado en el difractograma muestra que tanto se demora el rayo X en difractarse, a mayor cantidad de átomos de la sustancia más demora la difracción del rayo y por ende más grande es el pico. La figura 4.13 (ver capítulo IV) permite verificar la presencia de cloruro de sodio en las muestras sólidas estudiadas, lo cual se realizó observando los picos en el ángulo donde se encuentra la mayor pureza de cloruro de sodio en la muestra patrón y comparándolos con los picos obtenidos en los difractogramas realizados para las muestras en estudio.

3.8 Estudio fotomicrográfico de los cristales obtenidos

Para realizar el estudio fotomicrográfico de los cristales de cloruro de sodio obtenidos en las muestras sólidas, se utiliza un microscopio electrónico de barrido (MEB), éstos microscopios electrónicos sólo se pueden ver en blanco y negro, puesto que no utilizan la luz, pero se le pueden dar colores en el ordenador, su funcionamiento es semejante a un monitor monocromático y permiten alcanzar una capacidad de aumento muy superior a los microscopios convencionales (hasta 2 aumentos comparados con los de los mejores microscopios ópticos); para éste estudio se eligieron las mismas muestras con mayor y menor cantidad de cristales de NaCl que se utilizaron en los análisis de difracción de rayos X.

Inicialmente se necesitaron preparar las muestras pulverizándolas previamente en un mortero Agatha y luego aplicándoles cromo con un cubridor iónico para así posteriormente poder observar la morfología de



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

los cristales de cloruro de sodio con el microscopio electrónico de barrido (MEB).

Una vez preparada la muestra, se colocó en el orificio del porta muestra de forma compacta y se recubrió con una capa de metal delgado, luego es barrida con electrones enviados desde un cañón. Un detector mide la cantidad de electrones enviados que arroja la intensidad de la zona de muestra, siendo capaz de mostrar las figuras en tres dimensiones y proyectándolas en una imagen de TV.

El MEB exploró la superficie de la imagen punto por punto, a medida que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma en el monitor, donde se observa la morfología de los cristales presentes en la muestra analizada.

Los microscopios electrónicos de barrido pueden ampliar los objetos 100.000 veces o más. Este tipo de microscopio es muy útil porque produce imágenes tridimensionales realistas de la superficie del objeto. Se lograron obtener una serie de fotomicrografías a 500nm y (1, 2.5, 5, 10 y 25) μm , donde se observan las morfologías de los cristales de cloruro de sodio obtenidos en las diferentes pruebas, los cuales se presentan en las figuras 4.11 hasta la 4.22 (ver anexo A).



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

3.9 Datos obtenidos

Tabla 3.2 Composiciones iónicas del producto sólido seco (torta) obtenido para un voltaje de 12 voltios y 0,10 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Composición Iónica (% Peso)						Humedad
		Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺²	Ca ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁼	
10	4,1041	36,97	1,93	0,35	0,00	57,96	5,10	1,74
12	7,9473	33,85	1,49	0,54	0,10	56,62	5,19	2,21
14	26,2000	35,28	0,89	0,16	0,01	57,46	4,65	1,55
16	14,7653	34,49	2,33	0,22	0,06	56,92	5,24	1,74

Tabla 3.3 Composiciones iónicas del producto sólido seco (torta) obtenido para un voltaje de 14 voltios y 0,11 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Composición Iónica (% Peso)						Humedad
		Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺²	Ca ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁼	
10	16,1821	35,99	0,05	0,39	0,00	57,39	4,33	1,85
12	11,1315	33,07	1,44	0,69	0,01	56,59	5,42	2,78
14	15,2910	34,53	1,41	0,34	0,01	56,97	4,89	1,85
16	29,7187	36,98	1,43	0,84	0,01	57,82	0,92	2,00



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

Tabla 3.4 Composiciones iónicas del producto sólido seco (torta) obtenido para un voltaje de 16 voltios y 0,12 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Composición Iónica (% Peso)						Humedad
		Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺²	Ca ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁼	
10	12,1373	36,95	0,78	0,29	0,00	58,81	1,40	1,77
12	13,9500	37,59	0,94	0,27	0,01	58,44	1,93	0,82
14	3,5030	36,43	0,19	0,22	0,00	58,32	2,84	2,00
16	10,3140	37,98	0,49	0,24	0,00	59,02	1,75	0,52

Tabla 3.5 Composiciones iónicas del producto sólido seco (torta) obtenido para un voltaje de 18 voltios y 0,14 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Composición Iónica (% Peso)						Humedad
		Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺²	Ca ⁺²	Cl ⁻	SO ₄ ⁼	
10	21,1537	38,29	0,05	0,14	0,01	59,54	1,05	0,93
12	19,9184	33,99	1,04	0,58	0,01	57,88	3,98	2,52
14	27,0122	38,69	0,05	0,13	0,01	59,82	0,75	0,56
16	19,9692	37,97	0,05	0,27	0,01	59,03	1,08	1,60



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

Tabla 3.6 Composiciones iónicas de los licores obtenidos para un voltaje de 12 voltios y 0,10 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Volumen del licor (ml)	Composición Iónica (% Peso)						Agua y otros solubles
		Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺²	Ca ⁺²	SO ₄ ⁼	Cl ⁻	
10	790	3,20	0,51	2,64	0,03	5,15	7,02	81,12
12	785	3,09	0,51	2,65	0,03	5,14	7,17	81,40
14	786	2,40	0,50	2,65	0,03	5,05	5,93	83,32
16	770	2,90	0,51	2,70	0,03	5,20	6,12	81,76

Tabla 3.7 Composiciones iónicas de los licores obtenidos para un voltaje de 14 voltios y 0,11 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Volumen del licor (ml)	Composición Iónica (% Peso)						Agua y otros solubles
		Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺²	Ca ⁺²	SO ₄ ⁼	Cl ⁻	
10	782	2,77	0,52	2,66	0,03	5,13	6,10	82,18
12	760	3,09	0,52	2,73	0,04	5,29	7,28	81,12
14	758	2,92	0,52	2,74	0,04	5,29	6,07	81,53
16	750	2,32	0,50	2,76	0,04	5,40	5,96	82,87



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

Tabla 3.8 Composiciones iónicas de los licores obtenidos para un voltaje de 16 voltios y 0,12 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Volumen del licor (ml)	Composición Iónica (% Peso)						Agua y otros solubles
		Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺²	Ca ⁺²	SO ₄ ⁼	Cl ⁻	
10	738	3,09	0,54	2,82	0,04	5,50	6,98	80,68
12	745	2,98	0,53	2,79	0,04	5,43	7,00	81,07
14	720	3,54	0,57	2,89	0,04	5,64	7,79	79,22
16	705	3,30	0,57	2,95	0,04	5,75	7,80	79,58

Tabla 3.9 Composiciones iónicas de los licores obtenidos para un voltaje de 18 voltios y 0,14 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Volumen del licor (ml)	Composición Iónica (% Peso)						Agua y otros solubles
		Na ⁺	K ⁺	Mg ⁺²	Ca ⁺²	SO ₄ ⁼	Cl ⁻	
10	709	2,79	0,58	2,94	0,04	5,72	7,00	80,94
12	630	3,32	0,62	3,29	0,04	6,36	8,02	78,35
14	590	3,03	0,69	3,53	0,05	6,87	7,90	77,93
16	587	3,45	0,69	3,54	0,05	6,90	7,97	76,80



3.10. Muestra de cálculo

3.10.1 Balance de masa

En ésta sección se plantea el balance de masa por componentes, en el licor y en el sólido; lo cual se le realizó a todas las muestras tomando en cuenta los datos de las tablas 3.2 hasta la 3.9 y los resultados son reportados en las tablas A.1 hasta la A.8 (ver anexo A).

Para la muestra de cálculos se utilizarán los datos de la prueba realizada a las siguientes condiciones de operación:

Volumen inicial: 800ml

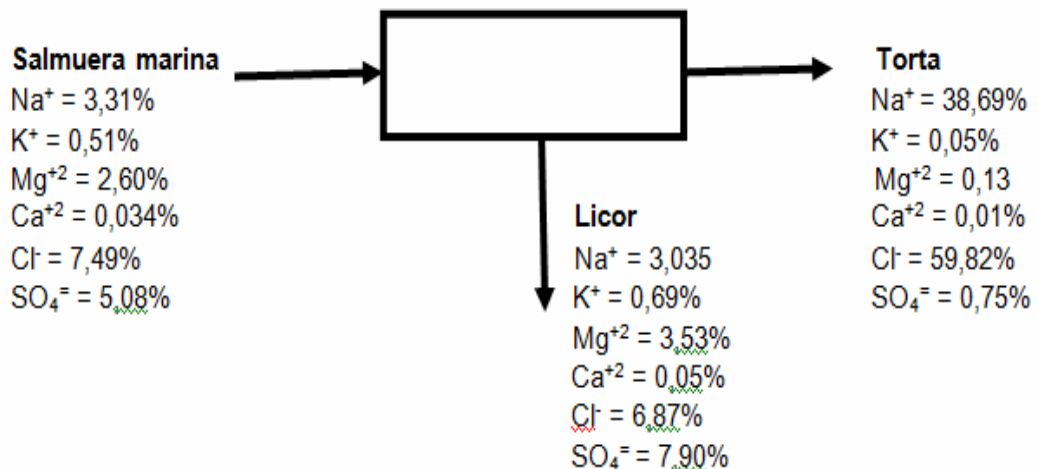
Temperatura: 25°C

Voltaje: 18 voltios

Corriente: 0,14 amperios

Tiempo: 14horas

3.10.1.1 Balance de masa por componentes





Balance de sodio

$$21,62\text{gr} + 10,45\text{gr} = 32,07\text{gr}$$

Balance de potasio

$$4,93\text{gr} + 0,01\text{gr} = 4,94\text{gr}$$

Balance de magnesio

$$25,17\text{gr} + 0,04\text{gr} = 25,21\text{gr}$$

Balance de calcio

$$0,32\text{gr} + 0,00\text{gr} = 0,32\text{gr}$$

Balance de cloro

$$56,47\text{gr} + 16,16\text{gr} = 72,63\text{gr}$$

Balance de sulfato

$$49,06\text{gr} + 0,20\text{gr} = 49,26\text{gr}$$

3.10.1.2 Balance de masa en el licor

Debido a la alta solubilidad del cloruro de sodio, se puede considerar que todo el sodio presente en licor, debe estar unido al cloro formando cloruro de sodio. El cloruro de sodio se forma a partir de la siguiente reacción iónica.



Luego la cantidad de cloro unida al sodio es:



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

$$\text{gr de Cl}^{-} = \frac{1 \text{ mol de Cl}^{-}}{1 \text{ mol de Na}^{+}} \times \frac{1 \text{ mol de Na}^{+}}{23 \text{ gr de Na}^{+}} \times \frac{35,453 \text{ gr de Cl}^{-}}{1 \text{ mol de Cl}^{-}} \times 21,63 \text{ gr de Na}^{+} =$$

$$\text{gr de Cl}^{-} = 33,34 \text{ gr}$$

Por lo tanto, la cantidad de cloruro de sodio formado es:

$$\text{gr NaCl} = 33,34 \text{ gr} + 21,63 \text{ gr} = 54,97 \text{ gr}$$

La cantidad de cloro restante en el licor es:

$$\text{gr Cl}^{-} = 56,47 \text{ gr} - 33,34 \text{ gr} = 23,13 \text{ gr}$$

Este cloro debe estar unido al potasio formando cloruro de potasio. La reacción iónica por lo cual se forma el cloruro de potasio es:



Por lo tanto, la cantidad de cloro unido al potasio es:

$$\text{gr de Cl}^{-} = \frac{1 \text{ mol de Cl}^{-}}{1 \text{ mol de K}^{+}} \times \frac{1 \text{ mol de K}^{+}}{39,10 \text{ gr de K}^{+}} \times \frac{35,453 \text{ gr de Cl}^{-}}{1 \text{ mol de Cl}^{-}} \times 4,93 \text{ gr de K}^{+} =$$

$$\text{gr de Cl}^{-} = 4,47 \text{ gr}$$



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

Luego, la cantidad de cloruro de potasio en el licor es:

$$\text{gr KCl} = 4,47\text{gr} + 4,93\text{gr} = 9,4\text{gr}$$

Entonces, la cantidad de cloro restante en el licor es:

$$\text{gr Cl}^- = 23,13\text{gr} - 4,47\text{gr} = 18,66\text{gr}$$

Ahora, la cantidad de calcio presente en el licor debe unirse al sulfato formando sulfato de calcio. La reacción iónica es la siguiente:



Por lo que, la cantidad de sulfato es:

$$\text{gr SO}_4^{=} = \frac{1 \text{ mol de SO}_4^{=}}{1 \text{ mol de Ca}^{+2}} \times \frac{1 \text{ mol de Ca}^{+2}}{40 \text{ gr de Ca}^{+2}} \times \frac{96 \text{ gr de SO}_4^{=}}{1 \text{ mol de SO}_4^{=}} \times 0,33\text{gr de Ca}^{+2} =$$

$$\text{gr SO}_4^{=} = 0,79\text{gr}$$

Debido a esto, la cantidad de sulfato de calcio formada es:

$$\text{gr CaSO}_4 = 0,79\text{gr} + 0,33\text{gr} = 1,12\text{gr}$$

La cantidad de sulfato restante en el licor es:

$$\text{gr SO}_4^{=} = 49,06\text{gr} - 0,79\text{gr} = 48,27\text{gr}$$



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

Este sulfato debe estar unido al magnesio formando sulfato de magnesio. La reacción iónica por lo cual se forma el sulfato de magnesio es:



Por lo tanto, la cantidad de magnesio unido a este sulfato es:

$$\text{gr de Mg}^{+2} = \frac{1 \text{ mol de Mg}^{+2}}{1 \text{ mol de SO}_4^{-}} \times \frac{1 \text{ mol de SO}_4^{-}}{96 \text{ gr de SO}_4^{-}} \times \frac{24,3 \text{ gr de Mg}^{+2}}{1 \text{ mol de Mg}^{+2}} \times 48,27 \text{ gr de SO}_4^{-}$$

=

$$\text{gr de Mg}^{+2} = 12,22 \text{ gr}$$

Luego, la cantidad de sulfato de magnesio formado es:

$$\text{gr MgSO}_4 = 12,22 \text{ gr} + 48,27 \text{ gr} = 60,49 \text{ gr}$$

Por lo que el magnesio restante en el licor es de:

$$\text{gr Mg}^{+2} = 25,17 \text{ g} - 12,22 \text{ g} = 12,95 \text{ gr}$$

Ahora, la cantidad de magnesio restante en el licor debe unirse al cloro restante formando cloruro de magnesio. La reacción iónica es la siguiente:



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO



Entonces, la cantidad de cloruro de magnesio formado es:

$$\begin{aligned} & \text{gr de Mg}^{+2} \\ = & \frac{1 \text{ mol de Mg}^{+2}}{1 \text{ mol de Cl}^{-}} \times \frac{1 \text{ mol de Cl}^{-}}{35,453 \text{ gr de Cl}^{-}} \times \frac{24,3 \text{ gr de Mg}^{+2}}{1 \text{ mol de Mg}^{+2}} \times 18,66 \text{ gr de Cl}^{-} = \end{aligned}$$

$$\text{gr de Mg}^{+2} = 12,78 \text{ gr}$$

Luego, la cantidad de cloruro de magnesio formada es de:

$$\text{gr MgCl}_2 = 12,78 \text{ gr} + 18,66 \text{ gr} = 31,44 \text{ gr}$$

La cantidad de Mg^{+2} restante en el licor es de:

$$\text{gr Mg}^{+2} = 12,95 \text{ gr} - 12,78 \text{ gr} = 0,17 \text{ gr}$$

3.10.1.3 Balance de masa en el sólido

En este caso, se debe considerar que todo el sodio presente en la torta sólida debe estar como cloruro de sodio. De acuerdo con la Ec. 3.1, la cantidad de cloro unida al sodio es:



