



**UNAP**



**FACULTAD DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA**

**ESCUELA DE FORMACIÓN PROFESIONAL DE FARMACIA Y BIOQUÍMICA**

**TESIS**

**“OBTENCIÓN DEL SULFATO FERROSO POR LIXIVIACIÓN A PARTIR  
DEL OLIGISTO (ÓXIDO FÉRRICO) PROCEDENTE DE LAS CANTERAS  
DE LA CARRETERA IQUITOS-NAUTA Km.65-IQUITOS 2018”**

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:**

**QUÍMICO FARMACÉUTICO**

**PRESENTADO POR:**

**ANNELHY FLORES PORRAS**

**JOSÉ DANTE CÓRDOVA LÓPEZ**

**ASESORES:**

**ING. CLETO JARA HERRERA, MSC.**

**Q.F MARIO JAVIER DE LA CRUZ FLORES, MGR.**

**IQUITOS, PERÚ**

**2020**

"Año de la Universalización de la Salud"

**ACTA DE SUSTENTACION DE TESIS N°024-PCGT-FFyB-UNAP-2020/OFICIO N°754-2019-DIVN-UNAP**

En la ciudad de Iquitos, Distrito de Iquitos, Departamento de Loreto; por vía Zoom de la Universidad Nacional de la Amazonía Peruana, a los 30 días del mes de julio de 2020, a horas 7 pm., se dio inicio a la sustentación pública de Tesis titulado "OBTENCIÓN DEL SULFATO FERROSO POR LIXIVIACIÓN A PARTIR DEL OLIGISTO (ÓXIDO FERRICO) PROCEDENTE DE LAS CANTERAS DE LA CARRETERA IQUITOS –NAUTA Km. 65- IQUITOS 2018", aprobado con Resolución Decanal N°146-2020-FFyB-UNAP, presentado por los Bachilleres: ANNELHY FLORES PORRAS Y JOSÉ DANTE CÓRDOVA LÓPEZ, para optar el Título Profesional de Químico(a) Farmacéutico(a) que otorga la Universidad de acuerdo a Ley y Estatuto.

El jurado calificador y dictaminador designado mediante Resolución Decanal N°243-FFyB-UNAP-2018 está integrada por:

- ING. REYNA GLADYS CÁRDENAS VDA., DE REÁTEGUI, Dra. Presidente
- Q.F. LUIS DOMINGO NONATO RAMÍREZ, Dr. Miembro
- Q.F. BRENDA SORAYA URDAY RUIZ, Mgr. Miembro



Luego de haber escuchado con atención y formulado las preguntas necesarias, las cuales fueron respondidas: ...en forma adecuada

El jurado después de las deliberaciones correspondientes, llegó a las siguientes conclusiones:

La sustentación pública y la tesis han sido...**APROBADA**...con la calificación...**BUENA**...

Estando los bachilleres aptos para obtener el Título Profesional de Químico(a) Farmacéutico(a).

Siendo las...8.15 pm... se dio por terminado el acto...**ACADEMICO**.



ING. REYNA GLADYS CÁRDENAS VDA., DE REÁTEGUI, Dra.

Presidente

Q.F. LUIS DOMINGO NONATO RAMÍREZ, Dr.

Miembro

Q.F. BRENDA SORAYA URDAY RUIZ, Mgr.

Miembro

CLETO JARA HERRERA, MSc

Asesor

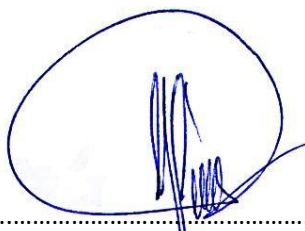
Q.F. MARIO JAVIER DE LA CRUZ FLORES, Mgr.

Asesor

## MIEMBROS DEL JURADO

Tesis aprobada en la Sustentación Virtual – Servidor ZOOM, el 30 de Julio del 2020 por los jurados nombrados por la Dirección de la Facultad de Farmacia y Bioquímica para optar el Título de:

### Químico Farmacéutico



.....  
ING. Gladys Reyna Cárdenas Vda, de Reategui Dra.

PRESIDENTE DEL JURADO.



.....  
Q.F Luis Nonato Ramírez Dr.

MIEMBRO DEL JURADO.



.....  
Q. F Brenda Soraya Urday Ruiz Mgr.

MIEMBRO DEL JURADO.

## AUTORIZACIÓN DE LOS ASESORES

El Ingeniero Cleto Jara Herrera y el Químico Farmacéutico Mario Javier de la Cruz Flores. Docentes adscritos a la Facultad de Farmacia y Bioquímica

### INFORMAN:

Que los Bachilleres **JOSÉ DANTE CÓRDOVA LÓPEZ Y ANNELHY FLORES PORRAS** han realizado bajo nuestra dirección, el trabajo contenido en la tesis intitulada **OBTENCIÓN DEL SULFATO FERROSO POR LIXIVIACIÓN A PARTIR DEL OLIGISTO (OXIDO FÉRRICO) PROCEDENTE DE LAS CANTERAS DE LA CARRETERA IQUITOS-NAUTA KM 65**, y considerando que el mismo reúne los requisitos necesarios para ser presentado, ante el Jurado Calificador, a tal efecto damos paso para su sustentación y posterior obtención del Título Profesional.

**AUTORIZAMOS:** A los citados Bachilleres a presentar el Trabajo Final de carrera, para proceder a su sustentación cumpliendo así con la normativa vigente que regula el Reglamento de Grados y Títulos en la Facultad de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Nacional de la Amazonía Peruana.



Ing. Cleto Jara Herrera M. Sc



Q.F. Mario Javier De la Cruz Flores, Mg.

## DEDICATORIA Y AGRADECIMIENTO

El presente trabajo, no hubiese sido posible su finalización sin la cooperación desinteresada de todas y cada una de las personas que me acompañaron en el recorrido laborioso de este trabajo.

Primero y antes que todo, dar gracias a Dios por haberme dado la vida y permitirme el haber llegado hasta este momento tan importante de mi formación profesional.

Me dirijo, a mi familia, de manera especial, a mis padres quienes con su amor, paciencia y esfuerzo me han permitido llegar a cumplir un sueño más y estoy profundamente agradecida por inculcar en mí el ejemplo de esfuerzo y valentía.

Por otro lado, a nuestros asesores que con su amplia experiencia y conocimientos orientaron el correcto desarrollo y culminación con éxito del presente trabajo, si bien ha requerido de esfuerzo y mucha dedicación. A la Universidad Nacional de la Amazonía Peruana: autoridades y docentes.

¡se los dedico a todos!

Mil Gracias

Annelhy Flores Porras

## DEDICATORIA Y AGRADECIMIENTO

Esta tesis se la dedico a mi Dios quién supo guiarme por el buen camino, darme fuerzas para seguir adelante y no desmayar en los problemas que se presentaban, enseñándome a encarar las adversidades sin perder nunca la dignidad ni desfallecer en el intento.

A mi familia quienes por ellos soy lo que soy.

Para mis padres “María socorro López López” y “José Córdova Jiménez” por su apoyo, consejos, comprensión, amor, ayuda en los momentos difíciles, y por ayudarme con los recursos necesarios para estudiar. Me han dado todo lo que soy como persona, mis valores, mis principios, mi carácter, mi empeño, mi perseverancia, mi coraje para conseguir mis objetivos.

A mis hermanos(as) por estar siempre presentes, acompañándome para poderme realizar. A mi Hijo “Dante Alexander Córdova Caichihua” quien ha sido y es una mi motivación, inspiración y felicidad.

Por otro lado, a nuestros asesores por darnos a conocer los materiales necesarios para culminar con éxito el presente trabajo, además al Ing. Julio Arce por ayudarnos cada vez que ha sido necesario.

A todos ellos,

Muchas gracias de todo corazón.

José Dante Córdova López

## ÍNDICE GENERAL

	PÁG
PORTADA.....	I
ACTA DE SUSTENTACIÓN.....	II
MIEMBROS DEL JURADO.....	III
ASESORES.....	IV
DEDICATORIA/ AGRADECIMIENTO.....	V
ÍNDICE GENERAL.....	IX
ÍNDICE DE TABLAS.....	XIII
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XIV
RESUMEN.....	XV
ABSTRACT.....	XVI
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO I: MARCO TEÓRICO.....	3
1.1 Antecedentes.....	3
1.2 Bases teóricas.....	5
1.2.1 Lixiviación.....	5
1.2.2 Proceso de lixiviación de la mena metálica para obtener el sulfato ferroso.....	8
1.2.3 Materias primas potenciales que pueden utilizarse para la obtención del sulfato ferroso.....	11
1.2.3.1 Limonita.....	11
1.2.3.2 Magnetita.....	11
1.2.3.3 Oligisto.....	12
1.2.4. Identificación de los óxidos de hierro por el método de la Raya.....	13
1.2.5 Método para determinar el porcentaje del oligisto presente en las rocas.....	14
1.2.6 Identificación química del hierro en el oligisto.....	14
1.2.6.1 Procedimiento.....	16
1.2.6.2 Aplicación del método químico para la identificación del hierro en los minerales.....	16

1.2.6.3	Método de verificación del hierro presente en el oligisto antes de iniciar el proceso de lixiviación.....	17
1.2.6.4	Propiedades físico-químicas del hierro.....	18
1.2.6.5	Propiedades físico-químicas del óxido férrico (oligisto).....	19
1.2.6.6	Síntesis del sulfato ferroso por lixiviación usando roca con contenido de oligisto y arcilla.....	20
1.2.6.7	Mecanismo de reacción de la lixiviación.....	21
1.2.6.8	Relaciones estequiométricas para realizar la lixiviación.....	21
1.2.6.9	Mecanismo de reacción para la síntesis del sulfato ferroso.....	23
1.2.6.10	Orden de velocidad de la reacción.....	25
1.2.6.11	Propiedades físico-químicas del sulfato ferroso y sulfato ferroso heptahidratado.....	27
1.2.6.12	Pruebas químicas de verificación del sulfato ferroso con $\text{Na}_2\text{TeO}_4$ mediante la identificación del catión Fe (II) con reactivos de precipitación y Cromogénicas.....	28
1.2.7	El hierro como elemento imprescindible en la naturaleza: Elemento geoquímico y biogénico.....	31
1.2.8	Metabolismo del hierro en los seres humanos.....	34
1.2.8.1	Anemia.....	34
1.2.8.2	Combate de la Anemia.....	35
1.2.8.3	Usos Múltiples del Sulfato Ferroso.....	35
1.3	Definición de Términos Básicos.....	37
<b>CAPÍTULO II: HIPÓTESIS Y VARIABLES.....</b>		<b>38</b>
2.1	Formulación de la Hipótesis.....	38
2.2	Variables y su Operacionalización.....	38
2.2.1	Variable Independiente.....	38
2.2.2	variable Dependiente.....	38
<b>CAPÍTULO III: METODOLOGÍA.....</b>		<b>41</b>
3.1	Tipo Y Diseño.....	41
3.1.1	Diagrama de bloque del proceso de lixiviación para la obtención del sulfato ferroso y sulfato ferroso Heptahidratado.....	44
3.2.	Diseño Muestral.....	45
3.2.1	Población.....	45
3.2.2	Muestra.....	45



<b>3.3. Procedimiento de recolección de datos.....</b>	<b>45</b>
<b>3.3.1 Determinación del tipo de óxido por el método de la Raya.....</b>	<b>46</b>
<b>3.3.2 Determinación de la cantidad de Oligisto presente en la roca....</b>	<b>47</b>
<b>3.3.2.1 Determinación del peso del sulfato ferroso que se debe obtener.....</b>	<b>48</b>
<b>3.3.2.2 Cálculo de la cantidad de peso del ácido sulfúrico requerido.....</b>	<b>49</b>
<b>3.3.2.3. Preparación de la solución de ácido sulfúrico 1 N, solución lixiviante.....</b>	<b>49</b>
<b>3.3.2.4 Lixiviación.....</b>	<b>50</b>
<b>3.3.2.5. Filtración.....</b>	<b>50</b>
<b>3.3.2.6. Concentración del Filtrado.....</b>	<b>51</b>
<b>3.3.3 De la Variable Dependiente.....</b>	<b>51</b>
<b>3.3.3.1 Obtención de sulfato ferroso puro.....</b>	<b>51</b>
<b>3.3.3.2 Obtención del sulfato ferroso heptahidratado.....</b>	<b>51</b>
<b>3.4. Procesamiento y Análisis de datos.....</b>	<b>51</b>
<b>3.4.1 Selección del método de lixiviación para obtener el sulfato ferroso.....</b>	<b>51</b>
<b>3.4.2 Proceso de Lixiviación.....</b>	<b>52</b>
<b>3.4.2.1 Etapa preliminar.....</b>	<b>52</b>
<b>3.4.2.2 Solvatación.....</b>	<b>52</b>
<b>3.4.2.3 Obtención del sulfato ferroso como soluto sólido.....</b>	<b>53</b>
<b>3.4.2.4 Obtención del sulfato ferroso heptahidratado.....</b>	<b>53</b>
<b>3.4.3. Pruebas de Identificación química del sulfato ferroso obtenido.....</b>	<b>54</b>
<b>3.4.3.1. Identificación como sulfato ferroso molecular.....</b>	<b>54</b>
<b>3.4.3.2. Identificación del sulfato ferroso a partir de sus soluciones iónicas (Cation Fe<sup>++</sup>).....</b>	<b>54</b>
<b>3.4.4 Cálculo del rendimiento del sulfato ferroso obtenido.....</b>	<b>55</b>
<b>3.4.5. Grado de Confiabilidad del proceso de lixiviación.....</b>	<b>56</b>
<b>3.5. Proceso estequiométrico seguido.....</b>	<b>56</b>
<b>3.6. Propiedades físico-químicas observadas en el FeSO<sub>4</sub> sintetizado y en el FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O.....</b>	<b>58</b>
<b>3.6.1 Sulfato ferroso.....</b>	<b>58</b>
<b>3.6.2 Sulfato ferroso heptahidratado.....</b>	<b>58</b>
<b>CAPÍTULO IV: RESULTADOS.....</b>	<b>59</b>

4.1	Mineral utilizado.....	59
4.2	Estequiometría y rendimiento.....	59
4.2.1	Reacción estequiométrica y ponderal.....	59
4.2.2	Cantidad del sulfato ferroso que se debe obtener teóricamente.....	59
4.2.3	Cálculo del error porcentual del $\text{FeSO}_4$ .....	61
4.3	Pruebas de verificación del sulfato ferroso obtenido como sal y como catión $\text{Fe}^{++}$ .....	61
	CAPÍTULO V: DISCUSIÓN.....	62
	CAPÍTULO VI: CONCLUSIONES.....	64
	CAPÍTULO VII: RECOMENDACIONES.....	66
	CAPÍTULO VIII: FUENTES DE INFORMACIÓN.....	67
	ANEXOS.....	70

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b>	Propiedades físico-químicas del Hierro. Tomado del Handbook of Chemistry and Physics.....	18
<b>Tabla 2.</b>	Propiedades del Oligisto.....	19
<b>Tabla 3.</b>	Propiedades físico-químicas del sulfato ferroso y del sulfato ferroso heptahidratado (Tomado de Handbook of Chemistry and Physics CRC-PRESS).....	26
<b>Tabla 4.</b>	Elementos geoquímicos de la corteza terrestre tomado del libro de Geología Historia Natural Básica de Antero García.....	30
<b>Tabla 5.</b>	Operacionalización de la variable independiente.....	37
<b>Tabla 6.</b>	Operacionalización de la variable dependiente.....	38

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b>	Solvatación del ácido sulfúrico y el $\text{Fe}^{++}$ en medio acuoso.....	7
<b>Figura 2.</b>	Estructura de hidratación del sulfato ferroso.....	10
<b>Figura 3.</b>	Velocidad de reacción para la formación del sulfato ferroso (producto) a partir de los reactantes.....	26
<b>Figura 4.</b>	Flow Sheet de bloque.....	42

## **“Obtención del sulfato ferroso por lixiviación a partir del oligisto (óxido férrico) procedente de las canteras de la carretera Iquitos-Nauta km 65”**

---

**Flores Porras Annelhy; Córdova López José Dante**

### **RESUMEN**

Este trabajo llamado: **“Obtención del sulfato ferroso por lixiviación a partir del oligisto (óxido férrico) procedente de las canteras de la carretera Iquitos-Nauta km. 65”** estuvo orientado a la obtención del sulfato ferroso, un mineral en el que estuvieron asociados dos componentes: mena metálica y arcilla, el proceso de lixiviación aprovechó este recurso natural existente en la carretera Iquitos-Nauta. Se determinó en el mineral aplicando el método de imantación que la cantidad de oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) representa 40% y el resto correspondiente al 60% es arcilla. Para obtener el sulfato ferroso se llevó 100 g a su pulverización del mineral es obvio que está presente 40 g de oligisto que equivale a 28 g de hierro férrico y 60 g de arcilla que es la ganga que actuara como material inerte.

En el proceso de lixiviación reacciona el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  con el ácido sulfúrico 1 N, mediante esta reacción se obtuvo  $\text{FeSO}_4$  líquido que, por filtración en embudo de Buchner, se separó la arcilla que se descartó. El filtrado se concentró en rotavapor a presión reducida y para su purificación se agregó norita, se filtró y dejó en reposo obteniéndose unos cristales blanquecinos de sulfato ferroso (52 g), este se llevó a su heptahidratación calentándolo a  $80^\circ\text{C}$  y vertiendo sobre la superficie de la sal agua destilada gota a gota hasta tornarse de color azul verdoso que por sus características fisicoquímicas corresponde al  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (95,09 g), se puede concluir que la Obtención del Sulfato Ferroso y Sulfato Ferroso Heptahidratado por lixiviación es factible y constituye un avance importante para el desarrollo económico y social de la provincia de Nauta.

Palabras Claves: Oligisto, Lixiviación, Sulfato Ferroso.

## **“Obtaining ferrous sulfate by leaching from oligist (ferric oxide) from the quarries on the Iquitos-Nauta km 65 highways”**

---

**Flores Porras Annelhy; Córdova López José Dante**

### **ABSTRACT**

This work called: “Obtaining ferrous sulfate by leaching from oligist (ferric oxide) from the quarries on the Iquitos-Nauta km. 65” was aimed at obtaining ferrous sulfate, with a mineral in which two components were associated: metallic ore and clay. The leaching process took advantage of this natural resource existing on the Iquitos Nauta highway. It was determined in the mineral applying the magnetization method that the amount of oligist ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) represents 40% and the rest corresponding to 60% is clay. To obtain the ferrous sulfate, 100 g of the mineral was taken to its pulverization, it is obvious that 40 g of oligist is present, which is equivalent to 28 g of Ferric Iron and 60 g of clay, which is the gangue that will act as inert material.

