

# UNIVERSIDAD AUTONOMA DE GUADALAJARA

INCORPORADA A LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

OBTENCION DEL COMPLEJO FIERRO-DEXTRAN  
PARA USO VETERINARIO.

TESIS PROFESIONAL  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO  
P R E S E N T A  
VERONICA RODRIGUEZ IBARRA  
ASESOR: ING. RODOLFO CASILLAS V.  
GUADALAJARA, JALISCO 1989



Universidad Nacional  
Autónoma de México



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

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

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

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

## TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCION .....	1
GENERALIDADES .....	4
CAPITULO I. PARTE EXPERIMENTAL	
1. Formación de Sales Ferrosas	
1.1 Formación de $FeCl_2$ .....	7
1.2 Formación de $FeSO_4$ .....	8
2. Formación de Sales Férricas	
2.1 Formación de $FeCl_3$	
(a) oxidación con $H_2O_2$ en medio ácido .....	9
(b) oxidación con aire en medio ácido .....	9
(c) oxidación con cloro gaseoso .....	10
2.2 Formación de $Fe_2(SO_4)_3$	
(a) oxidación con $H_2O_2$ en medio ácido .....	11
(b) oxidación con aire en medio ácido .....	11
(c) oxidación con $NaClO$ en medio ácido .....	12
3. Determinación del Hierro Total y del Hierro(II)	
3.1 Determinación de hierro(II) con $CeSO_4$ ...	12
3.2 Determinación del hierro total .....	13
3.3 Determinación de hierro(II) con $KMnO_4$ ...	13,14
4. Formación de $FeOOH$ .....	14,15
5. Obtención de Dextrán de Peso Molecular Adecuado Para Formar el Complejo	
(a) Determinación del peso molecular del dextrán.....	15
(b) Hidrólisis del dextrán .....	17
(c) Precipitación del dextrán .....	19,21
6. Formación Del Complejo Hierro-Dextrán	
(a) A partir de $FeCl_3$ , dextrán y $NaCO_3$ .....	22
(b) A partir de $FeCl_3$ , dextrán y $NaOH$ .....	22
(c) A partir de $FeOOH$ y dextrán .....	22

(d) Determinación de dextrán y fierro en el complejo.....	22,23
(e) Determinación de cloruros en el complejo.....	23,24
7. Eliminación de Cloruros	
(a) Diálisis .....	26
(b) Precipitaciones .....	26
8. Prueba de Identificación .....	26,27
9. Esterilización .....	27

## CAPITULO II. RESULTADOS Y DISCUSIONES

1. Formación de Sales Ferrosas .....	28
2. Formación de Sales Férricas .....	28
3. Formación de Hidroxióxido Férrico .....	31
4. Formación del Complejo Fierro-Dextrán .....	33
5. Eliminación de Cloruros .....	36
6. Conclusión de la Parte Experimental .....	37

## CAPITULO III. DISEÑO PILOTO

### Consideraciones

(1) Volumen de producción .....	39
(2) Almacenamiento de fierro metálico .....	39
(3) Reactor a diseñar .....	39
(4) Selección del material de tanques y tuberías involucradas en el proceso .....	40
Explicación del diagrama de Flujo .....	41,42
Diseño del Estructural del Reactor	
Dimensiones (altura y diámetro) .....	49
Presión de diseño .....	49,50
Temperatura de diseño .....	50
Superficie del tanque sujeta a presión .....	51
Espesor de la pared del cuerpo del tanque .....	51,52
Espesor de la pared de las tapas .....	52,53

tanque .....	51,52
Espesor de la pared de las tapas .....	52,53
<b>CAPITULO IV. CONCLUSION .....</b>	<b>55</b>
<b>REFERENCIAS .....</b>	<b>56</b>
<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>57</b>

## RESUMEN

La síntesis del complejo hierro-dextrán involucra la presencia de un núcleo de hidroxido férrico con una cobertura de dextrán de determinado peso molecular. Los diferentes caminos para la obtención de dicho complejo parten de una sal férrica, sin embargo en México no se produce sal férrica alguna por lo que se cree necesaria la obtención de estas sales a partir de materia prima barata. Por otra parte a pesar de la gran demanda que tiene el complejo hierro-dextrán, en México no existe método alguno para su obtención industrial.

Considerando lo anteriormente mencionado el trabajo de tesis que aquí se resume se desarrolló de la siguiente manera:

1) Oxidación de alambre de hierro recocido y chatarra de hierro por la adición de ácido clorhídrico y ácido sulfúrico que llevaron a la obtención de cuatro diferentes sales ferrosas.

2) Oxidación de las sales ferrosas obtenidas por medio de: cloro gaseoso, hipoclorito de sodio, peróxido de hidrógeno y aire.

3) Obtención de hidroxido férrico a partir de las sales férricas referidas en el punto (2).

4) Formación del complejo hierro-dextrán a partir de las sales férricas y de los hidroxidos férricos obtenidos.

5) Análisis y comparación de los complejos formados y del complejo veterinario comercial.

Con base en los resultados del punto (5), se determinó el método de obtención del complejo hierro-dextrán como: la neutralización de una disolución de dextrán y cloruro férrico mediante la adición de una disolución de hidróxido de sodio. El cloruro férrico se obtiene por la oxidación de alambre de hierro recocido con ácido clorhídrico y la posterior oxidación del cloruro ferroso con cloro gas.

Finalmente se determinaron las dimensiones, espesores y material de construcción de un reactor piloto en el que se puedan realizar pruebas a pequeña escala del proceso propuesto para la producción del complejo hierro-dextrán. En resumen, para un reactor de 1 m<sup>3</sup> de capacidad el material de construcción factible es acero vidriado. El espesor de la lámina de acero para su construcción es igual al mínimo espesor comercial disponible (6.3 mm). Las dimensiones del tanque son: diámetro = 0.86 m y altura = 1.083 m.

## INTRODUCCION

La etapa de desarrollo en la que se encuentra México involucra un creciente auge industrial que algunas veces se ve obstaculizado por la falta de tecnología adecuada, convirtiéndose ésto en un problema a solucionar. Por ejemplo, en la industria farmacéutica la falta de tecnología para la elaboración de ciertos medicamentos trae como consecuencia su importación a altos costos y, en ocasiones la carencia de los mismos causa un desequilibrio económico al país; lo que podría evitarse con el desarrollo de técnicas propias de producción que cubran nuestras necesidades y sean accesibles a nuestros recursos. Por estas razones se están realizando en el país un gran número de investigaciones enfocadas al desarrollo de la industria, siendo el presente trabajo una de ellas, en la que a partir de materia prima nacional se desarrolló una técnica apropiada para la producción de un complejo fierro-dextrán que puede usarse en el tratamiento parenteral de enfermedades causadas por la deficiencia de dicho metal en el organismo, como lo es la anemia frecuente en humanos y en algunos animales.



Es importante señalar que a pesar de los múltiples y variados estudios que se han realizado sobre el complejo hierro-dextrán desde su descubrimiento, en 1957, y de su amplio uso en el tratamiento de anemia humana y animal, aún no ha sido publicado un método para su obtención industrial. Existe, sin embargo, amplia información sobre otros aspectos del complejo la cual sirvió como base para este trabajo.

Por último, con el fin de presentar una alternativa más para el uso del hierro desechado como chatarra fue desarrollado el siguiente plan de trabajo:

1) Obtención de sales férricas e hidróxidos férricos para complejarse con dextrán, partiendo de chatarra de hierro y alambre de hierro recocido.

2) Obtención del dextrán de peso molecular adecuado para la formación del complejo, realizando hidrólisis del dextrán existente en el mercado.

3) Formación del complejo hierro-dextrán con los productos férricos del paso (1).

4) Análisis y comparación del complejo veterinario comercial y de los obtenidos experimentalmente.

5) Selección del método de obtención del complejo en base a los resultados obtenidos en el paso (4).

6) Determinación de las dimensiones y de los espesores del reactor piloto para formar el complejo, así como de las condiciones

de operación en el proceso de producción a pequeña escala. Todo esto con el propósito de usarse como base en la producción industrial del complejo fierro-dextrán para uso veterinario.

## GENERALIDADES

Hasta 1965 existían diversas teorías sobre la naturaleza química de la preparación del complejo (1) las cuales, generalizando, se dividían en dos grupos: 1) donde el ión férrico se une químicamente con el dextrán y, 2) donde el ión férrico se encuentra formando un hidroxidróxido férrico en forma de coloide el cual es cubierto por dextrán; pero estudios hechos posteriormente reforzaron la teoría de que el fierro está presente en forma de complejo fierro-dextrán.

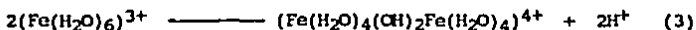
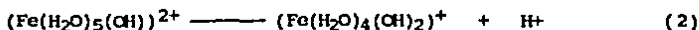
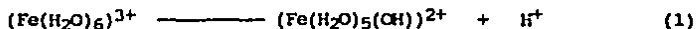
Investigaciones sobre el tamaño y estructura del complejo demuestran que éste está formado por un pequeño núcleo de hidroxidróxido férrico ( $\text{FeOOH}$ ) de aproximadamente 3 nm. de diámetro con una cobertura de dextrán, que en conjunto forman una partícula de 13 nm de diámetro total (1).

Algunos de estos complejos se forman por la neutralización de cloruro férrico ( $\text{FeCl}_3$ ) en presencia de un exceso de dextrán, lo que es razonable si se supone que el hidroxidróxido férrico ( $\text{FeOOH}$ ) se está uniendo de alguna manera al dextrán que actúa como estabilizador del coloide hidrofílico. Por otra parte el hidroxidróxido férrico ( $\text{FeOOH}$ ), también llamado óxido férrico

hidratado, puede existir en tres diferentes formas: alfa, beta o gamma-FeOOH, dependiendo de las condiciones de preparación. De todos éstos sólo el beta-FeOOH está contenido en el complejo con dextrán (2).

El hidróxido férrico (FeOOH) es el producto de la hidrólisis del acualión férrico  $(\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6)^{3+}$  presente en casi todas las sales férricas. Dicha hidrólisis se inicia con un pH comprendido entre 2 y 3, arriba del cual se forman especies fuertemente polimerizadas por condensación formándose con rapidez geles coloidales.

Los equilibrios iniciales de la hidrólisis son:



La especie binuclear de la tercera ecuación posee probablemente la estructura (5):

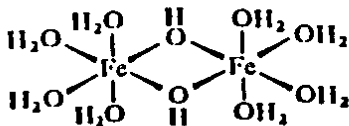


Fig. I

Por otro lado el complejo fierro-dextrán contiene 5% de fierro y 20% de dextrán, además de tener baja toxicidad comparada con otros complejos, debido probablemente a su baja cantidad de fierro libre.