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

$$gr \text{ de } Cl^{-} = \frac{1 \text{ mol de } Cl^{-}}{1 \text{ mol de } Na^{+}} \times \frac{1 \text{ mol de } Na^{+}}{23gr \text{ de } Na^{+}} \times \frac{35,453gr \text{ de } Cl^{-}}{1 \text{ mol de } Cl^{-}} \times 10,45 \text{ gr de } Na^{+} =$$

$$gr \text{ de } Cl^{-} = 16,11gr$$

Luego, la cantidad de cloruro de sodio formado es:

$$gr \text{ NaCl} = 10,45gr + 16,11gr = 26,56gr$$

La cantidad de cloro restante en el sólido es de:

$$gr \text{ Cl}^{-} = 16,16gr - 16,11gr = 0,05gr$$

Este cloro restante debe estar unido al potasio formando cloruro de potasio. Siguiendo la Ec 3.2, la cantidad de cloro unido a ese potasio es:

$$gr \text{ de } Cl^{-} = \frac{1 \text{ mol de } Cl^{-}}{1 \text{ mol de } K^{+}} \times \frac{1 \text{ mol de } K^{+}}{39,1gr \text{ de } K^{+}} \times \frac{35,453gr \text{ de } Cl^{-}}{1 \text{ mol de } Cl^{-}} \times 0,01 \text{ gr de } K^{+} =$$

$$gr \text{ de } Cl^{-} = 0,0091gr$$

Entonces, la cantidad de cloruro de potasio formado es:

$$gr \text{ KCl} = 0,0091gr + 0,01gr = 0,019gr$$



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

Todo el magnesio presente en el sólido, debe estar unido al sulfato formando sulfato de magnesio. De acuerdo con la Ec.3.4, la cantidad de sulfato unida al magnesio es:

$$\begin{aligned} \text{gr de SO}_4^{=} &= \\ &= \frac{1 \text{ mol de SO}_4^{=}}{1 \text{ mol de Mg}^{+2}} \times \frac{1 \text{ mol de Mg}^{+2}}{24,3 \text{ gr de Mg}^{+2}} \times \frac{96 \text{ gr de SO}_4^{=}}{1 \text{ mol de SO}_4^{=}} \times 0,04 \text{ gr de Mg}^{+2} \\ &= \end{aligned}$$

$$\text{gr de SO}_4^{=} = 0,16 \text{ gr}$$

Por lo tanto, la cantidad de sulfato de magnesio formado es de:

$$\text{gr CaSO}_4 = 0,16 \text{ gr} + 0,04 \text{ gr} = 0,20 \text{ gr}$$

Ahora, la cantidad de $\text{SO}_4^{=}$ restante en la torta es de:

$$\text{gr SO}_4^{=} = 0,20 \text{ gr} - 0,16 \text{ gr} = 0,04 \text{ gr}$$

3.10.2 Porcentaje de rendimiento

Masa de la salmuera = Volumen de la salmuera \times Densidad de la salmuera



CAPITULO III: MARCO METODOLÓGICO

$$\text{Masa de la salmuera} = 800\text{ml} \times 1.2121\text{gr/ml}$$

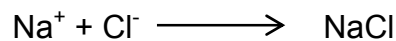
$$\text{Masa de la salmuera} = 969.68\text{gr}$$

$$\text{Masa de Na}^+ \text{ disponible} = (\text{Masa de la salmuera} \times \% \text{ peso Na}^+ \text{ en la salmuera}) / 100\text{gr de salmuera}$$

$$\text{Masa de Na}^+ \text{ disponible} = (969.68\text{gr} \times 3,3080\text{gr Na}^+) / 100\text{gr}$$

$$\text{Masa de Na}^+ \text{ disponible} = 32.08\text{gr}$$

3.10.2.1 Cálculo del recobro teórico



$$\text{gr de NaCl} = \frac{1 \text{ mol de NaCl}}{1 \text{ mol de Na}^+} \times \frac{1 \text{ mol de Na}^+}{23 \text{ gr de Na}^+} \times \frac{58,453 \text{ gr de NaCl}}{1 \text{ mol de NaCl}} \times 32,08\text{gr de Na}^+ =$$

$$\text{gr NaCl} = 81,53\text{gr}$$

3.10.2.2 Cálculo del recobro real de NaCl

$$\text{Recobro real} = (\text{Masa de la torta} \times \% \text{ pureza}) / 100$$

$$\text{Recobro real} = (27,0122\text{gr} \times 98,33\text{gr de NaCl}) / 100$$

$$\text{Recobro real} = 26,56\text{gr}$$



De igual manera se realizó para las demás muestras y los resultados se reportan en las tablas A.9 hasta la A.24 (Ver anexo A).

3.10.2.3 Cálculo del porcentaje de rendimiento

$$\% \text{ Rendimiento} = (\text{Recobro Real} \times 100) / \text{recobro teórico}$$

$$\% \text{ Rendimiento} = (26,56\text{gr} \times 100) / 81,53\text{gr}$$

$$\% \text{ Rendimiento} = 32,58$$

De forma análoga, se obtuvieron los porcentajes de rendimiento para las demás muestras y los resultados se presentan en las tablas A.9 hasta la A.24 (Ver anexo A).



CAPITULO IV

DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

Para una mejor comprensión, los resultados obtenidos y su respectiva discusión se presentan a continuación agrupados en cuatro partes como sigue:

4.1 INFLUENCIA DEL TIEMPO SOBRE EL RECOBRO DE CLORURO DE SODIO MEDIANTE ELECTROCRISTALIZACIÓN

Estas pruebas se evaluaron con la salmuera marina a 29°Be, manteniendo la temperatura ambiente (25°C), un voltaje de 12 voltios y una corriente de 0,10 amperios, variando los tiempos de electrocristalización en 10, 12, 14 y 16 horas. Los resultados están representados en las figuras 4.1 y 4.2, donde se grafican la composición molecular del sólido (% peso) y el porcentaje de rendimiento en función del tiempo de electrocristalización.

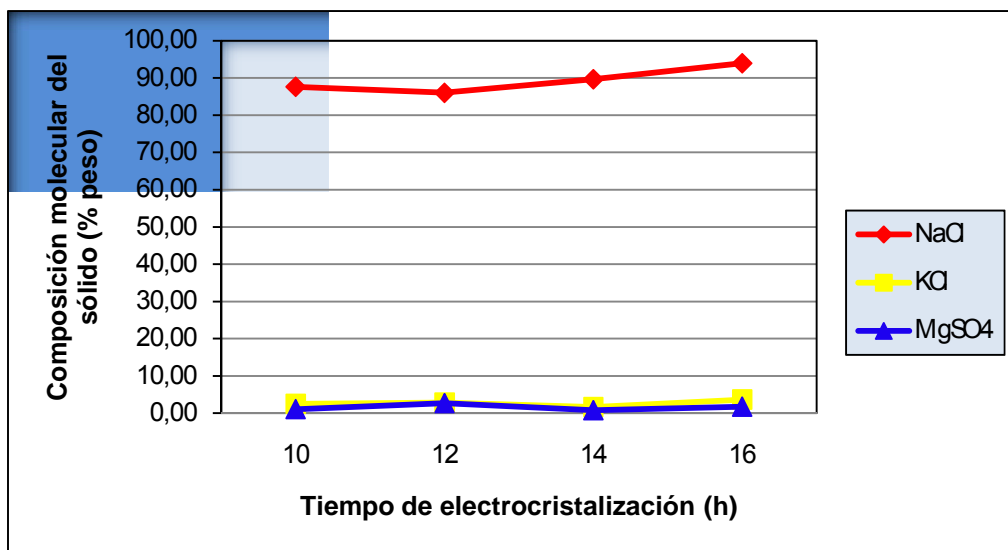


Figura 4.1 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 12 voltios y una corriente de 0,10 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

La figura 4.1 evidencia una composición molecular de cloruro de sodio del 93,96% a las 16 horas, como consecuencia de la mayor precipitación de NaCl en ese tiempo de electrocristalización. En esta gráfica también se muestra una disminución del porcentaje de cloruro de sodio a medida que disminuye el tiempo de electrocristalización, lo cual puede deberse a que para este voltaje (12 voltios) los tiempos de electrocristalización muy pequeños no son lo suficientemente necesarios para una buena precipitación de cristales de cloruro de sodio. Así mismo, esto revela que a medida que aumenta el tiempo de electrocristalización los iones $\text{SO}_4^{=}$ dejan de competir con los iones Cl^- , lo que trae como consecuencia un aumento en la pureza del cloruro de sodio obtenido. En el licor correspondiente al tiempo de electrocristalización de 16 horas, existe un 13,04% de sulfato de magnesio y un 3,30 de cloruro de magnesio, es decir que gran cantidad del sulfato de magnesio que no precipitó se encuentra en el licor como se puede observar en la tabla A.5 (ver anexo A). En estas condiciones resultan mejor los cristales obtenidos en un tiempo de electrocristalización de 16 horas donde se observó la mayor composición molecular de NaCl y la menor composición de impurezas, lo cual se puede observar en la tabla A.1 (ver anexo A).



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

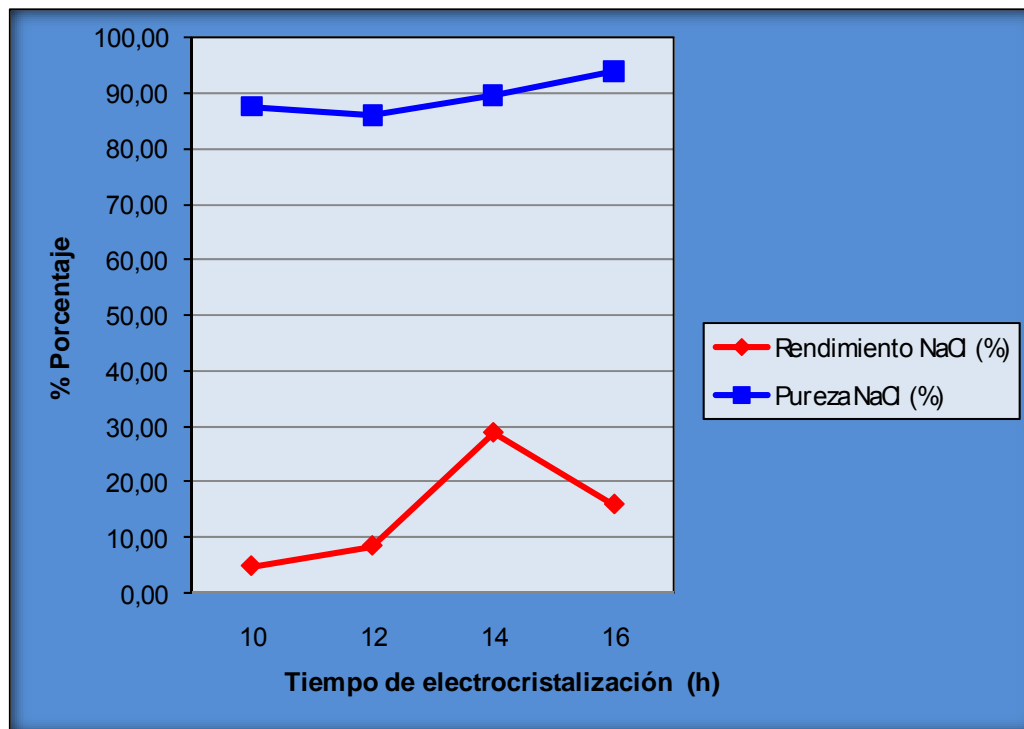


Figura 4.2 Variación del porcentaje de rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un voltaje de 12 voltios y una corriente de 0,10 amperios en función del tiempo de electrocristalización

También se puede observar en la figura 4.2, que el porcentaje de rendimiento aumenta a mayor tiempo de electrocristalización, porque hay un mayor recobro, presentando el mayor porcentaje en un tiempo de 14 horas de electrocristalización, ya que al pasar este tiempo el porcentaje de recobro comienza a decaer. En cuanto al porcentaje de pureza, para el tiempo de 12 horas disminuye debido a la presencia de mayor cantidad de impurezas en el sólido, lo cual se refleja en la tabla A.9 (ver anexo A). Por lo tanto, se escoge como el mejor tiempo de electrocristalización para la producción de cloruro de sodio a 12 voltios y 0,10 amperios un tiempo de 14 horas, donde se tiene el mayor porcentaje de rendimiento del NaCl y una pureza aceptable.



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

Las siguientes pruebas se evaluaron igualmente con la salmuera marina a 29°Be, manteniendo la temperatura ambiente (25°C), pero con un voltaje de 14 voltios y una corriente de 0,11 amperios variando de la misma manera los tiempos de electrocristalización en 10, 12, 14 y 16 horas. Los resultados están representados en las figuras 4.3 y 4.4, donde se grafican la composición molecular del sólido (% peso) y el porcentaje de rendimiento en función del tiempo de electrocristalización

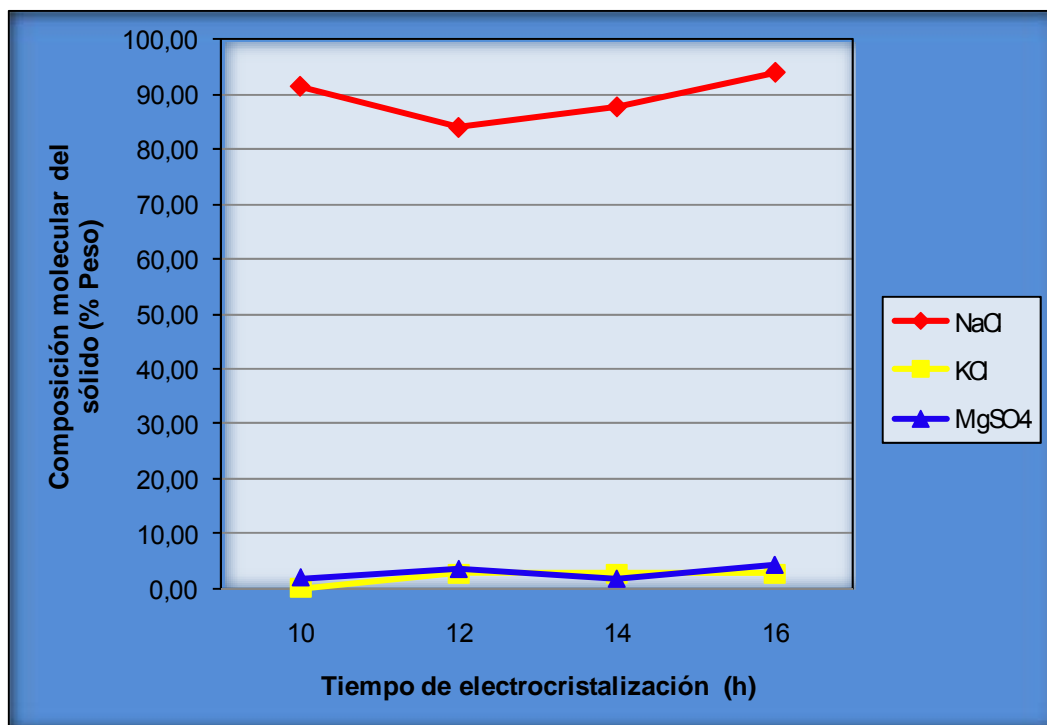


Figura 4.3 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 14 voltios y una corriente de 0,11 amperios en diferentes tiempos de electrocristalización

En la figura 4.3 se puede apreciar que para un tiempo de electrocristalización de 10 horas, existe un 91,47% en peso de NaCl disminuyendo este al variar el tiempo a 12 horas, lo cual generó un aumento



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

en la obtención del cloruro de potasio, al seguir aumentando el tiempo de electrocristalización se observa el incremento en la composición molecular de los cristales de cloruro de sodio alcanzando un máximo de 93,98% en un tiempo de 16 horas de electrocristalización; lo que permite deducir que a mayor cantidad de voltaje y tiempo de electrocristalización se obtiene mayor cantidad de precipitado de NaCl, por lo que disminuye la cantidad de cloruro de sodio presente en el licor como se puede observar en la tabla A.6 (ver anexo A), siempre tomando en cuenta que existen puntos medios donde la obtención del cloruro de sodio es baja, lo cual puede deberse a que para ese tiempo de electrocristalización, se necesitaría más voltaje para poder lograr mayor cantidad de electrocristalización de NaCl.

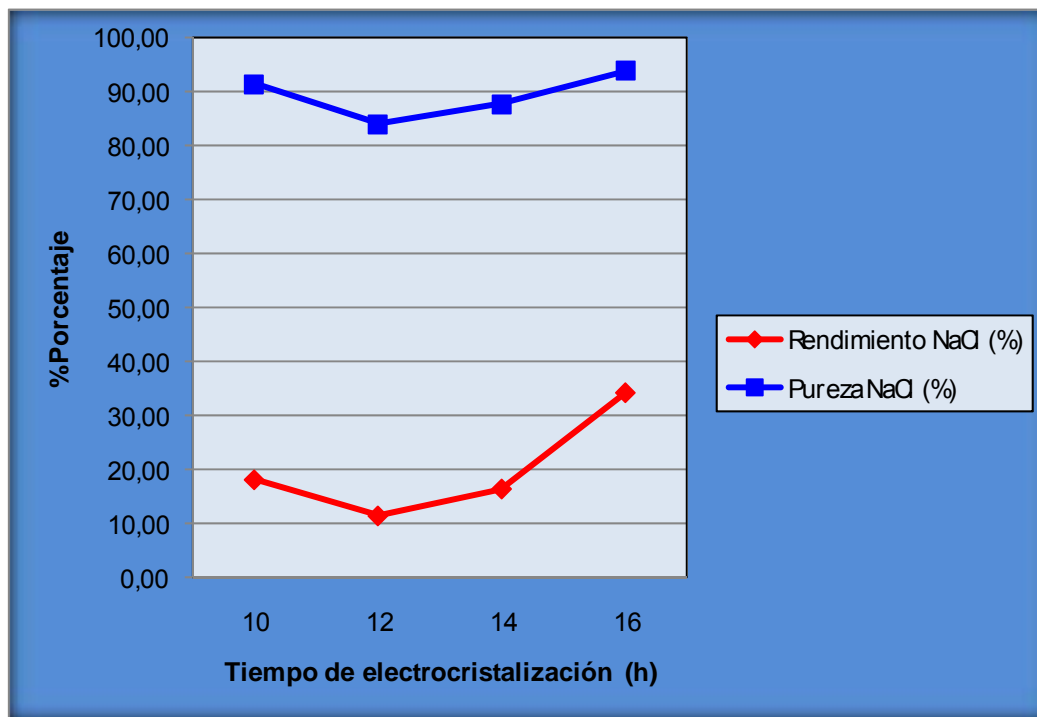


Figura 4.4 Variación del porcentaje de rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un voltaje de 14 voltios y una corriente de 0,11 amperios en función del tiempo de electrocristalización



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

Se observa en la figura 4.4, que a mayor tiempo de electrocristalización (16 horas) el rendimiento y la pureza presentan un aumento, esto debido a que en la medida que se aumenta el tiempo de electrocristalización en el rango estudiado, disminuye la solubilidad del sodio en la solución, lo que permite obtener una mayor precipitación del cloruro de sodio. Las impurezas en el precipitado van disminuyendo a medida que se aumenta el tiempo de electrocristalización, lo cual se refleja en la tabla A.10 (ver anexo A); por lo que se toma como el mejor tiempo de electrocristalización dentro del rango estudiado de voltaje y corriente (14 voltios-0,11 amperios), un tiempo de 16 horas, ya que el cloruro de sodio obtenido en esta muestra es el más puro.