In the leaching process,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  reacts with 1 N sulfuric acid, through this reaction liquid  $\text{FeSO}_4$  was obtained; that by filtration in a Buchner funnel, the clay that was discarded was separated. The filtrate was concentrated on a rotary evaporator under reduced pressure and for its purification norite was added, filtered and allowed to stand, obtaining whitish crystals of ferrous sulfate (52 g), this was brought to its heptahydration by heating it to 80 ° C and pouring on the surface of the salt water distilled drop by drop until it turns a blue-green color which, due to its physicochemical characteristics, corresponds to  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (95,09 g). It can be concluded that the Obtaining of Ferrous Sulfate and Ferrous Sulfate Heptahydrate by leaching is feasible and constitutes an important advance for the economic and social development of the province of Nauta.

**Keywords:** Oligist, Leaching, Ferrous Sulfate.

## INTRODUCCION

Las colinas de la carretera Iquitos-Nauta kilómetro 65 que originalmente parecían ser un mero accidente del terreno sin uso conocido, son canteras de arcilla que contienen oligisto, como tal constituye un recurso mineral que se ha visto revalorado después de las pruebas mineralógicas realizadas por el Método de la Raya seguido del Método de Imantación que dio como resultado la presencia de oligisto en un 40% y que constituye la materia prima adecuada para la síntesis del sulfato ferroso, una sal iónica con innumerables aplicaciones en el campo industrial, agrícola, usado además para la remediación del espacio vital cuando esta sufre un proceso de deterioro ambiental, como se ve en los procesos de eutrofización de las aguas, desertificación de los océanos. Pero también es indispensable el sulfato ferroso en el tratamiento de la clorosis (falta de fijación clorofílica en las plantas), su basta aplicación en la industria del calzado, fabricación de tintes indelebles, síntesis de polímeros absorbentes, como suplemento alimentario y tratamiento de la anemia, etc. Estas aplicaciones abren un abanico de posibilidades para que el sulfato ferroso constituya un recurso que llevado al campo industrial es capaz de dinamizar el desarrollo económico de la ciudad Nauta.

Faith *et al* (1965) citado en The Merck Index, para lograr la síntesis del sulfato ferroso utilizó hierro siderúrgico procedente de la industria metalúrgica de los altos hornos donde se lleva a reducción del óxido férrico a temperaturas de 1500°C por este método se obtiene Hierro elemental, que es el que utilizo Faith *et al* en la síntesis del sulfato ferroso; en nuestro trabajo ponemos de relieve la obtención del sulfato ferroso por el método de lixiviación para ser posible el uso de oligisto que se haya mezclado con arcilla, método que difiere sustancialmente del utilizado de Faith *et al* el que depende del fierro obtenido en la industria siderúrgica, el método de lixiviación que se ha aplicado para la obtención del sulfato ferroso siguió los pasos siguientes: lavado y secado de la roca, pulverización en molino de disco y tamizaje por malla 35 ASTM hasta obtener una granulometría de 0.5 mm de diámetro del mineral.

El proceso de lixiviación se realizó añadiendo al mineral pulverizado una solución de ácido sulfúrico 1N, obteniendo como producto principal el sulfato ferroso, que se separó por filtración de la arcilla en embudo de Buchner que lleva acoplado una bomba de vacío luego se concentró a presión reducida a 40°C , el filtrado se purificó agregando norita, se calentó , filtró y se dejó en reposo obteniéndose cristales blancos de sulfato ferroso, posteriormente para obtener sulfato ferroso heptahidratado, se calentó a 80°C y se añadió agua destilada gota a gota tornándose el sulfato ferroso de color blanquecino a un color azul-verdoso que corresponde al sulfato ferroso heptahidratado.

El sulfato ferroso como producto de química fina obtenido por lixiviación es una sal de gran importancia dada sus múltiples aplicaciones químicas.

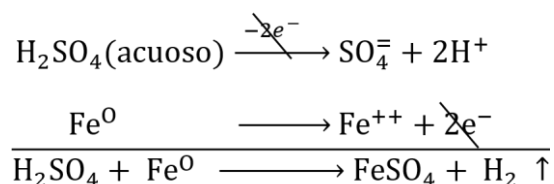
La existencia del oligisto en las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta abre grandes y valiosas perspectivas para la instalación de una planta industrial de obtención del Sulfato Ferroso en la ciudad de Nauta que podría incorporar al mercado de trabajo a profesionales de diferentes especialidades: Químico Farmacéuticos, Ing. Químicos, Ingenieros Mecánicos y población económicamente activa para dinamizar la actividad económica, productiva de esta provincia en base a la movilización y transformación de su propio recurso natural que pueda complementarse con la instalación de una planta industrial de artesanía utilitaria para la fabricación de : ollas, platos, cucharas, cucharones, tinajas, tostaderas, etc, capaz de producir un importante efecto multiplicador en la rezagada economía de la provincia de Nauta.



## CAPÍTULO I: MARCO TEORICO.

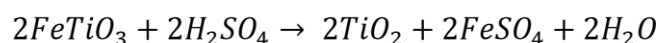
### 1.1. Antecedentes

Faith *et al*, publicado por The Merck Index. An Enciclopedia of Chemical And Drugs 1968; señala un método de síntesis del Sulfato Ferroso comercial por reacción del ácido sulfúrico sobre el hierro puro <sup>(3)</sup>, de la industria siderúrgica de los altos hornos, obtenido a una temperatura de 1500°C. En base a la patente de Faith, se elaboró Sulfato Ferroso para diferentes propósitos incluyendo fármacos para el tratamiento de la Anemia, este método guarda relación con la reacción siguiente:



En este proceso el Hierro cero Valente Fe(0) en medio ácido se oxida a Fe<sup>++</sup> y reacciona con el anión sulfato SO<sub>4</sub><sup>-</sup> para formar el FeSO<sub>4</sub>. No existen detalles de esta síntesis <sup>(1)</sup>, pero es sabido que se trata de un proceso de oxidación del Fe<sup>0</sup> a Fe<sup>++</sup> y su interacción con anión sulfato SO<sub>4</sub><sup>-</sup> para formar el FeSO<sub>4</sub>.

Hernández P. *et al* 1993 publicado en la Revista colombiana de Química bajo el título de “Estudio experimental para la obtención del dióxido de Titanio a partir de Ilmenita vía ácido clorhídrico” encontró un método indirecto de obtención de sulfato ferroso a partir del Ilmenita, un mineral que contiene 50% de dióxido de Titanio y 47% de óxido ferroso, cuando la Ilmenita se hace reaccionar con ácido sulfúrico se produce óxido de Titanio pero también sulfato ferroso de acuerdo con la reacción siguiente <sup>(2)</sup>:



El agua residual de este proceso contiene un alto porcentaje de ácido sulfúrico que cuando reacciona con el FeO forma sulfato ferroso que se separa del óxido de titanio por filtración y luego se concentra al vacío.

Rodríguez A. *et al*, en un artículo “Obtención del Sulfato Ferroso (II) Heptahidratado con Calidad Farmacéutica a partir de Residuos de acero de la Industria Metálica” Cuba. Revista CENIC Ciencias Químicas 2005 pág. 220; obtuvo sulfato de hierro por reacción directa de las virutas de acero recolectadas en las maestranzas, tratando con ácido sulfúrico en solución, con el propósito de ser utilizado como materia prima en la industria farmacéutica y como reactivo para la industria química <sup>(4)</sup>.

La patente de la Tioxide Europe S.R.L 2010 señala que obtuvo sulfato ferroso mediante el proceso siguiente <sup>(3)</sup>:

A una cantidad de escamas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (magnetita) añadió una solución de ácido sulfúrico, el ácido sulfúrico y las escamas de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  reaccionan entre sí para formar una solución intermedia que corresponde a  $\text{FeSO}_4$  y al sulfato férrico [ $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ], cuando esta reacción se hallaba cerca del límite de solubilidad a la temperatura del proceso, añadió hierro viejo (chatarra de hierro) a dicha solución intermedia, esto dio lugar a que el sulfato férrico se transforme en sulfato ferroso resultando finalmente ser el único compuesto predominante en la solución final, el cual se filtró y evaporó hasta obtener sulfato ferroso puro.

El PCT (Patents cooperation Treaty, 2010), señala un método de fabricación de sulfato ferroso a partir de cenizas de pirita, refiere que el proceso se obtuvo a partir de una disolución de sulfato ferroso en medio acuoso ácido ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), teniendo como materia prima las cenizas obtenidas por tostación de la pirita ( $\text{FeS}$ ), utilizada en la fabricación de ácido sulfúrico. De la disolución del sulfato ferroso se obtiene el sulfato ferroso heptahidratado sólido por cristalización al vacío <sup>(4)</sup>.

## 1.2. Bases teóricas

### 1.2.1. Lixiviación.

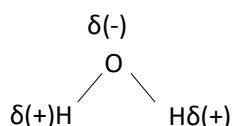
Cuando se dispone de lo que se conoce como bajo “ley metálica” para significar que la presencia de un metal en el mineral es pobre se requiere usar el proceso de lixiviación, para lo cual debe conocerse los principios fisicoquímicos que rigen comportamiento químico de los metales en forma de óxidos y de los ácidos que intervienen en la disolución del metal por ejemplo la solvatación, debe entenderse como un proceso fisicoquímico usado para obtener nuevos compuestos a partir de menas metálicas que se hallan asociadas a la ganga, es decir aquellas sustancias que acompañan al mineral metálico como componente de agregación, en el caso del oligisto (óxido férrico) de color rojo ocre, el componente agregado es la arcilla roja, un silicato de aluminio y otros métodos que junto a él está asociado el hierro como hierro férrico, mientras el agregado arcilloso es un silicato de metales como aluminio, calcio. Sodio que se hallan en bajísima proporción y que no intervienen en una reacción estequiométrica.

Para la lixiviación es preciso que tanto el metal que va ser lixiviado así como el solvente lixivante se ionicen en medio acuoso ácido (ácido sulfúrico diluido) que actuara como disolvente, se disolverá el Hierro, oxidándose primero y luego reduciéndose e interactuando electrostáticamente en concordancia con la ley de Coulomb con el anión del solvente entonces fuerzas electrostáticas de las partículas positivas (cationes) se atraerán mutuamente con los aniones cargas negativas del soluto, entonces cationes y aniones se atraerán mutuamente hasta que el  $Fe^{++}$  (catión) forma con el  $SO_4^{--}$ (anión) el sulfato ferroso.

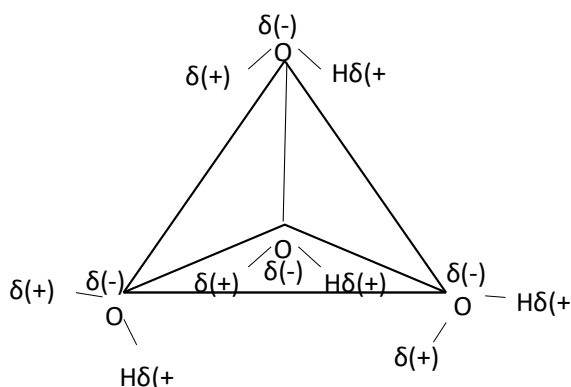
El  $Fe_2O_3$  en medio ácido acuoso suele romper sus tres enlaces Fe-O transformándose en catión  $Fe^{+++}$  oxidado, que al ganar electrones pasa a  $Fe^{++}$  reducido, condición adecuada para actuar con el anión sulfato ( $SO_4^{--}$ ) y formar el sulfato ferroso.

En el proceso de lixiviación del oligisto con el ácido sulfúrico en medio acuoso para formar el sulfato ferroso, tanto las moléculas de agua como las de óxido férrico, así como los del ácido sulfúrico se hallan ionizados.

El agua como solvente es una molécula dipolar con dos cargas positivas extremas y una carga negativa central, debido a la electronegatividad que posee el oxígeno de 3,5 en relación con la del hidrógeno 2,1 y su configuración espacial que da lugar a una molécula de agua no lineal, las distancias de enlace oxígeno hidrógeno forma una molécula angular de 105 grados, manifestándose una carga parcialmente negativa en el oxígeno y cargas parcialmente positivas para los dos átomos de hidrógeno del modo siguiente:



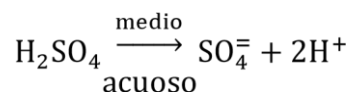
El agua como estructura cristalina es tetraédrica.



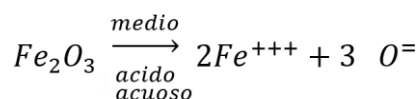
Cuando el agua se asocia un protón forma un Hidroxonio.

El hidroxonio incrementa el potencial electrostático del medio acuoso.

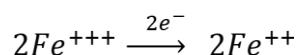
En solución acuosa el ácido sulfúrico se disocia en 2 iones: anión sulfato y catión hidrógeno.



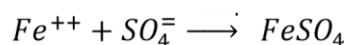
El oligisto  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en medio de ácido sulfúrico acuoso primero se rompe y se oxida, bajo el mecanismo siguiente:



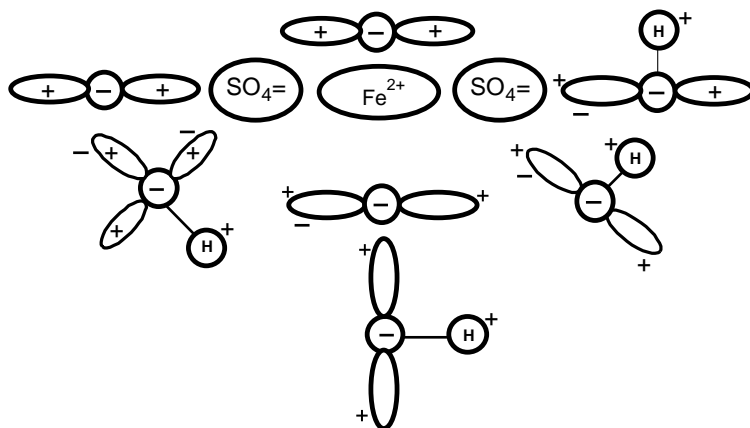
El  $Fe^{+++}$  se reduce por ganancia de 2 electrones:



Esto facilita su reacción con el anión sulfato del modo siguiente:(ver fig.1)



Durante la solvatación los cationes del  $Fe^{++}$  y los aniones  $SO_4^-$  se acomodan del modo tal que las cargas puedan interactuar con facilidad cumpliendo con la ley de coulomb.



**Fig. 1.- Solvatación del Ácido Sulfúrico y del  $Fe^{++}$  en medio acuosa.**

Debe entenderse que para la lixiviación debe darse un proceso adecuado de solvatación para que el proceso fisicoquímico de extracción sólido- líquido <sup>(1)</sup> utilizado en la obtención de metales libres o en la formación de sus derivados sea adecuado. El  $FeSO_4$  se logra producir por reacción del  $Fe_2O_3$  (oligisto) con el ácido sulfúrico 1.0N.

La lixiviación del  $Fe_2O_3$ , usando como lixiviante el ácido sulfúrico diluido, primero lleva al  $Fe_2O_3$  a convertirse en  $Fe^{+++}$  (oxidación), luego se reduce por ganancia electrónica a  $Fe^{++}$  para que se produzca una interacción electrostática coulombiana atractiva entre el anión  $so_4^-$  y el catión  $Fe^{++}$  para formar  $FeSO_4$ .

El paso preliminar de este proceso consiste en llevar el material solido ( $Fe_2O_3$ ) a su máxima reducción hasta partícula fina menor de 0.5 mm de diámetro determinándose por tamizaje cuando las partículas atraviesan la malla 35 ASTM

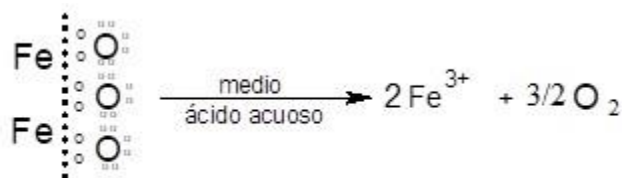
a fin de que el disolvente logre la disolución del metal con facilidad separándole del componente agregado, que en el caso del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  es la arcilla. Para la lixiviación del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  se debe seguir una serie de pasos importantes y necesarios, después de la identificación mineralógica de la materia prima además de la determinación del porcentaje de mena metálica, es preciso realizar la cuantificación estequiométrica de los reactantes que van a intervenir en la reacción, se debe cuantificar el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y el  $\text{H}_2\text{SO}_4$  para lo cual se postula un mecanismo de reacción que abarque los aspectos básicos siguientes:

### **1.2.2. Proceso de lixiviación de la mena metálica para obtener el sulfato ferroso.**

Cuando la concentración de un metal que forma la mena que es una roca es demasiado alto se procede a separar el hierro por fundición hasta obtenerlo como  $\text{Fe}(o)$ , como es el caso del método siderúrgico de obtención del Hierro en altos hornos, pero la mena  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  presente en las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta es baja en Hierro por eso se procede a obtener el Hierro en forma de derivado en nuestro caso la lixiviación se suele realizar con disoluciones de reactivos químicos como cianuro, ácidos, etc. que tiene la propiedad de disolver el metal a bajas temperaturas <sup>(1)</sup>, nosotros elegimos obtener hierro como sulfato es decir como una sal iónica de múltiples aplicaciones industriales.

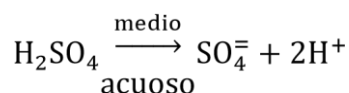
Mena y ganga forman la roca que se lleva a su pulverización para facilitar el proceso de disolución del metal (Hierro) de la mena y la disipación del oxígeno que formara el óxido férrico.

El mineral finamente pulverizado en molino de disco pasa por un tamizaje en malla 35 ASTM, las partículas finas menores de 0,5 mm se tratan con ácido sulfúrico diluido en caliente, el ácido sulfúrico ataca al óxido metálico ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) rompiendo sus enlaces de la forma siguiente:

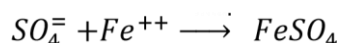


6 electrones de 2 átomos de hierro son ganados por 3 átomos de oxígeno, oxigenados forman  $\frac{3}{2} \text{O}_2$  moléculas.

El hierro pierde sus electrones y el oxígeno gana los electrones del hierro para completar su octeto de Lewis esta interacción se entiende a la luz de la electronegatividad pues el hierro tiene un valor de 1.83 y el oxígeno 3.5 en la escala de Pauling, luego el  $2\text{Fe}^{+++}$  oxidado al ganar 2 electrones se reduce y transforma en  $2\text{Fe}^{++}$  para que posteriormente al reaccionar con el anión sulfato  $\text{SO}_4^-$  en que se ioniza el ácido sulfúrico diluido, se transforma en sulfato ferroso según la reacción siguiente:



El anión sulfato  $\text{SO}_4^-$  con el  $\text{Fe}^{++}$  producen la reacción siguiente:



Entonces el anión sulfato  $\text{SO}_4^-$  y el catión  $\text{Fe}^{++}$  electrostáticamente reaccionan para formar el  $\text{FeSO}_4$  líquido.