Por último debe hacerse notar la importancia que dentro de los sistemas vivos tiene el fierro, el cual se encuentra en el centro activo de las moléculas responsables tanto del transporte de oxígeno como de la transferencia de electrones; en diversas metaloenzimas como la nitrogenasa, algunas oxidasas, hidrogenasas, deoxigenasas y dehidrasas, y tomando parte en la forma de vida de algunas bacterias en el hombre (3).

## CAPITULO I

### PARTE EXPERIMENTAL

#### 1. Formación de Algunas Sales Ferrosas a Partir de Hierro

Metálico. La reacción de oxidación-reducción es:



Clavos, tuercas, varillas, pedacera de hierro y alambre recocido de 2.0 mm de diámetro fueron empleados como reactivos en la obtención de cloruro ferroso ( $\text{FeCl}_2$ ) y sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4$ ), por los siguientes métodos:

##### 1.1. Formación de cloruro ferroso ( $\text{FeCl}_2$ ).

Se llevó a cabo por la acción directa de 25 ml de ácido clorhídrico concentrado (HCl 12N) sobre un exceso de alambre de hierro previamente pesado y calentado al rojo vivo dejándose reaccionar hasta que el desprendimiento de hidrógeno finalizó. La reacción duró 30 min para un peso aproximado de 6 gr. y una temperatura de 60°C. Terminada la reacción la solución se filtró lavando el hierro que no reaccionó, éste se secó y pesó nuevamente para calcular por diferencia de pesos la cantidad teórica de hierro oxidado. La cantidad real de  $\text{Fe}^{+2}$  en la disolución filtrada se determinó volumétricamente con permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ). El mismo procedimiento se realizó con chatarra de hierro.

### 1.2. Formación de sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4$ ).

Se realizó de forma similar a la oxidación de hierro metálico con ácido clorhídrico. A un exceso de alambre de hierro previamente pesado y calentado al rojo vivo, le fueron adicionados 25 ml de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  al 50%). Se dejó reaccionar hasta que el desprendimiento de hidrógeno finalizó. Terminada la reacción la solución se filtró lavando el hierro que no reaccionó, éste se secó y pesó nuevamente. Al igual que en la formación de cloruro ferroso se determinaron por diferencia de pesos la cantidad de  $\text{Fe}^{+2}$  teórica y, por titulación con permanganato de potasio la cantidad de  $\text{Fe}^{+2}$  real. La valoración de  $\text{Fe}^{+2}$  con permanganato de potasio se describe en el punto (3.1). El mismo procedimiento se realizó en la oxidación de chatarra de hierro.

### 2. Formación de Sales Férricas.

La oxidación de  $\text{Fe}^{+2}$  a  $\text{Fe}^{+3}$  se llevó a cabo partiendo de la sal ferrosa correspondiente y con la presencia de agentes oxidantes fuertes como son: peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$ ), oxígeno ( $\text{O}_2$ ) y cloro gas ( $\text{Cl}_2$ ), este último se usó solamente en la producción de cloruro férrico. Las impurezas de las sales obtenidas fueron separadas por filtración.

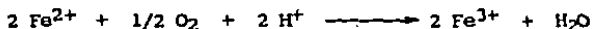
## 2.1. Formación de cloruro férrico (FeCl<sub>3</sub>).

(a) Oxidación con peróxido de hidrógeno en medio ácido; efectuándose la siguiente reacción:



A una disolución de cloruro ferroso (FeCl<sub>2</sub>) de concentración aproximada 1M se le agregó ácido clorhídrico concentrado (HCl 12N) y peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30%). Dichos reactivos se agregaron en un 20% de exceso sobre la cantidad estequiométrica. La reacción fue exotérmica alcanzando una temperatura alrededor de 70°C. El tiempo de reacción bajo estas condiciones y con agitación eficiente fue de 4 horas. El porcentaje de fierro oxidado se determinó cada hora de reacción, esto se logró mediante la determinación del fierro total y del fierro(II) presentes. En el punto (3) se describen dichas determinaciones.

(b) Oxidación con oxígeno del aire en medio ácido; efectuándose la siguiente reacción:



A una disolución de cloruro ferroso (FeCl<sub>2</sub>) de concentración aproximada 1M, se le agregó el 10% de su volumen de carbón activado como catalizador y ácido clorhídrico concentrado (HCl 12N) en un 20% de exceso sobre la cantidad estequiométrica. La disolución fue agitada constantemente con el burbujeo de aire por un periodo de cuatro días durante los cuales se determinó el porcentaje de fierro



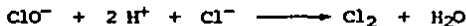
oxidado a diferentes intervalos de tiempo. Dicha determinación se describe en el punto (3).

(c) Oxidación con cloro gas, efectuándose la siguiente reacción:



A una disolución de cloruro ferroso ( $\text{FeCl}_2$ ) de concentración aproximada 1M se le burbujeó cloro gas ( $\text{Cl}_2$ ) durante 2 horas, determinando a diferentes intervalos de tiempo el porcentaje de hierro oxidado. Dichas determinaciones se describen en el punto (3).

La producción de cloro gas se hizo a nivel laboratorio agregando lentamente ácido clorhídrico concentrado ( $\text{HCl}$  12N) a una disolución de hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$  1.9M) con una agitación eficiente y ligero calentamiento a  $50^\circ\text{C}$ . El hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$ ) contenía cierta cantidad de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) que fue neutralizada antes de efectuarse la siguiente reacción para producir cloro gas ( $\text{Cl}_2$ ):



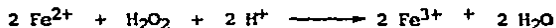
Una corriente de aire conteniendo el cloro que no reaccionó fue conducida a una disolución de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$  5M) para producir hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$ ) por la reacción:



## 2.2 Formación de sulfato férrico (Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>).

(a) Oxidación con peróxido de hidrógeno en medio ácido.

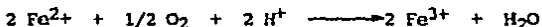
Reacción:



Se realizó de forma similar a la oxidación de cloruro ferroso con peróxido de hidrógeno en medio ácido. A una disolución de sulfato ferroso (FeSO<sub>4</sub>) de concentración aproximada 1M se le agregó ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 50%) y peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30%). Dichos reactivos se agregaron en un 20% de exceso sobre la cantidad estequiométrica. La reacción fue exotérmica, alcanzando una temperatura alrededor de 80°C. El tiempo de reacción bajo estas condiciones fue de 4 horas, durante las cuales se estuvieron determinando las cantidades de hierro total y de hierro(II) presentes. Estas determinaciones se describen en el punto (3.1).

(b) Oxidación con oxígeno del aire en medio ácido.

Reacción:



Se realizó de forma similar a la oxidación de cloruro ferroso con oxígeno del aire en medio ácido. A una disolución de sulfato ferroso (FeSO<sub>4</sub>) de concentración aproximada 1M se le agregó el 10% de su volumen de carbón activado como catalizador y ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 50%) en un 20% de exceso sobre la cantidad estequiométrica. La disolución fue agitada constantemente con el burbujeo de aire por un período de 4 días, durante los cuales se

determinó el porcentaje de fierro oxidado. Dicha determinación se describe en el punto (3.1).

(c) Oxidación con hipoclorito de sodio en medio ácido.

Reacción:



A una disolución de sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4$ ) de concentración aproximada 1M se le agregó ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  al 50%) e hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$  1.9M) con un exceso del 20% sobre la cantidad estequiométrica. El tiempo de reacción bajo estas condiciones fue de 30 min. El hipoclorito de sodio ( $\text{NaClO}$ ) contenía una cantidad equivalente a 0.2M de hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ), la cual fue neutralizada con ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) antes de efectuarse la reacción de óxido-reducción.

### 3. Determinación del Fierro Total y del Fierro(II)

Presentes Después de Cada Oxidación.

#### 3.1. Determinación de fierro(II) con Sulfato Cérico.

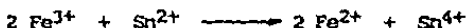
La determinación de  $\text{Fe}^{+2}$  se realizó por medio de una titulación con una disolución de sulfato cérico ( $\text{CeSO}_4$ ) de concentración 0.0967M, la cual involucra una reacción de óxido-reducción entre  $\text{Fe}^{+2}$  y  $\text{Ce}^{+4}$ . Las condiciones en las que se llevó a cabo la titulación fueron: medio altamente ácido (pH 1) y uso de fenantrolina ferrosa como indicador. El cambio de color en el punto de equivalencia fue de rojo a azul pálido.

La reacción efectuada en la valoración es:



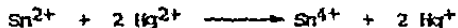
### 3.2 Determinación de hierro total.

Inicialmente se realizó la reducción del  $\text{Fe}^{3+}$  a  $\text{Fe}^{2+}$  mediante la adición de cloruro estannoso ( $\text{SnCl}_2$  2M). La reacción de óxido-reducción que se lleva a cabo es:



Las condiciones para que se efectúe esta reacción son: medio ligeramente ácido ( $\text{pH}=5$ ), disolución de fierro altamente concentrada y temperatura cercana a la de ebullición.

Cuando la disolución perdió el color amarillo característico del  $\text{Fe}^{3+}$ , volviéndose ésta incolora y transparente, se añadieron tres gotas de cloruro estannoso como exceso. La mezcla se dejó enfriar y se diluyó. La eliminación del reductor en exceso se hizo mediante la adición rápida de un exceso de cloruro de mercurio ( $\text{HgCl}_2$  5M), efectuándose la siguiente reacción:



La formación de un precipitado blanco sedoso indicó la presencia del cloruro mercurioso ( $\text{HgCl}_2$ ). A partir de este momento se dejó reposar la disolución por 3 min para después valorar el  $\text{Fe}^{2+}$  con permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ).

### 3.3. Valoración de fierro(II) con permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ).

La valoración de  $\text{Fe}^{2+}$  con permanganato de potasio

( $\text{KMnO}_4$ ) involucra la siguiente reacción de óxido-reducción:



A un volumen determinado de la disolución de hierro reducida con cloruro estannoso ( $\text{SnCl}_2$ ) se le agregó una pequeña cantidad de la disolución de Zimmerman-Reinhardt para mayor eficiencia en la detección del punto final (4), conservando el medio ácido y buena agitación. Posteriormente se adicionó lentamente permanganato de potasio ( $\text{KMnO}_4$ ) de concentración conocida hasta que la solución cambió de incolora a rosa pálido.