Para las siguientes pruebas se utilizó una salmuera a 29°Be , con la temperatura constante en 25°C , un voltaje de 16 voltios y una corriente de 0,12 amperios, variando los tiempos de electrocristalización igualmente para 10, 12, 14 y 16 horas. Los resultados están representados en las figuras 4.5 y 4.6, donde se grafican la composición molecular del sólido (% peso) y el porcentaje de rendimiento en función del tiempo de electrocristalización.



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

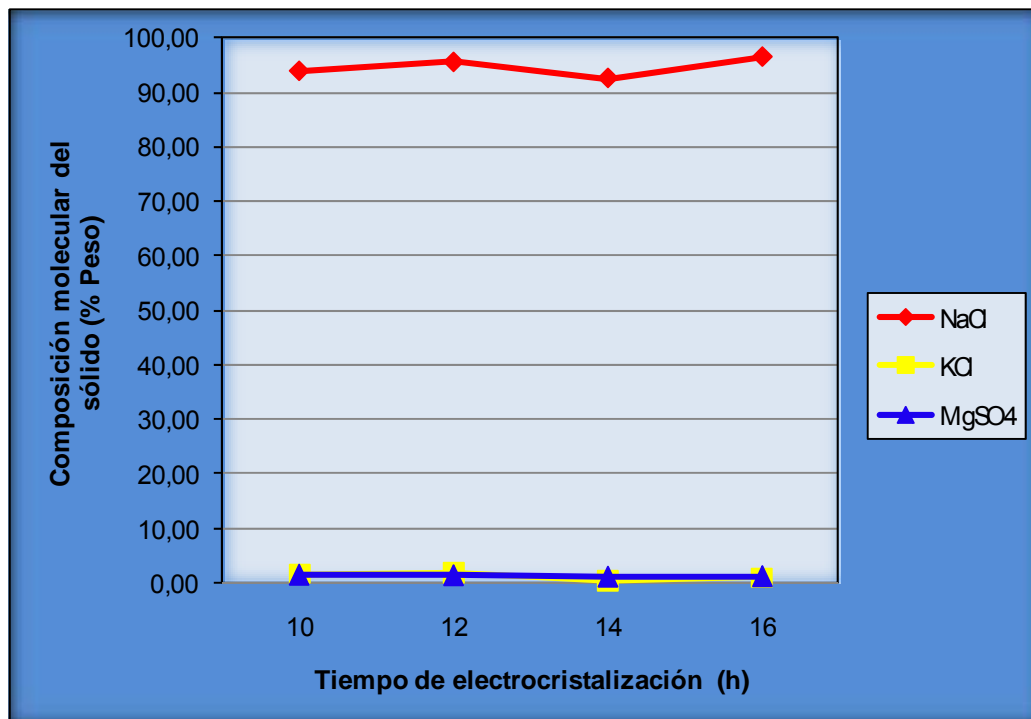


Figura 4.5 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 16 voltios y una corriente de 0,12 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización

La figura 4.5 revela que para un voltaje de 16 voltios, a medida que aumenta el tiempo de electrocristalización hasta alcanzar un tiempo de 16 horas, los cambios son poco relevantes en cuanto al porcentaje de la composición molecular del NaCl, siendo el más favorecido el correspondiente al tiempo de 16 horas de electrocristalización con un 96,52%, ello es debido a que ese tiempo favorece el acercamiento entre los iones de sodio (Na^+) y cloro (Cl^-) presentes en la salmuera marina y por lo tanto hay mayor precipitación de cloruro de sodio. Se puede apreciar que para un tiempo de 14 horas de electrocristalización, disminuye la cantidad de precipitado de cloruro de sodio (92,58%), la disminución en la producción de NaCl, puede ser ocasionada debido a que en este tiempo hay menos



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

oportunidad de que los iones de Na^+ y Cl^- se combinen, lo cual al compararlo con los demás iones presentes se observa que estos poseen el mismo comportamiento para este mismo tiempo; por lo que se deduce, que un tiempo de 16 horas es el tiempo máximo dentro del rango estudiado donde se obtiene la mayor cantidad de NaCl en estas condiciones (16 voltios- 0,12 amperios), lo cual se encuentra reflejado en la tabla A.3 (ver anexo A).

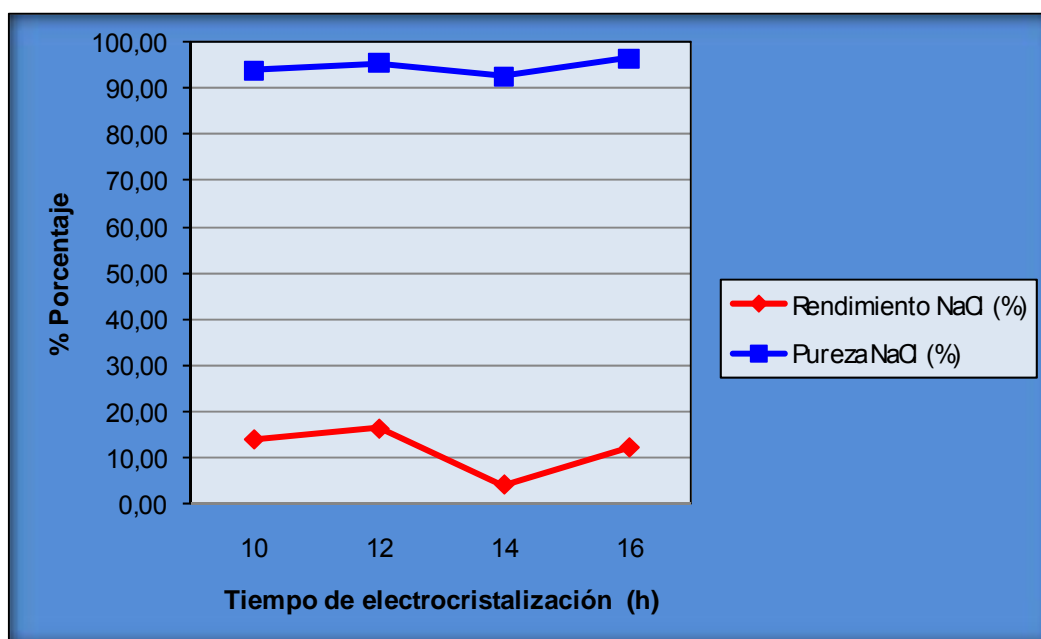


Figura 4.6 Variación del porcentaje de rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un voltaje de 16 voltios y una corriente de 0,12 amperios en función del tiempo de electrocristalización

Se observa en la Figura 4.6, que el rendimiento presenta un comportamiento variable dependiendo del tiempo de electrocristalización llegando a un 16,35%, el cual es el máximo en un tiempo de 12 horas, que es donde hay mayor recobro y se encuentra tabulado en la tabla A.11 (ver



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

anexo A). En cuanto al porcentaje de pureza, para el tiempo de electrocristalización de 12 horas, se tiene que alcanza un 95,63%, esto como consecuencia de que a estas condiciones disminuye la solubilidad del cloruro de sodio y conlleva a su precipitación. Por lo tanto, se escoge como mejor tiempo de electrocristalización el de 12 horas, ya que se aprecian tanto el rendimiento como la

pureza alcanzando sus mayores valores en ese tiempo, a las condiciones de 16 voltios-0,12 amperios.

En las siguientes pruebas la salmuera marina utilizada también fue la de 29°Be, manteniendo la temperatura ambiente (25°C), con un voltaje de 18 voltios y una corriente de 0,14 amperios, variando igualmente los tiempos de electrocristalización para 10, 12, 14 y 16 horas. Los resultados se representan en las figuras 4.7 y 4.8, donde se grafican la composición molecular del sólido (% peso) y el porcentaje de rendimiento en función del tiempo de electrocristalización estudiado.

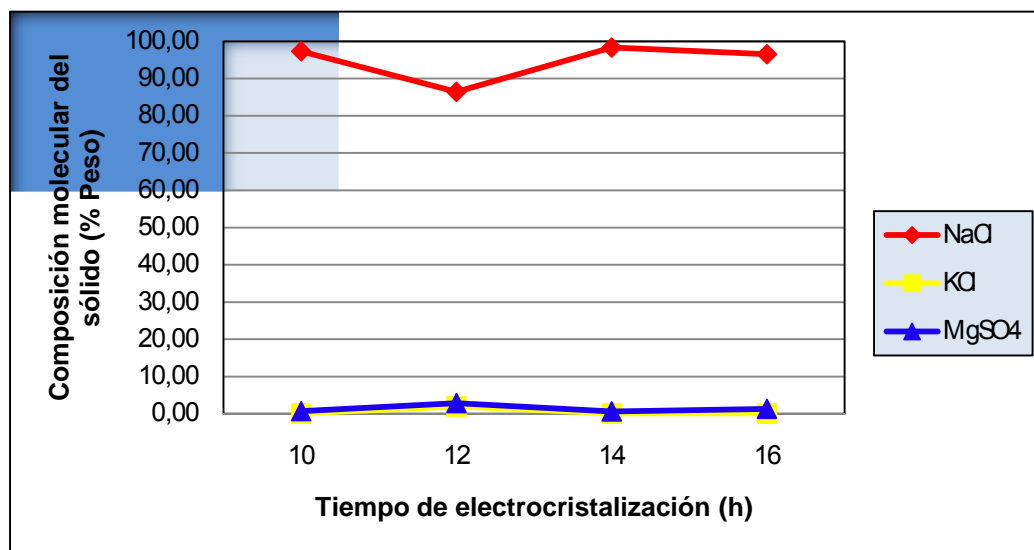


Figura 4.7 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 18 voltios y una corriente de 0,14 amperios a diferentes tiempos de electrocristalización



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

La figura 4.7, revela que a las condiciones de 18 voltios y amperios, con un tiempo de electrocristalización de 12 horas, precipita la menor cantidad de cloruro de sodio (86,38%), esto comparándola con las demás muestras estudiadas en los distintos tiempos de electrocristalización a estas mismas condiciones, favoreciendo esto a la precipitación del sulfato de magnesio, ya que existe en ésta un mejor acercamiento entre los iones de Mg^{+2} y los iones SO_4^- presentes en la solución, aun y cuando en este tiempo sigue siendo en el sólido obtenido la mayor proporción de cloruro de sodio.

Se puede apreciar que la máxima composición molecular del NaCl para estas condiciones (18voltios-0,14amperios), se obtuvo en el tiempo de 14 horas de electrocristalización siendo de 98,33% como se puede observar en la tabla A.4, lo cual indica que el cloruro de sodio que no precipitó se encuentra presente en el licor (ver tabla A.8). Así mismo se puede notar que la presencia del sulfato de magnesio es baja para este tiempo, lo cual es favorable para la investigación.

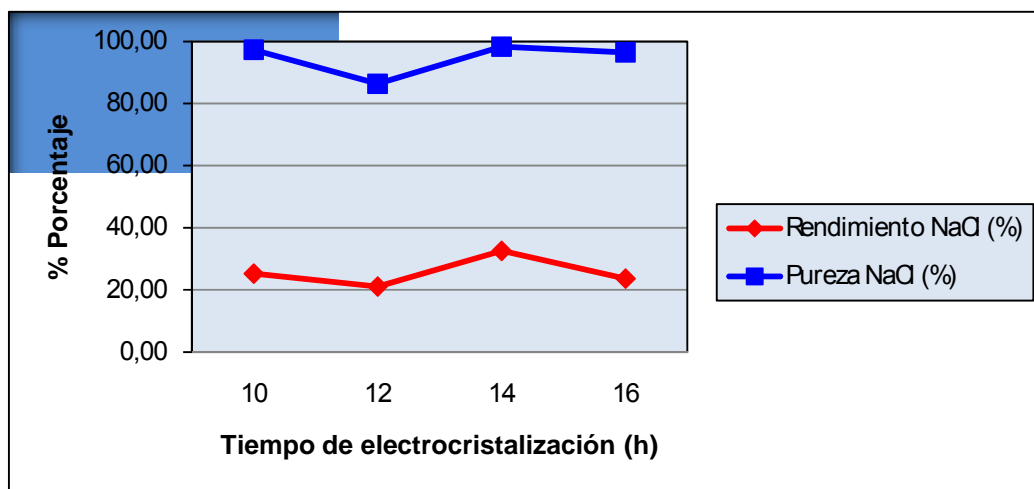


Figura 4.8 Variación del porcentaje de rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un voltaje de 18 voltios y una corriente de 0,14 amperios en función del tiempo de electrocristalización



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

En cuanto al rendimiento, la figura 4.8 refleja que este no posee un comportamiento con tendencia uniforme, de acuerdo a cada tiempo se tiene un recobro muy distinto donde se notan puntos altos y bajos, los tiempos de electrocristalización donde se presentan esos puntos bajos no son ideales para la producción de NaCl ya que, estas presentan mayor cantidad de impurezas precipitadas como se muestra en la tabla A.4 (ver anexo A), indicando que para ese tiempo se necesita una mayor combinación de voltaje y corriente para poder cristalizar más cantidad de cloruro de sodio y menos impurezas.

El tiempo de electrocristalización más favorecido a estas condiciones es el de 14 horas, presentando este un rendimiento de 32,58% con una pureza de 98,23% (ver tabla A.12).

4.2. DETERMINACIÓN DE LA COMBINACIÓN DE CORRIENTE Y VOLTAJE APLICABLE A LA SALMUERA MARINA PARA LA ELECTROCRISTALIZACIÓN DE CLORURO DE SODIO

En esta parte, se grafican los resultados de las pruebas realizadas al evaluar la salmuera marina a 29°C, fijando el tiempo de electrocristalización (10 horas), variando el voltaje en (12, 14, 16, 18) voltios y la corriente en (0,10, 0,11, 0,12, 0,14) amperios respectivamente, a fin de observar su comportamiento con respecto al porcentaje de pureza y rendimiento.