La batería que se utiliza para separar el producto de la lixiviación que es el  $\text{FeSO}_4$  en fase líquida (soluto líquido) de la sustancia que le acompaña como ganga (arcilla), consiste de un embudo de Buchner que va acoplado al matraz de Kitasato mediante un tapón perforado por donde pasa el pico del embudo y por la tubuladora lateral del matraz kitasato sale una manguera de plástico indeformable que se une a la bomba de succión para permitir que la presión actúe llevando el soluto líquido (sulfato ferroso), hacia el matraz de kitasato mientras la arcilla puede retenerse en el papel de filtro del embudo Buchner que constituye el material descartable, luego se desarma el equipo para quitar el filtrado del matraz y llevar el  $\text{FeSO}_4$  líquido a concentración en rotavapor a temperatura de  $40^\circ\text{C}$  y presión reducida, el concentrado se purifica con norita, se separa la norita

por filtración y se concentra nuevamente hasta obtener un soluto sólido blanquecino como producto final, conocido como sulfato ferroso.

El sistema de separación del soluto líquido  $\text{FeSO}_4$  obtenido por lixiviación se ilustra en la figura 2 ver Anexo 2.

A partir del sulfato ferroso se forma el sulfato ferroso heptahidratado ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) que es una forma alotrópica del sulfato ferroso, asociado con siete moléculas de agua de constitución, agua coordinada y agua ligada al anión. <sup>(19)</sup>

El caso de la heptahidratación del sulfato ferroso, es un tipo de ligazón del agua al sulfato ferroso, corresponde a los cristales que se asocian en cantidades estequiométricas con respecto a los cationes, pero al parecer la asociación es más bien al anión que al catión de la sal, a través de puentes de hidrógeno, tal como postula Latimer y Rodebush. <sup>(19)</sup>

El agua contiene átomos de oxígeno cuya electronegatividad es 3,5 en la escala de Pauling, la hidratación del sulfato ferroso, se realiza calentando la molécula de  $\text{FeSO}_4$  y agregando agua con gotero, mismo procedimiento que se usa para rehabilitar a la silicagel que se usa como desecante.

La heptahidratación del agua es una reacción que concluye cuando al sulfato ferroso al ir agregándole agua gota a gota se torna de color azul-verdoso, se postula que el enlace molecular formado es la siguiente:(ver fig.2)

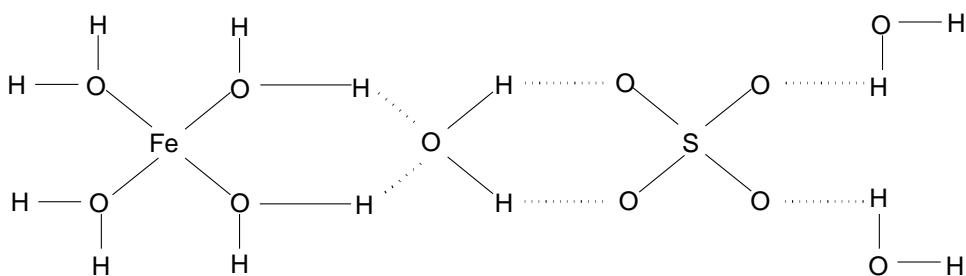


Fig. 2 Estructura de hidratación del sulfato ferroso.

Las líneas punteadas representan los puentes hidrógenos.



### **1.2.3. Materias primas potenciales que pueden utilizarse para la obtención del sulfato ferroso**

Son los óxidos de Hierro que se hallan en la naturaleza en las formas siguientes:

#### **1.2.3.1. Limonita**

Es un material de origen químico muy común en zonas oxidadas.

Se presenta en masas amorfas de color pardo amarillento.

Es una alteración del oligisto. Es la asociación de goethita y lepidocrocita ambas son capaces de absorber agua y aparecer bajo una forma amorfa o hidratada  $Fe-O-OH-nH_2O$  <sup>(6)</sup>.

No está considerado como un mineral propiamente dicho sino como un estadio de alotropía de los otros óxidos: magnetita y oligisto.

La prueba de la Raya muestra un color que va de pardo amarillento a rojo.

Por no tener estructura cristalina es opaco, lo que impide el paso de la luz solar por su superficie. Tiene una dureza entre 5,0 – 5,5 en la escala de Mohs, la densidad se halla entre 3,6 – 4,4 g/ml <sup>(6)</sup>.

Constituye una importante mena de hierro para obtener sulfato ferroso, pero es inexistente en la selva baja.

#### **1.2.3.2. Magnetita**

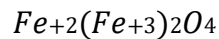
Es un Mineral frecuente en rocas eruptivas, los depósitos son de origen magmático <sup>(2)</sup>.

La magnetita o piedra imán está constituida por óxido ferroso-diferrico ( $Fe_3O_4$ ).

Se presenta en masas pesados de color negro poco brillante <sup>(6)</sup>.

Su magnetismo se debe a un fenómeno relacionado con los momentos magnéticos de los diferentes cationes de hierro que se encuentran fuertemente acoplados por interacciones anti-ferromagnéticas.

Está considerado en la categoría de óxido mineral con la fórmula química siguiente:



Su dureza oscila entre 5,5 – 6,5 según la escala de Mohs, su densidad es de 5,2 g/ml<sup>6</sup>.

Es un óxido de hierro inexistente en la selva baja.

### 1.2.3.3. Oligisto

Conocido también como óxido férrico ( $Fe_2O_3$ ) hematita, hematites, hematita roja, hierro oligisto o hierro especular, es un mineral que presenta una coloración que varía desde parduzco, rojo sangre y rojo parduzco a gris acero y negro hierro<sup>(6)</sup>, cuando se halla expuesto a la intemperie<sup>(6)</sup>, tiene lustre que va de metálico a mate, es opaco su sistema cristalino es trigonal, ocasionalmente piramidal o prismático. Densidad 5,26 g/ml<sup>(13)</sup>.

Las variedades principales son: ocre rojo (hematita) mezcla de  $Fe_2O_3$  con arcilla.

La hematita parda es óxido de hierro hidratado  $Fe_2O_3 \cdot nH_2O$ , forma las hematitas pardas y la limonita.

El  $Fe_2O_3$  es una importante mena de hierro ya que en estado puro contiene 70 % de este metal, es la polimorfa alfa del  $Fe_3O_4$  conocida como magnetita<sup>(6)</sup>.

Tiene una dureza de 5-6 en la escala de Mohs. Se halla en las lomerías de arcilla roja y se ha identificado su presencia en las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta.

#### **1.2.4. Identificación de los óxidos de hierro por el método de la Raya**

Esta prueba utilizada por mineralólogos y geólogos, en prospección geológica y mineralógica es usado para identificar las diferentes clases de óxidos de metales que se encuentran en la superficie terrestre. Una vez que se cuenta con el ejemplar mineral (roca) recogido del yacimiento y no hay la posibilidad de distinguirlo a simple vista ya sea porque el color es variable o tiene otros agregados es imprescindible aplicar el Método de la Raya: consiste en imprimir una raya larga, frotando el mineral sobre una placa plana de porcelana blanca y dura que en la escala de Mohs tiene una dureza de 7 mayor que el de los óxidos de Hierro. Después de deslizar una punta del mineral sobre la placa de porcelana blanca aparecerá una línea horizontal colorida que es característica para cada mineral<sup>(3)</sup>.

Los valores están clasificados en la tabla mineralógica de Strunz<sup>(2, 6)</sup>, creada en 1938 por el mineralólogo alemán Karl Hugo Strunz y ajustada en 2004 por la International Mineralogical Association. Este método experimental se basa en el mismo principio del color que deja una tiza cuando se escribe sobre una pizarra. El mineral hace las veces de la tiza y la placa de porcelana hace el papel de la pizarra.

Para este experimento se debe asegurar que el mineral sea más blando que la porcelana, porque de lo contrario la marca puede no corresponder al mineral sino a la placa.

Cuando el mineral llevado a la prueba de la raya es magnetita aparecerá sobre la placa de porcelana blanca un color negro. Si fuera limonita el color de la raya deberá ser pardo amarillento o rojo<sup>(2, 6)</sup>, pero si el mineral es oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), prevalece sobre la porcelana una raya nítida de color marrón o rojo parduzco, esta prueba mineralógica es inobjetable<sup>(6)</sup>.

### **1.2.5. Método de determinación del porcentaje del oligisto presente en las rocas**

Se realiza físicamente por imantación del Oligisto para lo cual se procede del modo siguiente:

Lavar y secar el mineral, llevar a su quebrantamiento y pulverización en un molino de disco, luego tamizar pasando por malla # 35 ASTM, hasta obtenerse un polvo fino. De este polvo se pesa 5 g en balanza analítica y se calienta a 100°C para que el óxido férrico adquiere propiedades magnéticas semejantes a la magnetita.

Al polvo caliente se le acerca un imán en forma de herradura para separar el óxido férrico, ya que ésta es atraída por el imán. Se vuelve a calentar el mineral para seguir imantándolo, pero si el imán ya no capta más partículas, es prueba que se agotó el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  presente en la arcilla. Se debe pesar en balanza analítica el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  separado y por diferencia de peso se establecerá el valor que corresponden a la ganga que es la arcilla que acompaña al oligisto.

### **1.2.6. Identificación química del hierro en el oligisto**

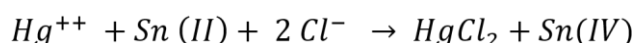
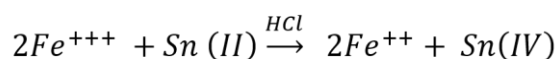
Para la identificación química del hierro en el mineral metálico ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) se aplica el Método Volumétrico propuesto por Fischer Robert (1973), en su libro: Quantitative Chemical Analysis, previamente se prepara el reactivo según el procedimiento siguiente <sup>(7)</sup>:

a) Reactivos requeridos:

- ✓ Solución de ácido clorhídrico, (solución stock), 50 g de  $\text{HgCl}_2$  (cloruro mercúrico) por litro de  $\text{H}_2\text{O}$ . El cloruro mercúrico actúa como agente reductor del  $\text{Fe}^{+++}$  a  $\text{Fe}^{++}$ .

- ✓ Solución de Permanganato de potasio 0,1 N se prepara; disolviendo 3,3 g de  $\text{KMnO}_4$ , en un litro de agua caliente con agitación y llevando a reposo toda la noche luego se filtra en embudo de Büchner.
- ✓ Disponer de Oxalato de sodio reactivo de grado analítico.
- ✓ Solución de Ácido sulfúrico que se prepara; diluyendo un 1 volumen del ácido en 18 volúmenes de agua (solución stock).
- ✓ Solución de Cloruro Estañoso ( $\text{SnCl}_2$ ), que contiene 150 g de hierro libre, por litro de ácido clorhídrico 6N 18 % de pureza (se prepara esta solución fresca un día antes de su uso). El cloruro Estañoso se usa como agente reductor del  $\text{Fe}^{+++}$ .
- ✓ Reactivo de Zimmermann-Reinhardt que se prepara: disolviendo 70 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en 500 ml de agua añadiendo con agitación 125 ml de ácido sulfúrico de la solución stock y 125 ml de ácido fosfórico llevándolo a un litro.
- ✓ La utilización del Cloruro Mercúrico y el Cloruro Estañoso sirven para reducir los iones  $\text{Fe}^{+++}$  a  $\text{Fe}^{++}$ , esta reducción se hace con Cloruro Estañoso en presencia de Ácido Clorhídrico y el exceso se remueve como Cloruro mercúrico.

Las reacciones que se produce son las siguientes:



La cantidad de Cloruro Estañoso debe ser exacto, para que pueda reducir el Hierro Férrico  $\text{Fe}^{+++}$  a Hierro ferroso  $\text{Fe}^{++}$ . Cuando se reduce a  $\text{Fe}^{++}$  la solución toma color amarillo. El Cloruro Estañoso se añade gota a gota hasta la desaparición del color.

### **1.2.6.1. Procedimiento**

Se estandariza la solución de permanganato de potasio con oxalato de sodio.

Se realiza esta estandarización por triplicado. Se seca el oxalato de sodio a 110 °C por 2 horas, se pesa exactamente porciones individuales de 0,2 g, cada porción, se coloca en frascos Erlenmeyer de 300 ml; se disuelve con 100 ml de ácido sulfúrico y se calienta la solución cerca al punto de ebullición.

Se titula con la solución de permanganato de potasio hasta que aparezca una coloración rosada por 30 segundos. Se mantiene la solución a 70 °C durante la titulación. Con estos datos se calcula la normalidad de la solución de permanganato de potasio.

### **1.2.6.2. Aplicación del método químico para la identificación del hierro en los minerales**

Este método de prueba permite conocer que el oligisto no está agregado a otro metal diferente al Hierro

Se realiza con el mineral extraído de la cantera de arcilla. La determinación se debe hacer por triplicado, para lo cual se seca previamente el mineral pulverizado conteniendo oligisto a 110 °C por una hora.

Se sigue los pasos siguientes:

Se pesa exactamente 3 porciones individuales de mineral de 0,7 g cada uno en la balanza analítica OHAUS, se deposita en un vaso de precipitado de 600 ml, se agrega 20 ml de ácido clorhídrico, se calienta suavemente en Hot Plate con temperatura regulable para disolver la muestra (sin llegar a ebullición), para que no forme  $\text{FeCl}_3$  y se volatilice. Se continúa este proceso evitando que las partículas negras no viren a rosadas y se tornen blancas y gris blanco constituido por partículas de sílice ( $\text{SiO}_2$  remanente) y arcilla.

Se añade solución de Cloruro Estañoso gota a gota con agitación sobre la solución de muestra caliente hasta la aparición del color amarillo cuando se halla en este estado se lleva las muestras a titulación, añadiendo un exceso de 2 gotas de solución de Cloruro Estañoso, se diluye 100 ml, se enfría a temperatura ambiente.

Se añade 10 ml de solución de cloruro de mercurio, rápidamente con agitación, se forma un precipitado blanco, se diluye en 300 ml de agua y se añade 25 ml del reactivo de Zimmermann-Reinhardt y se titula con solución de permanganato de potasio 1,0N, se lee en la bureta el volumen gastado.

Concluido este procedimiento se calcula la cantidad de Hierro en gramos mediante la fórmula siguiente:

$$V \times N \times p_{\text{meq}}(\text{KMnO}_4) = g \text{ Fe.}$$

V= volumen del  $\text{KMnO}_4$  gastado.

N=normalidad del  $\text{KMnO}_4$ . g

= gramos de Hierro.

P.meq = peso miliequivalente de  $\text{KMnO}_4$ .

Previamente se determinará el peso mili-equivalente del permanganato de potasio:

Peso molecular del  $\text{KMnO}_4=158$

$$P. \text{ meq} = \frac{P. \text{ molecular } \text{KMnO}_4}{\text{valencia del } \text{KMnO}_4 \times 1000} = \frac{158}{1 \times 1,000} = 0,158$$

### **1.2.6.3. Método de verificación del hierro presente en el oligisto antes de iniciar del proceso de lixiviación**

Se llena con el Permanganato de Potasio 0,1 N una bureta de 50 ml de capacidad, el mineral disuelto en el reactivo de Fischer se titula.

Se leyó el gasto en ml de Permanganato de Potasio 0,1N que fue de 31 ml.

Para el cálculo del Hierro contenido en la mena se aplicó la expresión sgte:

$$V_{\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4} \times \text{Peso miliequivalente de KMnO}_4 = \text{Gramos de Hierro}$$

$$31 \times 0,1 \times 0,158 = 0,4898 \text{ g} \cong 0,49 \text{ g de Hierro}$$

Pero como solo se trabajó con 0,7 g de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y este óxido contiene 70% de Hierro, para verificar la exactitud del contenido de  $\text{Fe}^{++}$  se realiza el cálculo siguiente:

$$\begin{array}{ccc} 0.7 \text{ Fe}_2\text{O}_3 & \longrightarrow & 100 \% \\ X & \longrightarrow & 70 \% \\ \hline & & X = 0.49 \text{ g de Fe} \end{array}$$

Esto quiere decir que 0.49 g de Hierro obtenido por el método volumétrico representa el 70% de contenido de Hierro en el oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

Esta prueba en blanco sirve para verificar la exactitud del método analítico y de mostrar que en el oligisto está presente solo hierro en un 70%.

#### 1.2.6.4. Propiedades físico-químicas del hierro

Es importante conocer las propiedades Fisicoquímicas de Hierro sobre todo cuando se trata de realizar la síntesis de un compuesto que contiene este elemento del grupo VIII de la tabla periódica capaz de oxidarse y reducirse para formar compuestos donde actúa con valencia II.

La propiedad más importante en una reacción de lixiviación del Hierro es su solubilidad, y la solvatación del metal en el Handbook of Chemistry and Physics, se encuentra las propiedades del Hierro elemental que son las siguientes <sup>(8)</sup>: (ver tabla 1).



**Tabla N 1.-Propiedades Físico-químicas del Hierro. Tomado del Handbook of Chemistry and Physics**

<i>Peso atómico</i>	<b>55,847 UMA.</b>
<i>Número atómico</i>	26
<i>Radio de Fe<sup>++</sup></i>	0,75 A
<i>Densidad</i>	7,80 g /ml
<i>Punto de fusión</i>	1,535 °C
<i>Punto de ebullición</i>	2,750 °C
<i>Solubilidad:</i>	Insoluble en agua fría y en agua caliente, Soluble en ácidos, clorhídrico y sulfúrico. Insoluble en Alcohol, éter. Cubica.
<i>Formación cristalina</i>	
<i>Color</i>	Plata metálica.

En esta tabla el dato más importante para nuestro trabajo experimental es la solubilidad que permite seleccionar el reactivo adecuado para la Lixiviación del metal (Fe).

#### 1.2.6.5. Propiedades físico químicas del óxido férrico (oligisto)

Según Handbook of Chemistry and Physics, las propiedades del oligisto son las siguientes <sup>(8)</sup>: (ver tabla 2)

**Tabla 2.- Propiedades del Oligisto.**

Nombre	<b>Hematita natural, oligisto, óxido fé-rrico. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>
Formula	159,69 UMA Rojo
Peso Molecular	marrón, rojo.
Color	Trigonal. 5,24
	1565 °C
Cristales	Insoluble en agua
Densidad	Insoluble en agua caliente Soluble
Punto Fusión Solubilidad en g/ 100cm <sup>3</sup>	en HCl y H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .

En esta tabla la característica más importante del oligisto es su solubilidad en ácido clorhídrico y ácido sulfúrico que son los dos reactivos utilizados en los procesos de lixiviación.

