



34
2ej.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

"ALTERNATIVA TECNOLÓGICA PARA LA
PRODUCCIÓN DE SULFATO DE BARIO
GRADO RADIOLOGICO"

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

Q U I M I C O

P R E S E N T A :

ELIZABETH

NEBLINA

RAMIREZ



MEXICO, D. F.

1992

FALLA DE ORIGEN



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.

INDICE

I. INTRODUCCION 2
II. GENERALIDADES 3
III. MATERIALES Y METODOS 16
IV. PARTE EXPERIMENTAL 40
V. RESULTADOS 44
VI. DISCUSION 54
VII. CONCLUSIONES 56
VIII. BIBLIOGRAFIA 57

CAPITULO I

INTRODUCCION

Considerando que México desde 1958 es una de las fuentes más importantes de barita y con objeto de impedir la importación de sulfato de bario grado radiológico, el presente trabajo esta enfocado a la búsqueda de un método que económicamente sea rentable y así suplir la importación.

Los problemas técnicos fundamentales a resolver en este trabajo son la reducción del tamaño de partícula de la barita escogida como materia prima que es de 20 a 25 micras, a un tamaño de 7 a 8 micras y obtener una pureza química dentro de las especificaciones necesarias para el sulfato de bario grado radiológico.

Actualmente el valor del sulfato de bario grado radiológico oscila entre 20 y 22 Dlls por Kg. (1)

El valor del sulfato de bario natural oscila entre los 0.18 y 0.20 Dlls por Kg en el yacimiento. (1)

CAPITULO II

GENERALIDADES

La importancia del descubrimiento de los rayos X por W. Roentgen en 1895, trajo como consecuencia, el empleo de sustancias usadas como medio de contraste.

La absorción de los rayos por un elemento dado, es función - del número atómico que le corresponda. Este está expresado por la Ley de Bragg y Pierce. (22)

$$r = K N^4 L^3$$

r = absorción

K = constante (entre ciertos límites)

N = No. atómico del elemento absorbente

L = longitud de onda de la radiación utilizada

Esta absorción es constante, no importando el estado físico - del elemento y es independiente de su enlace en una molécula.

La capacidad de absorción del material empleado para los rayos X, depende del número atómico, es por esta razón que el bario (No. atómico = 56) en forma de sulfato es usado como material absorbente en el estudio del tracto gastrointestinal. (6)

El sulfato de bario fue introducido en 1910 como medio de - contraste, antes fueron usadas sales insolubles de bismuto, hoy - en día, en la medicina moderna, el sulfato de bario ha reemplazado a estas sales debido a que no se absorbe en el tracto intestinal.

La barita, mineral considerado como no metálico, está constituido principalmente de sulfato de bario y una serie de impurezas. (9)

GEOLOGIA DE LA BARITA

Los depósitos de barita están distribuidos extensamente en tierras cercanas a rocas sedimentarias, ígneas y metamórficas. Los depósitos pueden ser clasificados dentro de tres tipos principales

- a) vetas y bolsas
- b) estratos o lechos
- c) depósitos residuales

Los depósitos de vetas son aquéllos en los cuales la barita y minerales contaminantes están distribuidos a lo largo de las fallas, pueden estar también en hundimientos y estructuras hundidas en piedra caliza. Las vetas y las bolsas son generalmente duras y de color blanco o gris, tienen como contaminantes: fluorita, calcita, limonita, dolomita, cuarzo y algunos minerales de azufre, pero principalmente pirita, calcopirita, galena, etc., también se encuentran trazas de oro, plata y tierras raras.

Los depósitos en los estratos o lechos son aquéllos en los cuales la barita está restringida a ciertos lechos, o en una serie de lechos en rocas sedimentarias, los depósitos de este tipo contienen barita granulada, masiva o en cristales abundantes y en menas de barita con cuarzo, calcita, dolomita, sederita, estroncionita y witerita; la pirita y los óxidos secundarios de hierro son

contaminantes comunes. Los lechos ricos en barita son de forma lenticular que pueden aflorar abruptamente o disminuir gradualmente.