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

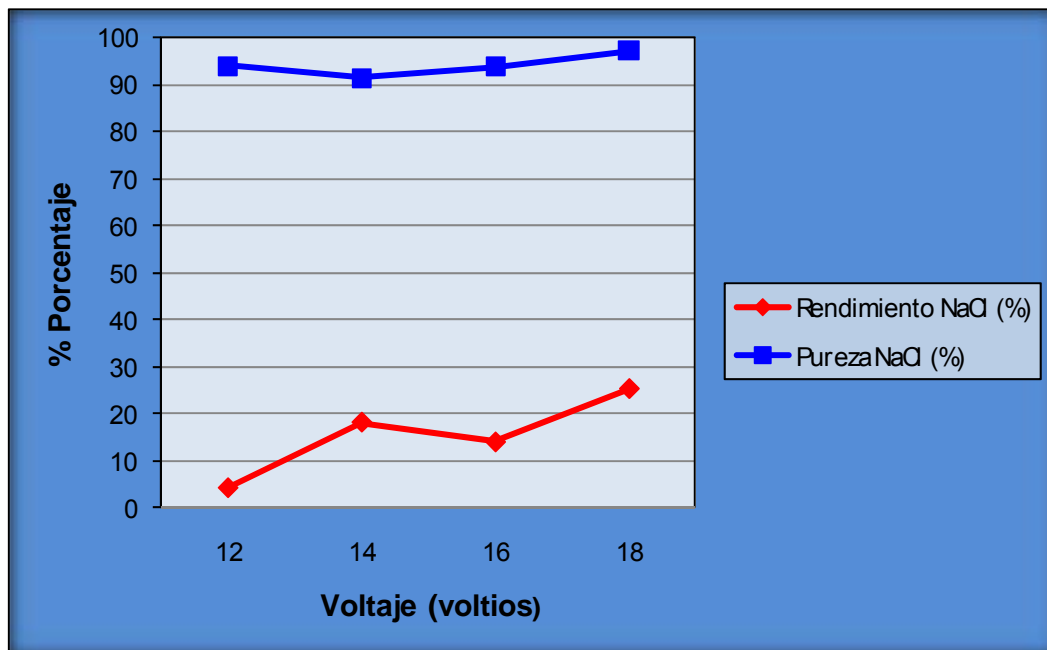


Figura 4.9 Variación del rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un tiempo de electrocristalización de 10 horas en función del voltaje

La figura 4.9 evidencia que el porcentaje de rendimiento de NaCl presenta un comportamiento variable dependiendo del voltaje utilizado para cada prueba a un tiempo de electrocristalización de 10 horas, obteniéndose un máximo de 25,25% a un voltaje de 18 voltios y se encuentra reflejado en la tabla A.12 (ver anexo A), que es donde se presenta el mayor recobro de NaCl en éste tiempo establecido (10 horas). En cuanto al porcentaje de pureza para este voltaje (18 voltios), se tiene que alcanza un 97,31%, lo cual se debe a que en estas condiciones disminuye aun más la solubilidad de cloruro de sodio y conlleva a su precipitación. Por lo que, para un tiempo de electrocristalización de 10 horas, se escoge como mejor combinación de corriente y voltaje, la correspondiente a 18 voltios y 0,14 amperios.



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

Igualmente se grafican los resultados de las pruebas realizadas al evaluar la salmuera marina a 29°C, pero fijando el tiempo de electrocristalización en 12 horas y variando la combinación de voltaje y corriente en un rango de (12, 14, 16, 18) voltios y (0,10, 0,11, 0,12, 0,14) amperios respectivamente con respecto al porcentaje de pureza y rendimiento.

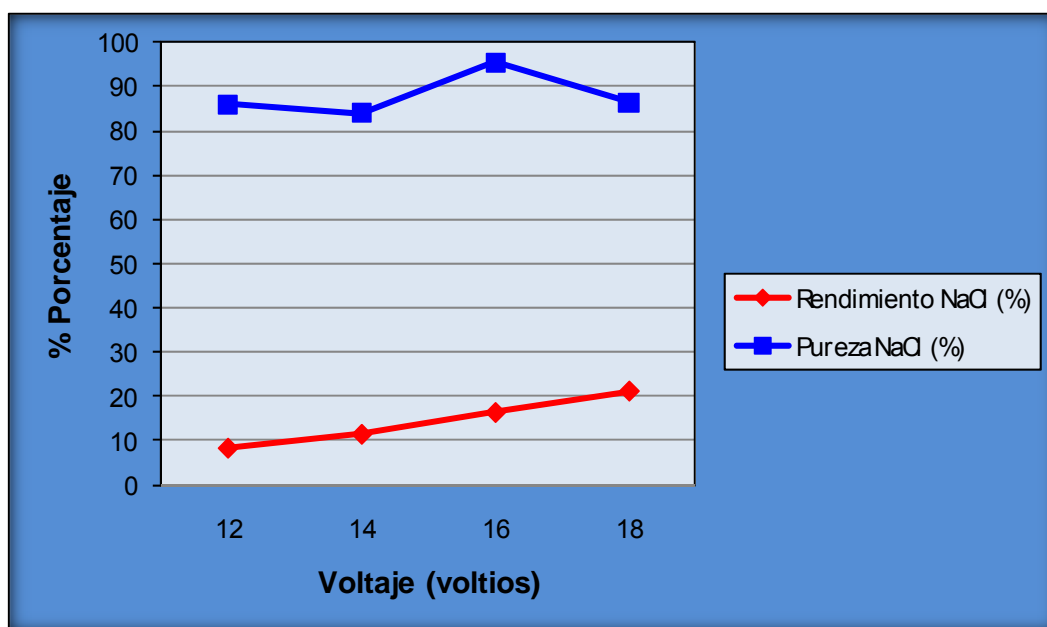


Figura 4.10 Variación del rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un tiempo de electrocristalización de 12 horas en función del voltaje

En la figura 4.10, se observa que el porcentaje de rendimiento de cloruro de sodio se incrementa notoriamente a medida que aumenta el voltaje en cada una de las pruebas realizadas a un tiempo de electrocristalización de 12 horas, presentándose (dentro del rango estudiado) el mayor rendimiento en un voltaje de 18 voltios, siendo éste de 21,11% con una pureza de 86,38%, que es donde se obtiene el mayor



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

recobro de cloruro de sodio para el tiempo establecido (12 horas), esto debido a la poca solubilidad del cloruro de sodio, en cuanto al comportamiento de la pureza, se observa que no es uniforme, notándose el mayor porcentaje obtenido en un voltaje correspondiente a 16 voltios siendo este de 95,53% así mismo se refleja en la figura 4.10 que en voltajes muy pequeños la precipitación lograda es apenas del 8,39% y con una pureza de 86,03% (ver tabla A.11), lo cual indica que la aplicación de voltajes pequeños a la salmuera marina no favorecen a la electrocristalización del NaCl. Por lo tanto, se toma como mejor combinación de corriente y voltaje para un tiempo de electrocristalización de 12 horas, la correspondiente a 16 voltios y 0,12 amperios.

De la misma manera se grafican los resultados de las pruebas realizadas al evaluar la salmuera marina a 29°C, donde se fijó el tiempo de electrocristalización en 14 horas y se varió la combinación de voltaje y corriente en un rango de (12, 14, 16, 18) voltios y (0,10, 0,11, 0,12, 0,14) amperios respectivamente con respecto al porcentaje de pureza y rendimiento.

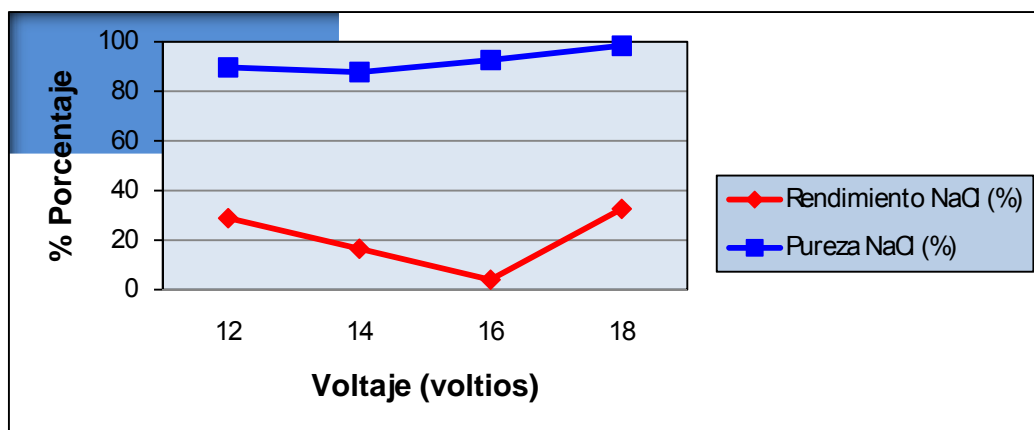


Figura 4.11 Variación del rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un tiempo de electrocristalización de 14 horas en función del voltaje



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

En cuanto al rendimiento, la gráfica 4.11 refleja un comportamiento decreciente a medida que se aumenta el voltaje, pero una vez realizada la prueba a 18 rendimiento incrementó alcanzando un valor máximo de 32,58%, lo cual se refleja en la tabla A.12 (ver anexo A), así mismo, en lo correspondiente al comportamiento de la pureza, se tiene que, presenta una tendencia de aumento a medida que se utilizan voltajes más elevados, observándose un punto bajo en el voltaje de 14 voltios, arrojando una pureza de 87,76% lo que indica la presencia de impurezas que afectan en la producción del cloruro de sodio, la pureza más elevada representada en la figura 4.11 es de 98,33% la cual resultado de la prueba realizada a 18 voltios; por lo que se deduce que en un tiempo de 14 horas, la mejor combinación de corriente y voltaje es la de 18 voltios y 0,14 amperios.

Seguidamente, se grafican los resultados de las pruebas realizadas al evaluar la salmuera marina a 29°Be , pero fijando el tiempo de electrocristalización en 16 horas y variando la combinación de voltaje y corriente en un rango de (12, 14, 16, 18) voltios y (0,10, 0,11, 0,12, 0,14) amperios respectivamente con respecto al porcentaje de pureza y rendimiento.



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

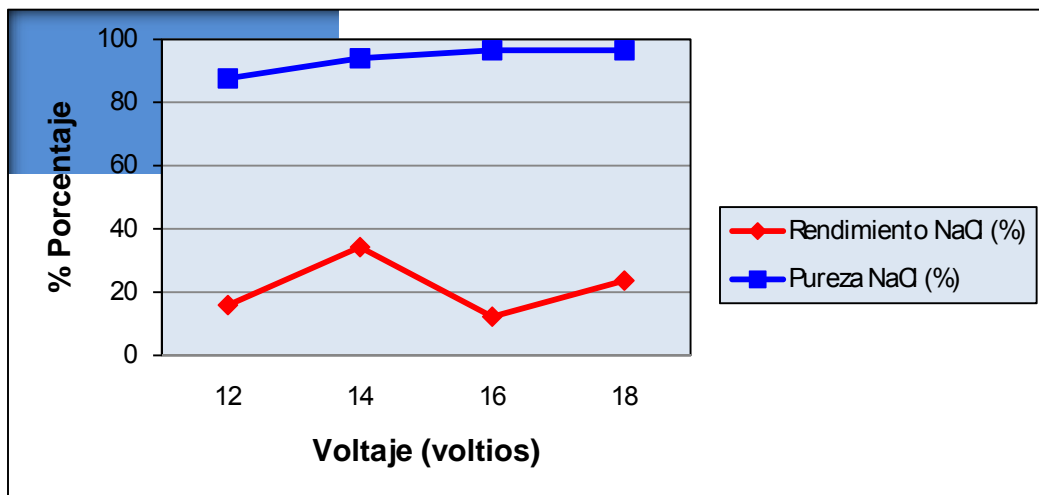


Figura 4.12 Variación del rendimiento y pureza de los cristales de cloruro de sodio obtenidos para un tiempo de cristalización de 16 horas en función del voltaje

La figura 4.12 refleja en cuanto a la pureza, que a medida que aumenta el voltaje utilizado, aumenta la pureza del cloruro de sodio, así mismo se ve representada una tendencia variable en cuanto al porcentaje de rendimiento, observándose que para un voltaje de 14 voltios presenta un rendimiento de 34,26% con una pureza de 93,98%, mientras que a un voltaje de 18 voltios se obtiene un rendimiento de 23,64% pero con una pureza de 96,50%; lo cual permite escoger como mejor combinación de corriente y voltaje la de 18 voltios y 0,14 amperios, esto para un tiempo de electrocristalización de 16 horas.

En base al análisis de cada resultado mostrado anteriormente en las figuras 4.9, 4.10, 4.11 y 4.12, se puede decir, que los resultados más prometedores para la electrocristalización de cloruro de sodio, se obtienen a las siguientes condiciones: un tiempo de 14 horas y una combinación de corriente - voltaje de 18 voltios y 0,14 amperios respectivamente. En estas



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

condiciones se obtuvo un rendimiento por el orden de 32,58% con una pureza de 98,33% de cloruro de sodio.

4.3. IDENTIFICACIÓN DE LOS CRISTALES OBTENIDOS DE CLORURO DE SODIO MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X

El procedimiento consiste en comparar los difractogramas de la muestra en estudio con el correspondiente a una muestra patrón. La intensidad del pico presentado en el difractograma muestra que tanto se demora el rayo X en difractarse, a mayor cantidad de átomos de la sustancia más demora la difracción del rayo y por ende más grande es el pico.

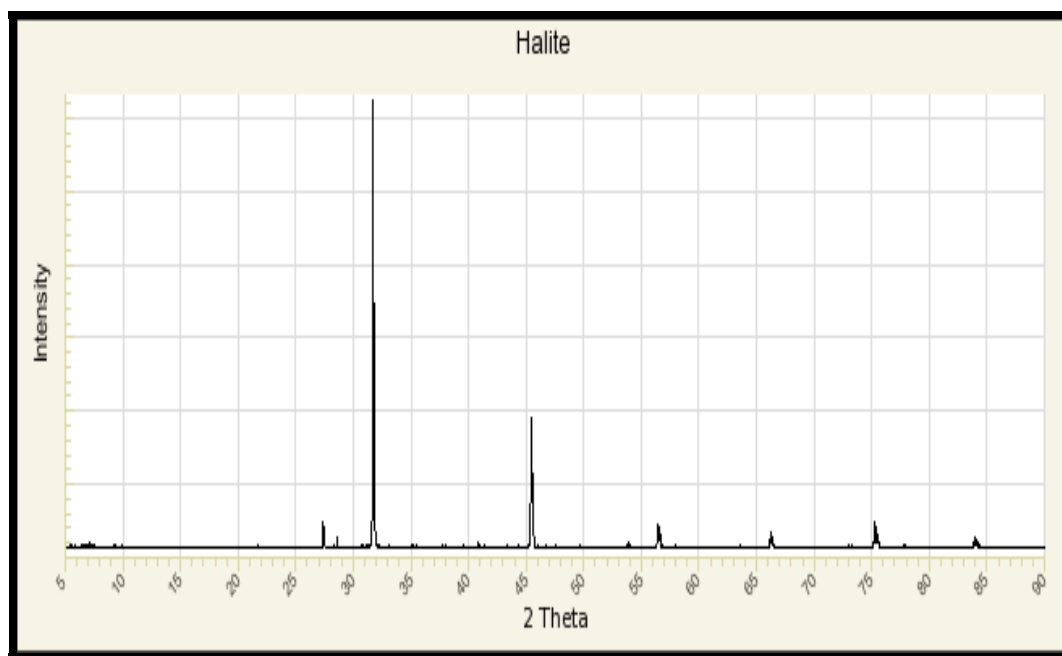


Figura 4.13 Difractograma patrón del cloruro de sodio (NaCl)



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

En la figura 4.13, se muestra el difractograma patrón de cloruro de sodio (halita). Esta figura permite verificar la presencia de cloruro de sodio en las muestras sólidas estudiadas. Esto se hace observando los picos más representativos de cloruro de sodio de la muestra patrón y luego comparándolos con los picos obtenidos en los difractogramas realizados a las muestras en estudio.

En esta sección, se muestran seis difractogramas seleccionados y correspondientes a los cristales de los sólidos obtenidos a diferentes voltajes, corrientes y tiempos por medio del método de la electrocristalización a partir de una salmuera marina. En este caso es importante señalar que el producto sólido obtenido contiene poca diversidad de compuestos cristalinos, por lo cual se hace más fácil la identificación de los compuestos.

Los difractogramas correspondientes a las pruebas realizadas a 18voltios-14horas, 18voltios-10horas y 16voltios-16horas, se muestran en las figuras 4.14, 4.15 y 4.16 respectivamente. Estos, con un barrido de 3 a 60° en una posición 2-Theta, reflejan los picos en (3.26350, 2.82430, 1.99789, 1.70259, 1.63083, 1.41259, 1.26197) Å, en ángulos de (27.35, 31.89, 45.5, 54.0, 56.50)° respectivamente; los cuales son compatibles con la muestra patrón para el cloruro de sodio (Figura 3.4). Se puede observar que los tres son bastante similares y con buenos resultados, esto debido a que se nota un elevado contenido de cloruro de sodio, ya que los picos representativos de dicha sustancia se muestran grandes y bien definidos.

De igual forma al comparar con el difractograma patrón los difractogramas pertenecientes a los sólidos obtenidos para las pruebas de 18voltios-12horas, 12voltios-12horas y 14voltios-12horas, los cuales se encuentran representados en las figuras 4.17, 4.18 y 4.19 respectivamente y evaluados en el mismo rango y posición de barrido que las mencionadas anteriormente; se puede observar que en ellos existen picos característicos y representativos de cloruro de sodio en los mismos ángulos y espaciamentos



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

que coinciden con la muestra patrón del cloruro de sodio (halita), así como también, se presentan picos de impurezas pero muy poco representativos de manera ascendente en el mismo orden como se presentan las figuras en un ángulo de 8.10° y un espaciamiento de 11.61093 \AA . Si se comparan estos difractogramas con los arriba mencionados (figuras 4.9, 4.10 y 4.11) se puede observar que la presencia de impurezas en los mismos, hace que disminuya la pureza de los sólidos de cloruro de sodio obtenidos, por ende, los cristales más puros son los obtenidos en las pruebas representadas en las figuras 4.14, 4.15 y 4.16.