#### **1.2.6.6. Síntesis del sulfato ferroso por lixiviación usando roca con contenido de oligisto y arcilla**

De acuerdo con las propiedades fisicoquímicas de solvatación y química de lixiviación la obtención del sulfato ferroso a partir del oligisto de las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta debe cumplir los pasos siguientes:

Extraer el hierro del oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), utilizando ácido sulfúrico diluido.

El ácido sulfúrico al reaccionar con el oligisto forma sulfato ferroso líquido (soluto líquido) que se separa por filtración de la arcilla.

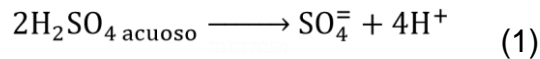
El sulfato ferroso líquido llevado a evaporación se transforma en sulfato ferroso sólido polvo blanquecino cristalino.

La síntesis del sulfato ferroso se debe realizar en concordancia con la ley de Proust o Ley de las Proporciones Definidas si utilizando como materia prima la roca que contiene oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y arcilla, el método de lixiviación que hemos esbozado, debe seguir los pasos previos siguientes: lavado, secado, quebrantado, pulverizado, tamizaje de la roca en malla # 35 ASTM para que la materia prima tenga una fina granulometría para que reaccione con mayor facilidad. Para lixiviar se agrega la solución 1 N de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  al polvo fino del mineral contenido en un vaso precipitado de 2000 ml, se calienta a  $40^\circ\text{C}$  para activar la reacción del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (oligisto) con el ácido sulfúrico 1,0N, cuando se ha producido la formación del sulfato ferroso se procede a eliminar la arcilla por filtración al vacío en batería Büchner ya señalados en 1.2.2.1. Determinación de la mena metálica en la roca.

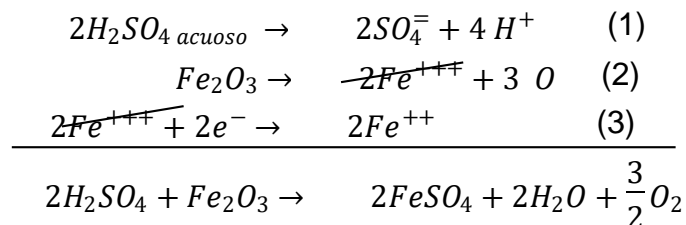
### 1.2.6.7. Mecanismo de reacción de la lixiviación.

El mecanismo de la reacción que postulamos debe seguir los pasos siguientes:

- a) Llevar el Ácido Sulfúrico altamente puro (98 %) a disolución acuosa 1,0 N para lograr su Ionización a anión sulfato y constituirá la parte lixivante del ácido, esta disolución permite la solvatación del ácido sulfúrico de este modo:



- b) Hacer reaccionar el oligisto  $Fe_2O_3$  con la disolución ionizada del Ácido Sulfúrico diluido. El ácido sulfúrico ionizado como en (1) rompe los enlaces de la molécula de oligisto para que el Hierro se ionice primero a catión  $Fe^{+++}$  luego por ganancia de electrones el  $Fe^{+++}$  se reduzca a  $Fe^{++}$  ya se ha explicitado.
- c) Luego se produce la interacción electrostática simultánea de los pasos previos que da lugar al Sulfato Ferroso mediante la ecuación aditiva siguiente:



El sulfato ferroso que se produce se halla en forma líquida (soluto líquido) al que aprovechando este estado se le purifica y cristaliza hasta obtener sulfato ferroso sólido blanquecino a que se le determina su rendimiento. Luego para llevarlo a sulfato ferroso heptahidratado se le calienta a 80°C haciendo gotear sobre su superficie caliente gotas de agua y mediante un proceso de tanteo, cuando se produce un viraje del color blanquecino a azul-verdoso es porque se ha formado el sulfato ferroso heptahidratado ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ).

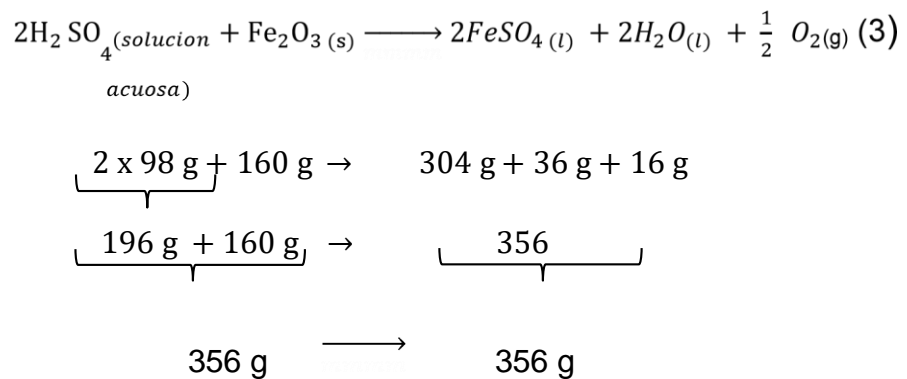
### 1.2.6.8. Relaciones estequiométricas para realizar la lixiviación

La interacción entre los reactantes ácido sulfúrico diluido y el óxido férrico  $Fe_2O_3$  es una reacción heterogénea debido a que el ácido sulfúrico como reactante se halla en fase líquida, mientras el oligisto ( $Fe_2O_3$ ) se halla en fase sólida. Durante

la lixiviación el Hierro que forma el oligisto se diluirá en el medio ácido acuoso pasando de Fe<sup>+++</sup> a Fe<sup>++</sup> al reaccionar con el anión sulfato formará el Sulfato Ferroso líquido (soluto líquido), al concentrarse eliminando el exceso de agua, precipitará con sólido blanco cristalino.

Es necesario establecer como base del cálculo valores que se expresan como masa en gramos. Para preparar el sulfato ferroso se debe partir de la reacción siguiente:

Previamente es necesario expresar los valores ponderales de las reactantes y productos del modo siguiente:



De este modo se cumple el principio de conservación de la masa que dice: Masa que entra es igual a masa que sale o masas reactantes es igual a la masa que forma el producto o productos.

Esta reacción teórica se transforma en valores exactos, cuando tenemos en consideración que el Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que aparece en la reacción solo representa el 40% del peso total de la roca, pues como en el proceso el oligisto es acompañado de la arcilla esto representa el 60% del peso del reactante.

Entonces para el cálculo se toman los valores estequiométricos de la ecuación 3 se establece la relación siguiente:

Con 196 g de ácido sulfúrico se hace reaccionar estequiométricamente 160 g de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, pero para el experimento nuestra base de cálculo considera que de los 100 g de muestra de roca pulverizada que hemos tomado solo el 40% corresponde al Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (40 g) de los cuales según el peso fórmula solo el 70% es

Hierro es decir  $40 \times 0,7=28$  g, con este esclarecimiento se puede calcular la cantidad de gramos del ácido sulfúrico que se requiere para que la cantidad de reactivo limitante ( $Fe_2O_3$ ) se transforme en sulfato ferroso. El cálculo de la cantidad de ácido sulfúrico se realiza mediante la relación siguiente:

$$g H_2SO_4 = \frac{196 g H_2SO_4 \times 28 g Fe_2O_3}{160 g Fe_2O_3} \quad (5)$$

$$H_2SO_4 = 34.3 g.$$

### 1.2.6.9. Mecanismo de reacción para la síntesis del sulfato ferroso

Si esquematizamos la masa del anión sulfato como ( $m_A$ ) y la masa del catión  $Fe^{++}$  como ( $m_B$ ) un procedimiento valioso para seguir el curso de una reacción química es aplicando el método de las superficies de energía potencial tal como señala Laidler J, en su libro "Cinética de Reacciones" ; donde de acuerdo con la teoría de las colisiones 2 moléculas chocan con sus mismas masas  $m_A$  y  $m_B$  para dar lugar a la masa reducida( $\mu$ ) que se expresa del modo siguiente <sup>(9)</sup>:

$$\text{masa reducida}(\mu) = \frac{m_A \times m_B}{m_A + m_B} \quad (1)$$

Donde el número de colisiones de la molécula A con la molécula B por unidad de tiempo esta simbolizado por  $Z_A$  y es igual al volumen del cilindro que genera una partícula esférica en su desplazamiento en sentido contrario para que produzca la colusión.

$$Z_A = n_b \pi r_{AB}^2 V_r \quad (2)$$

El número de choques entre todas las moléculas A y todas las moléculas B por unidad de tiempo y de volumen se obtendrá multiplicando (2) por el número de moléculas de A en la unidad de volumen  $n_A$  entonces:

$$Z_{AB} = n_A n_B \pi r_{AB}^2 v_r$$

$v_r$  = velocidad relativa media.

$$v_r = \left( \frac{8KT}{\pi\mu} \right)^{1/2} \quad (3)$$

$K$  = constante de Boltzmann =  $1,381 \times 10^{-23}$  joule/k

$T$  = temperatura absoluta

$\mu$  = masa reducida

$\pi = 3,1416$ , luego.

$$Z_{AB} = n_A n_B r_{AB}^2 \left( \frac{8KT}{\pi\mu} \right)^{1/2} \quad (4)$$

$Z_{AB}$  = número de colisiones entre las moléculas A y B por unidad de tiempo y de volumen que debería ser la velocidad de reacción.

Introduciendo conceptos de la mecánica estadística el número de colisiones entre las moléculas A y B por unidad de tiempo y de volumen bajo la condición de que la energía de choque este dado por E, es como sigue:

$$Z_{AB,E} = n_A n_B r_{AB}^2 \left( \frac{8\pi KT}{\mu} \right)^{1/2} e^{-E/kt} = Z_{AB} e^{-E/KT} \quad (5)$$

$Z_{AB}$

Pero se debe considerar un valor estérico en las moléculas que colisionan, cuyo valor es  $k = \frac{R}{N}$ , entonces:

$$Z_{AB,E} = n_A n_B r_{AB}^2 \frac{N^2[A][B]}{N} \left( \frac{8KT}{\pi\mu} \right)^{1/2} e^{-E/kt} \quad (6)$$

Esta ecuación expresa el número de choques entre las moléculas de  $Fe_2O_3$  y  $H_2SO_4$ , pero en realidad es la colisión entre  $Fe^{++}$  y el anión  $SO_4^{--}$ , expresando (6) en moles.

$$Z_{AB,e,p,mol} = p r_{AB}^2 \frac{N^2[A][B]}{N} \left( \frac{8KT}{N\mu} \right)^{1/2} \quad (7) \quad \text{ó}$$

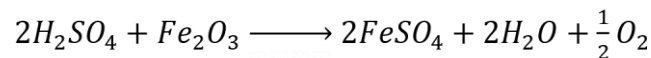
$$Z_{AB,e,p,mol} = Npr_{AB}^2 [A][B] \left( \frac{8\pi KT}{N\mu} \right)^{1/2} e^{-\frac{AE^\ddagger}{RT}}$$

Donde  $AE^\ddagger$  = Energía de activación por mol.

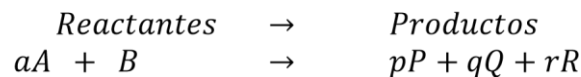
Según el tratamiento de Lewis la velocidad de reacción entre los moles A y B con una energía de activación E viene dada por la expresión siguiente:

$$v = n_A n_B \sqrt{AB^2} \left[ 8\pi RT \left[ \frac{m_A * m_B}{m_A + m_B} \right]^{1/2} e^{-E/RT} \right] \quad (8)$$

El significado de esta ecuación es que la velocidad se mide por el número de moléculas que chocan por segundo y tienen una energía conjunta E en exceso sobre la energía media.

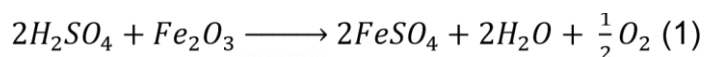


Esta cinética de reacción se puede representar del modo siguiente:

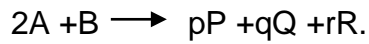


Con la intervención de dos reactantes  $H_2SO_4$  y  $Fe_2O_3$  se formarán 3 productos de los cuales el producto principal es  $FeSO_4$ , el  $H_2O$  va contribuir formando el líquido madre del proceso de cristalización mientras parte del oxígeno se volatiliza.

### 1.2.6.10. Orden de velocidad de La reacción.



El consumo de los reactantes para dar lugar al producto principal corresponde cinéticamente a una reacción de tercer orden porque un reactante como el ácido sulfúrico es biomolecular mientras el óxido férrico es un reactante monomolecular, el orden de reacción<sub>(n)</sub> es igual a  $n = 2+1 = 3$  que se puede expresar del modo siguiente<sup>(9)</sup>:



Donde  $V_r =$  Velocidad de reacción

$$V_r = k[A][B][C]$$

$$V_r = k[A]^2[B]$$

$$V_r = k[H_2SO_4]^2[Fe_2O_3]$$

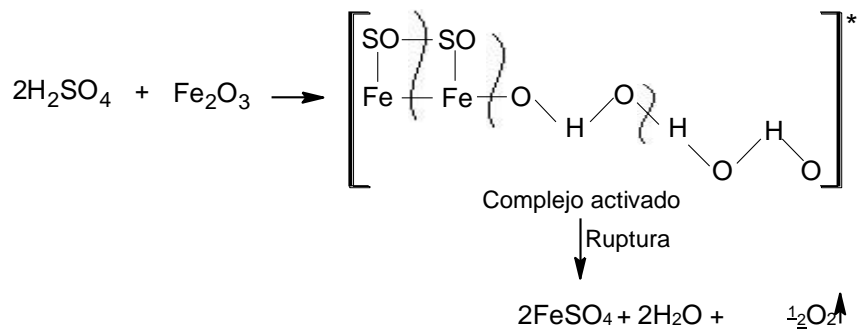
La velocidad de reacción se expresa del modo siguiente:

$$v = \frac{-1d[A]}{a dt} = \frac{-d[B]}{dt} = \frac{1d[P]}{p dt} = \frac{1d[Q]}{q dt} = \frac{1d[R]}{r dt}$$

a, p, q y r son valores de Molecularidades.

La Molecularidad es un valor inverso a la derivada de las concentraciones de reactantes y de productos.

En la reacción se prevee que se formará un complejo activado cuya ruptura dará lugar al sulfato ferroso.



El complejo activado se forma a un valor mayor de la energía de activación  $AE^*$ . Cuando se rompe el complejo activado, aparecen los productos finales. La reacción se puede esquematizar mediante la gráfica siguiente:



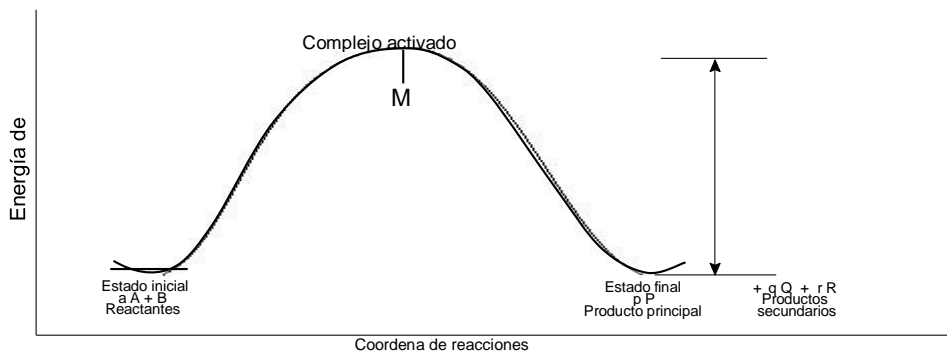


Fig. 03.- Velocidad de reacción para la formación del sulfato ferroso (producto) a partir de los reactantes.

### 1.2.6.11. Propiedades físico-químicas del sulfato ferroso y del sulfato ferroso heptahidratado.

Las propiedades fisicoquímicas del Sulfato Ferroso y el sulfato ferroso heptahidratado son las siguientes <sup>(8)</sup> (ver tabla 3).

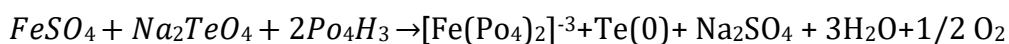
Tabla 3.- Propiedades fisicoquímicas del sulfato ferroso y del sulfato ferroso heptahidratado (Tomado de Handbook of Chemistry and Physics CRC-PRESS) <sup>(8)</sup>.

	FeSO <sub>4</sub>	FeSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O
Peso Formula	152	278,01
Forma de cristal	monocíclico	Monocíclico
Color	Blanquecino	Azul-verdoso
Densidad	2,970	1,898
Índice de refracción	-----	1,471; 1,478; 1,846
Punto de fusión	-----	90°C
Punto de ebullición	-----	300°C
Sabor		Metálico, astringente.
Olor	Inodoro	Eflorescente en aire seco.
Solubilidad	En agua fría es débilmente soluble, soluble en agua caliente, insoluble en étanol.	----- Agua fría: 15,65g/100ml Agua caliente: 48.6 g/100ml En alcohol: débil En metanol: Soluble

Los datos de la tabla 3 más importantes en nuestro estudio son los colores visibles del  $\text{FeSO}_4$  y del  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  con la solubilidad de las 2 sales en relación con los solventes porque marcan una pauta para su identificación.

#### 1.2.6.12. Pruebas químicas de verificación del sulfato ferroso con $\text{Na}_2\text{TeO}_4$ y mediante la identificación del catión Fe (II) con reactivos de precipitación y cromogénicas

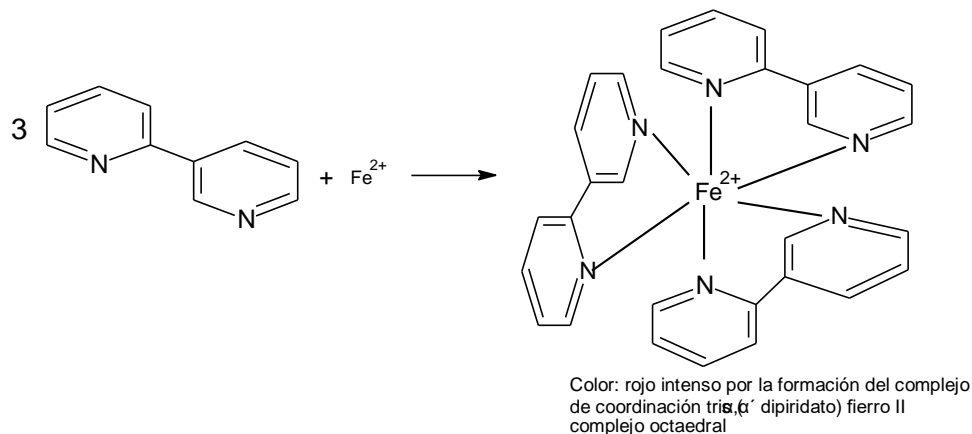
Feigl Fritz y Anger Vinzenz en su libro “Pruebas a la Gota en Análisis Inorgánico” señala que es posible identificar indirectamente el  $\text{FeSO}_4$  haciendo reaccionar una gota de la solución de esta sal, con una gota de  $\text{Na}_2\text{TeO}_4$  (Telurio de sodio), si es que en la reacción participa el ácido fosfórico que permite interaccionar en la reducción del  $\text{Fe}^{+++}$  a  $\text{Fe}^{++}$  según la reacción siguiente <sup>(10)</sup>:



Cuando el  $\text{Fe}^{++}$  se reduce al  $\text{Te}^{+++}$  a Telurio cero Valente  $\text{Te}(0)$  se observará la presencia de un precipitado negro.