La disolución de Zimmerman-Reinhardt se preparó con sulfato de manganeso ( $\text{MnSO}_4$ ), ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) y ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) (4).

#### 4. Formación de Hidroxióxido Férrico ( $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ).

Se compararon rendimientos y pureza de cada una de las sales férricas obtenidas seleccionando las tres mejores para formar a partir de ellas el hidroxióxido férrico.

A una disolución férrica de concentración aproximada 2M se le adicionó hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$  2.5M) en un 20% de exceso sobre la cantidad estequiométrica, con lo el pH de la solución aumentó de un valor de 2 a 10. La adición del hidróxido de sodio se hizo en tres etapas: la primera en forma rápida hasta llegar a un pH alrededor de 4, valor en el cual apareció un precipitado rojo muy fino que pudo ser separado

fácilmente por centrifugación; en la segunda etapa la velocidad de adición disminuyó para evitar la formación de grandes núcleos de hidróxido férrico los cuales no pudieran ser disueltos, también con este fin y para evitar la formación de óxidos de hierro se mantuvo una agitación constante y eficiente.

El hidróxido férrico obtenido fue un gel de color rojizo con algunas variantes de color y densidad, dependiendo de la sal férrica de la cual provenía. Una vez obtenido el gel se lavó con agua destilada agitando por 5 min para después dejarlo sedimentar y de esta forma poder decantar el líquido sobrenadante. Este proceso de lavado se repitió varias veces siendo la velocidad de sedimentación diferente para cada uno de los productos formados.

Al producto final se le determinó el contenido de hierro total como óxido férrico ( $Fe_2O_3$ ) por calcinación y gravimetría.

## 5. Obtención del Dextrán de Peso Molecular Adecuado para la Formación del Complejo.

### (a) Determinación del peso molecular del dextrán.

Esta se basó en la medición de la viscosidad ( $\mu$ ) y en la relación aproximada que ésta tiene con el peso molecular promedio (M):

$$\mu = K \times M^a \quad (4)$$

$$\log \mu = \log K + (a \times \log M) \quad (5)$$

donde:  $\mu$  = viscosidad intrínseca, la cual se obtuvo de la extrapolación de la curva que relaciona la razón viscosidad específica / concentración contra concentración. K y a, son constantes de cada compuesto en función de la temperatura y el disolvente usado en la medición y M = peso molecular promedio.

Establecido lo anterior y en base a datos reportados (5) que relacionan el log  $\mu$  con M a 37°C usando agua como disolvente se dedujeron las siguientes ecuaciones:

Para  $110\ 000 \geq M \geq 40\ 000$ :

$$\log \mu = - 3.05 + 0.50 \log M \quad (6)$$

Para  $40\ 000 \geq M \geq 6\ 250$ :

$$\log \mu = - 3.23 + 0.53 \log M \quad (7)$$

Las siguientes ecuaciones fueron desarrolladas usando los valores de K y de a, a 25°C y usando agua como disolvente (6).

Para  $100\ 000 \geq M \geq 20\ 000$ :

$$\log \mu = - 3.01 + 0.50 \log M \quad (8)$$

Para  $32\ 000 \leq M \leq 2\ 000$ :

$$\log \mu = - 3.41 + 0.61 \log M \quad (9)$$

Para  $45\ 000 \geq M \geq 1\ 400$ :

$$\log \mu = - 3.30 + 0.60 \log M \quad (10)$$

El método que se usó consistió en encontrar experimentalmente la viscosidad específica usando un viscosímetro de Ostwald bajo las condiciones de: 37°C de temperatura y usando agua destilada como disolvente. Una vez encontrada la viscosidad específica, se determinó como se mencionó anteriormente la viscosidad intrínseca.

Por último usando las ecuaciones (6) y (7) se obtuvo el valor del peso molecular promedio (M).

Inicialmente se determinaron los pesos moleculares promedio de dos tipos diferentes de dextrán:

Dextrán que se obtuvo de la compañía Sigma con un peso molecular de 88 000, determinado por la ecuación (6).

Dextrán que se obtuvo de Cemifar con un peso molecular de 42 000, determinado por la ecuación (6).

De la misma forma fueron determinados los pesos moleculares del dextrán hidrolizado.

b) Hidrólisis del dextrán.

Para encontrar el tiempo óptimo de hidrólisis se construyeron dos gráficas (fig. II y III) que relacionan el peso molecular del dextrán hidrolizado (M) con el tiempo de hidrólisis (t) y cuyas expresiones lineales son:

Para dextrán de Sigma:

$$\ln (M) = - 0.68 \ln (t) + 10.03 \quad (11)$$

Para dextrán de Cemifar:

$$\ln (M) = - 0.45 \ln (t) + 9.23 \quad (12)$$

donde (t) está expresado en horas.

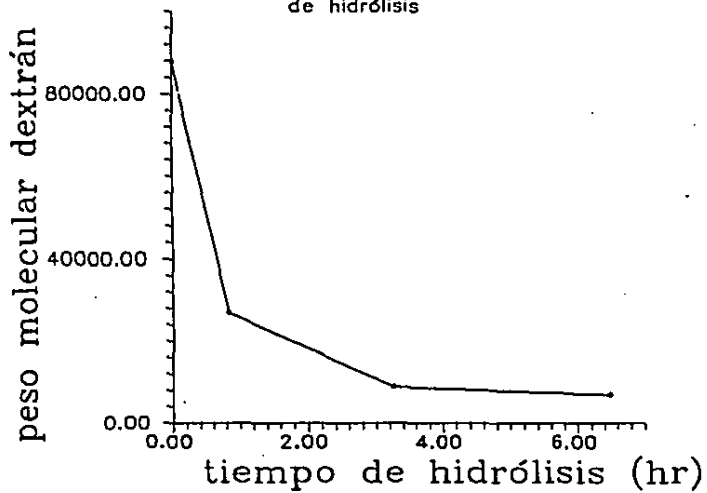
Las condiciones de hidrólisis fueron: disolución acuosa conteniendo el 10% en peso de dextrán y ácido clorhídrico (HCl) en una concentración 0.4M . La hidrólisis se llevó a cabo a 85°C con agitación eficiente y constante, obteniéndose la siguiente relación:

Para dextrán de Sigma

<u>Tiempo de hidrólisis (hr)</u>	<u>Peso Molecular (M)</u>
0.0	88,000 por ec (6)
0.83	27,000 por ec (6)
3.25	9,000 por ec (6)
6.48	7,000 por ec (6)



Fig.II Relación entre el peso molecular del dextrón de sigma hidrolizado y el tiempo de hidrólisis



Para dextrán de Cemifar:

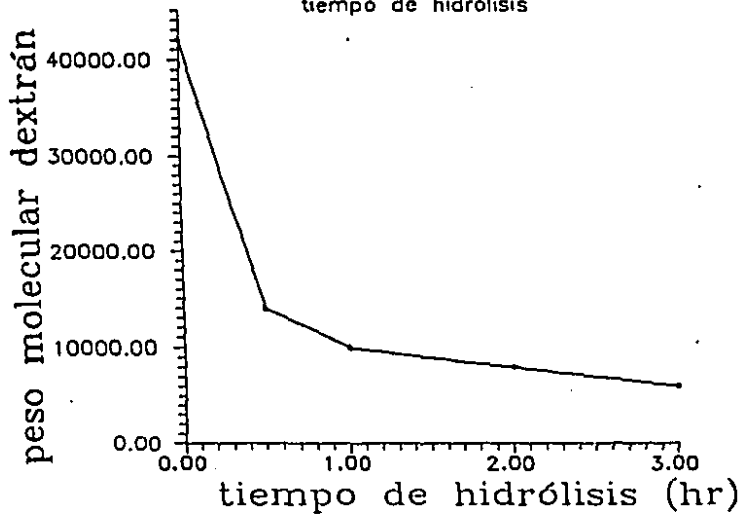
<u>Tiempo de hidrólisis (hr)</u>	<u>Peso molecular (M)</u>
0.0	42 000 por ec (6)
0.5	14 000 por ec (6)
1.0	10 000 por ec (6)
2.0	8 000 por ec (6)
3.0	6 000 por ec (6)

c) Precipitación de dextrán.

Se encontró que el dextrán hidrolizado tiende a volverse parcialmente o totalmente insoluble, por lo que se experimentaron diferentes formas de precipitación hasta encontrar la que da dextrán con mayor solubilidad. Los resultados fueron los siguientes:

<u>Condiciones de precipitación</u>	<u>Solubilidad</u> <u>T amb. / T eb.</u>
Temperatura ambiente, agitación eficiente, agregando rápidamente etanol a la disolu- ción de dextrán.	INSOLUBLE
Temperatura ambiente, agitación eficiente, agregando rápidamente la disolución de dextrán a etanol puro.	INSOLUBLE

Fig.III. Relación entre el peso molecular del dextrán de cemifar hidrolizado y el tiempo de hidrólisis



### CONDICIONES DE PRECIPITACION

Temperatura de 60°C,  
agitación eficiente, agregando  
rápidamente etanol puro a la  
disolución de dextrán.

### SOLUBILIDAD

Insoluble / Par-  
cialmente soluble

Temperatura de 60°C,  
agitación eficiente, agregando  
lentamente etanol puro a la di-  
solución de dextrán.

Parcialmente solu-  
ble / Soluble

Una vez precipitado el dextrán la disolución se decantó lavando el precipitado con etanol al 75%. Posteriormente se dejó secar a temperatura ambiente.

La solubilidad se determinó de la siguiente manera:

Se pesaron de 7 a 8 gramos de dextrán agregándolos en 20 ml de agua destilada a temperatura ambiente. La disolución fue filtrada después de agitarla por 15 min. El dextrán que no se disolvió se secó y pesó nuevamente determinando por diferencia de pesos los gramos de dextrán disueltos en los 20 ml de agua. El mismo procedimiento se realizó con agua a temperatura de ebullición.

Cuando la solubilidad del dextrán fue menor de 0.05 gr/ml se le consideró insoluble.

### 6. Formación del Complejo Hierro-Dextrán.

Se formaron complejos con dextrán de diferentes pesos moleculares ( $14\ 000 \geq PM \geq 6\ 000$ ), encontrándose como adecuado el uso de dextrán de PM entre 8000 y 6000 unidades. Para tener un punto de comparación entre el uso del hidroxidróxido férrico coloidal y el uso directo de una sal férrica en la formación del complejo se probaron los siguientes métodos:

(6-a) A una disolución conteniendo 50% de dextrán y 13% de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), se le agregó cloruro férrico ( $\text{Fe}_2\text{Cl}_3$ ) 2.45M, en una relación de 1.5 mol de fierro por gramo de dextrán. Se mantuvo a temperatura ambiente y con agitación constante y eficiente. Se usó cloruro férrico ( $\text{FeCl}_3$ ) por ser el de mayor contenido de  $\text{Fe}^{3+}$ .