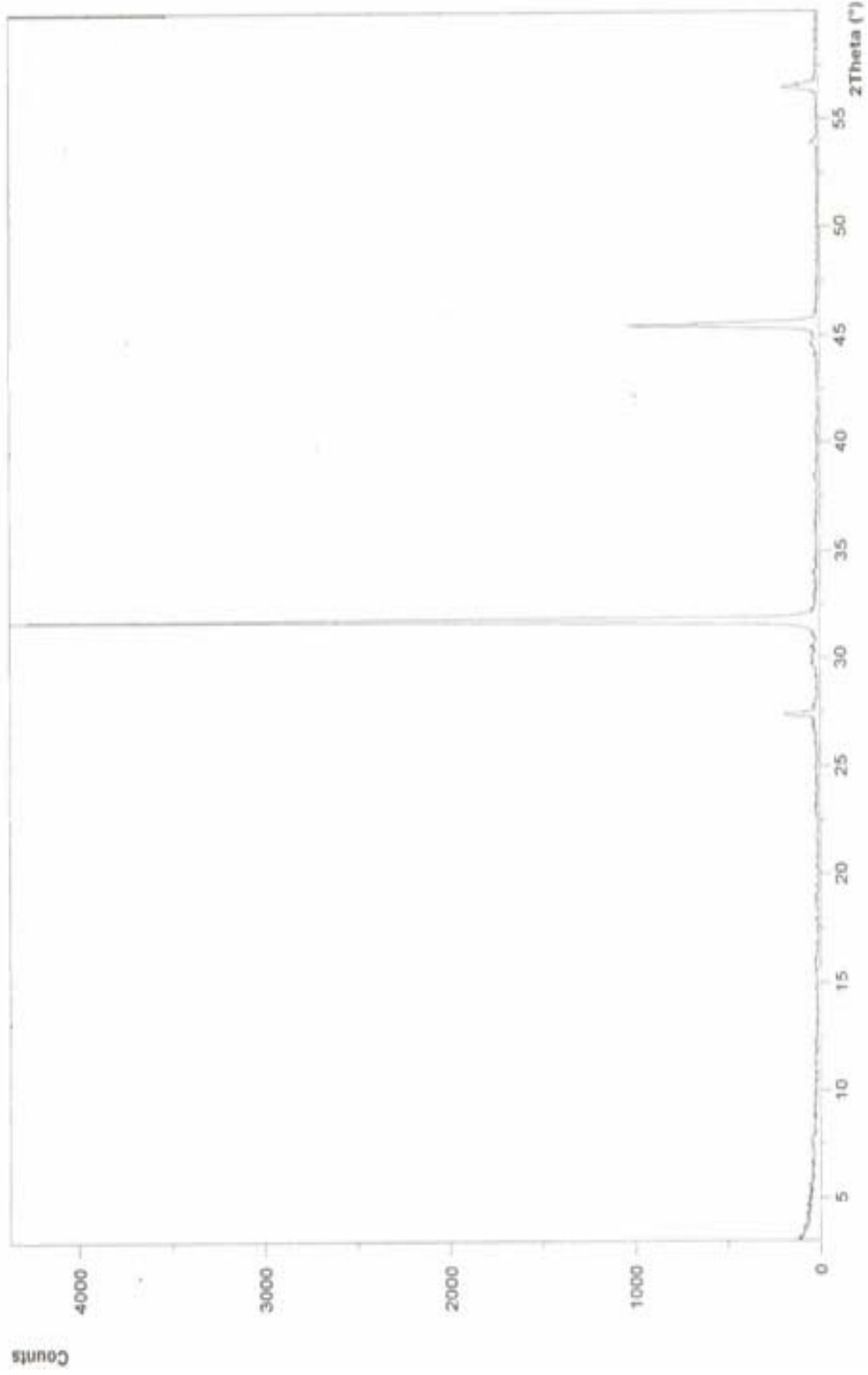


Figura 4.14 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina por electrocristalización a 18 voltios-14 horas

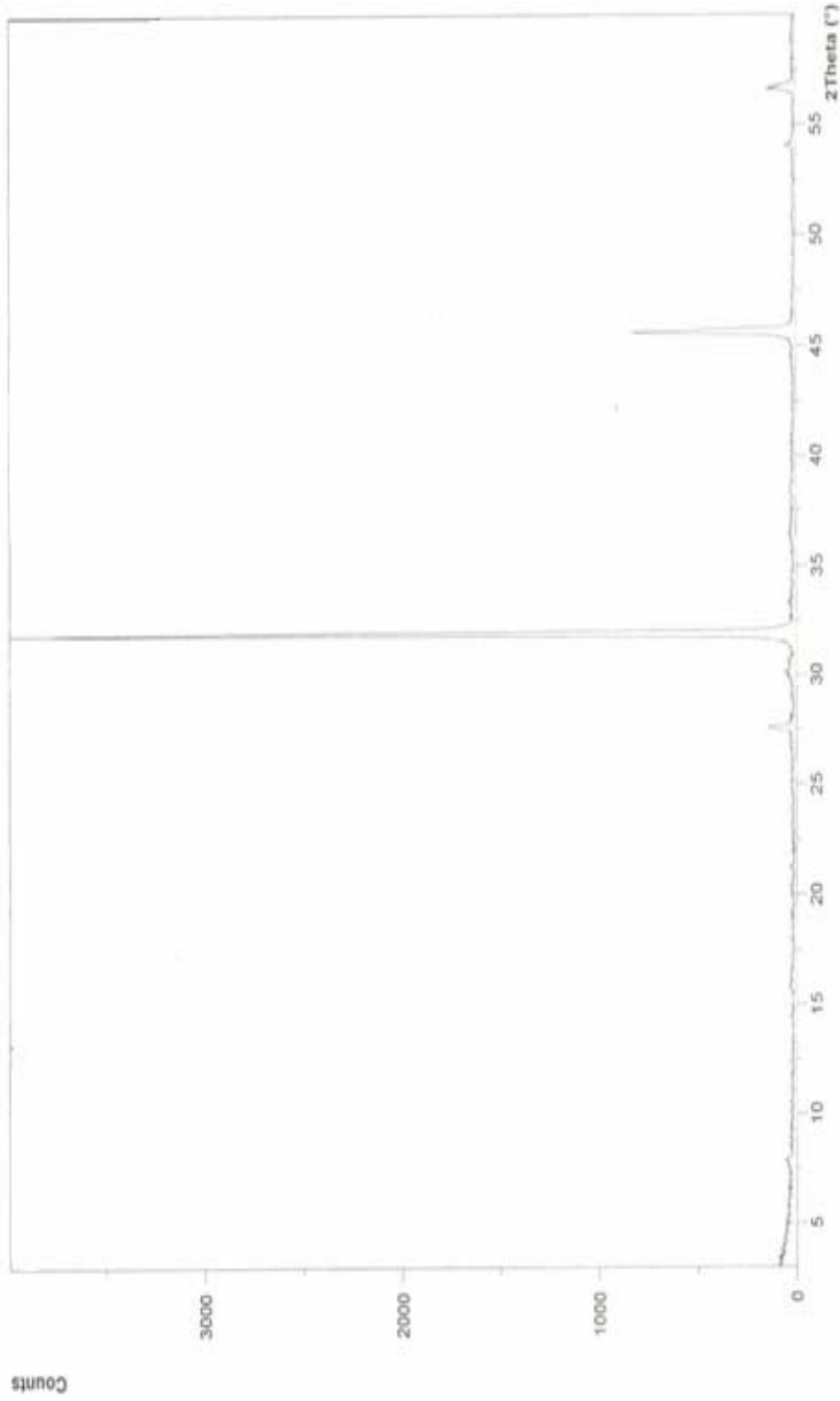


Figura 4.15 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina por electrocristalización a 18 voltios-10 horas

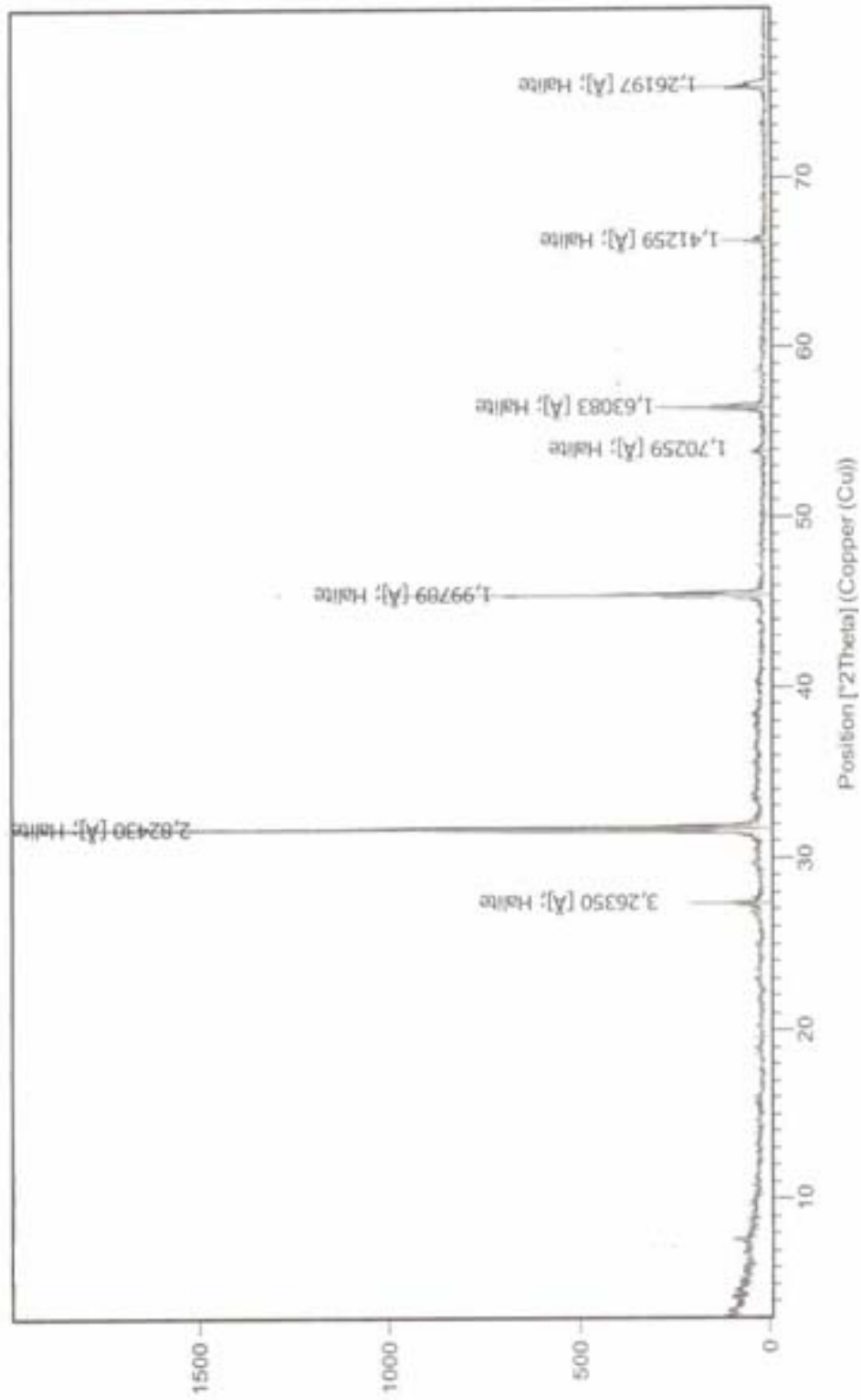


Figura 4.16 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina por electrocristalización a 16 voltios-16 horas

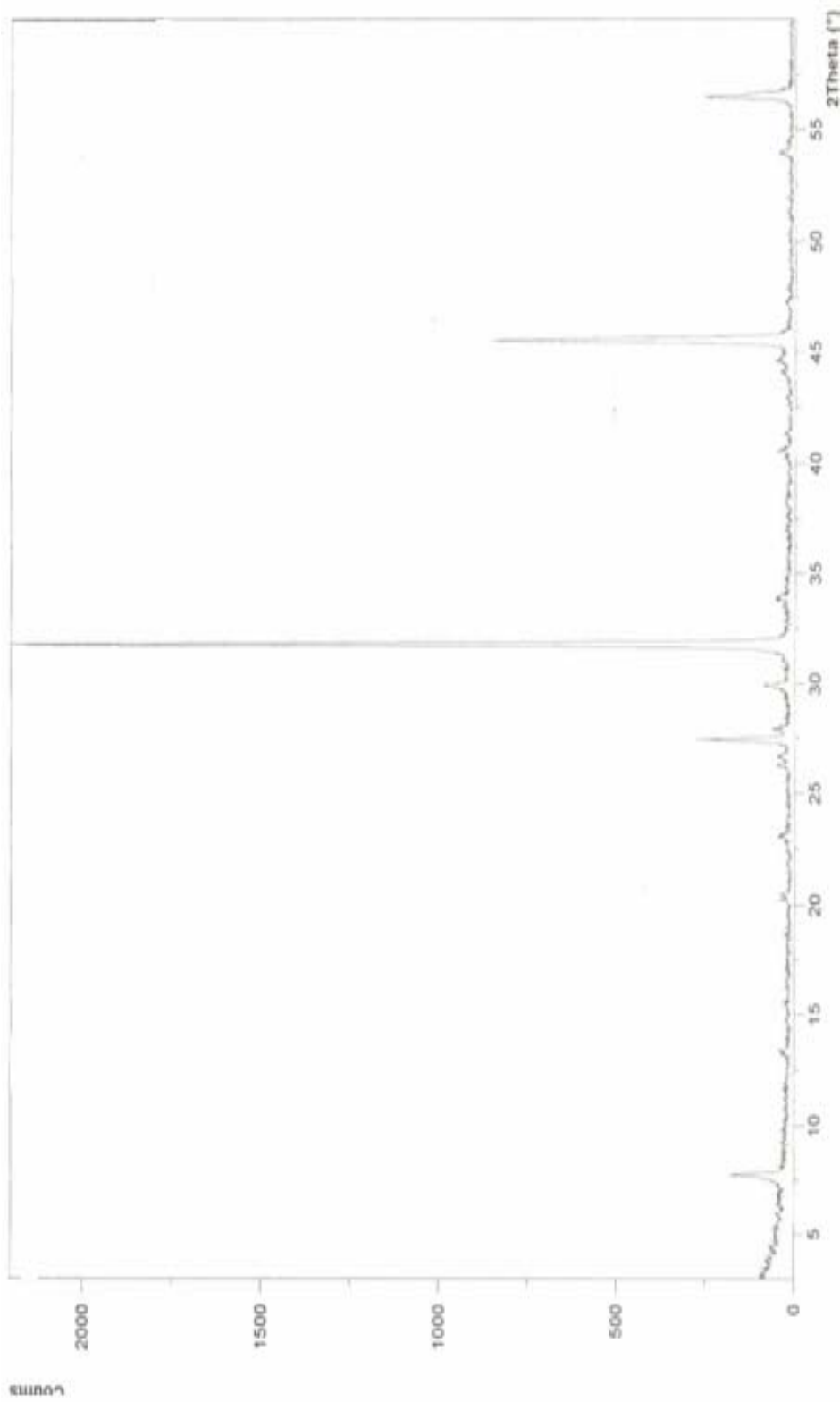


Figura 4.17 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina por electrocristalización a 18 voltios-12 horas