Las pruebas de verificación del producto sintetizado se pueden realizar por identificación del catión  $\text{Fe}^{++}$  a fin de descartar que pudiera haberse formado Sulfato Férrico ( $\text{Fe}(\text{SO}_4)_3$ ), pero esto solo fuera posible si se hubiera realizado un mal cálculo Estequiométrico.

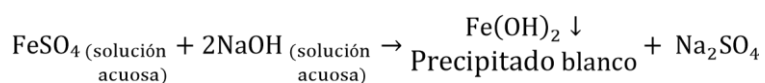
Además Feigl Fritz, Anger Vinzenz señala un método para determinar el ion hierro (II) en la muestra sintetizada para lo cual se debe seguir las pautas siguientes: Diluir en solución ácida (HCl) la muestra  $\text{FeSO}_4$  y hacer reaccionar con  $\alpha$ - $\alpha'$ -dipiridilo, base orgánica, que actúa como ligante aportando electrones de sus átomos de nitrógeno a los orbitales d y s del  $\text{Fe}^{++}$  con estos electrones que hacen el papel de ligantes el  $\text{Fe}^{++}$  llena su esfera interna de coordinación y como resultado se formó un quelato o complejo de coordinación octahedral estable de color rojo intenso, el tris ( $\alpha$  –  $\alpha'$ dipiridato) Ferrato (II) <sup>(10)</sup>.



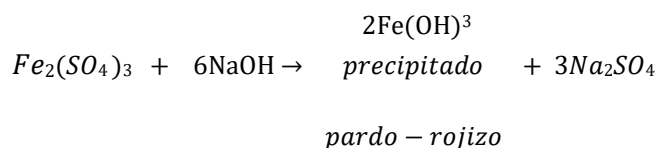
Mediante esta reacción se puede determinar la presencia específica del catión  $Fe^{++}$  (10).

Babor J, Ibarz J, en su libro “Química General Moderna” 1963 señala varias reacciones coloridas de precipitación para la identificación del Hierro (II) información que ya no se encuentra en los libros actuales de Análisis Químico, y son las siguientes <sup>(1)</sup>:

Asumiendo que la sustancia que obtuvimos es el sulfato ferroso, fue preciso identificar el ion  $Fe^{++}$  en la sustancia problema para lo cual se lleva la muestra a solución acuosa y se le agrega gotas de una solución 1 N de hidróxido de sodio, se forma un precipitado blanco de hidróxido de hierro  $Fe(OH)_2$ , la ecuación es la siguiente <sup>(1)</sup>:

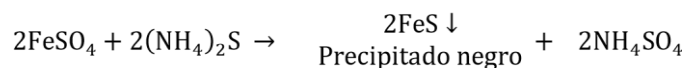


Este resultado se distingue notoriamente de la reacción que da el  $Fe^{+++}$ , con el mismo reactivo con el que forma un precipitado de hidróxido férrico de color pardo rojizo cuya ecuación es la siguiente:

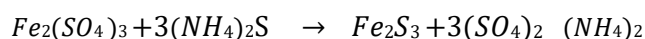


Otras ecuaciones de Babor J. Ibarz, son las siguientes <sup>(1)</sup>:

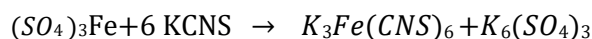
Si se prueba la solución acuosa de la muestra con sulfuro de amonio  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  y forma un precipitado negro de sulfuro de hierro, la ecuación es la siguiente:



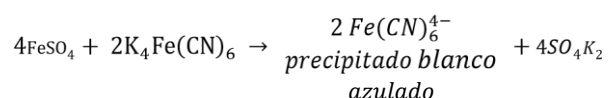
Con la solución de sulfato férrico el  $\text{Fe}^{+++}$  diera dado un precipitado negro de  $\text{Fe}_2\text{S}_3$ .



Si la solución problema se hace reaccionar con sulfocianuro de potasio no dio precipitado alguno que índice la ausencia de  $\text{Fe}^{++}$  mientras que si en la solución estuviera presente el  $\text{Fe}^{+++}$  caso del sulfato férrico  $(\text{SO}_4)_3 \text{Fe}_2$  se hubiera producido un color rojo sangre de Hexa Sulfo Cianato de potasio Ferrato (III):

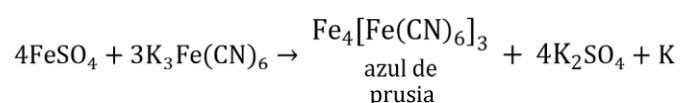


El ion  $\text{Fe}^{++}$  se identifica en el sulfato ferroso fácilmente agregando solución de Hexaciano ferrato (II) de potasio que da un precipitado blanco azulado de Hexa (Cianato) Ferrato (II).



Mientras que si hubiese sido la disolución de sulfato férrico el catión  $\text{Fe}^{+++}$  se identifica con la solución de Hexaciano ferrato (II) de Potasio  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$  porque da un precipitado azul oscuro.

Con la solución  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  (Ferricianuro de Potasio) o Hexaciano ferrato (III) de Potasio se identificó el catión  $\text{Fe}^{++}$  del sulfato ferroso porque da un precipitado azul oscuro conocido como azul de Prusia  $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ .



Con una solución de sulfato férrico, el  $\text{Fe}^{+++}$  hubiese dado una coloración parda, pero sin formar precipitado, estas pruebas nos permitirán verificar la autenticidad del sulfato ferroso sintetizado por el método de lixiviación <sup>(1)</sup>.

### **1.2.7. El Hierro como elemento imprescindible en la naturaleza: elemento geoquímico y biogénico.**

Es preciso hacer hincapié en este aspecto para saber cuán importante es el hierro en la dinámica de la naturaleza y la vida cuando está incorporada a un organismo viviente.

Artero García José María en su libro: “La Vida en Nuestro Planeta”. Geología 1982” señala que: De 103 sustancias llamados elementos químicos presentes en la tabla periódica de los elementos químicos, 8 de ellos se denominan geoquímicos porque son los que se encuentran en mayor abundancia en la naturaleza distribuida entre las rocas que forman la corteza terrestre y que le dan consistencia y firmeza a la tierra <sup>(6)</sup>.

Los elementos geoquímicos por orden de mayor abundancia en la composición de la corteza terrestre son las siguientes: (ver tabla 4):

Tabla 4: Elementos geoquímicos de la corteza terrestre tomado del libro de Geología. Historia Natural Básica de Artero García <sup>(6)</sup>.

Elementos	%
Oxigeno	50
Silicio	30
Aluminio	10
Hierro	5
Calcio	3.5
Magnesio	2
Sodio	2
Potasio	2

El gas oxígeno es el elemento mayoritario encargado de oxidar a estos 7 elementos que le siguen en abundancia hasta transformarlos en sales, estado en la que son más estables <sup>(6)</sup>.

En esta tabla 4 no aparecen elementos imprescindibles para la vida tales como: Carbono, Hidrogeno, Nitrógeno, Fósforo que juntos con el oxígeno formaron las sustancias que dieron la arquitectura que poseen los seres vivos. Los elementos ligados con la vida se llaman biogénicos, porque de la combinación de ellos aparecieron las proteínas formados por la unión de los aminoácidos que son parte de una estructura viva.

Los avances realizados en el campo de la Química Bioinorgánica tal como señala Huheey y Vallet María <sup>(11,12)</sup> sirven para explicar cómo sustancias denominadas abióticas como el Hierro y el magnesio junto a otros que actúan como catalizadores se asociaron con las sustancias bióticas para formar sustancias como la clorofila y la hemoglobina que participan en la fisiología de los seres vivos, el hierro de esta forma asociados a las porfirinas forma sustancias valiosísimas denominadas: Proteínas de Hierro, proteínas Hemo (citocromo), hemoglobina y mioglobina <sup>(12)</sup>.

Las proteínas de Hierro tienen marcada función biológica cuya importancia está referida a su participación en la fisiología animal y estas son:

- a) Su intervención en el transporte de oxígeno.
- b) Su intervención en el transporte de electrones.
- c) Su intervención como catalizador de las reacciones Redox.

Las ecuaciones Redox o de oxidación reducción del Hierro están asociados a la utilización biológica del O<sub>2</sub> y relacionadas con enzimas tales como: Oxigenasas, oxidasas, peroxidasas, catalasas o superóxido dismutasas, otra función de las proteínas de Hierro que recién ha empezado a estudiarse están vinculados con la regulación de la expresión genética.

Según la naturaleza de su centro activo las proteínas de Hierro se pueden clasificar en cuatro grupos a saber <sup>(12)</sup>:

- a) Proteínas Hemo.
- b) Proteínas Fe-S que tienen como grupo prostético un Cluster Hierroazufre
- c) Las proteínas no Hemo con un centro activado dinuclear que contiene los 2 iones de Hierro próximos, unidos entre sí a través de ligandos carboxilato puente.
- d) Proteínas no Hemo con un centro activado mononuclear. Contiene un solo átomo metálico unido a la cadena polipeptídica.

Las proteínas hemo tiene como grupo prostético una porfirina de hierro (grupo hemo); que se une a la cadena polipeptídica por el ión metálico, algunos de los numerosos grupos dadores de las cadenas laterales pueden ocupar una o las dos posiciones de coordinación axial del metal. Las interacciones porfirina-proteína obedecen la ecuación de Vander Waals  $\left(p + \frac{a}{v^2}\right)(V - b) = RT$ , circulan junto por el organismo humano, aunque en algunos casos se pueden formar enlaces covalentes (citocromo C).

El ligando porfirina es en la mayor parte de los casos la protoporfirina IX, pero pueden darse variaciones en la naturaleza de algunos de los sustituyentes periféricos como sucede con el Hemo a, Hemo a<sub>3</sub> del citocromo oxidasa <sup>(12)</sup>.

La proteína Hemo más abundante se halla en la Hemoglobina y la mioglobina <sup>(12)</sup>. La hemoglobina se encuentra en los glóbulos rojos de la sangre se encarga del transporte de oxígeno desde los pulmones a todas las células del organismo <sup>(12)</sup>.

La mioglobina se encuentra en las células de los músculos de fibra estriada (corazón y músculos del esqueleto) y su función no es tan evidente como el de la hemoglobina, se cree que sirve como depósito intracelular del O<sub>2</sub>, pero su capacidad es muy limitada, es probable que la función fisiológica primaria de la mioglobina, aunque no la única es la de facilitar el transporte de oxígeno de las células periféricas hasta las Mitocondrias <sup>(12)</sup>.

Como transportador de Oxígeno la Hemoglobina no es una enzima ya que no cataliza ninguna transformación química neta, aunque estudios recientes han demostrado que la hemoglobina de determinado organismo es una verdadera enzima; con una función que no tiene nada que ver con el transporte de oxígeno.

### **1.2.8. Metabolismo del hierro en los seres humanos**

Vallet María et al en su libro “Introducción a la Química Bioinorganica” señala que un ser humano adulto posee 4-5 g de Hierro en su organismo, la mayor parte del mismo se encuentra en forma de hemoglobina (65%) y Ferritina (30%) la parte restante (5%) se distribuye entre la mioglobina (4%), transferrina (0.12%) y todas las enzimas de hierro Hemo y no Hemo que en conjunto no representa sino el 0.88%, es decir una pequeña fracción de hierro total <sup>(12)</sup>.

El hierro contenido en los alimentos se absorbe a través de las células de la mucosa intestinal. El Hierro de origen animal (hierro Hemo), es mucho mejor absorbido que el que está contenido en las plantas debido a que los Fitatos (poli fosfato de inositol) que los vegetales contienen, forman complejos de coordinación con el Hierro e inhiben la absorción a nivel de mucosa intestinal. El hierro absorbido se almacena en las células en forma de ferritina, de la que se libera en forma de Fe (II) que se incorpora a la transferrina y pasa el torrente sanguíneo que lo transporta por todo el organismo <sup>(12)</sup>.

#### **1.2.8.1. Anemia**

La deficiencia de Hierro en el organismo produce la anemia más frecuente en la población femenina que en la masculina <sup>(12)</sup>. Las causas van desde una dieta deficiente en Hierro o una pérdida ocasional del mismo, generalmente en mujeres se debe a pérdida sanguínea durante la menstruación y los desarreglos menstruales.

La dieta es pobre si se basa en productos lácteos que carecen de Hierro o si es muy rica en fosfatos de inositol (Fitatos) propia de los cereales blandos como el



arroz que inhiben la absorción del Hierro como sucede cuando la alimentación es exclusivamente vegetariana, ocasionalmente puede deberse a pérdidas causadas por parásitos intestinales que se nutren de sangre y causan lesiones en el aparato digestivo tales como *Ancylostoma Duodenale* y *Necátor americanus* muy frecuente en poblaciones de la selva baja.

#### **1.2.8.2. Combate de la Anemia**

La deficiencia de Hierro se combate con hematógenos; complejos de hierro con azúcares o carbohidratos que absorbe el organismo en las presentaciones siguientes: Hierro Sacarato, Hierro polimaltosado, gluconato ferroso <sup>(12)</sup>, sales como: Fumarato Ferroso, Glicina Sulfato Ferroso, Succinato Ferroso, Sulfato Ferroso, Sulfato Ferroso Anhidro <sup>(13)</sup>, etc.

El Sulfato Ferroso y el Sulfato Ferroso Heptahidratado son sales fundamentales en el tratamiento de la anemia <sup>(14)</sup> y el producto sintetizado puede contribuir poderosamente en este propósito.

#### **1.2.8.3. Usos múltiples del sulfato ferroso**

En el libro "The Merck Index" se puede encontrar una gran variedad de aplicaciones del sulfato ferroso, desde procesos electroquímicos de revestimiento conocido como electro-laminado, hasta fertilizante de los suelos ácidos, como suplemento alimenticio, en la fabricación de dosímetros de radiación, como agente reductor en procesos químicos, como preservante de la madera, como herbicida, en la prevención de la clorosis de plantas cuyas hojas no realizan una función fotosintética adecuada, como pesticida, para la elaboración de tinta de escritura, en procesos de grabación y litografía, como tinte de cueros <sup>(1)</sup>, Como sustituto del Sulfato de Aluminio en la potabilización del agua ya que el aluminio es un inhibidor del magnesio y causa anemia por sustitución isomórfica de cationes en el organismo y se le atribuye ser responsable del Alzheimer <sup>(12)</sup>, en análisis químicos para la prueba de nitratos, como catalizador en la polimerización de acrilatos y como anti anémico <sup>(12)</sup>.

El hierro muy a pesar de su abundancia global es casi inexistente en amplias zonas de la superficie de los océanos, bajo esas condiciones la vida está prácticamente ausente, porque la falta de este elemento limita el desarrollo de la vida, buscando solución a este problema se puso en marcha un experimento que consistió en fertilizar una área de 60 km<sup>2</sup> del océano Pacífico que mostraba ausencia de vida, para lo cual se utilizó disolución de sulfato ferroso, los resultados fueron sorprendentes en una semana de aplicación en esta área bajo un diseño experimental riguroso se observó que aparecía plancton en abundancia al punto tal que el agua se volvió verde <sup>(12)</sup>, de esta suerte se puede decir que es útil para contrarrestar la desertificación del mar así como los fenómenos de eutrofización de las aguas <sup>(13)</sup> producto de la contaminación ambiental.

### 1.3. Definición de términos básicos

**Lixiviación:** Este proceso utilizado en la industria metalúrgica define el proceso de obtención de un metal que se halla como mena metálica y por encontrarse a baja concentración no puede ser obtenido por reducción en un “Alto Horno” ya que por este proceso resultaría anti-económico. Cuando la mena se halla a baja concentraciones en este caso se trata con disoluciones de reactivos químicos como cianuro, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, etc. El ácido como lixivante disuelve al metal y de este modo se le puede obtener puro o como pasó previo de una síntesis para dar lugar a un nuevo derivado en la Química Fina <sup>(11)</sup>.

**Oligisto:** conocido también como óxido férrico ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), hematita, hematites es un óxido donde químicamente el hierro se halla en forma de Fe (III), es el mineral metálico que se halla generalmente asociado a la arcilla por eso fue posible su existencia en las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta.

**Cantera:** lugar de donde se extrae rocas y arcilla para construcción y donde está presente el oligisto como mena metalífera.

**Sulfato ferroso:** es una sal iónica de hierro con valencia (II).

Es una sustancia anti-anémica, pero además posee usos múltiples en el campo agrícola e industrial.

## **CAPÍTULO II: Hipótesis y variables**

### **2.1 Formulación de la hipótesis**

De la Lixiviación del Oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) con el ácido sulfúrico diluido 1,0 N se obtiene el Sulfato Ferroso.

### **2.2 Variables y su Operacionalización**

#### **2.2.1 Variable independiente**

Lixiviación del oligisto con ácido sulfúrico.

28 g de hierro contenido en el oligisto

#### **2.2.2 variable dependiente**

Sulfato Ferroso.