(6-b) A una disolución de cloruro férrico y dextrán en una relación de 3.0 mol de fierro por gramo de dextrán se le agregó una disolución de hidróxido de sodio al 10% hasta alcanzar un pH de 10. En un pH cercano a 3 apareció un precipitado geloso que se disolvió calentando a  $85^\circ\text{C}$  con agitación eficiente por aproximadamente una hora; lo cual provocó la disminución del pH hasta establecerse en un valor de 5.5. Se usó cloruro férrico ( $\text{FeCl}_3$ ) por ser el de mayor contenido de  $\text{Fe}^{3+}$ .

(6-c) A una disolución al 50% de dextrán se le agregó una suspensión de hidróxido férrico ( $\text{FeOOH}$ ), en una relación aproximada de 1.5 mol de fierro por gramo de dextrán. Para disolver el gel se calentó a  $85^\circ\text{C}$  agitando constante y eficientemente por una hora. La disolución resultante se filtró obteniéndose un precipitado que se supone fue hidróxido férrico no complejoado con dextrán.

Los complejos obtenidos fueron analizados de la siguiente manera:

- (6-d) Determinación de dextrán y fierro en el complejo.
- i) Evaporación del agua contenida en 5 ml de complejo calentado a  $70^\circ\text{C}$  hasta sequedad.
  - ii) Oxidación del  $\text{Fe}^{2+}$  a  $\text{Fe}^{3+}$ , con ácido nítrico concentrado ( $\text{HNO}_3$ ) calentando suavemente hasta la desaparición de los humos rojo.

iii) Calcinación del residuo del complejo con la llama al rojo vivo.

iv) Pesar y determinar el fierro total como óxido de fierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

Por diferencia de pesos se conocen las cantidades y concentraciones de dextrans y de fierro en el complejo obteniéndose de esta forma: R = gramos de dextrans por gramo de fierro, F = miligramos de fierro por ml de complejo y, d = densidad del complejo.

(6-e) Determinación de cloruros. Con este fin se desarrolló un método de análisis espectrofotométrico de cloruros usando dextrans de alto peso molecular como estabilizador del coloide de cloruro de plata ( $\text{AgCl}$ ) (7).

La construcción de una curva de calibración se realizó relacionando la concentración de cloruros con la absorbancia registrada a 750 nanómetros (nm) por una suspensión de coloides de cloruro de plata.

Dicha suspensión se formó al agregar ácido clorhídrico de concentración conocida sobre un exceso de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ), contenido a su vez en una disolución de dextrans de PM = 43 000; la cual tenía inicialmente una "siembra" de cristales de cloruro de plata de tamaño determinado que sirvieron de núcleos en la formación de nuevos cristales y aumentaron la estabilidad de la absorbancia frente al tiempo.

Para obtener valores de absorbancia más grandes y más confiables se optó por aumentar el tamaño de los cristales de cloruro de plata con el calentamiento constante de la suspensión, enfriándose antes de hacer la lectura de absorbancia.

Para evitar la descomposición fotoquímica del cloruro de plata y del nitrato de plata las suspensiones que los contenían se mantuvieron protegidas de la luz durante todo el proceso.

Las condiciones experimentales en la determinación de cloruros fueron las siguientes:

- v) Concentración de dextrans como estabilizador de la suspensión =  $8.5 \times 10^{-3}$  g/ml.
- vi) Peso molecular del dextrans usado como estabilizador = 43 000 unidades.
- vii) Concentración de la siembra =  $2 \times 10^{-4}M$   
(como coloide de cloruro de plata estabilizado por dextrans).
- viii) Concentración de nitrato de plata =  $1 \times 10^{-2}M$ .
- ix) Temperatura del baño =  $80^{\circ}C$ .
- x) Tiempo de calentamiento = 15 minutos.
- xi) Longitud de onda en donde se leyó la absorbancia = 150 nm.

Con los datos obtenidos y presentados en la tabla (I) se construyó la curva de calibración (fig. IV) quedando representada por la ecuación:

$$A = 2.07 \times 10^2 [Cl^-] - 4.7 \times 10^{-3} \quad (13)$$

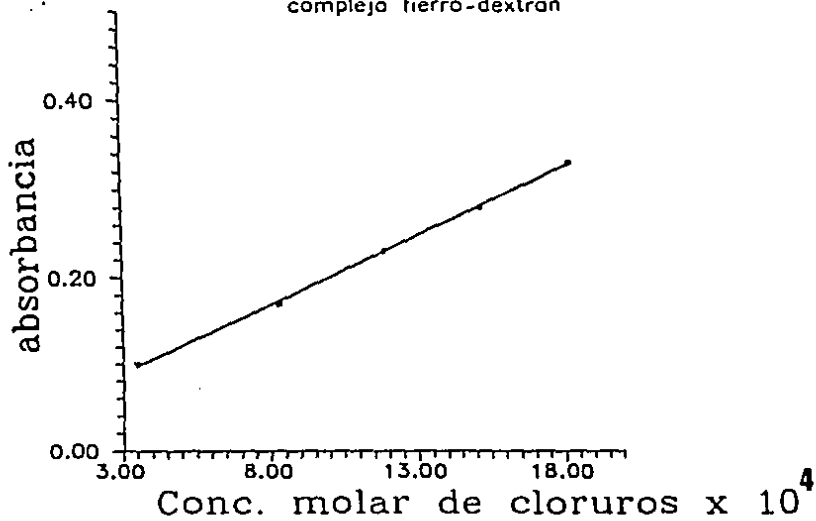
T A B L A I  
DETERMINACION DE CLORUROS

No. estándar	$[Cl^-]M$	A(750nm)
1	$3.5 \times 10^{-4}$	0.10
2	$8.3 \times 10^{-4}$	0.17
3	$11.9 \times 10^{-4}$	0.28
4	$15.2 \times 10^{-4}$	0.33
5	$18.2 \times 10^{-4}$	0.43

$[Cl^-]M$  = concentración molar de cloruros

A(750nm) = Absorbancia registrada a 750nm.

Fig. IV. Curva de calibración para la determinación de cloruros en el complejo hierro-dextrán





La absorbancia del complejo se determinó experimentalmente por el método ya descrito, y se relacionó con la concentración de cloruros por la ec.(13).

#### 7. Eliminación de Cloruros.

(a) Diálisis. Se realizó colocando una cantidad determinada del complejo dentro de un tubo de celofán de dimensiones conocidas. Este a su vez fue colocado dentro de un recipiente con agua destilada, la cual fue cambiada periódicamente. La cantidad de cloruros presentes en el complejo fue determinada en cada cambio de agua por el método descrito en el punto (6-e). La cantidad de cloruros presentes en el agua cambiada (agua de diálisis) se determinó cada vez que se hizo el cambio de agua por el método de Vollhard (4). Conociendo la cantidad de cloruros en el complejo se obtuvo una relación de tiempo, volumen de agua de diálisis y cantidad de cloruros eliminada.

b) Precipitación. Esta se llevó a cabo mediante la adición de etanol sobre el complejo hierro-dextrán en una relación de volumen 1:1. Después de la precipitación del complejo, éste se lavó con una disolución de etanol-agua 1:1 para luego decantar el sobrenadante. Para eliminar la mayor parte de la mezcla de etanol-agua, el complejo se centrifugó hasta separar el precipitado, este último se calentó ligeramente evaporando así el resto del alcohol. Una vez eliminado el alcohol y el agua, el complejo se redisolvió con agua destilada calentando a 80 °C.

La eliminación de cloruros sólo se realizó en el complejo que presentó las mejores características de: Concentración de hierro, pfi, relación de gramos de dextrán por gramo de hierro y cloruros.

#### 8. Prueba de Identificación (8).

A cada uno de los complejos obtenidos se les hicieron las

siguientes pruebas con el fin de confirmar la existencia de un complejo fierro-dextrán.

(a) Aumento del pH con la adición de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) observando el comportamiento del complejo, el cual no debe precipitar si todo el fierro presente se encuentra complejado con el dextrán.

(b) Disminución del pH con la adición de ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) hasta llegar a un valor cercano a 2 con el fin de descomponer el complejo y liberar el fierro.

(c) Aumento del pH. Una vez disociado el complejo por adición de  $\text{H}^+$  (b), el pH se incrementa adicionando base, lo que induce la precipitación de hidróxido férrico.

#### 9. Esterilización.

Una vez obtenido el complejo con las características deseadas, éste fue esterilizado en una autoclave por 30 minutos.

## CAPITULO II

### RESULTADOS Y DISCUSIONES.

En el presente capítulo se encuentran resumidos los resultados y las discusiones de la parte experimental.

Los datos experimentales de cada una de las etapas del proceso de obtención del complejo hierro dextrán son presentadas en forma de tablas.

#### 1. Formación de Algunas Sales Ferrosas a Partir de Hierro Metálico.

Como se muestra en la tabla (II), la chatarra de hierro contiene más impurezas que el alambre de hierro recocido las cuales también son oxidadas, afectando la concentración de hierro final. Por otra parte las impurezas no pueden separarse por filtración causando problemas serios de contaminación en el complejo final por lo que se decidió usar como fuente de hierro, alambre de hierro recocido.

#### 2. Formación de Sales Férricas.

Las condiciones, los rendimientos y las velocidades de cada oxidación de  $Fe^{2+}$  a  $Fe^{3+}$  se encuentran resumidas en la tabla (III), observándose que:

(a) Los tres mejores agentes oxidantes en orden decreciente son: Cloro gas, hipoclorito de sodio y peróxido de hidrógeno.

(b) La oxidación más rápida es la efectuada con hipoclorito de sodio y la más lenta con aire.