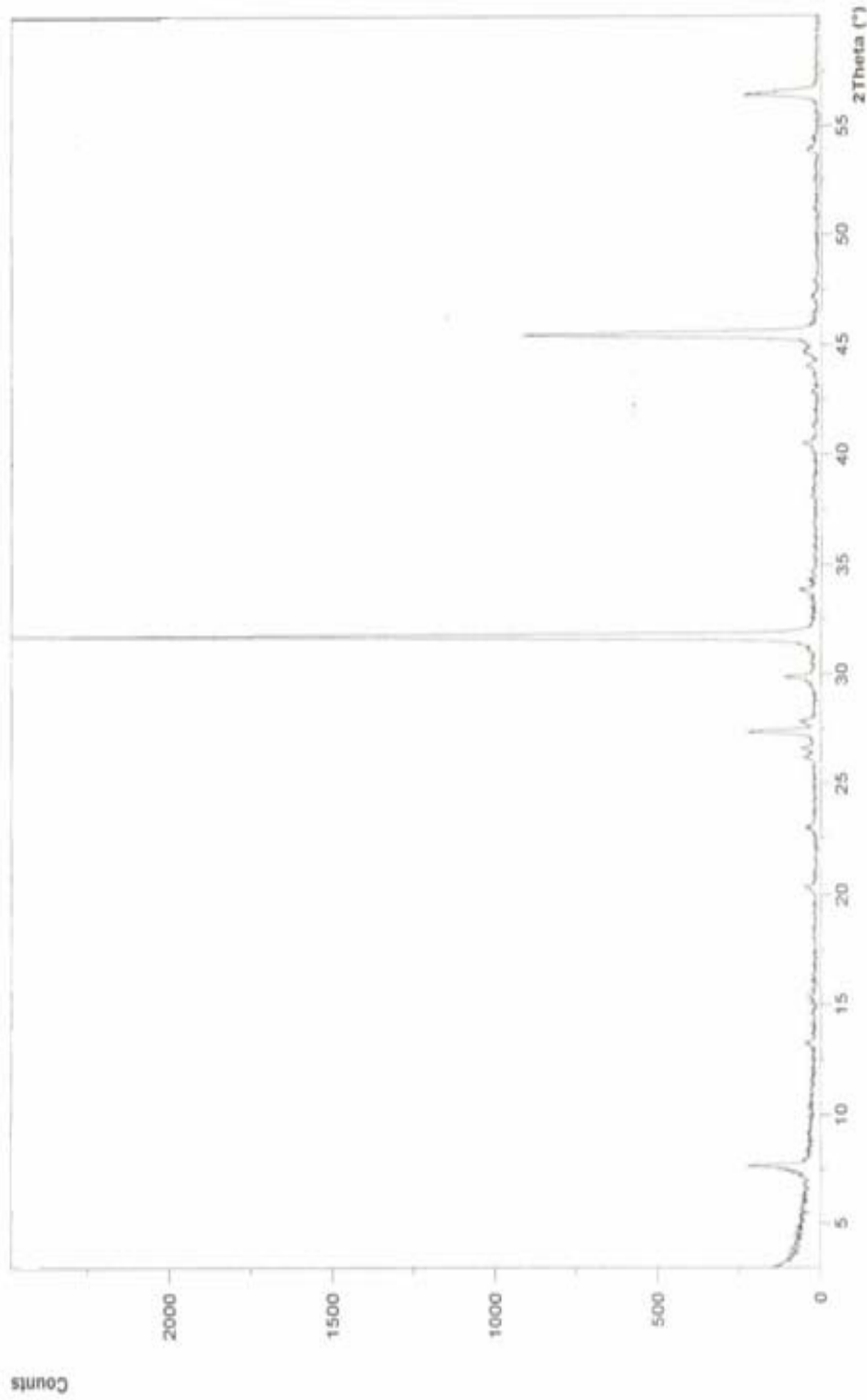


Figura 4.18 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina por electrocristalización a 12 voltios-12 horas

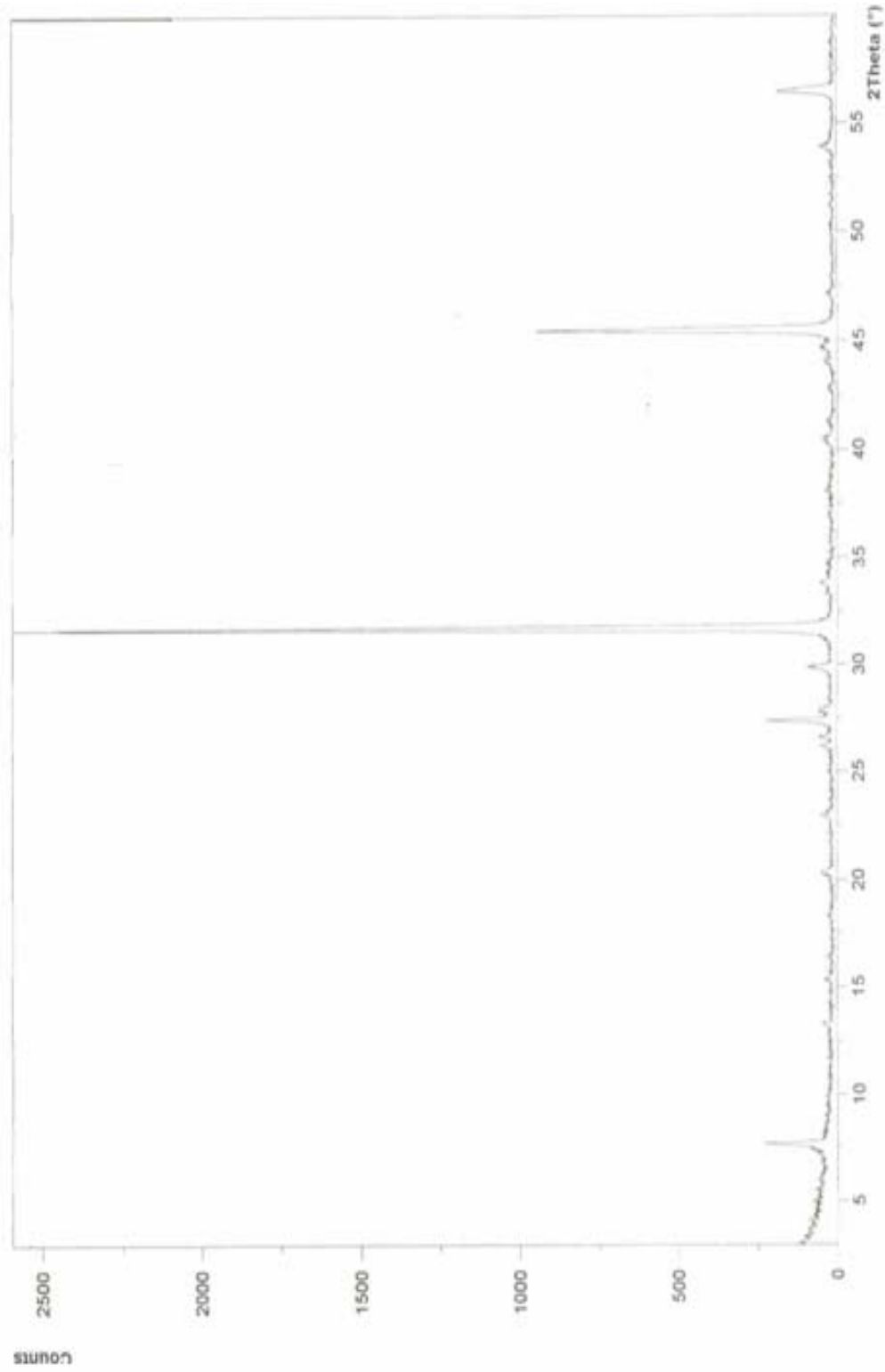


Figura 4.19 Difractograma del producto sólido obtenido a partir de una salmuera marina por electrocristalización a 14 voltios-12horas



4.3 ESTUDIO FOTOMICROGRÁFICO DE LOS CRISTALES OBTENIDOS

Esta parte, corresponde a una serie de fotomicrográficas de los cristales sólidos obtenidos para la obtención del cloruro de sodio (NaCl) por electrocristalización a partir de una salmuera marina.

En las figuras 4.20-4.21, 4.22-4.23 y 4.24-4.25 se presentan los resultados arrojados por los análisis de microscopia electrónica de barrido correspondiente a los cristales de los sólidos obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje y tiempo de 18voltios-14horas, 18voltios-10horas y 16voltios-16horas respectivamente, donde se observa la formación de muchos cristales bien definidos y presentando una buena distribución de tamaño, lo cual corrobora el resultado logrado en los análisis de difracción de rayos X para estas mismas muestras, por lo que se deduce que los cristales presentan una alta pureza, lo cual se necesita para su comercialización.

Para la figura 4.20, por ser la correspondiente a la muestra con mejores resultados en la obtención de cloruro de sodio a través del método de la electrodeposición partiendo de una salmuera marina, al tomar la fotomicrografía se procedió a realizar adicionalmente un análisis de rayos X por dispersión de energías (EDS), el cual permitió observar y confirmar los elementos presentes en la muestra, donde se tiene que los picos de concentración más elevados corresponden a cloro y sodio, esto se reflejó en la gráfica debido a las numerosas cuentas que son recibidas por el detector.

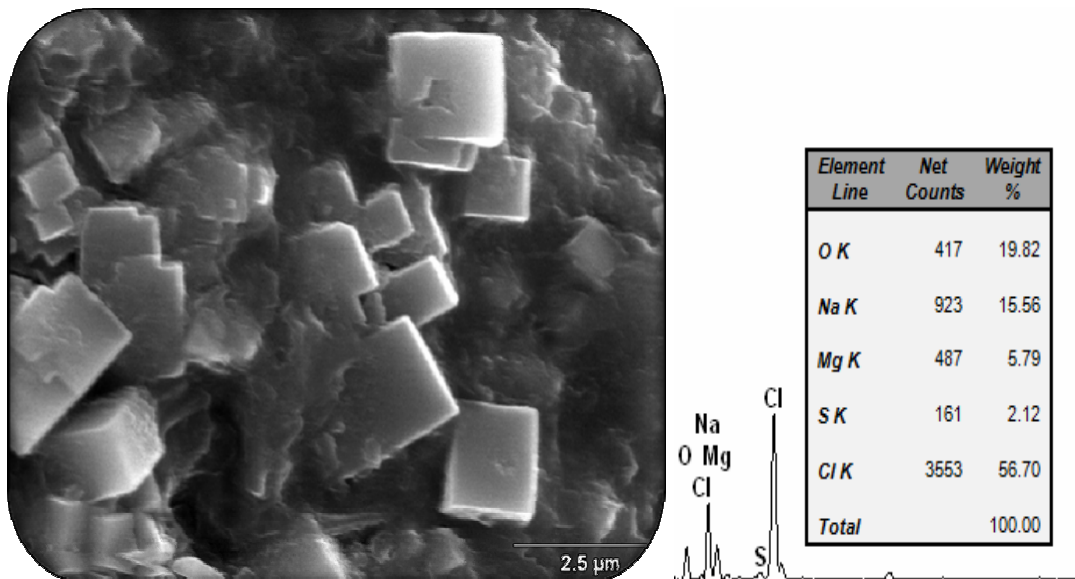


Figura 4.20 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 14 horas (2.5 μm)

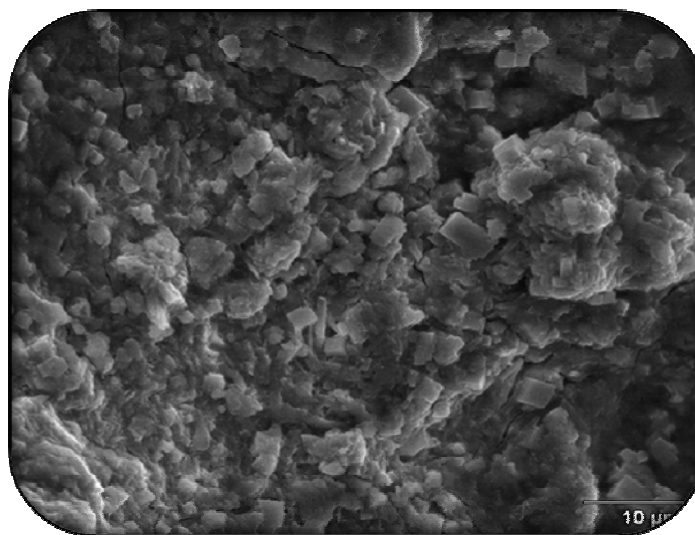


Figura 4.21 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 14 horas (10 μm)

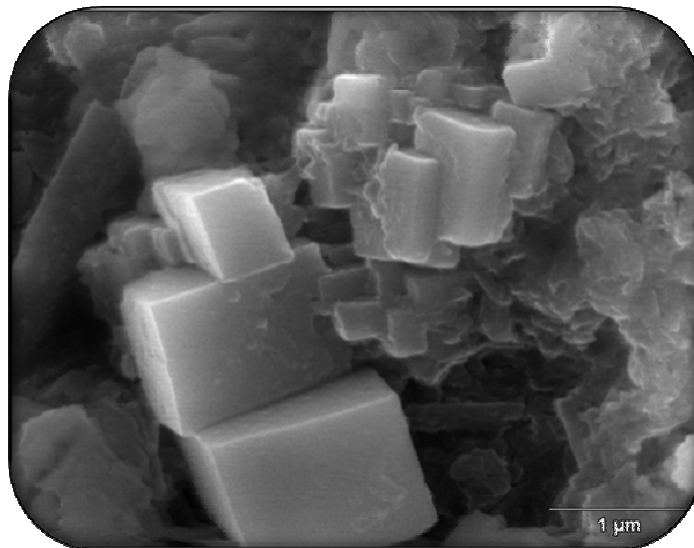


Figura 4.22 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 10 horas (1 μ m)

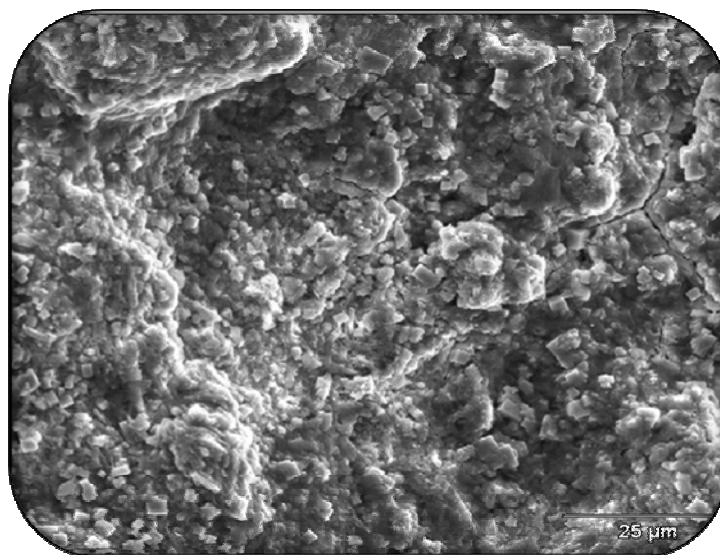


Figura 4.23 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 10 horas (25 μ m)

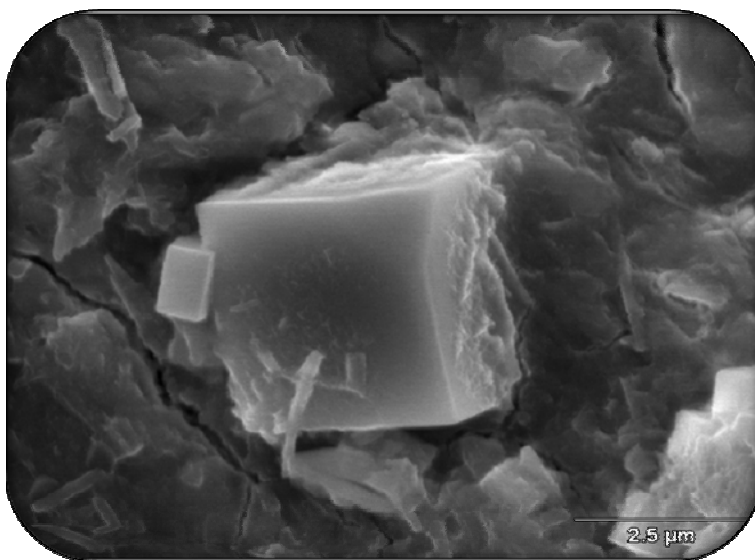


Figura 4.24 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 16 voltios y un tiempo de 16 horas (2.5 μm)

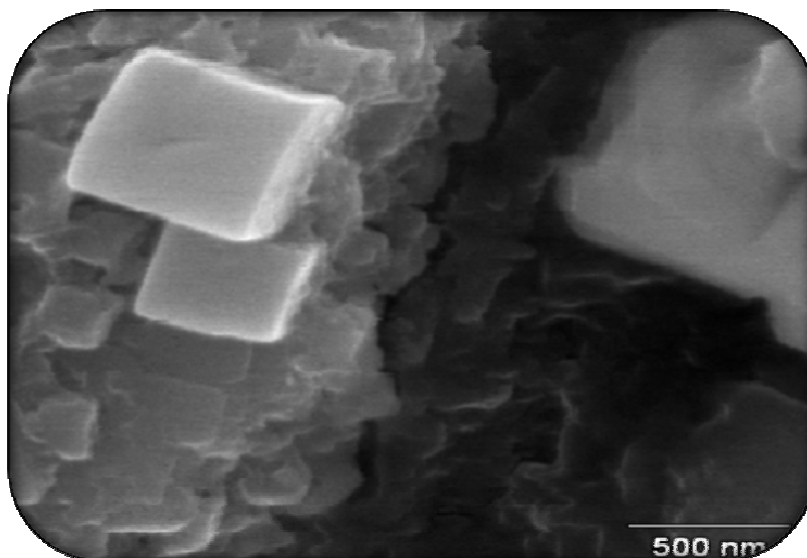


Figura 4.25 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 16 voltios y un tiempo de 16 horas (500nm)



CAPITULO IV: DISCUSIÓN DE RESULTADO Y CONCLUSIONES

Con respecto a las figuras 4.26-4.27, 4.28-4.29 y 4.30-4.31, éstas muestran las fotomicrografías realizadas a los sólidos obtenidos por electrocristalización de la salmuera marina con un voltaje y tiempo de 18voltios-12horas, 12voltios-12horas y 14voltios-12horas respectivamente, en las cuales se puede observar que no existe distribución uniforme en la forma y tamaño de los cristales, presentando formas irregulares así como también existe aglomeración de los mismos en distintas partes de la muestra estudiada.