52 g  $\text{FeSO}_4$

**Tabla 5: Operacionalización de la variable independiente.**

<b>Variable independiente</b>	<b>Definición conceptual.</b>	<b>Definición operacional.</b>	<b>Indicador.</b>	<b>Tipo y variable.</b>	<b>Índice.</b>
<b>Lixiviación del oligisto con ácido Sulfúrico Diluido 1N</b>	<p>Las rocas extraídas de las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta Km 65 previo análisis mineralógico (Prueba de la Raya) se procedió a su trituración, tamizaje e imantación del mineral por calentamiento a 100°C, para determinar el % de oligisto (40%) y de arcilla (60%).</p> <p>100 g de roca pulverizada de acuerdo con las pruebas de imantación contiene 40 g de oligisto y 60 % de arcilla, contiene 40% de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (28 g Hierro) y 12 g de oxígeno y 60% de arcilla que se lleva a un proceso de lixiviación con ácido sulfúrico diluido 1 N.</p>	<p>100 g de roca pulverizada que paso por malla 35 ASTM (American Society for Testing Materials) se lleva a un proceso de lixiviación que consiste en hacer reaccionar el Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> asociado con la arcilla más ácido sulfúrico diluido para dar como producto principal sulfato ferroso líquido.</p>	<p>Reactantes: Solución de ácido sulfúrico 1N y 40% de Oligisto.</p>	<p>Mineral (metalífero de hierro)</p>	<p><b>40% de oligisto (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 60% de arcilla. Ácido sulfúrico 1,0 N</b></p>

**Tabla 6: Operacionalización de la variable dependiente.**

<b>Variable Dependiente.</b>	<b>Definición conceptual.</b>	<b>Definición operacional.</b>	<b>Indicador.</b>	<b>Tipo y variable.</b>	<b>Índice.</b>
<b>Sulfato Ferroso.</b>	<p>Con el sulfato ferroso obtenido como producto solido puro, para la identificación se realizan pruebas fisicoquímicas y pruebas químicas de precipitación y cromogénicas además por pesado se determina el rendimiento que se obtuvo.</p> <p>Finalmente se hidrata el sulfato ferroso hasta <math>\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}</math>.</p>	<p>El sulfato ferroso químicamente puro y sulfato ferroso heptahidratado son productos finales del proceso de Lixiviación.</p>	<p>Cristales blancos y cristales azul-verdoso.</p>	<p>Propiedades Físico-químicas. Color, olor, Solubilidad forma del Cristal y reacciones químicas de precipitación y cromogénicas.</p>	<p><b>Porcentaje de rendimiento de sulfato ferroso obtenido.</b></p>

## CAPÍTULO III: METODOLOGÍA

### 3.1 Tipo y Diseño

La investigación realizada es cuantitativa exploratoria porque investiga un problema poco estudiado desde una perspectiva innovadora es cuasi-experimental porque de acuerdo con Hernández Sampieri R et al. en su libro “Metodología de la investigación. Quinta Edición México Editorial Mc Graw Hall México 2010 pág. 77-148 señala lo siguiente” <sup>(15)</sup>.

Los diseños cuasi-experimentales también manipulan deliberadamente la variable independiente en el caso del estudio realizado la variable independiente es “lixiviación del oligisto con ácido sulfúrico”, el sujeto o sujetos (oligisto) no se selecciona al azar como tal no responden a criterios estadísticos ya que su formación es a partir de las muestras de sujetos (grupos de varios oligistos) dichos grupos ya están formados antes que se empiece el experimento, son grupos intactos en razón que surgen o se formaron independientemente del experimento.

Se trata de hacer reaccionar el oligisto con el ácido sulfúrico diluido para formar el sulfato ferroso y su agregado el sulfato ferroso heptahidratado.

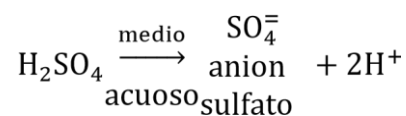
Las etapas o pasos seguidas para el desarrollo del proceso son los siguientes:

- Identificación del oligisto en las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta por el método de la Raya.
- Recolección de la roca con contenido de oligisto por rompimiento con barreta.
- Lavado de la roca con agua pura.
- Secado.
- Quebrantado de la roca con martillo.
- Pulverización de la roca con molino de disco.
- Tamizaje; hacer pasar el polvo fino por malla 35 ASTM (American society for testing materials) de 0,5 mm de diámetro.

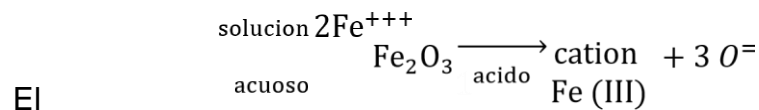
- Determinación del porcentaje de oligisto presente en la roca por el método de imantación.
- Lixiviación: añadir a 100 g de polvo fino de roca 1,027 ml de solución lixiviante (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N).
- Calentar a 45 °C, por 3 horas

**Paso A:** solvatación del lixiviante (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1N) y del lixiviado (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

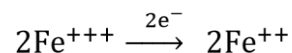
El H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se ioniza en:



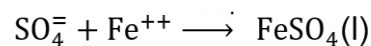
Mientras el Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se ioniza en:



Luego se oxida por ganancia de electrones del modo siguiente:



**Paso B:** El anión SO<sub>4</sub><sup>-</sup> reacciona electrostáticamente con el catión Fe<sup>++</sup> para formar sulfato ferroso líquido.



- Filtración para separar el sulfato ferroso líquido del residual arcilloso, se realizó en batería de Buchner compuesto por embudo de Buchner, matraz de kitasato y Bomba de vacío obtenido el filtrado (FeSO<sub>4</sub> líquido) libre de impurezas; el paso seguido es:
  - ✓ Concentración del filtrado en rota-vapor a presión reducida.
  - ✓ Purificación del sulfato ferroso líquido con norita (carbón activado)
  - ✓ Filtración para separar la norita
  - ✓ Cristalización sulfato ferroso



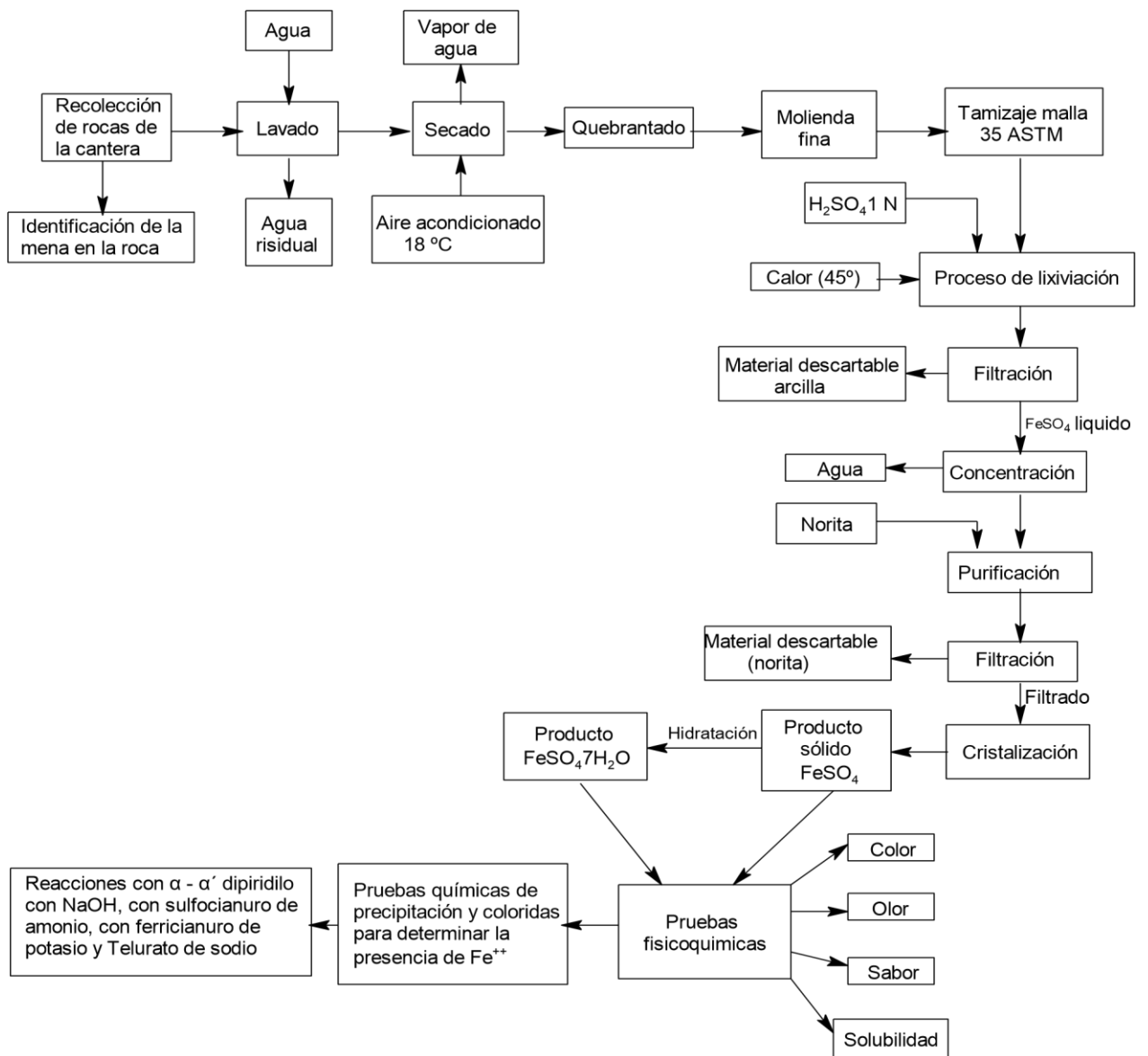
**Etapas de la variable dependiente:** sulfato ferroso (sólido cristalino).

Evaluación del producto obtenido.

- Pesada en balanza analítica
- Determinación del rendimiento en relación con el valor teórico Estequiométrico.
- Obtención del sulfato ferroso heptahidratado por calentamiento del sulfato ferroso a 80 °C y agregación del agua hasta que la sustancia se torne en un compuesto azul verdoso
- Identificación del sulfato ferroso mediante pruebas químicas de precipitación y cromogénicas.
- Comparación del producto con los estándares de sulfato ferroso y  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  cuyas características están descritas en: The Handbook of Chemistry and Physics, todo el proceso esta sistematizado en el Flow Sheet de Bloque Fig. 4

### 3.1.1 Diagrama de bloque del proceso de la lixiviación para la obtención del sulfato ferroso y sulfato ferroso heptahidratado

Fig. 4.- FLOW SHEET DE BLOQUE



## **3.2 Diseño Muestral**

### **3.2.1 Población**

Es un yacimiento minero formado por una hilera de colinas arcillosas que van del KM 65 al KM 93 de la carretera Iquitos-Nauta, que hablando en peso constituyen millones de toneladas de mineral cuyos cálculos están fuera de nuestro propósito.

### **3.2.2 Muestra**

De toda esta extensión que constituye millones de toneladas de mineral nos hemos limitado a tomar una muestra significativa de 2 Kg rompiendo el estrato rocoso duro con barreta en el Km 65 en una zona cercana al río Itaya cuyas coordenadas son las siguientes:

4°, 28', 48" Sur y 73°, 37', 58" Oeste a una altitud 111 msnm

Con esta muestra de 2 Kg se pudo realizar la exicata mineralógica configurando una roca de 800 g.

Un kilogramo fue quebrantado y llevado a pulverización en molino de disco que paso por malla 35 ASTM, del pulverizado se tomó 5 g para la prueba de imantación y 100 g para el proceso de lixiviación.

## **3.3 Procedimiento recolección de datos**

Nuestro estudio utilizó como técnica e instrumento para la recolección de datos la observación y medición de los componentes de las variables independiente y dependiente.

Como variable independiente la medición de los parámetros susceptibles de medir en todas las etapas del proceso de Lixiviación del oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) con ácido sulfúrico 1 N y la medición de parámetros de la variable dependiente "sulfato ferroso tales como peso del producto para calcular el rendimiento en función del peso de la roca. Se trata de una transformación química de reactantes  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y ácido sulfúrico en un producto denominado  $\text{FeSO}_4$ .

### 3.3.1 Determinación del tipo de óxido por el método de la raya

Este método usado por Geólogos y Minerólogos es simple, pero da cierta precisión y confiabilidad para lo cual se tomó un fragmento de la roca de borde afilado y se deslizó sobre una placa blanca de porcelana apareciendo una raya de color rojo parduzco.

El método mineralógico de la Raya señala que si aparece un color pardo amarillento el óxido de hierro corresponde a la limonita.

Un color oscuro negruzco es magnetita.

Un color rojo parduzco es hematite u oligisto, como el que fue el resultado de la prueba experimental, aplicando la formula descrita por Hernández Sampieri R, en su libro "Metodología de la Investigación" para saber si un instrumento de medición es confiable y valido.

$$X = t + e$$

X = va lor observado (resultado obtenido)

t = valor verdadero            e = error

Cuando no hay error en la medición e = 0

El experimento arrojó un valor observado.            X =

rojo parduzco (Rp)    t = rojo parduzco según el  
método de la raya (Rp)

resultando x = t, entonces:

$$Rp = Rp + e$$

$$e = Rp - Rp = 0$$

Aplicando el método de la raya para identificar el mineral metálico que se halla en la cantera de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta hay evidencias que el óxido de hierro estudiado se trató del oligisto ( $Fe_2O_3$ ) químicamente denominado oxido férrico.

### 3.3.2 Determinación de la cantidad de oligisto presente en la roca

Luego fue preciso determinar la cantidad de oligisto presente en la roca para lo cual se usó el método de imantación que consiste en llevar la roca a polvo fino se tamizo haciendo pasar el pulverizado por la malla 35 ASTM hasta que las partículas finas tengan una granulometría de 0,5 mm de diámetro.

Se tomó 5 g de polvo fino.

Se calentó a 100 °C que el oligisto (óxido férrico) adquirió propiedades magnéticas. Se separó con un imán de herradura el oligisto, cuando las partículas ya no se adherían al imán era evidente que se había agotado la presencia de oligisto.

Se pesó en balanza analítica y se obtuvo un valor de 2 g de oligisto aplicando la expresión.

$$P_m = \text{peso del oligisto (O)} + \text{peso de la arcilla (A)}$$

$$P_m = \text{peso de la muestra mayor 5 g.}$$

$$O = \text{peso de oligisto}$$

$$A = \text{peso de la arcilla.}$$

$$5 = 2 + A$$

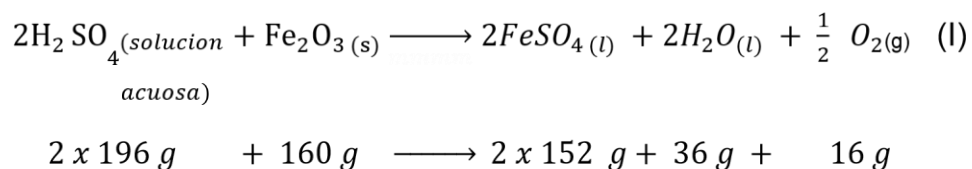
$$A = 5 - 2 = 3$$

El porcentaje del oligisto se calculó del modo siguiente.

$$\frac{2 \times 100}{5} = \frac{200}{5} = \mathbf{40}$$

Si 40 % es el contenido de oligisto la diferencia de 60 % corresponde a la arcilla. Con esta información se procedió a postular un adecuado mecanismo de síntesis del sulfato ferroso, teniendo como reactantes el ácido sulfúrico. Como reactivo lixivante y como reactante aportante de hierro al  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Se planteó de acuerdo con las reglas estequiométricas la reacción siguiente.



### 3.3.2.1 Determinación del peso del sulfato ferroso que se debe obtener

Estos valores ponderales nos sirvieron para establecer el cálculo de la cantidad en peso de cada reactante que se utilizó en la síntesis de sulfato ferroso.

Como se trabajó con 100 g de la muestra de roca, es preciso señalar que:

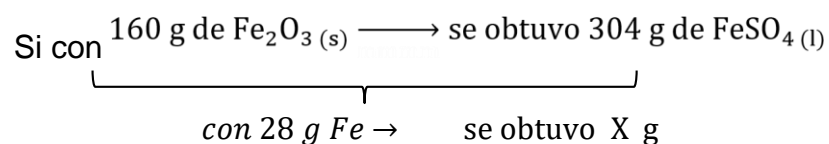
En 100 g de muestra de roca pulverizada que intervino en la reacción hubo 40 g de oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y 60 g de arcilla.

El peso fórmula del  $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 160$  g sirvió para determinar en qué cantidad se halla cada componente, 112 g corresponden al hierro (70 %) y 48 g corresponde al oxígeno (30 %).

En consecuencia, en 40 g de oligisto de la muestra que participo en el proceso, solo estuvo presente  $40 \times 0,7 = 28$  g de hierro, mientras el oxígeno  $40 \times 0,3 = 12$  g.

Debemos acotar que en la formación del sulfato ferroso solo participó 28 g de hierro, mientras que 12 g de oxígeno participaron en la formación del agua y la generación de oxígeno libre de los cuales 88.88 % formaron 10,67 g de agua y 1,33 g de oxígeno libre.

Luego de este necesario esclarecimiento, tomando la ecuación (I) fue fácil calcular la cantidad teórica de sulfato ferroso en base a la siguiente relación.



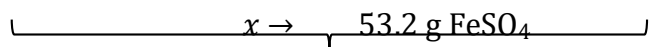
$$X = \frac{28 \text{ g} \times 304 \text{ g}}{160 \text{ g}}$$

$$x = 53.2 \text{ g}$$

### 3.3.2.2 Cálculo de la cantidad de peso de ácido sulfúrico requerido

Observando la ecuación (I) establecemos la ecuación siguiente.

Si con 196 g de  $H_2SO_4$   $\longrightarrow$  obtenemos 304 g de  $FeSO_4$

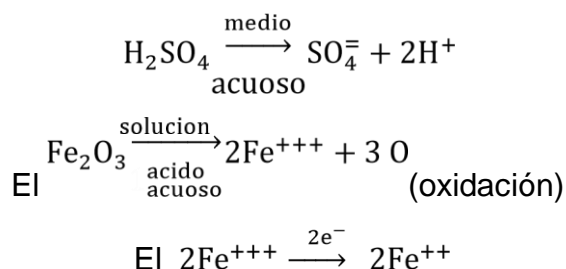


$$X = \frac{196 \text{ g de } H_2SO_4 \times 53.2 \text{ g } FeSO_4}{304 \text{ g de } FeSO_4}$$

$$x = 34.3 \text{ g } H_2SO_4$$

Pero como la Lixiviación es una reacción heterogénea el oligisto ( $Fe_2O_3$ ) es sólido y el  $H_2SO_4$  es líquido puro, precisa llevar el ácido a una solución 1 N, porque la reacción del ácido sulfúrico concentrado sería lentísimo y además el  $Fe_2O_3$  y el ácido sulfúrico no se solvataría y la síntesis del  $FeSO_4$  solo es posible si se desarrolla un proceso de solvatación a través del cual tanto el ácido sulfúrico como  $Fe_2O_3$  se ionizan.

Cuando el ácido sulfúrico se halla en solución acuosa sufre un proceso de ionización del modo siguiente.