T A B L A    II  
OXIDACION DE FIERRO METALICO A Fe(II)

Fuente de hierro:	Alambre recocido		Chatarra	
Oxidante:	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
C(M):	12	5.10	12	5.10
Mol oxi:	0.26	0.13	0.26	0.13
T°C:	60	60	60	60
t min:	60	60	60	60
Mt :	0.15	0.15	0.20	0.15
Mr :	0.10	0.09	0.10	0.05
% oxid :	70	60	50	30

Mol oxi = moles de oxidante

T°C = Temperatura de reacción

t min = tiempo de reacción

C(M) = concentración molar del  
 agente oxidante

% oxid = porcentaje de hierro  
 metálico oxidado

Mt = moles de Fe<sup>+2</sup>  
 teóricos

Mr = moles de Fe<sup>+2</sup>  
 reales

T A B L A    I I I  
OXIDACION DE Fe<sup>+2</sup> A Fe<sup>+3</sup>

Oxidante:	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>		Aire		Cloro gas	NaClO
H <sup>+</sup> :	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	—————	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
CH <sup>+</sup> :	12	5.10	12	5.10	—————	5.2
R :	1.4	0.8	1.2	0.6	—————	1.9
R' :	0.6	0.6	—	—	2**	0.6
T°C :	amb*	amb*	amb	amb	amb	amb
thr :	4	4	96	96	2	0.5
CF2 :	0.33	0.22	0.30	0.23	0.03	0.2
CF3 :	0.86	1.08	0.57	0.66	2.45	1.4
%oxi :	72	83	66	74	99.6	87.5

H<sup>+</sup> = ácido usado en la oxidación

CH<sup>+</sup> = concentración molar de ácido

T° = temperatura de reacción

R = moles de ácido adicionado por un mol de Fe<sup>+2</sup>

R' = moles de oxidante por mol de Fe<sup>+2</sup>

t = tiempo de reacción (hr)

CF2 = concentración molar de Fe<sup>+2</sup>

CF3 = concentración molar de Fe<sup>+3</sup>

%oxi : porcentaje de oxidación

\* reacción exotérmica

\*\* la relación de moles de cloro / moles de Fe<sup>+2</sup> se determinó en base a los moles de cloro producidos en el laboratorio y burbujeados en la solución, los cuales no son forzosamente los necesarios para la oxidación.

También son de importancia las impurezas de las sales férricas obtenidas, encontrando como las más contaminadas las siguientes:

1) La sal que resultó de la oxidación con aire en medio ácido usando carbón activado como catalizador, éste último fue separado por filtración. 2) La sal obtenida de la oxidación con hipoclorito de sodio y ácido sulfúrico presentó un alto contenido de iones cloruro, además de iones sulfato, los cuales están en su mayoría presentes como cloruro de sodio y sulfato de sodio.

En base a estos resultados el hidroxidóxico férrico se preparó a partir de : cloruro férrico obtenido de la oxidación con cloro gas; sulfato férrico obtenido de la oxidación con peróxido de hidrógeno en un medio ácido ( $H_2SO_4$ ) y, la sal férrica obtenida de la oxidación de sulfato ferroso con hipoclorito de sodio en un medio de ácido sulfúrico.

### 3. Formación de hidroxidóxico férrico.

Como se observa en la tabla (IV) las condiciones para la formación de hidroxidóxico férrico son similares en los tres casos; sin embargo la cantidad de fierro en el producto final varía considerablemente lo que demuestra que los hidroxidóxicos obtenidos son diferentes. De esta forma se concluye que cada una de las sales férricas al ser hidrolizadas en medio básico producen una especie de hidroxidóxico férrico el cual se presenta en forma de coloide con densidad y características superficiales específicas. Por esta razón la pérdida de fierro en el proceso de lavado difiere de un producto a otro ya que los coloides menos densos tienen una mayor dificultad de sedimentación comparada con la de los coloides más densos, quedando de ésta manera suspendidos en la disolución decantada. Por otra parte, las características superficiales se reflejan en la formación del complejo con dextrán lo que hace esperar tres comportamientos distintos.

T A B L A    I V  
FORMACION DE HIDROXIDO FERRICO

Sal férrica :	FeCl <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> :Cl*
CFe <sup>+2</sup> :	2.45	2.7	2.0
pH <sub>0</sub> :	1.3	1.7	1.0
pH <sub>f</sub> :	10.3	10.9	9.8
CNaOH :	2.5	2.5	2.5
v <sub>1</sub> /v <sub>2</sub> :	5.1	5.1	5.1
R :	2.5	2.5	3.0
CFe <sup>+3</sup> :	1.4	0.7	0.3

\* se obtuvo a partir de sulfato ferroso en medio de ácido clorhídrico por lo que contiene iones sulfato e iones cloruro.

CFe<sup>+2</sup> = concentración molar de Fe<sup>+2</sup>

CFe<sup>+3</sup> = concentración molar de Fe<sup>+3</sup>

pH<sub>0</sub> = pH inicial

pH<sub>f</sub> = pH final

CNaOH = concentración molar de NaOH

R = mol NaOH por mol de Fe<sup>+3</sup>

v<sub>1</sub>/v<sub>2</sub> = razón de velocidad de adición de NaOH desde pH<sub>0</sub> a pH = 4 (v<sub>1</sub>), y velocidad de adición de NaOH desde pH = 4 a pH<sub>f</sub> (v<sub>2</sub>).

#### 4. Formación del Complejo Hierro-Dextrán .

La formación del complejo hierro-dextrán se hizo de tres formas distintas, los datos y resultados se muestran en la tabla (V).

Como puede observarse en dicha tabla los complejos preparados con hidróxido férrico tuvieron un bajo contenido de hierro, el cual según la prueba de identificación no se encuentra formando un complejo con dextrán, ésto nos hace desechar la posibilidad de formar el complejo hierro-dextrán a partir de hidroxidóxido férrico coloidal, pues al parecer ninguno de los hidroxidóxidos formados tiene la estructura del beta-Fe(OH) esencial para complejarse con dextrán. Otro motivo puede ser el que el hidroxidóxido férrico obtenido tenga un exceso de iones  $\text{OH}^-$  libres adsorbidos sobre la superficie o formando puentes de hidrógeno con la molécula central de hidroxidóxido férrico, la cual queda de esta forma aislada de las moléculas de dextrán. Finalmente existe la posibilidad de que los productos obtenidos sean sólo hidróxidos férricos. Sin embargo, todas estas suposiciones no pueden ser aclaradas sin los análisis estructurales debidos.

Por otra parte los complejos preparados a partir de cloruro férrico tienen un alto contenido de cloruros, lo que implica un mayor gasto para la eliminación de los mismos. El  $\text{pH}$  del complejo #1 resultó ser muy alto por lo que tendrá que modificarse con la adición de algún ácido aumentando así el contenido de sales no deseadas.



T A B L A    V  
FORMACION DEL COMPLEJO FIERRO-DEXTRAN

No.complejo :	1	2	3	4	5
Fe <sup>+3</sup> :	FeCl <sub>3</sub>	FeCl <sub>3</sub>	FeOOHa	FeOOHb	FeOOHc
medio básico :	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaOH	*	*	*
R :	12	6	10	10	10
T°C :	amb	85	95	95	95
pHf :	10.0	5.8	9.1	7.5	8.9
tmin :	30	90	60	60	60
CFe :	30	91	12	10	7
Rf :	1.3	2.1	2.6	3.0	3.8
%Cl <sup>-</sup> :	18.0	11.0	3.2	2.6	2.8
Ident :	+	+	-	-	-

Fe<sup>+3</sup> = fuente de iones Fe<sup>+3</sup>

medio básico = base usada para aumentar el pH

R = gramos de dextrans / gramo de hierro iniciales

T°C = temperatura a la que se disolvió el gel

pHf = pH del complejo final

tmin = tiempo total necesario para la formación y disolución del complejo (min)

CFe = concentración de hierro en el complejo final

Rf = gramos de dextrans / gramos de hierro en el complejo final

%Cl<sup>-</sup> = porcentaje de cloruros en el complejo final

Ident = resultado de la prueba de identificación del complejo final.

FeOOHa = FeOOH obtenido a partir de FeCl<sub>3</sub>

FeOOHb = FeOOH obtenido a partir de Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>

FeOOHc = FeOOH obtenido a partir de Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> en medio de HCl

\* en los complejos 3, 4 y 5 no fue necesario elevar el pH por lo que el segundo renglón está vacío.

---

CARACTERISTICAS DEL COMPLEJO VETERINARIO COMERCIAL

---

pHf :	6
CfFe :	100
Rf :	2.7
%Cl <sup>-</sup> :	1.1
Ident :	+

---

pHf = pH del complejo final

CfFe = concentración de hierro en el complejo final

Rf = relación de dextrán / gramos de hierro en el complejo final.

%Cl<sup>-</sup> = porcentaje de cloruros en el complejo final

Ident = prueba de identificación

Basándose en estos resultados se concluyó que:

1) Los complejos hechos con hidróxido férrico tuvieron la menor cantidad de hierro el cual según la prueba de identificación no se encuentra complejoado con dextrán, con lo que se desechó la posibilidad de formar el complejo hierro-dextrán a partir de hidróxido férrico coloidal. 2) Los complejos formados a partir de cloruro férrico tienen un alto contenido de cloruros lo que implica un gasto extra para su eliminación. 3) El complejo formado con cloruro férrico y carbonato de sodio presenta además un alto pH lo que conduce a un nuevo gasto para su modificación. 4) Todos los complejos obtenidos tuvieron un alto contenido de dextrán sin complejar, el cual bajo el pH y la temperatura que se manejan en los complejos #2, #3, #4 y #5 promueve la caramelización de los

mismos. 5) Según la comparación entre los complejos obtenidos experimentalmente y el comercial usado en veterinaria, el complejo # 2 es el más semejante al complejo comercial, por lo cual fue seleccionado como complejo base con las respectivas modificaciones en los contenidos de dextrán y cloruros.

#### 5. Eliminación de Cloruros.

La eliminación de cloruros se realizó únicamente en el complejo # 2 el cual, según los análisis ya mencionados, resultó ser el mejor.

La tabla (VI) muestra que la eliminación de cloruros es más eficaz por medio de precipitaciones del complejo hierro-dextrán con alcohol etílico. Sin embargo, el costo de este procedimiento puede ser mayor que el de la eliminación de cloruros por diálisis, siendo éste un factor a considerarse en una producción a gran escala. También cabe mencionar que la concentración de cloruros en el complejo comercial es de 0.37M.

T A B L A VI  
ELIMINACIÓN DE CLORUROS

Proceso	$MoCl^-$	No. eliminaciones	$MfCl^-$
Diálisis	3.1	10	1.7
Precipitación	3.1	2	0.043

$MoCl^-$  = concentración inicial de cloruros (mol/l)

$MfCl^-$  = concentración final de cloruros (mol/l)

No. eliminaciones = No. de veces que se realizó el proceso.