Analizando las figuras, se deduce, que la presencia del aglomeramiento deforme de los cristales, puede deberse a la falta del tiempo y combinación de voltaje-corriente necesarios para la formación completa de los cristales cúbicos de cloruro de sodio

En base a todo esto, se puede decir, que la presencia de otros compuestos presentes en la muestra y una combinación no adecuada de voltaje-corriente-tiempo, influyen en la formación completa de los cristales de cloruro de sodio, resultando estos de baja pureza, con formas irregulares, lo cual a su vez conllevan a producir conglomerados de los mismos.

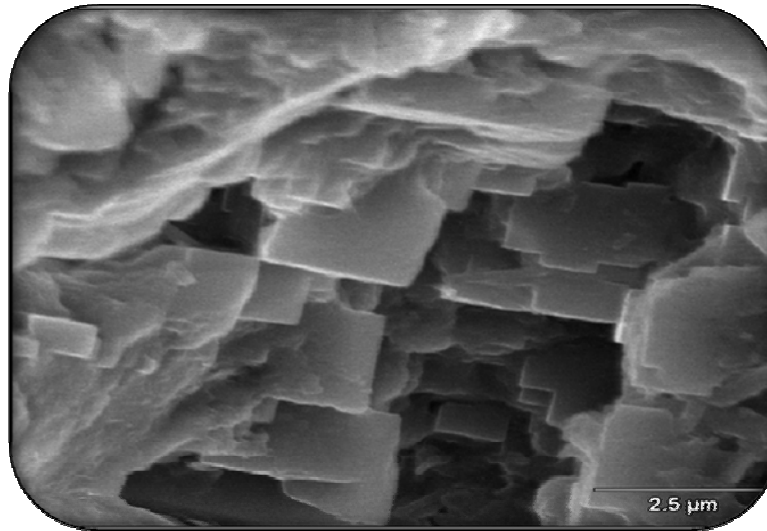


Figura 4.26 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 12 horas (2.5 μm)

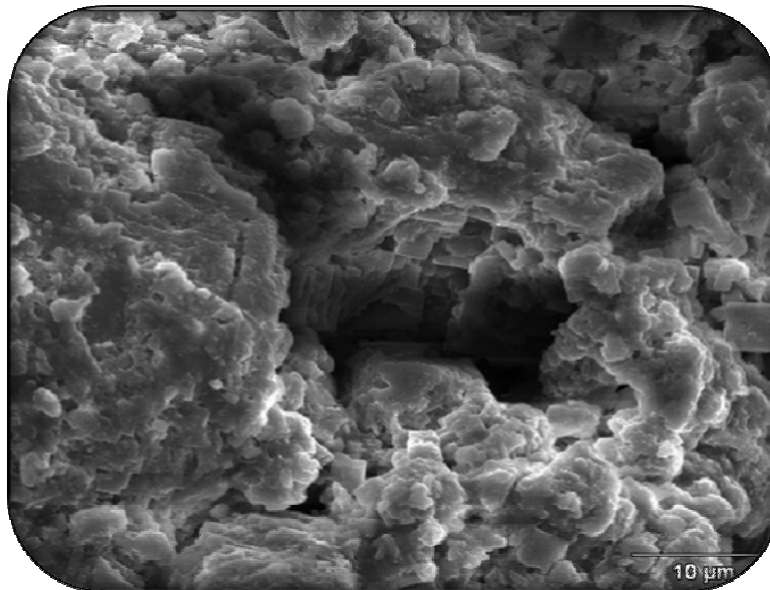


Figura 4.27 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 18 voltios y un tiempo de 12 horas (10 μm)

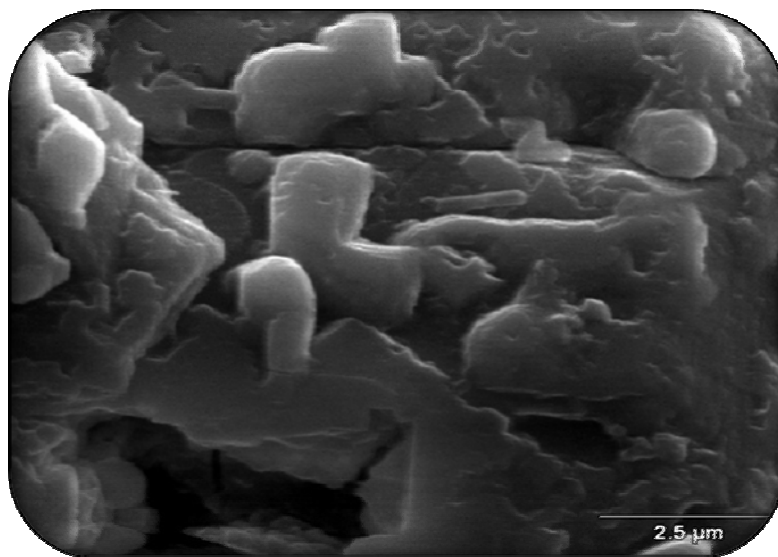


Figura 4.28 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 12 voltios y un tiempo de 12 horas (2.5 μm)

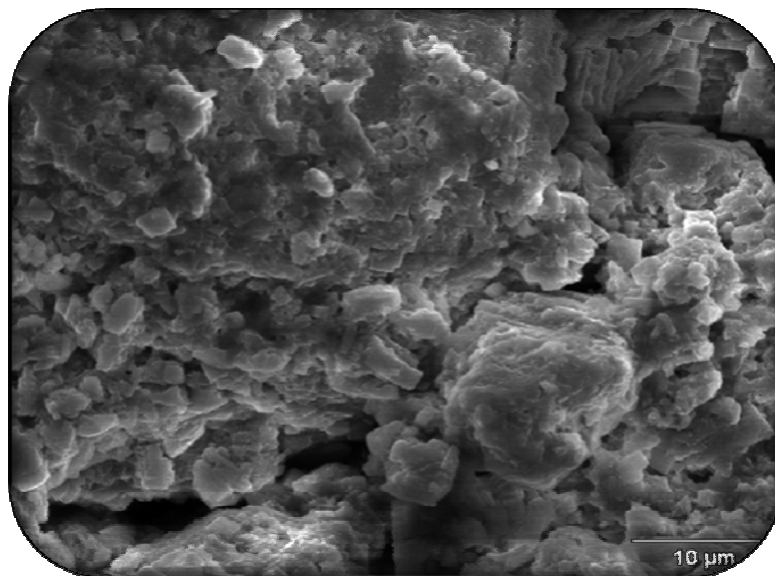


Figura 4.29 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 12 voltios y un tiempo de 12 horas (10 μm)

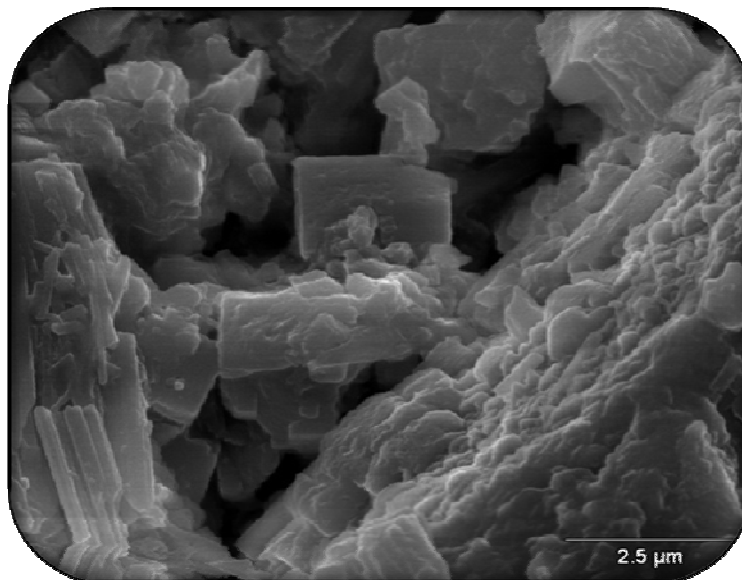


Figura 4.30 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 14 voltios y un tiempo de 12 horas (2.5 μm)

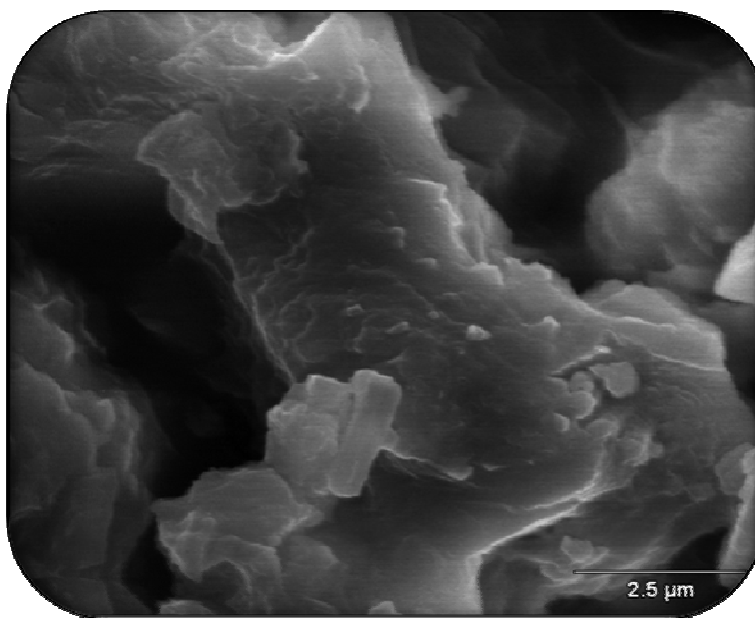


Figura 4.31 Fotomicrografía de los cristales obtenidos de cloruro de sodio a partir de una salmuera marina por electrocristalización para un voltaje de 14 voltios y un tiempo de 12 horas (2.5 μm)



4.4 CONCLUSIONES

1. Tomando en consideración que los tiempos de trabajo oscilan entre 10 y 16 horas para cada combinación de corriente y voltaje, los mayores porcentajes de rendimiento de cloruro de sodio (NaCl) obtenidos en cada tiempo estudiado son los siguientes: (25,25%, 21,11%, 32,58% y 34,26%) a (10, 12, 14 y 16) horas respectivamente.

2. Las mejores condiciones de trabajo son: tiempo de electrocristalización 14 horas, voltaje 18 voltios y 0,14 amperios; obteniéndose cristales de cloruro de sodio (NaCl) con las siguientes características: porcentaje de pureza de 98,33% y un porcentaje de rendimiento de 32,58%.

3. Cuando se aplicó un voltaje fijo en la celda electrolítica durante un tiempo determinado, no se observaron con el tiempo cambios apreciables en la intensidad de corriente del circuito.

4. Los análisis de difracción de rayos X reflejan los picos representativos del cloruro de sodio, demostrando la presencia del mismo y con purezas representativas.

5. Las fotomicrografías correspondientes a los cristales obtenidos a 18voltios-0,14amperios en un tiempo de 14horas, confirman la presencia de cristales cúbicos propios del cloruro de sodio



4.5 RECOMENDACIONES

1. Realizar estudios utilizando electrodos de otro material que puedan mejorar la electrocristalización del cloruro de sodio.
2. Variar las áreas de los electrodos, a fin de encontrar una relación adecuada que mejore los resultados obtenidos.
3. Realizar pruebas con salmueras marinas de diferentes densidades, permitiendo así determinar otro factor importante en la electrocristalización del cloruro de sodio o la cristalización de otras sales y/o hidróxidos.
4. Realizar un estudio de factibilidad económica para la aplicación de éste método.

BIBLIOGRAFÍA

Arias, Fidas G. (2006). **Tesis y Proyecto de Investigación**. Caracas, Venezuela: Editorial Episteme.

Artigas, M. (2005). **Participación de la Electrólisis de Escoria Líquida en la Recuperación de Cobre**. Trabajo de Grado presentado como requisito parcial para optar al título de Ingeniería en Minas. Universidad de Chile: Santiago, Chile.

Atkins, P. (2006). **Principios de Química. Los Caminos del Descubrimiento**. Tercera Edición. Canarias, España: Editorial Aula Magna

Bockris, J. (1992, January 15). **Moderns Aspects of Electrochemistry**. Ohio, USA. Plenum Publishing Corporation, 130, p.5.

Chang, R. (1999). **Química**. Sexta Edición. Distrito Federal, México: Editorial McGraw-Hill.

Córdova, D. (2002). **Evaluación del Impacto de la Calidad del Ánodo sobre la Operación de las Celdas Electrolíticas**. Trabajo de Grado presentado como requisito parcial para optar al título de Ingeniería Química. Universidad de Oriente: Anzoátegui, Venezuela.

Fernández, O. (1986). **Electroquímica Aplicada**. Madrid, España: Secretariado de Publicaciones.

García, F. (1982). **Experimentos Modelos en Electroquímica**. Trabajo de Grado presentado como requisito parcial para optar al título de Ingeniería Química. Universidad de Oriente: Anzoátegui, Venezuela.

González, J. (2009). **La Salmuera, Generalidades, Diseño y Conducción de Evacuación**. Disponible en URL: <http://tecnicasinstrumentales.iespana.es/apuntes/T%2017.pdf>

Hernández, F. (2007). **Guía Simple para la Electrólisis**. Disponible en URL: <http://www.scribd.com/doc/34777897/Generalidades-del-Grabado-electrolitico-o-anodico> [Consultado el 15 de septiembre de 2010].

Lusaro, S. (2002). **Ataque Electrolítico**. Disponible en URL: <http://www.markcolor.com/electro.htm> [Consulta 24 de agosto de 2010].

Martíne, U. (2006). **Experimentación en Química General**. Primera Edición. Madrid, España: Editorial Thomson Paraninfo.

Netto, R. (2006). **Electroquímica**. Disponible en URL: http://www.fisicanet.com.ar/quimica/q1ap03/apq1_16_a_electrolisis.php [Consultado el 12 septiembre 2010]

Panchi, J. (2009). **Proceso de Electrodeposición de Metales Sobre una Base Polimérica**. Disponible en URL: <http://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/1391/1/CD-2112.pdf>

Ramírez, R. (2004). **Análisis de circuitos en DC**. Disponible en URL: <http://www.encuentro.virtual.unal.edu.co/curso/ingenieria/index.html>

Vante, A. (2001). **Electroquímica y Electrocatálisis**. Distrito Federal, México: Editorial Ciudad Educativa.

ANEXO A

- Análisis químicos
- Tablas de resultados

ANÁLISIS QUÍMICOS

A.1.- Determinación de la densidad de la salmuera, mediante el uso del densímetro baumé

Procedimiento:

Añadir la muestra muy lentamente en un cilindro graduado de 500 ml.; el cual debe estar limpio, seco y ubicado sobre un plano horizontal. Remover cualquier burbuja de aire en la superficie del fluido.

Establecer la temperatura de la muestra mediante el uso de un termómetro. Introducirlo en el seno del fluido y anotar la lectura una vez estabilizada la temperatura. Al sacar el termómetro, eliminar las posibles burbujas de aire en la superficie.

Sumergir el densímetro en la muestra dejándolo descender suavemente, cuando éste permanezca en reposo presionarlo para que descienda dos divisiones de la escala y luego dejarlo que flote libremente, pero sin que toque las paredes del recipiente.

Leer la densidad Baumé, anotando la lectura más próxima al punto en el cual el nivel del líquido intercepta la escala del densímetro.

A.2.- Medición de la densidad de los licores, mediante el método del picnómetro

Procedimiento:

Pesar el picnómetro vacío, el cual debe estar limpio y seco.

Llenarlo con la muestra y colocarle su tapa, de manera que el líquido ascienda y escape por el capilar de la misma.

Pesar el picnómetro lleno y determinar la densidad del crudo por diferencia de pesada, con el volumen del picnómetro.

A.3.- Preparación de las muestras

A.3.1.- Muestras sólidas

Se pesan 0,5 gr del producto sólido y se diluye en un beaker con 5 gotas de HNO_3 y 80 ml de agua destilada, sometiendo la mezcla a agitación con calentamiento por 5 minutos. La solución formada se diluye en agua destilada hasta completar un volumen de 200 ml.

A.3.2.- Muestras líquidas

Se miden 5 ml. de licor y se depositan en un matraz aforado de 500 ml. Se completa el volumen del matraz hasta la marca de aforo con agua destilada.

A.4.- Análisis de sodio, potasio, magnesio y calcio

Equipo: Espectrofotómetro de absorción atómica

Calibración del equipo para la determinación de sodio:

A partir de una solución estándar de 1000 mg Na^+ /L, se preparan 100 ml de solución intermedia a cada una de las siguientes concentraciones: 1; 1,5 y 2 mg/L. Se coloca la lámpara de cátodo abierto para el sodio. Se ajusta la lectura del equipo a 0% para agua destilada y a 100% para la solución de 2 mg/L. Se toma nota de las lecturas que da el espectrofotómetro para las concentraciones anteriormente citadas.