### 3.3.2.3. Preparación de la solución de ácido sulfúrico 1N, solución

#### lixivante

Disolvemos 34.2 g de ácido sulfúrico en 700 ml de agua y calentándolo por la relación siguiente  $ml \times N \times pmeq = \text{gramos}$

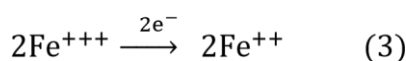
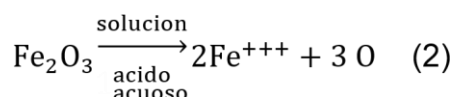
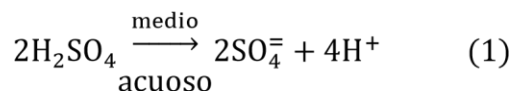
$$ml \times 1 \text{ N} \times pmeq \times \frac{98}{2 \times 1000} = 34.2 \text{ g}$$

$$ml = \frac{34.2}{0.049} = 700$$

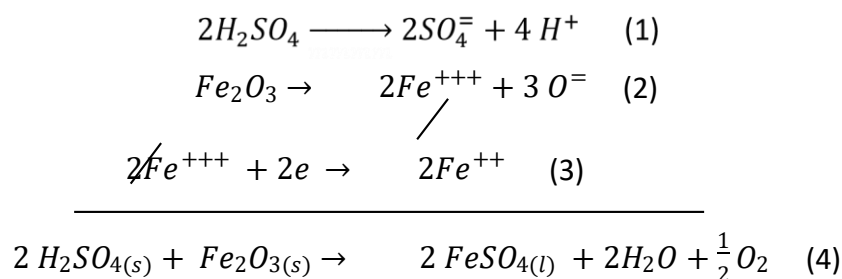
### 3.3.2.4 Lixiviación

Se agregó a 100 ml de muestra pulverizada 700 ml de solución 1 N de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y se calentó a 45 °C; se produjo un proceso de solvatación de los reactantes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Aquí se postula las reacciones simultáneas que se produjeron según las reglas de solvatación son las siguientes:



Estas reacciones simultaneas como son aditivas se suman (1)(2)(3) y tenemos:



Mediante esta reacción se ha producido el FeSO<sub>4</sub> líquido impuro porque la muestra contenía 60 g de arcilla fue preciso separar por filtración.

### 3.3.2.5 Filtración

Se armó una batería de filtración cuyos componentes son:

1 embudo de Buchner

1 matraz de Kitasato.

En el embudo se acoplo un tapón de caucho y este se acoplo al matraz de Kitasato, por la tabuladora lateral del Kitasato mediante una manguera de plástico rígida se unió el matraz con la bomba de vacío de 0,1 millitorrecoli.



La bomba al accionar permitió que del embudo Buchner pase el filtrado al matraz de Kitasato y la arcilla queda retenida en el papel de filtro del cual se descartada.

### **3.3.2.6 Concentración del filtrado**

El filtrado (500 ml) se concentró en rotavapor hasta 80 ml.

### **3.3.3 De la Variable dependiente: Sulfato Ferroso.**

#### **3.3.3.1 Obtención del sulfato ferroso puro**

El filtrado se llevó a un vaso de 150 ml de capacidad se agregó norita (0.25 g) se calentó a 80 °C con agitación, luego se filtró usando papel de filtro whatman # 3. El filtrado se dejó en reposo sobre una mezcla de alcohol-acetona-sal común, precipitaron cristales blancos que se peso y se obtuvo un valor de 52 g.

#### **3.3.3.2 Obtención del sulfato ferroso heptahidratado**

Se calentó el sulfato ferroso en un crisol de acero a 80 °C cuando estuvo caliente se agregó agua gota a gota hasta que se produjo un viraje de blanco a azul-verdoso, se pesó y se obtuvo 95,09 g.

## **3.4 Procesamiento y análisis de datos**

### **3.4.1 Selección del método de lixiviación para obtener el sulfato ferroso**

Una vez que se hubo verificado la presencia de oligisto en la roca por el método de la raya y determinado el porcentaje de oligisto por el método de imantación, fue fácil reconocer que nos hallábamos frente a un yacimiento cuya mena metálica solo constituye el 40 % de la roca y el 60 % restante de material agregado es arcilla.

Tomando como base de cálculo 100 g de la roca que hemos señalado en él, solo está contenido 28 g de hierro es decir, el 28 % de componente mineral, bajo estas

consideraciones resultó poco viable utilizar el método siderúrgico de los “Altos Hornos” que además no estuvo dentro de nuestras posibilidades tecnológicas el hierro presente en la roca se halla en pequeña cantidad en función de la ley de un mineral, pero como nuestro propósito no fue obtener el hierro puro para propósitos metalúrgicos, sino a partir de un hierro de baja ley metálica obtener sulfato ferroso entonces el método más adecuado y viable para su síntesis fue recurrir al proceso de Lixiviación, para lo cual se desarrolló un diagrama de bloque con la secuencia a etapas a seguir (ver fig. 4) Flow Shett de Bloque.

### **3.4.2 Proceso de lixiviación**

#### **3.4.2.1 Etapa preliminar**

Se tomó 100 g de roca previamente lavada, con agua destilada, secado en ambiente de aire acondicionado a 18 °C luego quebrantado con martillo manual y llevado a molienda fina en molino de disco y tamizado por malla 35 ASTM hasta una granulometría de 0.5 mm de diámetro de partícula característica necesaria con el que se procedió al proceso de Lixiviación.

#### **3.4.2.2 Solvatación**

En la lixiviación para la obtención del sulfato ferroso actuaron 2 reactantes, reactante A:  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  conocido como lixiviado (sustancia sólida) y constituyó además el reactivo limitante. De acuerdo con la ley de Proust reactivo limitante es el que se halla en menor cantidad y reactante B, ácido sulfúrico que se llevó a solución 1 N (700 ml) y constituyó el reactivo lixivante, aquel que disolvió al hierro hasta su ionización y que permitió que se forme un soluto líquido. La lixiviación siguió los pasos siguientes:

**El reactivo lixivante B:**  $H_2SO_4$  se solvató es decir que tuvo lugar la formación de iones (aniones) con atracciones mutuas con los iones (cationes) del lixiviado  $Fe_2O_3$ , los cationes del hierro primero llegaron a su máximo grado de oxidación  $Fe(III)$ , luego para que las interacciones sean concertadas ganó electrones que le permitió reducirse a  $Fe^{++}$  y de la interacción del  $Fe^{++}$  y  $SO_4^-$  surgió el sulfato ferroso líquido.



En esta fórmula se visualiza la interacción electrostática entre el anión sulfato ( $SO_4^-$ ) y el catión hierro ferroso ( $Fe^{++}$ ).

Como producto de esta atracción electrostática coulombiana se formó el soluto líquido  $FeSO_4$ .

#### **3.4.2.3 Obtención del sulfato ferroso como soluto sólido**

El soluto líquido se pasó por batería de Buchner para separar la arcilla que quedo retenida en el embudo de Buchner (material descartable). El soluto líquido constituyó el filtrado.

El filtrado se concentró en rotavapor a presión reducida a  $40\text{ }^\circ\text{C}$  obteniéndose 80 ml de concentrado se trasvasó a un vaso precipitado se agrego norita (0.25 g) y se calentó a  $80\text{ }^\circ\text{C}$  con agitación intermitente se filtró y se dejó en reposo sobre una mezcla de acetona-sal común-etanol; precipitó un polvo blanco cristalino de forma monoclinica, se pesó en balanza analítica OHAUS y se obtuvo 52 g.

#### **3.4.2.4 Obtención del sulfato ferroso heptahidratado**

Se pesó en balanza analítica OHAUS 10 g de cristales de  $FeSO_4$  se llevó al Hot Plate y se calentó a temperatura constante de  $80\text{ }^\circ\text{C}$ . se agregó gota a gota agua destilada hasta que se tornó de un color-azul verdoso los cristales; este cambio de color evidencia que se ha formado el sulfato ferroso heptahidratado.

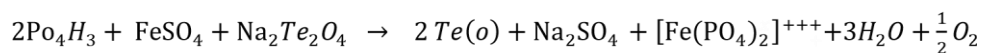
### 3.4.3 Pruebas de identificación química del sulfato ferroso obtenido

Existen 2 tipos de pruebas una para identificarlo como sal es decir como sulfato ferroso y otra para su identificación como catión  $Fe^{++}$  y demostrar que no hubo formación de sulfato férrico que solo es posible si se hubiera procedido con un mal cálculo estequiométrico

#### 3.4.3.1 Identificación como sulfato ferroso molecular

Feigl F, Anger Vinzenz en su libro “Prueba a la Gota en Análisis Inorgánico (1980)” señala el método siguiente.

En un microcrisol se vertió una gota de  $Na_2TeO_4$  al que se le agregó una gota de  $FeSO_4$  al 10 %, a esta mezcla se le agregó ácido fosfórico siruposo y se calentó, lo que permitió reducir el  $Na_2TeO_4$  a Telurio elemental y se oxidó el  $Fe^{++}$  a  $Fe^{+++}$  apareciendo un precipitado negro.



El poder reductor del  $Fe^{++}$  se observa cuando en el curso de la reacción el  $Fe^{+++}$  se convierte en  $[Fe(PO_4)_2]^{-3}$ .

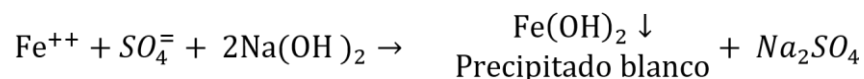
#### 3.4.3.2 Identificación del sulfato ferroso a partir de sus soluciones iónicas (catión $Fe^{++}$ )

Aplicando la técnica de Feigl F y Anger Vinzenz la muestra de cristales blancos se disolvió en solución de HCl al 10 % y se hizo reaccionar con una solución alcohólica de  $\alpha\text{-}\alpha'$ -dipiridilo.

En una placa de toque se vierte la solución y se agregó gotas de la solución de  $\alpha\text{-}\alpha'$ -dipiridilo se formó un complejo de color rojo intenso el tris ( $\alpha\text{-}\alpha'$ -dipiridato) Ferrato (II).

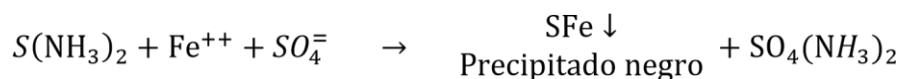
Aplicando las técnicas propuestas por Babor, Ibarz en su libro química general moderna se realizó las pruebas siguientes.

- a) A la muestra diluida en solución acuosa ácida se le agregó solución de hidróxido de sodio al 5% se obtuvo un precipitado blanco de hidróxido de hierro.



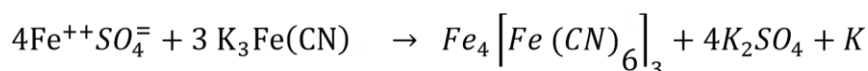
Esta es una prueba inobjetable de la presencia del catión  $\text{Fe}^{++}$

- b) A unas gotas de la muestra señalada en a, se le agregó una solución de sulfuro de amonio se formó un precipitado negro.



prueba evidente de la presencia de sulfato ferroso.

- c) A la solución a se le hizo reaccionar con Ferricianuro de potasio dio un precipitado de color azul conocido como azul de Prusia Prueba inobjetable de la presencia del catión  $\text{Fe}^{++}$



Precipitado

azul de Prusia

#### 3.4.4 Cálculo del rendimiento del sulfato ferroso obtenido

Según el cálculo Estequiométrico tenía que obtenerse 53,2 g (ver 3.3.1.4. Determinación del peso de Sulfato Ferroso) que se debe Obtener, pero experimentalmente se obtuvo 52 g.

Fue conveniente determinar el rendimiento real obtenido por el método de lixiviación aplicando la expresión siguiente.

$$\% \text{ de rendimiento} = \frac{\text{rendimiento experimental}}{\text{rendimiento estequimetrico.}} \times 100$$

$$\% \text{ de rend.} = \frac{52 \text{ g}}{53.2 \text{ g}} \times 100$$

$$\% \text{ de rend.} = 97.74 \%$$

### 3.4.5 Grado de confiabilidad del proceso de lixiviación

Se puede determinar relacionando el valor esperado estequiométricamente con respecto al valor obtenido experimentalmente como porcentaje de error y se calculó del modo siguiente:

$$\% \text{ error} = \frac{\text{valor expresado estequiometricamente} - \text{valor obtenido experimental.}}{\text{valor expresado estequiometricamente}} \times 100$$

$$\% \text{ error} = \frac{53.2 - 52}{53.2} \times 100$$

$$\% \text{ error} = 2.26 .$$

Este valor corresponde a un error por defecto.

Que en el caso de la síntesis de sulfato ferroso por lixiviación del oligisto con ácido sulfúrico puede ser debido al proceso de filtración en batería de Buchner.

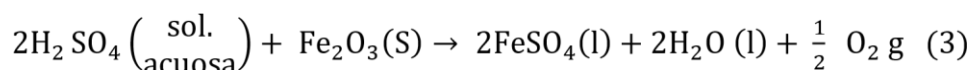
En el afrecho que es la arcilla que acompaña al oligisto ha quedado retenido algo de sulfato ferroso.

Si el rendimiento del  $\text{FeSO}_4$  fue de 97,74 %, sobre el 100 % que es el valor ideal solo hubo una pérdida de 2,26 % que es un valor mínimo y superable si se ajusta la técnica de filtración.

### 3.5 Proceso estequiométrico seguido

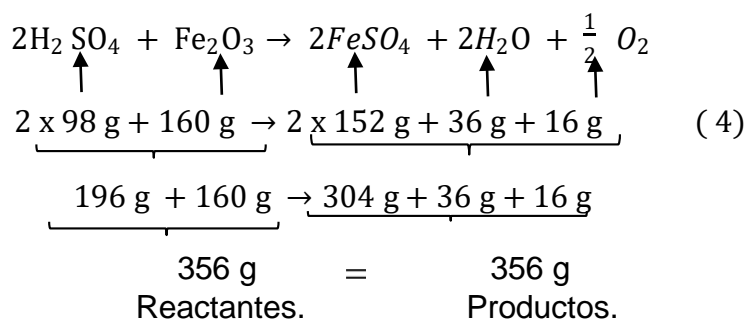
La estequiometría es el cálculo de las relaciones cuantitativas o relaciones de masa de las sustancias químicas implicadas, en la que los reactantes se consumen, a expensas de ellos se forma el producto principal, que se desea obtener acompañado de los productos secundarios la ecuación (3) explicitada en el párrafo 1.2.6.8.- Relaciones Estequiometricas para Realizar la Lixiviación.

Los valores numéricos fueron para el cálculo Estequiométrico.

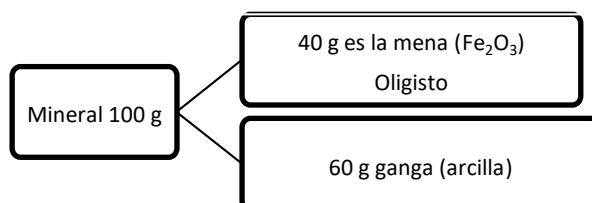


Peso molecular del  $\text{H}_2\text{SO}_4$  = 98 g.  
 Peso molecular del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  = 160 g.  
 Peso molecular del  $\text{FeSO}_4$  = 152 g.  
 Peso molecular del agua = 18 g  
 Peso de  $\frac{1}{2}$  molécula de oxígeno = 16

En la ecuación (3) ponemos en juego los valores numéricos de los pesos moleculares para ser congruentes con la ley de conservación de la masa de Lavoisier, que señala que masa que entra (reactantes) es igual a masa que se forma (productos).



La ley de Proust se aplica para definir exactamente la cantidad de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  que actúa como reactivo limitante. El mineral con el que hicimos la reacción tuvo la constitución siguiente:



Esta quiere decir que reaccionando 40 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , el Hierro que se halla en el mismo solo representa el 70 % de peso cuyo valor es:

$$40 \times 0.7 = 28 \text{ g de Hierro}$$

### 3.6 Propiedades físico-químicas observadas en el $\text{FeSO}_4$ sintetizado y en el $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

**3.6.1 Sulfato ferroso.** En el sulfato ferroso obtenido se pudo obtener las propiedades siguientes:

<b>Color :</b>	Blanquecino.
<b>Olor :</b>	Acre
<b>Sabor:</b>	Astringente
<b>Forma de cristal:</b>	Monoclínico

Cuando se realizó la prueba físico-química de la solubilidad se observó que era altamente soluble en el agua caliente pero débilmente soluble en agua fría.

#### 3.6.2 Sulfato ferroso heptahidratado

<b>Color</b>	<b>Azul-verdoso</b>
<b>Forma del cristal</b>	<b>Monocíclico</b>
<b>Punto de fusión medido con el aparato FISATOM 430 D</b>	<b>90 °C</b>
<b>Cuando se realizó la prueba físico-química de la solubilidad, se observó</b>	<b>Soluble en agua fría Soluble en agua caliente Débilmente soluble en alcohol Soluble en metanol</b>



## CAPÍTULO IV: RESULTADOS

### 4.1. Mineral utilizado:

Mediante el proceso de lixiviación del oligisto con ácido sulfúrico diluido se logró obtener 52 g de sulfato ferroso a partir de 100 g de roca que contenía los componentes siguientes:

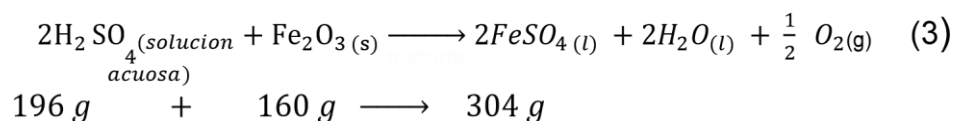
Roca: 100 g			
Componentes			
Oligisto(Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )		Arcilla	
40 g		60 g (material descartable)	

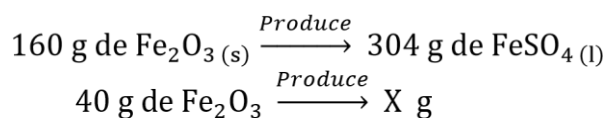
Oligisto (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )			
Componentes			
Fe(III)		Oxigeno (3O <sup>=</sup> )	
En %.	En peso.	En %.	En peso.
70	28 g	30	12 g

### 4.2. Estequiometria y rendimiento

#### 4.2.1. Reacción estequiométrica y ponderal



#### 4.2.2. Cantidad de sulfato ferroso que se debe obtener teóricamente



$$X = \frac{40 \text{ g de Fe}_2\text{O}_3 \cancel{\text{}} \times 304 \text{ g de FeSO}_4(\text{l})}{160 \text{ g de Fe}_2\text{O}_3(\text{s}) \cancel{\text{}}}$$

$$x = 76 \text{ g FeSO}_4$$

Pero solo participó en la formación de  $FeSO_4$ , 28 g de Fe porque el oxígeno forma agua y parte de ella se disipa en, consecuencia.

$$40 \text{ g } Fe_2O_3 \rightarrow \frac{76 \text{ g } FeSO_4}{Fe}$$

$$28 \text{ g } Fe \times Fe_2O_3 \rightarrow X$$

$$X = \frac{28 \text{ g } Fe \times \cancel{Fe_2O_3} \times 76 \text{ g } \frac{FeSO_4}{Fe}}{40 \text{ g } \cancel{Fe_2O_3}}$$

$$X = 53.2 \text{ g } FeSO_4$$

53.2 g es el valor teórico del sulfato ferroso obtenido.

Pero experimentalmente el sulfato ferroso obtenido fue de 52 g.