De esta forma se obtuvo un complejo hierro-dextrán con las siguientes características:

- (a) pH = 5.7
- (b) Concentración de hierro = 91 mg/ml
- (c) Concentración de cloruros = 0.043M
- (d) Densidad del complejo = 1.14 gr/ml
- (e) Relación gr de dextrán / gr de hierro = 1.1
- (f) Relación gr de dextrán / gr de hierro corregidos = 2.6\*
- (g) Prueba de identificación del complejo hierro-dextran es positiva

\* esta relación se logró variando la relación gramos de dextrán / gr de hierro iniciales (R), encontrando que  $R = 8$  da un valor de  $R_f = 2.6$  sin alterar el resto de las condiciones para formar el complejo.

#### 6. Conclusiones de la Parte Experimental.

Comparando los resultados obtenidos y haciendo una optimización de los mismos el proceso de obtención del complejo hierro-dextrán quedó determinado de la siguiente manera:

1. Obtención de cloruro ferroso a partir de hierro recocido y ácido clorhídrico en una relación de 2.5 moles de ácido por mol de hierro, con una temperatura de reacción de 60°C y un tiempo de agitación de 30 minutos.
2. Oxidación de cloruro ferroso a cloruro férrico por la acción de cloro gas, mediante el burbujeo de éste durante un lapso de 2 horas a una temperatura de reacción igual a la temperatura ambiente. El cloro gas que no reaccione con la disolución de  $Fe^{+2}$  es arrastrado por una corriente de aire y llevado a una disolución de hidróxido de sodio, donde es burbujeadado nuevamente para formar hipoclorito de sodio como subproducto.
3. Formación del complejo hierro-dextrán mediante el aumento del pH de una disolución conteniendo cloruro férrico ( $Fe_2Cl_3$  2.5 M) y

dextrán de peso molecular igual a 6,000, en una relación de 8 kg de dextrán por un kg de fierro. El aumento de pH se realiza por la adición lenta de hidróxido de sodio (NaOH 2.5M), hasta alcanzar un pH de 10, todo esto se realizó a temperatura ambiente y con agitación eficiente. Posteriormente el gel formado se disuelve calentando a 85°C y agitando vigorosamente. La formación del complejo se lleva a cabo durante el calentamiento y se refleja en la disminución del pH de la solución hasta alcanzar un valor cercano a 5.5, siendo el motivo de esta disminución del pH la condensación del hidróxido férrico para formar hidroxioxido férrico con la subsecuente liberación de protones debido a la formación del complejo entre el hidroxioxido férrico y el dextrán.

4. Desalinización del complejo fierro-dextrán por su precipitación con etanol y posteriores lavados del precipitado con una mezcla etanol-agua 1:1.

5. Redisolución del complejo con agua desionizada hasta obtener la concentración deseada (100 mg de fierro/ml de complejo).

## CAPITULO III

### DISEÑO PILOTO

El presente capítulo está enfocado a la determinación de: 1) la capacidad, dimensiones y espesores de un reactor piloto para la producción del complejo hierro-dextrán, 2) las condiciones de temperatura, pH y presión a las que operará dicho reactor y, 3) el material usado en la construcción de este reactor y demás tanques y tuberías involucradas en el proceso. Todo esto basado en los datos experimentales resumidos en el capítulo II.

#### CONSIDERACIONES:

- 1) Determinando una producción de 5,000 frascos conteniendo cada uno 100 ml de complejo hierro-dextrán para uso veterinario con una concentración de 100 mg de hierro por ml de complejo, se tendrá un volumen de producción de 500 lt de complejo equivalentes a 50 kg de hierro.
- 2) El hierro metálico permanecerá dentro del reactor en donde se oxidará a cloruro ferroso. El primero se mantendrá siempre en exceso respecto a la solución que se maneje en dicho reactor. Esto con el fin de tener mayor área de contacto entre el líquido y el sólido que van a reaccionar y, para que la cantidad de hierro almacenada en el reactor sea suficiente para la producción de un gran número de lotes.
- 3) El proceso de oxidación de  $Fe^{2+}$  a  $Fe^{3+}$  y subsiguiente formación del complejo hierro-dextrán involucra cambios drásticos de pH, aumento de temperatura y uso de sustancias corrosivas, factores que complican la construcción del reactor en donde se efecturán dichas operaciones. Debido a que reactores que operan bajo tales condiciones no son construidos en el país se consideró apropiado

desarrollar el diseño estructural de dicho reactor como complemento ingenieril de este trabajo de tesis.

4) La selección del material para tuberías, tanques, reactores y accesorios se hizo en base a los productos y condiciones que se manejan, a la resistencia de los materiales bajo dichas condiciones y a sus costos, teniendo así que: El manejo de ácidos y soluciones muy corrosivas con pH menor de 3 y un rango de temperatura de 20° a 100°C bajo presión atmosférica, se hará en fibra de vidrio reforzada con polipropileno. El manejo de soluciones ácidas altamente corrosivas en un rango de temperatura de 20°C a 100°C y trabajando bajo presión mayor de la atmosférica, se hará en acero al carbón vidriado. El manejo de disoluciones altamente alcalinas en un rango de temperatura de 20° a 100°C con problemas de contaminación se hará en acero inoxidable (Aisi-316). El manejo de disoluciones no corrosivas sin problemas de contaminación en un rango de temperatura de 20° a 100°C se hará en acero al carbón.

La tabla (VII) en la página # 43, contiene algunas especificaciones de los tanques dentro del proceso de producción del complejo hierro-dextrán.

La fig.(V) en la página # 44, representa el diagrama de flujo del proceso de producción de dicho complejo, cuyo desarrollo es el siguiente:

1) Oxidación del fierro metálico a cloruro ferroso llevada a cabo en el reactor No. 2. Dicho reactor almacena alambre de fierro recocido que reacciona con ácido clorhídrico formando  $\text{FeCl}_2$ . La disolución de ácido y cloruro ferroso es calentada y recirculada continuamente, de ésta se toman muestras a diferentes intervalos de tiempo y una vez alcanzada la concentración de  $\text{Fe}^{+2}$  deseada la disolución se pasa al reactor No. 3. El alambre de fierro sin reaccionar se lava con una cantidad determinada de agua destilada. La disolución del lavado se lleva al reactor No. 3.

2) Oxidación de cloruro ferroso a cloruro férrico llevada a cabo en el reactor No. 3. La disolución de cloruro ferroso se oxida por la acción del cloro gas que es burbujeado con un flujo fijo y controlado desde el tanque No. 4. El avance de la reacción se sigue por medio de la determinación de  $Fe^{+2}$  presente en la disolución. La reacción de oxidación se da por terminada al oxidarse como mínimo el 99.5% de  $Fe^{+2}$ . El cloro que no reacciona es conducido por una corriente de aire a un tanque conteniendo hidróxido de sodio al 4%, en donde es burbujeado nuevamente formando hipoclorito de sodio.

3) La formación del complejo hierro-dextrán se lleva a cabo en el reactor No.3. Una vez obtenido el cloruro férrico se adiciona una disolución de dextrán al 50%, guardando una relación de 13 gramos de dextrán por gramo de hierro. Con un control preciso del pH y una agitación eficiente, se agrega una disolución de hidróxido de sodio al 4%; esta adición se hace a una velocidad determinada por la variación del pH. Una vez alcanzado un pH de 10 se deja de adicionar hidróxido de sodio y se prosigue a calentar el complejo a 85°C con agitación eficiente hasta obtener un pH aproximado de 5.5.

4) La disolución de dextrán al 50% se hace en el tanque de mezclado No. 5. La disolución del dextrán en agua destilada se lleva a cabo calentando a 80°C y agitando vigorosamente.

5) La disolución de hidróxido de sodio al 4% se lleva a cabo en el tanque de mezclado No. 6. En este tanque se mezclan con agitación eficiente agua destilada e hidróxido de sodio al 4% hasta diluirlo al 4%.

6) La desalinización del complejo hierro-dextrán se realiza en el tanque No. 8. El complejo obtenido en el tanque No. 3 es trasladado al tanque de desalinización No. 8, en donde es precipitado por la adición de etanol. Una vez sedimentado el complejo, la disolución sobrenadante se saca del tanque a través de una salida lateral inferior. El precipitado es disuelto nuevamente



con agua bidestilada llevándolo a la concentración de hierro requerida.

La tabla (VIII) en la página # 45, contiene las características del reactor No. 3 destinado a la oxidación de  $Fe^{+2}$  a  $Fe^{+3}$  y a la subsecuente formación del complejo hierro-dextrán.

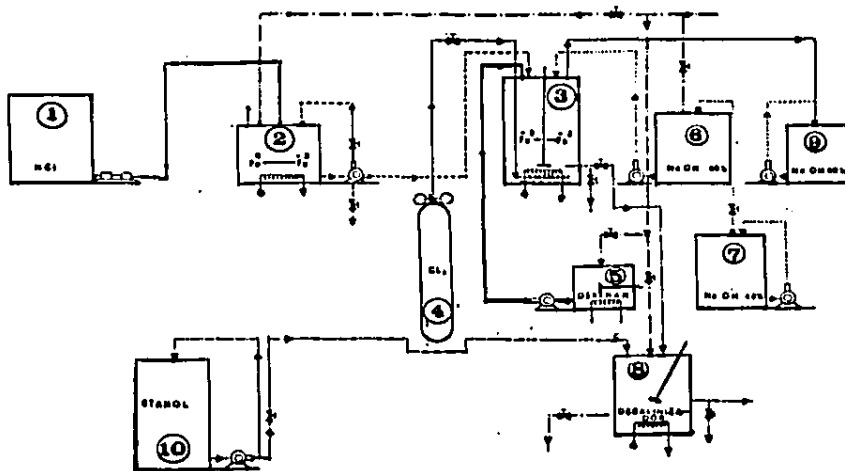
Las figs. VI y VII en las páginas #48 y #54 respectivamente, muestran algunos detalles del reactor #3 como accesorios, dimensiones y espesores.

T A B L A VII  
**ESPECIFICACIONES DE TANQUES**

No. tanque	Tipo	Función	Material
1	tanque	almacenamiento (HCl)	F.R.P.
2	reactor	oxidación $Fe^0$ a $Fe^{+2}$	F.R.P.
3	reactor	oxidación $Fe^{+2}$ a $Fe^{+3}$ y comple jo con dextrán	acero vidriado
4	cilindro a presión	almacenamiento de cloro gas	acero inox
5	tanque de mezclado	disolución de dextrán	acero al carbón
6	tanque de mezclado	disolución de NaOH	acero al carbón
7	tanque	almacenamiento de NaOH al 49%	F.R.P.
8	tanque de mezclado	eliminación de cloruros	acero inox
9	tanque	almacenamiento de NaOH al 49%	F.R.P.
10	tanque	almacenamiento de etanol	acero al carbón

F. R. P. = fibra de vidrio reforzada con polipropileno  
 Todos los tanques de almacenamiento y mezclado así como el reactor  
 No. 2 trabajan bajo presión atmosférica.