Los depósitos residuales se encuentran en materiales no consolidados que se forman con el desgaste de depósitos ya existentes; la mayoría de color blanco, la barita también puede ser translúcida u opaca, menos común es en forma de cristales subedrales o anedrales. También puede contener impurezas como cuarzo y fragmentos de rocas matizadas de rojo o café. (13)

CARACTERISTICAS FISICAS Y QUIMICAS

La barita, también llamada "Tiff", "Cow" o Espato pesado, cristaliza en sistemas: ortorómbico o monoclinico, tubulares o prismáticos, en forma fibrosa, hojosa, o granulada con las siguientes características:

COLOR: Blanco y varía según las impurezas que contenga, siendo de gris, rojo, rosa, amarillo, café, negro, verde, azul, transparente u opaca.

RAYADURA: Blanca y tiene lustre vitreo o perlado.

HENDIDURA: Dos perfectos ángulos y un tercero distinto.

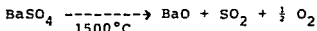
DUREZA: Según la escala de Mohs es de 2.5 a 3.5.

INDICE DE REFRACCION: 1.636 a 1.648.

PESO ESPECIFICO: De 4.5 pero por impurezas presenta variaciones entre 4.3 a 4.6 g/cm³.

PUNTO DE FUSION: Es infusible, tiene gran estabilidad al ca -

lor, a 1500°C se descompone según la siguiente reacción;



Pasa de la variedad rómbica a la monoclinica.

SOLUBILIDAD EN AGUA: A 18°C de 0.00023 y a 100°C de 0.00039.

COMPOSICION QUIMICA

Tomando como base una barita de 100% de pureza se tiene:

BaO 65.7%

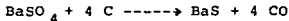
SO₃ 34.3%

Aunque generalmente contiene pequeñas impurezas, entre las que se encuentran sílice y silicatos, celestina, óxidos de fierro, caliza y dolomitas principalmente y de acuerdo con las cantidades y tipo de impurezas es el uso y tratamiento que tienen.

Es practicamente insoluble en agua, por lo que el producto es usado en la industria como material de carga; los coeficientes de solubilidad son: a 18°C de 0.00023 y a 100°C de 0.00039.

Producto de solubilidad: 1.1×10^{-10} .

No es atacado por ácidos diluïdos, es reducido a sulfuro por el carbón según la reacción:



Con ácido sulfúrico 1:1 se forma el sulfato ácido $\text{Ba}(\text{HSO}_4)_2$ que es moderadamente soluble en agua.

Forma cristales mixtos con permanganato de potasio.

Se descompone en cierta proporción cuando es fundido con carbonato de sodio en exceso (Na_2CO_3).

El color a la flama, es verde. (19)

USOS

Las especificaciones dependen del uso al que se destine, aunque se coincide en no aceptar materiales con menos de 92% de pureza, así como un peso específico menor de 4.2. siendo también indispensable un control estricto de la granulometría sobre todo en la industria de pinturas entre otras.

Especificaciones particulares de algunas industrias:

1.- En la perforación de pozos petroleros, siendo su función la de elevar la densidad de los lodos.

2.- En la fabricación de vidrio y artículos de moldeo.

3.- Para los pisos asfálticos.

4.- La construcción de reactores nucleares, siendo su función como adsorbente de radiación.

5.- En los artículos de cuero, textiles, papel, artículos de asbesto, linoleum, hule encerado; siendo su función la de carga.

6.- En la fabricación de pinturas, papel para dibujo, papel - tapiz, cartón, etc.

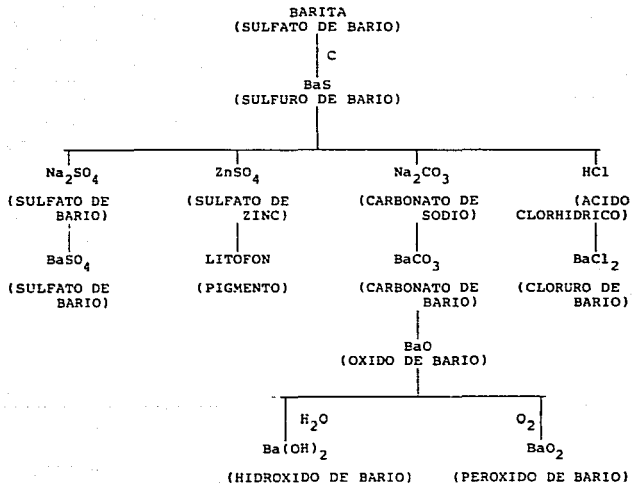
7.- En la manufactura de compuestos de bario.