Calibración del equipo para la determinación de potasio:

A partir de una solución estándar de 50 mg K^+ /L, se preparan 100 ml de solución intermedia a cada una de las siguientes concentraciones: 2, 3 y 4 mg/L. Se coloca la lámpara de cátodo abierto para el sodio. Se ajusta la lectura del equipo a 0% para agua destilada y a 100% para la solución de 4

mg/L. Se toma nota de las lecturas que da el espectrofotómetro para las concentraciones anteriormente citadas.

Calibración del equipo para la determinación de magnesio:

A partir de una solución estándar de 10 mgMg⁺⁺/L, se preparan 100 ml. de solución intermedia a cada una de las siguientes concentraciones: 0,2; 0,4 y 0,6 mg./L. Se coloca la lámpara de cátodo abierto para el sodio. Se ajusta la lectura del equipo a 0% para agua destilada y a 100% para la solución de 0,6 mg./L. Se toma nota de las lecturas que da el espectrofotómetro para las concentraciones anteriormente citadas.

Calibración del equipo para la determinación de calcio:

A partir de una solución estándar de 50 mg Ca⁺⁺/L, se preparan 100 ml. de solución intermedia a cada una de las siguientes concentraciones: 1; 1,5 y 2 mg/L. Se coloca la lámpara de cátodo abierto para el sodio. Se ajusta la lectura del equipo a 0% para agua destilada y a 100% para la solución de 2 mg/L. Se toma nota de las lecturas que da el espectrofotómetro para las concentraciones anteriormente citadas.

Procedimiento de lectura en el espectrofotómetro para las muestras a analizar:

Con la lámpara de cátodo abierto adecuada para analizar cada elemento iónico en particular, se procede a medir la concentración de las muestras en función de la absorbancia. Si la lectura es mayor al 100% de calibración, diluir a base de las muestras preparadas. Si es menor al 0% de calibración usar nuevas muestras con mayor cantidad de gramos; si es sólido lo que se esta analizando, o mayor volumen si la muestra es liquida. De igual manera se procede para determinar los demás iones.

A.5.- Análisis de cloruro

Reactivos:

Nitrato mercúrico 0,0141 N

Acido nítrico 0,1 N

Difenilcarbazona

Azul de bromofenol

Alcohol etílico

Preparación del indicador mixto

Se agregan 0,50 gr de difenilcarbazona y 0,05 gr de azul de bromofenol en 75 ml de alcohol etílico. Se agita a velocidad constante y se diluye luego con alcohol etílico hasta 100 ml.

Procedimiento

Se agrega a un matraz erlenmeyer 25 ml. de muestra a analizar. Se añaden aproximadamente 0,5 ml de reactivo indicador mixto y se mezcla bien. El color de la mezcla debe ser púrpura. Se añade entonces HNO_3 0,1 N gota a gota hasta que el color vire a amarillo. Se procede entonces a titular con $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ hasta llegar al punto final por obtención de color púrpura oscuro permanente.

A.6.- Análisis de sulfato

Reactivos:

Cloruro de magnesio hexahidratado

Acetato de sodio

Nitrato de potasio

Acido acético

Cloruro de bario

Equipos:

Plancha de agitación con agitador magnético

Espectrofotómetro Spectronic 20

Preparación de las soluciones:

Solución amortiguadora: Se mezclan 30 gr de cloruro de magnesio hexahidratado, 5 gr de acetato de sodio y 1 gr de nitrato de potasio en 20 ml de ácido acético. La solución formada se diluye luego en ácido acético hasta un volumen de 500 ml.

Solución patrón de sulfato: Se diluyen 12,5 ml de una solución matriz 4000 mg/L $\text{SO}_4^{=}$ a un volumen de 100 ml con agua destilada.

Calibración del espectrofotómetro Spectronic 20:

Se prepara una gama apropiada de diluciones patrones entre 0 y 35 mg/L, a partir de la solución patrón de sulfato. Para ello se toman volúmenes de 2, 3, 4, 5, 6 y 7 ml de la solución patrón y se diluyen a 100 ml con agua destilada. Luego, a 50 ml de agua destilada se le añade 10 ml de la solución amortiguadora y una cucharadita de cloruro de bario, se agita por 1 minuto en una plancha de agitación a velocidad constante y después se deja reposar por 5 minutos. Se coloca entonces parte de esta solución en una celda fotométrica y se calibra el equipo a 0% y 100% de transmitancia. Posteriormente se toman 50 ml de cada dilución patrón preparada y se mezclan en la forma descrita con la solución amortiguadora y el cloruro de bario. Después del reposo, se coloca parte de la mezcla en la celda fotométrica y se mide su turbidez como porcentaje de transmitancia.

Se grafica entonces logaritmo de transmitancia versus concentración de $\text{SO}_4^{=}$ en mg/L con las mediciones realizadas, y se obtiene la curva de calibración del equipo.

Procedimiento:

Se preparan diluciones de las soluciones madres de producto sólido y de licor.

En un matraz erlenmeyer de 250 ml, se agregan 50 ml de dilución. Se añaden 10 ml de solución amortiguadora y se mezclan en una plancha de agitación. Luego se coloca una cucharadita de cristales de cloruro de bario y se agita por 1 minuto a velocidad constante.

Luego de 5 minutos de reposo, se vierte parte de la solución formada en la celda del espectrofotómetro y se mide su turbidez por el porcentaje de transmitancia.

Se estima la concentración de sulfato en la muestra a partir de la curva de calibración y la lectura de porcentaje de transmitancia respectiva.

TABLAS DE RESULTADOS

Tabla A.1 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 12 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Composición molecular (% peso)			
		NaCl	KCl	MgSO ₄	Humedad
10	4,1041	87,65	2,54	1,09	8,72
12	7,9473	86,03	2,84	2,67	8,46
14	26,2000	89,66	1,70	0,79	7,85
16	14,7653	93,96	3,68	1,73	0,63

Tabla A.2 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 14 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Composición molecular (% peso)			
		NaCl	KCl	MgSO ₄	Humedad
10	16,1821	91,47	0,09	1,93	6,51
12	11,1315	84,05	2,75	3,41	9,79
14	15,2910	87,76	2,69	1,68	7,87
16	29,7187	93,98	2,73	2,18	1,11

Tabla A.3 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 16 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Composición molecular (% peso)			
		NaCl	KCl	MgSO ₄	Humedad
10	12,1373	93,91	1,49	1,44	3,17
12	13,9500	95,53	1,79	1,34	1,34
14	3,5030	92,58	0,36	1,09	5,96
16	10,3140	96,52	0,93	1,19	1,35

Tabla A.4 Composiciones moleculares de los cristales obtenidos para un voltaje de 18 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Composición molecular (% peso)			
		NaCl	KCl	MgSO ₄	Humedad
10	21,1537	97,31	0,09	0,69	1,90
12	19,9184	86,38	1,98	2,87	8,76
14	27,0122	98,33	0,09	0,64	0,94
16	19,9692	96,50	0,09	1,34	2,08

Tabla A.5 Composiciones moleculares de los licores obtenidos para un voltaje de 12 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Volumen del licor (ml)	Composición molecular (% peso)					
		NaCl	KCl	MgSO ₄	CaSO ₄	MgCl ₂	Humedad
10	770	7,36	0,97	13,37	0,12	3,43	74,75
12	785	7,86	0,97	13,11	0,12	3,34	74,60
14	786	6,10	0,94	13,10	0,12	3,39	76,35
16	790	8,12	0,97	13,04	0,12	3,30	74,45

Tabla A.6 Composiciones moleculares de los licores obtenidos para un voltaje de 14 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Volumen del licor (ml)	Composición molecular (% peso)					
		NaCl	KCl	MgSO ₄	CaSO ₄	MgCl ₂	Humedad
10	782	7,05	1,00	13,15	0,12	3,36	75,32
12	760	7,85	0,99	13,53	0,12	3,45	74,06
14	758	7,43	0,98	13,57	0,12	3,48	74,42
16	750	5,91	0,95	13,61	0,12	3,43	75,98

Tabla A.7 Composiciones moleculares de los licores obtenidos para un voltaje de 16 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Volumen del licor (ml)	Composición molecular (% peso)					
		NaCl	KCl	MgSO ₄	CaSO ₄	MgCl ₂	Humedad
10	738	7,85	1,04	13,95	0,13	3,53	73,50
12	745	7,57	1,02	13,82	0,12	3,51	73,97
14	720	8,99	1,08	14,32	0,13	3,63	71,86
16	705	8,39	1,09	14,61	0,13	3,70	72,07

Tabla A.8 Composiciones moleculares de los licores obtenidos para un voltaje de 18 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Volumen del licor (ml)	Composición molecular (% peso)					
		NaCl	KCl	MgSO ₄	CaSO ₄	MgCl ₂	Humedad
10	709	7,10	1,10	14,53	0,13	3,68	73,46
12	630	8,44	1,19	16,29	0,15	4,17	69,77
14	590	7,70	1,32	17,45	0,16	4,42	68,95
16	587	8,76	1,33	17,53	0,16	4,44	67,78

Tabla A.9 Variación del recobro real, porcentaje de rendimiento y pureza del NaCl para un voltaje de 12 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Recobro Real NaCl (gr)	Rendimiento NaCl (%)	Pureza NaCl (%)
10	4,1041	3,86	4,73	93,96
12	7,9473	6,84	8,39	86,03
14	26,2000	23,49	28,82	89,66
16	14,7653	12,94	15,88	87,65

Tabla A.10 Variación del recobro real, porcentaje de rendimiento y pureza del NaCl para un voltaje de 14 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Recobro Real NaCl (gr)	Rendimiento NaCl (%)	Pureza NaCl (%)
10	16,1821	14,80	18,16	91,47
12	11,1315	9,36	11,48	84,05
14	15,2910	13,42	16,46	87,76
16	29,7187	27,93	34,26	93,98

Tabla A.11 Variación del recobro real, porcentaje de rendimiento y pureza del NaCl para un voltaje de 16 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Recobro Real NaCl (gr)	Rendimiento NaCl (%)	Pureza NaCl (%)
10	12,1373	11,40	13,98	93,91
12	13,9500	13,33	16,35	95,53
14	3,5030	3,24	3,98	92,58
16	10,3140	9,96	12,21	96,52

Tabla A.12 Variación del recobro real, porcentaje de rendimiento y pureza del NaCl para un voltaje de 18 voltios a diferentes tiempos de electrocristalización

Tiempo (h)	Masa de la torta (gr)	Recobro Real NaCl (gr)	Rendimiento NaCl (%)	Pureza NaCl (%)
10	21,1537	20,58	25,25	97,31
12	19,9184	17,21	21,11	86,38
14	27,0122	26,56	32,58	98,33
16	19,9692	19,27	23,64	96,50

ANEXO B

- Análisis de difracción de rayos X
- Análisis de microscopía electrónica de barrido (MEB)

B.1.- ANÁLISIS DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X

El procedimiento seguido para la obtención de los difractogramas es el siguiente:

La muestra previamente pulverizada en un mortero Agatha es colocada en el orificio del porta muestra de forma compacta. El porta muestra se coloca dentro del difractómetro y se enciende el generador de rayos X. desde el computador se comanda el tiempo de barrido, el ángulo de difracción y la longitud de onda. De esta forma el rayo incide sobre la muestra y una vez concluido el barrido se registra el difractograma en la impresora.

B.2.- ANÁLISIS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

La preparación de las muestras para este análisis involucra las siguientes etapas:

1. Se pulveriza la muestra en un mortero Agatha.
2. Se limpia el porta muestra (taco de aluminio) con alcohol puro.
3. El sólido pulverizado se coloca en el horno durante 2 horas para eliminar los residuos de humedad.
4. Sobre el taco de aluminio se pega una cinta de carbón de doble adherencia y se sopla en ella la muestra pulverizada.
5. El taco en posición vertical se golpea suavemente para desprender los polvos no adheridos a la cinta.
6. El taco con la muestra se coloca en MEB, el cual debe estar previamente calibrado.
7. La fotografía obtenida es el producto de un extenso recorrido por toda la superficie de la muestra hasta encontrar una toma característica de esta. La escala y magnificación de las fotografías dependerá de los tamaños de los cristales.

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y**ASCENSO:**

TÍTULO	OBTENCIÓN DE CLORURO DE SODIO (NaCl) POR ELECTROCRISTALIZACIÓN A PARTIR DE UNA SALMUERA MARINA
SUBTÍTULO	

AUTOR (ES):

APELLIDOS Y NOMBRES	CÓDIGO CULAC / E MAIL
Fernández C., Roselyn A.	CVLAC: 16.500.564 E MAIL:
Vásquez R., Carlos G.	CVLAC: 16.853.603 E MAIL:
	CVLAC: E MAIL:
	CVLAC: E MAIL:

PALÁBRAS O FRASES CLAVES:

CLORURO DE SODIO (NaCl)

ELECTROCRISTALIZACIÓN

IONIZACIÓN

SALMUERA MARINA

PROCESOS DE ELECTRÓLISIS

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

ÁREA	SUBÁREA
<u>Ingeniería y Ciencias Aplicadas</u>	Ingeniero Químico

RESUMEN (ABSTRACT):

La presente investigación fue realizada en el laboratorio de Estudios Ambientales del Departamento de Ingeniería Química, de la universidad de Oriente, núcleo de Anzoátegui. Dicha investigación tiene como objetivo fundamental obtener cloruro de sodio (NaCl) por electrocristalización a partir de una salmuera marina. Para ello, la metodología consistió en la realización de varios experimentos y pruebas de laboratorio, utilizando una celda electrolítica formada por dos cubas, un puente salino, generador de corriente, electrodos de acero inoxidable y donde el electrolito utilizado fue la salmuera marina con 29 °Be proveniente de las salinas de Araya (SACOSAL), la corriente y el voltaje aplicado por el generador de corriente fueron variados en cada una de las pruebas realizadas logrando la cristalización y precipitación del cloruro de sodio; el cual, fue separado por filtración y secado. Luego se les aplicaron diversos análisis a los cristales depositados como lo son el de absorción atómica, titulación y turbidimetría para lograr determinar el contenido de sodio, magnesio, calcio, potasio, cloro y sulfato presentes en la muestra, así como también se les analizó a través de rayos X y con microscopía de barrido electrónico. En esta investigación se estudiaron tres variables fundamentales sobre la electrocristalización del cloruro de sodio, las cuales fueron: tiempo de electrocristalización, voltaje y corriente. Los resultados revelan que los valores más prometedores para estas variables son: 14 horas de electrocristalización, 18 voltios y 0,10 amperios respectivamente. Con estas condiciones, se obtuvo un rendimiento de cloruro de sodio de 32,58% con una pureza de 98,33%.

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:**CONTRIBUIDORES:**

APELLIDOS Y NOMBRES	ROL / CÓDIGO CVLAC / E_MAIL				
Parra, Frank	ROL	CA	AS X	TU	JU
	CVLAC:				
	E_MAIL	frankparra@gmail.com			
	E_MAIL				
Moncada, Fidelina	ROL	CA	AS	TU	JU X
	CVLAC:				
	E_MAIL	Fidelinam@gmail.com			
	E_MAIL				
Colmenares, Ana Rita	ROL	CA	AS	TU	JU X
	CVLAC:				
	E_MAIL				
	E_MAIL				
	ROL	CA	AS	TU	JU
	CVLAC:				
	E_MAIL				
	E_MAIL				

FECHA DE DISCUSIÓN Y APROBACIÓN:

2011	12	09
AÑO	MES	DÍA

LENGUAJE. SPA

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:**ARCHIVO (S):**

NOMBRE DE ARCHIVO	TIPO MIME
TESIS.ROSELYN Y CARLOS.doc	Documento en word

CARACTERES EN LOS NOMBRES DE LOS ARCHIVOS: A B C D E F G H
 I J K L M N O P Q R S T U V W X Y Z. a b c d e f g h i j k l m n o p q r s t u
 v w x y z. 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9.

ALCANCE

ESPACIAL: _____ (OPCIONAL)

TEMPORAL: _____ (OPCIONAL)

TÍTULO O GRADO ASOCIADO CON EL TRABAJO:

Ingeniero Químico

NIVEL ASOCIADO CON EL TRABAJO:

Pregrado

ÁREA DE ESTUDIO:

Departamento de Ingeniería Química

INSTITUCIÓN:

Universidad de Oriente. Núcleo de Anzoátegui

METADATOS PARA TRABAJOS DE GRADO, TESIS Y ASCENSO:

DERECHOS

De acuerdo al Artículo 41 del reglamento de Trabajo de Grado:

“Los Trabajos de Grado son de exclusiva propiedad de la Universidad de Oriente y solo podrán ser utilizados para otros fines con el consentimiento del Consejo de Núcleo respectivo, quien lo notificará al Consejo Universitario.”

Fernández C., Roselyn A.

AUTOR

Vásquez R., Carlos G.

AUTOR

Colmenares, Ana Rita

JURADO

Moncada, Fidelina

JURADO

Parra, Frank

TUTOR

POR LA COMISION DE TRABAJO DE GRADO