Fig. V Diagrama de Flujo del Proceso de Producción de Obtención del Complejo Hierro-Dextrán.



T A B L A    V I I I  
E S P E C I F I C A C I O N E S   D E L   R E A C T O R   N O .   3

---

FUNCIÓN: REACTOR DE MEZCLA.

MATERIAL DE CONSTRUCCIÓN: ACERO VIDRIADO (GLASTEEL 315).

ACERO AL CARBÓN SA-285 GRADO "B" (CUERPO) Y GRADO "C"  
(TAPA). ESPECIFICACIONES SEGUN ASTM.

METODO DE FABRICACION: HOJA ENROLLADA Y SOLDADA

GEOMETRIA: CILINDRICO

ESPECIFICACION: REACTOR SUJETO A BAJA PRESION INTERNA  
Y CALENTAMIENTO CON SERPENTIN INTERNO.

METODO DE ENSAMBLE: SOLDADURA POR FUSION

LOCALIZACION EN EL ESPACIO: VERTICAL

PROCESO: SEMICARGA

SEGUN DISEÑO PARA TANQUES A BAJA PRESION CON CALENTAMIENTO. CODIGO  
ASME SECCION VIII DIVISION

CAPACIDAD: 1 m<sup>3</sup>

ACCESORIOS: SEÑALADOS EN LA FIG. VI (PAG. 47).

- (a) AGITADOR DE HELICE. MATERIAL: TEFLON
- (b) TUBERIA CONDUCTORA DE CLORO GAS. MATERIAL: VIDRIO.
- (c) BOMBA. MATERIAL: OXIDO DE POLIFENILO
- (d) TERMOMETRO
- (e) BARMETRO
- (f) SERPENTIN. CALENTAMIENTO POR MEDIO DE  
LA CIRCULACION DE AGUA A 90°C. MATERIAL:  
HASTELLOY D, HASTELLOY C, CHLORIMET 3 O  
VIDRIO PYREX.
- (g) TUBERIA CONDUCTORA DEL CLORO NO REACCIONADO.  
MATERIAL: POLICLORO-TRIFLUOROETILENO (CTFE) O  
CLORURO DE POLI-VINILO (PVC - 150).
- (h) TUBERIA CONDUCTORA DE DEXTRAN, HIDROXIDO DE SODIO Y

COMPLEJO FIERRO-DEXTRAN. MATERIAL: CLORURO DE  
POLI-VINILO (PVC-150).

FRESION DE DISEÑO: 2.6 atm ( 37.6 lb/in<sup>2</sup>).

TEMPERATURA DE DISEÑO: 90°C (194°F)

ESPESOR DE LA PARED DEL CUERPO: 4.0 mm

MATERIAL DE CONSTRUCCION DEL CUERPO: ACERO AL CARBON  
SA-285 GRADO:"B"

ESPESOR DE LA PARED DE LA CABEZA: 5.0 mm

MATERIAL DE CONSTRUCCION DE LAS CABEZAS: ACERO AL CARBON SA-285  
GRADO: "C"

DISEÑO DE CABEZA: SEMIELIPTICA

ESPECIFICACIONES DEL MATERIAL SEGUN CODIGO ASTM

ACERO AL CARBON COD. SA-285 GRADOS:

GRADO	$\sigma_t$ (lb/in <sup>2</sup> )	$\sigma_{max}$ (lb/in <sup>2</sup> )	T°F
A	45,000	11,500	-20 a 650
B	50,000	12,500	-20 a 650
C	55,000	13,750	-20 a 650

$\sigma_t$  = mínimo esfuerzo tensional

$\sigma_{max}$  = máximo esfuerzo permitido a la tensión

T°F = temperatura de trabajo (°F)

ESPECIFICACIONES 2

	$\sigma_y$ (lb/in <sup>2</sup> )	E200	E50
A	24,000	27	30
B	27,000	25	28
C	30,000	-	-

$\sigma_y$  = mínimo esfuerzo al vencimiento

E200 = elongación en 200mm

E50 = elongación en 50 mm

ESPECIFICACIONES 3

	%C	%Mn*	%Cu	%P	%S
A	0.17	0.90	0.25	0.035	0.040
B	0.22	0.90	0.25	0.035	0.040
C	0.28	0.90	0.25	0.035	0.040

%C = máximo contenido de carbón

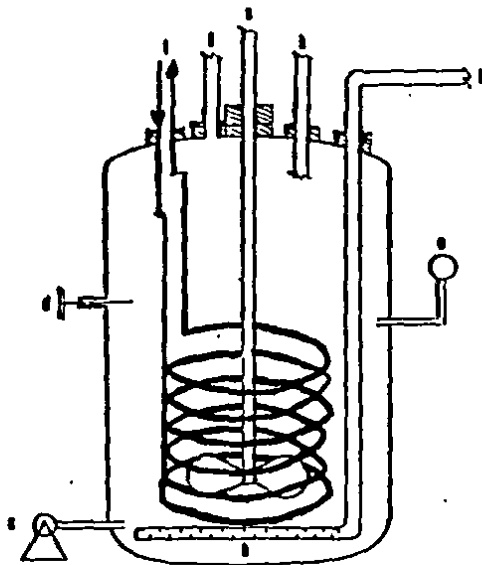
%Mn\* = máximo contenido de manganeso determinado por análisis en caliente

%Cu = máximo contenido de cobre

%P = máximo contenido de fósforo

%S = máximo contenido de azufre

Fig. VI Diagrama del Reactor No. 3 para la oxidación del  $\text{Fe}^{+2}$  a  $\text{Fe}^{+3}$  y la subsecuente formación del complejo .



## DISEÑO ESTRUCTURAL DEL REACTOR

Las dimensiones del reactor se determinaron de la siguiente manera:

Para la altura H del reactor se usó la ecuación:

$$H_{opt} = [V/\pi(S_2/S_1)^2]^{1/3} \quad (3.1)$$

$$D_{opt} = 2 \times [V/\pi(S_1/S_2)^2]^{1/3} \quad (3.2)$$

donde:  $H_{opt}$  = altura óptima del tanque (m)

$D_{opt}$  = diámetro óptimo del tanque (m)

V = capacidad del tanque ( $m^3$ )

$S_2$  = suma de los espesores de la cabeza y del fondo (mm).

$S_1$  = espesor del cuerpo (mm).

y según Azbel(9) para un volumen máximo de  $1000 m^3$  se puede suponer que el reactor tiene espesor constante, es decir  $S_2 = 2S_1$ , por lo que:

$$H_{opt} = (4V/\pi)^{1/3} \quad (3.3)$$

$$D_{opt} = 2 \times (V/4\pi)^{1/3} \quad (3.4)$$

sustituyendo V encontramos:  $H = 1.084 m$  y  $D_{opt} = d$ ,

$d = 0.860 m$ , lo que nos da una relación de esbeltez  $H/d = 1.25$ .

La presión de diseño se determinó por la ecuación:

$$P = 2(P_t + P_h) \quad (3.5)$$

donde: P = presión de diseño ( $lb/in^2$ )

$P_t$  = presión de trabajo ( $lb/in^2$ )

$P_h$  = presión hidrostática ( $lb/in^2$ )

y 2 es el factor de seguridad determinado para tanques sujetos a bajas presiones.

La presión de trabajo fue determinada tomando en cuenta que el reactor contará con una salida a un tanque conteniendo hidróxido de sodio, el cual a su vez estará abierto a la atmósfera. Esta salida permanecerá siempre abierta por lo que la presión de trabajo se



verá directamente afectada por la presión ejercida en el tanque conteniendo hidróxido de sodio.

Bajo esta consideración tenemos que:

$$P_t = P_{atm} + P_e \quad (3.6)$$

donde:  $P_{atm}$  = presión atmosférica (lb/in<sup>2</sup>)

$P_e$  = presión hidrostática ejercida por la disolución de hidróxido de sodio (lb/in<sup>2</sup>)

Por otra parte la presión hidrostática dentro del reactor será la presión ejercida por el complejo y fue calculada según la ecuación:

$$P_h = 1.4696 (d' \times H) \quad (3.7)$$

donde:  $P_h$  = presión hidrostática (lb/in<sup>2</sup>)

$d'$  = densidad del complejo ( 1.14 kg/dm<sup>3</sup>)

$H$  = altura de la columna del líquido dentro del reactor (1.083 m)

1.496 = factor de conversión

$P_e$  se determinó usando la ecuación (3.7) y los siguientes valores:  $d' = 1.53 \text{ kg/dm}^2$  (para NaOH al 50%) y  $H = 0.50 \text{ m}$ .

Sustituyendo los valores correspondientes en las ecuaciones (3.5), (3.6) y (3.7) encontramos que:

$$P_t = 15.87 \text{ lb/in}^2 \quad (1.08 \text{ kg/cm}^2)$$

$$P_e = 1.12 \text{ lb/in}^2 \quad (0.08 \text{ kg/cm}^2)$$

$$P_h = 1.82 \text{ lb/in}^2 \quad (0.12 \text{ kg/cm}^2)$$

$$P = 37.6 \text{ lb/in}^2 \quad (2.56 \text{ kg/cm}^2)$$

La temperatura de diseño se determinó de acuerdo a la temperatura del fluido dentro del recipiente y a las condiciones de calentamiento, teniendo que para aparatos que están en contacto con corrientes calientes la temperatura de diseño es igual a la temperatura del fluido. Por lo tanto  $T_d = 90^\circ\text{C}$  ( $194^\circ\text{F}$ ), valor que incluye 5° más como margen de seguridad.

La superficie del cuerpo del tanque sujeta a presión es:

$$A = \pi D_{opt} H_{opt} \quad (3.8)$$

donde:  $D_{opt}$  = diámetro óptimo del tanque (m)

$H_{opt}$  = altura óptima del tanque (m)

Sustituyendo cada uno de los valores tenemos que:  $A = 2.926 \text{ m}^2$

La superficie de las cabezas sujetas a presión (para tapas semielípticas) es:

$$A' = 2 \pi/4 (D^2 + 4 h'^2) \quad (3.9)$$

donde:  $h'$  = altura de la cabeza (0.20)

Sustituyendo los valores correspondientes encontramos que  $A' = 1.348 \text{ m}^2$

La superficie total sujeta a presión es determinada como la suma de la superficies del cuerpo y de la cabeza sujetas a presión. Teniendo entonces que:  $A_t = 4.274 \text{ m}^2$ .