El % de rendimiento se calculó del modo sgte:

$$\% \text{ rendimiento} = \frac{\text{Peso del } FeSO_4 \text{ experimental}}{\text{peso del } FeSO_4 \text{ estequiometrico.}} \times 100$$

$$\% \text{ rendimiento} = \frac{52 \text{ g}}{53.2 \text{ g}} \times 100$$

$$\% \text{ rendimiento} = 97.74$$

Por hidratación del  $FeSO_4$  se obtuvo 95.09 g de  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

#### 4.2.3. Cálculo del error porcentual de $\text{FeSO}_4$

$$\% \text{ error} = \frac{\text{peso del } \text{FeSO}_4 \text{ teorico} - \text{peso de } \text{FeSO}_4 \text{ experimental.}}{\text{peso del } \text{FeSO}_4 \text{ teorico.}} \times 100$$

$$\% \text{ error} = \frac{53.2 - 52}{53.2} \times 100$$

$$\% \text{ error} = 2.26$$

#### 4.3. Pruebas de verificación del sulfato ferroso obtenido como sal y como catión $\text{Fe}^{++}$

Las pruebas químicas de verificación realizadas del sulfato ferroso con  $\text{Na}_2\text{TeO}_4$  mediante identificación del catión  $\text{Fe}^{++}$  con reactivos de precipitación y cromogénicas fueron positivos.

Las propiedades fisicoquímicas según la literatura <sup>(8)</sup> del Sulfato Ferroso y del Sulfato Ferroso Heptahidratado coinciden con los valores del sulfato ferroso y sulfato ferroso heptahidratado obtenido.

##### Sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4$ )

- ✓ **Cristales monocíclicos de color:** blanquecino grisáceo.
- ✓ **Solubilidad:** Soluble en agua caliente, débilmente soluble en agua fría e insoluble en etanol.
- ✓ **Olor:** Inodoro.

##### Sulfato ferroso heptahidratado ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )

- ✓ Cristales prismáticos de color azul verdoso pálido.
- ✓ Eflorescente en aire seco.
- ✓ Sabor metálico, astringente.

## CAPÍTULO V: DISCUSIÓN

El método de lixiviación que utilizó para la obtención del sulfato ferroso y sulfato ferroso heptahidratado difiere ostensiblemente del método de Faith *et al*, para la obtención del sulfato ferroso de uso medicinal fundamentalmente para el tratamiento de la anemia, pues mientras el método de Faith *et al* utiliza hierro metalúrgico puro, para preparar el sulfato ferroso, el método que se utilizó consiste en la lixiviación del oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), obtenido del mineral arcilloso de las canteras de la carreta Iquitos-Nauta siguiendo dos pasos claves primero se produce una oxidación del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  a  $\text{Fe}^{+++}$ , seguido de una reducción del  $\text{Fe}^{+++}$  a  $\text{Fe}^{++}$  y finalmente las interacciones electrostáticas coulombianas del anión sulfato ( $\text{SO}_4^-$ ) con el catión  $\text{Fe}^{++}$  para formar el sulfato ferroso, mientras que en el método de Faith *et al*; directamente se produce la oxidación del Hierro metalúrgico a  $\text{Fe}^{++}$  que al combinarse con el anión sulfato ( $\text{SO}_4^-$ ) y formar el sulfato ferroso.

La síntesis de Faith *et al*, utiliza reactantes puros adquirido de otras industrias que, en el método de lixiviación se utilizó reactivos diluidos para el tratamiento de la roca arcillosa que contiene 40% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  donde está contenido 70% de Hierro.

El método Faith *et al* es dependiente de hierro metalúrgico obtenido en los altos hornos a temperatura de 1500 °C con costos elevados, mientras que el método de lixiviación es un conjunto de procesos y operaciones unitarias cuya temperatura máxima oscila entre 45-80 °C, estas condiciones de operación hace posible lograr un costo relativamente bajo para obtener sulfato ferroso utilizando una materia prima que contiene baja concentración de hierro, al que no podría aplicarse el proceso metalúrgico de los altos hornos.

El método de lixiviación permite dar valor agregado a una materia prima con valor marginal, pero al haberse logrado la síntesis a sulfato ferroso como producto de química fina este se ve multiplicado y está en condiciones de tener una amplia aplicación industrial y agrícola.

Métodos de obtención del sulfato ferroso como el utilizado en el decapado del acero con ácido sulfúrico y el método indirecto de producción de sulfato ferroso usado para la obtención del óxido de Titanio, resultan más sofisticados e inaplicables como modelo de obtención del  $\text{FeSO}_4$  en la Región Loreto.

El método de obtención de Sulfato Ferroso de Rodríguez Amado *et al* es una simple variante del método de Faith *et al*, con la salvedad de que, en vez de utilizar hierro metalúrgico, utilizó virutas de acero de la industria metal mecánica es decir una aleación del hierro al carbón y otros metales que podrían alterar la pureza del producto obtenido, porque el acero contiene trazas de metales pesados como Plomo y Arsénico; que no le dan garantía de pureza. Mientras que la materia prima utilizada en este trabajo fue arcillas con contenido de 40% de oligisto y el resto del material fue arcilla sin ningún contenido de metales pesados.

De lo señalado se desprende que el método de lixiviación usando las rocas de las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta Km 65, que contiene oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), haciendo reaccionar con ácido sulfúrico diluido 1 N, resulta ser un método económico porque no requiere de alto consumo de energía, tampoco de hierro metalúrgico obtenido en altos hornos, aquí directamente se produce el sulfato ferroso haciendo reaccionar el oligisto impuro con el ácido sulfúrico hasta obtener el sulfato ferroso que se purifica por filtración hasta llevarlo a un sulfato ferroso de alta pureza que hizo posible su derivatización a sulfato ferroso heptahidratado en condiciones óptimas.

## CAPÍTULO V :CONCLUSIONES

La aplicación del método de Lixiviación para la obtención del Sulfato Ferroso haciendo reaccionar el oligisto con ácido sulfúrico diluido 1,0 N ha permitido obtener un producto de alta pureza con 97,74 % de rendimiento que cumple con los estándares de calidad que exigen los productos obtenidos por síntesis, tal como se desprende de la comparación de los valores del producto sintetizado con los señalados en la literatura <sup>(1)(2)(3)</sup>.

El método de la lixiviación usado para la obtención del sulfato ferroso y sulfato heptahidratado utilizando las rocas de las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta km 65, es económico porque no requiere de un alto consumo de energía.

El sulfato ferroso obtenido servirá como materia prima para su utilización en la agricultura, en la industria de tintes , como herbicida, biocida, en el tratamiento de las aguas y para detener los procesos de eutrofización de los ríos, lagos y manantiales de la amazonia peruana que en la actualidad se ven seriamente afectados por la contaminación ambiental producido por los frecuentes derrames del crudo de petróleo o por ser receptores de aguas servidas de la ciudad, porque las fuentes de agua en Loreto son destino final de los efluentes líquidos contaminados. En la industria farmacéutica puede ser útil la síntesis del sulfato ferroso para la elaboración de suplementos vitamínicos y en el combate contra la anemia.

El método de lixiviación es factible para la explotación del oligisto ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), mena metálica de bajo contenido de hierro presente en los yacimientos de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta Km-65, que resulta de valiosa utilidad para obtener sulfato ferroso prescindiendo del uso del Hierro metalúrgico y más bien valiéndose de las rocas existentes en las canteras de arcillas de la carretera Iquitos-Nauta que se extiende desde el Km 65 al 90, actualmente sin ningún uso industrial conocido, pero que en base a este trabajo se abre la posibilidad de lograr su explotación no solo para la obtención del sulfato ferroso, sino también de  $\text{FeCl}_3$  ( tri-Cloruro Férrico), productos de Química

Fina que el país se ve obligado a importar para la industria de tintes y con fines analíticos.

Solo poniendo en la practica el método de lixiviación se podrá aperturar una línea activa de desarrollo industrial capaz de promover el avance tecnológico, económico y social de la región Loreto.

## **CAPÍTULO VII: RECOMENDACIONES**

Siendo factible el método de lixiviación para obtener sulfato ferroso a partir de oligisto tal como se ha demostrado siguiendo los pasos que señala el Flow Sheet de Bloque y logrando un resultado óptimo, en base a esta consideración.

Desarrollar un FLOW SHEET de Equipos de este proceso al detalle, a fin de sobredimensionarlo para la construcción de un prototipo para la elaboración del sulfato ferroso y  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  a nivel de planta piloto y/o industrial para las distintas aplicaciones que hemos señalado.

Explotar el yacimiento que fue considerado como un mero accidente del terreno sin uso conocido, además servirá para la fabricación de materiales de construcción: ladrillos, tejas, ductos y para su utilización en artesanía utilitaria a fin de incrementar el valor agregado de la materia prima, por otro lado las canteras de arcilla de la carretera Iquitos-Nauta constituirán un valioso recurso natural capaz de contribuir en el desarrollo industrial de la Región Loreto.



## CAPÍTULO VIII: FUENTES DE INFORMACIÓN

1. Stecher Paul Editors. 1968. The Merck Index. An encyclopedia of Chemical and Drugs. Eight Edition, N.Y, 1968 pág. 456.
2. Hernandez Pedro, Hurtado Andres, Peñaloza Luis, Romero Jacqueline. Estudio experimental para la obtención del dióxido de titanio a partir de Ilmenita vía ácido clorhídrico. Revista Colombiana de Quimica Bogota. Colombia vol 22, N° 1, 1993 pág. 62.
3. Rodríguez Amado Jesús R, Lofourcade Prada Ariadna 2005, Obtención del Sulfato de Hierro II heptahidratado con calidad farmacéutica a partir de residuales metálicos de la Industria Mecánica. Revista CENIC Ciencias Químicas vol. 36 N° Especial Cuba, pág. 220.
4. Bulletin of the World Health Organization Supplement 2 Pharmacopoea Internationalis. 1<sup>era</sup> Edition Geneve Vol. I Editorial OMS pág. 101-103.
5. Organización Mundial de la propiedad Intelectual oficina internacional. Solicitud internacional publicada en virtud del tratado de cooperación en materia de patentes (PCT).(54)TITLE:Method for producing ferrous sulphate from pyrite ASH. WO 2010 / 125205 A1 pág. 1, 12.
6. Antero García José M, Geología Historia Natural Básica Sexta Edition Madrid. España, México, Buenos Aires, Editorial Everest S.A. 1982 pág. 156157.
7. Fischer Robert B. Quantitative Chemical Analysis, editorial Reinhold USA. 1973 pag. 353-359.
8. Weast Robert. Editor. Handbook of Chemistry and Physics 66<sup>th</sup>. Edition Florida 1985. Pág. B-102- B-104.

9. Laidler J. Cinética de Reacciones I. Editorial Alhambra 1972. Pág. 47.
10. Feigl Fritz, Anger Vinzenz. Prueba a la gota de Análisis Inorgánico 6<sup>ta</sup> edición México Editorial El Manual Moderno S.A 1980 pág. 288-289.
11. Huheey. Química Inorgánica. Principios de Estructura y Reactividad 2da edición México Editorial HARLA S.A. pág. 785-786.
12. Babor J, Aznárez J, Química General Moderna. Cuarta Edición México Editora EDINAL S de RL 1963 pág. 492-512.
13. Vallet María, Faus Juan, García-España Enrique, Moratal José 2003, Introducción a la Química Bioinorganica Editorial Síntesis S.A. Madrid 2003 pág. 156-161.
14. Vega José M, Castillo, Francisco, Cárdenas Jacobo. La Bioconversion de la Energía Editorial Pirámide S.A España 1983 pág. 223.
15. Flores J, Antonio Armijo J, Mediavilla A, Farmacología Humana 3<sup>era</sup> Edición Barcelona, Madrid, Paris, Editorial Masson S.A 2000. pág. 981982.
16. Hernández Sampieri R, Fernández Collado C, Baptista Lucio María del Pilar. Metodología de la Investigación científica Quinta Edición México Editorial Mc Graw Hill 2010, pág. 137.
17. Pino Grottuzzo Raúl. Metodología de la Investigación Primera Reimpresión de la Edición 2007. Lima Editorial SAN MARCOS 2010 pág. 185.

18. Nekrasov B.V. Química General. Moscú Tercera Edición. Editorial MIR 1975 pág. 441.
19. Catalog Handbook of Fine Chemical Aldrich: Aldrich Chemical Company 1988 Pag. 888.
20. Moller Therald. Química Inorgánica. Editorial Reverte S.A. España 1961 pág. 449, 450.
21. Method for producing ferrous sulfate from ileminita Hernandez pedro. Revision sept. 25/2019.página de referencia: <https://es.m.wikipedia.org>. Method.

## **ANEXOS:**

### **Anexo 1.- PASOS SEGUIDOS EN EL PROCESO DE OBTENCIÓN DEL SULFATO FERROSO Y SULFATO FERROSO HEPTAHIDRATADO.**

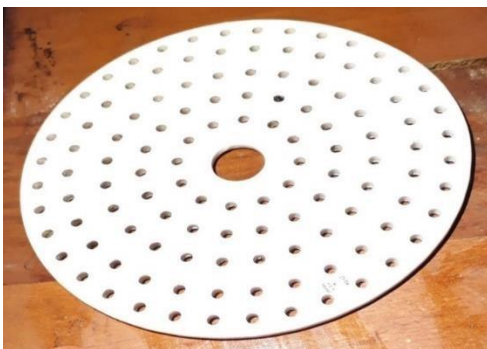


CANTERAS DE ARCILLA  
UBICADO EN LA CARRETERA

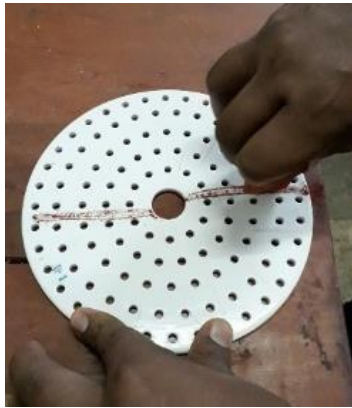
IQUITOS-NAUTA KM 65.



ROCAS RECOLECTADAS EN LAS  
CANTERAS DE ARCILLA DE LA  
CARRETERA IQUITOS-NAUTA KM 65.



PLACA DE PORCELANA BLANCA



APLICACIÓN DEL METODO DE LA RAYA SOBRE LA  
PLACA DE PORCELANA DEJANDO UN MARCADO DE  
COLOR ROJO OCRE COMO PRUEBA EVIDENTE DE QUE LA  
MENA METALICA ES  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ (OLIGISTO).



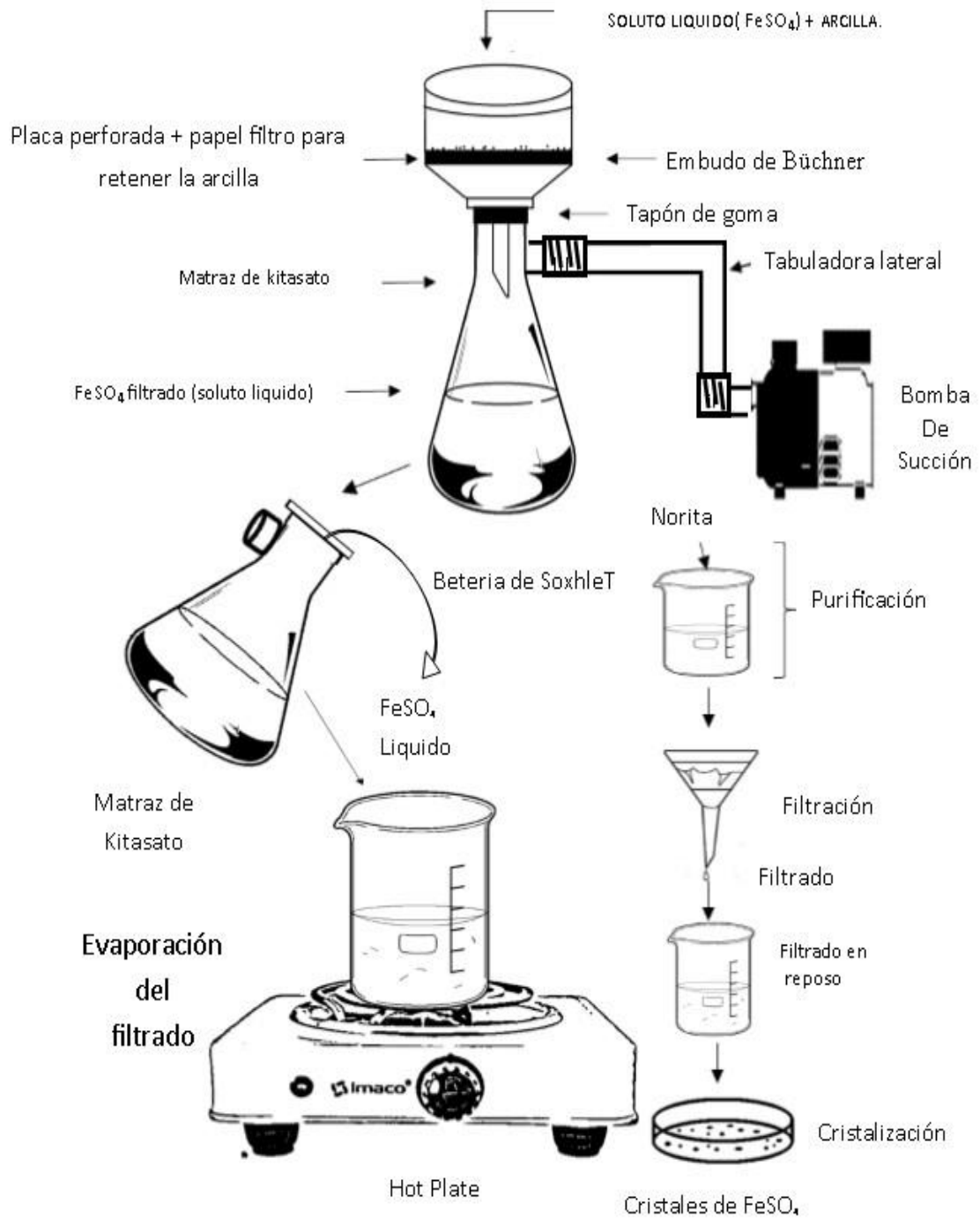
PULVERIZACIÓN DE LA  
ROCA EN MOLINO DE  
DISCO.



TAMIZAJE POR MALLA 35  
ASTM.

## Anexo 2

### PASOS DEL PROCESO DE LIXIVIACION DEL $\text{Fe}_2\text{O}_3$ CON ACIDO SULFURICO PARA LA OBTENCION DE SULFATO FERROSO.





Sulfato Ferroso Heptahidratado.

**SULFATO FERROSO  
OBTENIDO POR EL PROCESO DE  
LIXIVIACION.**