El espesor del cuerpo del tanque sujeto a presión fue determinado de acuerdo a la ecuación (3.10) (10):

$$t = \left\{ d P / \left[ (2 \times \sigma_{max} \times \phi) - P \right] \right\} + C$$

donde:  $d$  = diámetro del tanque (0.86 m)

$P$  = presión de diseño (37.6 lb/in<sup>2</sup>)

$\sigma_{max}$  = máximo esfuerzo permitido para acero al carbón SA-285 grado B (12,500 lb/in<sup>2</sup>).

$\phi$  = factor de eficiencia de las juntas (0.7 para juntas con soldadura simple usando soldadura manual de arco)

$C$  = factor de tolerancia por corrosión y tolerancia negativa del espesor de la cubierta ( $2 \times 10^{-3}$  m) (9).

Sustituyendo los valores correspondientes en la ecuación (3.10) encontramos que:  $t = 3.8 \times 10^{-3}$  m, por lo cual tomamos un espesor para la pared del tanque de 4 mm.

Dicho espesor deberá soportar la prueba de estrés de acuerdo a la prueba de presión hidrostática y a la siguiente fórmula (9):

$$\sigma = [d + (t - C)]P' / 2(t - C) \phi \leq y/1.2 \quad (3.11)$$

donde:  $d$  = diámetro del tanque (0.86 m).

t = espesor de la pared del tanque ( $4 \times 10^{-3}$  m)

C = factor de tolerancia ( $2 \times 10^{-3}$  m)

P' = presión de diseño de prueba (lb/in<sup>2</sup>)

$\sigma_y$  = mínimo esfuerzo al vencimiento (12,500 lb/in<sup>2</sup>) para  
acero al carbón SA-285 grado B

La presión de diseño de prueba se determinó como:

$$P' = Ph' + Ph \quad (3.12)$$

donde: Ph' = presión de prueba hidrostática determinada según  
código ASME como (11): 1.5 presión de diseño  
(56.4 lb/in<sup>2</sup>)

Ph = presión hidrostática ejercida por el  
complejo (1.82 lb/in<sup>2</sup>)

Con la sustitución de los valores correspondientes obtenemos:

$$\sigma = 17,923 \text{ lb/in}^2 \leq 22,500 \text{ lb/in}^2$$

El espesor determinado (t = 4 mm) cumple con la anterior  
condición de prueba por lo que se considera adecuado bajo las  
condiciones de presión de diseño, temperatura de diseño y material  
seleccionado para la construcción del cuerpo del reactor.

El espesor para la pared de las tapas inferior y superior, se  
determinó según el código ASME para tapas semielípticas por la  
ecuación (3.13) (10):

$$t' = \left( \left[ \frac{d P}{(3.8K \sigma_{\max} \phi - P)} \right] \left[ \frac{d}{2 h'} \right] \right) + C$$

donde: K = coeficiente adimensional

$\sigma_{\max}$  = máximo esfuerzo permitido para acero al carbón SA-285  
grado C (13,750 lb/in<sup>2</sup>)

h' = altura del domo de la cabeza (0.2d)

$\phi$  = factor de eficiencia de las juntas (0.7)

El valor de K se encontró con la fórmula;

$$K = 1 - \frac{d_o}{d}$$

donde:  $d_o$  = mayor diámetro de las salidas localizadas en las  
cabezas y d = diámetro del tanque. La relación  $d_o/d$  se fijó como  
0.25 obteniendo un valor de K = 0.75.

Los valores de presión de diseño (P), factor de tolerancia (C) y factor de eficiencia de las juntas ( $\phi$ ) son tomados del diseño del cuerpo del tanque.

Sustituyendo cada uno de los valores encontramos que:

$t' = 4.9 \times 10^{-3}$  m. Con lo que asignamos un espesor para la pared de la cabeza de 5 mm.

El estrés en la cabeza del recipiente bajo la prueba de presión hidrostática se calcula usando la ecuación (3.13) (9):

$$\sigma = [d^2 + 2h'(t - C)]P' / 7.6 K \phi h'(t-C) \leq \sigma_y/1.2$$

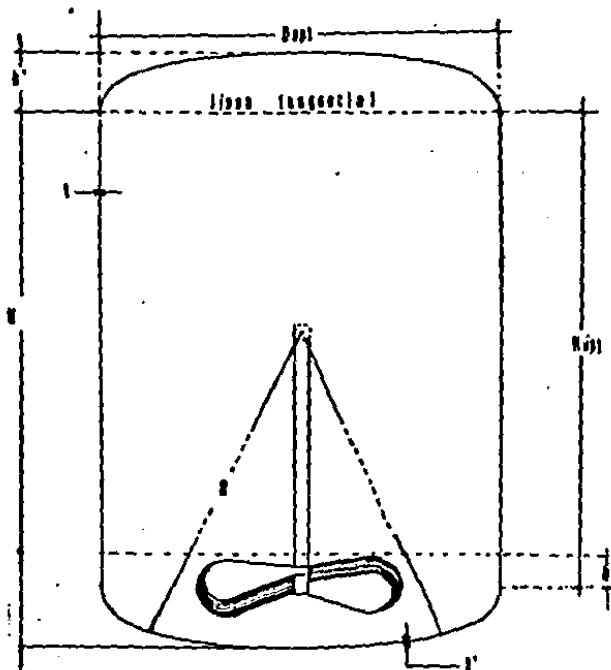
Con la sustitución de los valores en la ecuación (3.13), los cuales son conocidos y fueron dados anteriormente, se encontró que:

$$\sigma = 20,943 \text{ lb/in}^2 \leq 25,000$$

El espesor de la pared de la cabeza ( $t' = 5$  mm) cumple con la anterior condición referente a la prueba de presión hidrostática, por lo que se supone es adecuado para trabajar bajo las condiciones de presión de diseño, temperatura de diseño y material seleccionado para la construcción de las tapas.

Los valores de los espesores calculados deben ajustarse a los valores existentes comercialmente. Esto se logra usando el valor comercial mayor o igual al obtenido teóricamente. El mínimo espesor para placas de acero al carbón dado por Altos Hornos<sup>S</sup> de México (12) es de 6.3 mm con una altura mínima de 20.32 cm y una altura máxima de 25.4 cm. Con base en lo anteriormente expuesto, las tapas y el cuerpo del reactor deberán ser construidos utilizando acero al carbón de 6.3 mm de espesor.

Fig. VII Diagrama del reactor No. 3 mostrando sus dimensiones y espesores.



## CAPITULO IV

### CONCLUSION

En base a los experimentos realizados y a los resultados que de ellos se obtuvieron se propone como método de obtención del complejo Fierro-Dextrán: La neutralización de una disolución de  $\text{FeCl}_3$  y dextrán, en una relación de 13 gramos de dextrán por gramo de fierro, mediante la adición de una disolución de NaOH al 4%. La relación molar entre NaOH y  $\text{Fe}^{+3}$  es de 2.6 con un aumento de el pH de la disolución de un valor de 2 a un valor de 10. Posteriormente se recomienda el calentamiento del complejo a  $85^\circ\text{C}$  con agitación vigorosa hasta disminuir el pH a 5.5. El cloruro férrico se obtiene mediante la oxidación de alambre de fierro recocido con HCl concentrado y la subsecuente oxidación del cloruro ferroso con cloro gas.

También se propone la construcción de un reactor piloto para la realización de pruebas a pequeña escala que den información sobre la factibilidad del método de obtención del complejo propuesto anteriormente. Con este fin se sugieren las bases y consideraciones ingenieriles resumidas en el capítulo III.

## REFERENCIAS

- ( 1 ) Cox J.S.G., King R.E., Reynolds G.F., (1965).  
Nature, Lond., 207, 1202-1203.
- ( 2 ) Cox J.S.G., Fitzmaurice C., Moss G.F., and Ricketts C.R.,  
(1965), Nature, Lond., Pharmac, 1972, 24, 513-517.
- ( 3 ) Cotton F.a., Wilkinson G., Química Inorgánica Básica  
(Química del Hierro).
- ( 4 ) John G. Dick, (1979). Química Analítica, México D.F., Ed.  
El Manual Moderno S.A.
- ( 5 ) British Pharmacopeia, (1968), Lond. Inglaterra, 298-301.
- ( 6 ) Polymer Handbook, 2da. Edición, John Wiley & Sons. N.Y.,  
IV-33.
- ( 7 ) Revista de La Sociedad Química de México, (1986), art. No.  
154
- ( 8 ) Handbook of Analytical Chemistry, 1a. Edición, Louis  
Meites, Mc. Graw Hill.
- ( 9 ) David S. Azbel, Nicholas P. Chermisinof, (1982), Chemical  
and Process Equipment Design, Vessel Design and Selection,  
E.U.A., Ann Arbor Science
- ( 10 ) Código ASME, Sección VII, División 1, 1977, Diseño para  
tanques a presión con calentamiento.
- ( 11 ) Código ASME, Par. UG-21' y UG 98, Par. UA-60(b).
- ( 12 ) Altos Hornos de México, Compendio del Manual AHMSA para  
Ingenieros, (1971), México.

## BIBLIOGRAFIA

- ( 1 ) Ayres Gilbert H., *Análisis Químico Cuantitativo*, 1958, Segunda Edición, Harper & Row, Nueva York.
- ( 2 ) Cotton F. Albert & Wilkinson Geoffrey, *Advanced Inorganic Chemistry*, 1980, Fourth Edition, John Wiley & Sons, New York.
- ( 3 ) Morrison Robert T. & Boyd Robert N., *Química Orgánica*, 1976, Tercera Edición, Allyn and Bacon, Inc., Boston.
- ( 4 ) Skoog Douglas A., *Principes of Instrumental Analysis*, 1985, Third Edition, Saunders College Publishing, Philadelphia.
- ( 5 ) Skoog Douglas A. & West Donald M., *Analytical Chemistry*, 1979, Tercera Edición, Holt Rinehart Winston, New York.
- ( 6 ) Rose L. M., *Chemical Reactor Design In Practice*, 1981, Elsevier Scientific Publishing Co.
- ( 7 ) Coulson J.M., Richardson J.F. and Sinnott R.K., *Chemical Engineering Vol. 6*, Third Edition, Pergamonpress.
- ( 8 ) Evans L.S., *Chemical and Process Plant*, 1983, Second Edition, Hutchinson Publishing Group.