8.- Debido a su propiedad de opacidad a los rayos X e insolubilidad en los fluidos del cuerpo, el sulfato de bario, es emplea-

do en medicina como medio de contraste en radiología, para el estudio del tracto gastrointestinal, en broncografía, cistoureografía angiografía, etc.

De la barita se obtienen sales de aplicación industrial (algunas de ellas se han dejado de emplear), mostrándose en el siguiente diagrama:

DIAGRAMA DE OBTENCION DE SALES DE BARIO A PARTIR DE BARITA



CARACTERISTICAS DEL SULFATO DE BARIO GRADO RADIOLOGICO

El sulfato de bario grado radiológico se usa en Radiología para la representación del relieve del conducto gastrointestinal para su fácil examinación, debido a que cuando se ingiere o se suministra por enema en forma de dispersión coloidal, hace que el conducto gastrointestinal sea opaco a los "rayos X", como consecuencia de la gran dispersión que sufren éstos por acción del catión (Ba^{++}). El catión bario contiene 54 electrones en un volumen relativamente pequeño (volumen del átomo grammo 38 ml), comparado con los de su grupo y puesto que la dispersión de los rayos X por los átomos es función de la densidad electrónica de éstos, el catión bario dispersa más eficazmente los rayos X que los iones de otros elementos más ligeros de su mismo grupo.

Además, el sulfato de bario es mucho más inerte que los sulfatos de otros elementos del segundo grupo de la tabla periódica, haciéndolo inocuo al organismo.

Otra característica importante es la densidad radiográfica del sulfato de bario grado radiológico en suspensión acuosa.

Se llama densidad radiográfica a los gramos de bario contenidos en cada mililitro de suspensión, debido a que cuanto mayor sea la cantidad de bario por mililitro de suspensión se obtendrán radiografías más nítidas.

El sulfato de bario es un polvo blanco, rómbico, cristalizado que consta de fragmentos de cristales y agregados. Todos los me -

dios de contraste de sulfato de bario están formados de estos agregados y de formas y tamaños diferentes de las partículas de bario. Incluso las preparaciones relativamente homogéneas varían en una línea amplia.

Todas las suspensiones de sulfato de bario cuyas partículas son mayores que el verdadero tamaño del coloide aparecen blancas y opacas a la luz ordinaria. Las verdaderas suspensiones coloidales forman un líquido transparente que muestra el efecto Tyndall. Sin embargo, todas las suspensiones de sulfato de bario que aparecen blancas y opacas, tienen siempre partículas más grandes que las del tamaño verdaderamente coloidal. (6)

EN EL EMPLEO COMO MEDIO DE CONTRASTE

La dosis varía según el tipo de examen, teniendo como límite la concentración de las suspensiones de 15 a 75%, la cantidad de sulfato de bario que se suministra normalmente para el estudio del tracto gastrointestinal, varía de 45 a 450 g. (14)

En la tabla No. 1 se ejemplifican el estudio y la concentración de sulfato de bario requerido.

TABLA No. 1

ESTUDIO	CONCENTRACION	PREPARACION INDIVIDUAL BASE DIRECTA	PREPARACION INDIVIDUAL BASE SUS. 60%
HIPOFARINGE O ESOPAGO	75%	a) 15 ml de agua + 45 g de BaSO ₄ b) 75 ml de agua + 225 g de BaSO ₄	No se usa la suspensión básica al 60%
ESOFAFO, TUBO DIGESTIVO ALTO Y COLON CONTRASTADO CON AIRE	60%	150 ml de agua + 225 g de BaSO ₄	Suspensión básica al 60%
TUBO DIGESTIVO ALTO E - INTESTINO DELGADO	50%	225 ml de agua + 225 g de BaSO ₄	70 ml de agua + 210 ml de suspensión básica al 60%
COLON-ENEMA DE BARIO	23% 18% 15%	1500 ml de agua + 450 g de BaSO ₄ 2000 ml de agua + 450 g de BaSO ₄ 2500 ml de agua + 450 g de BaSO ₄	1500 ml de agua + 500 ml de suspensión al 60%

DATOS ESTADISTICOS DEL MINERAL BARITA

Desde 1941 el proceso de flotación, se ha incrementado en los E.U.A. para producir baritas concentradas.

Las minas de barita someten el mineral crudo a varios procesos destinados a separar la barita blanca.

En las tablas No. 2,3,4 y 5 se muestra la producción, exportación, importación y producción mundial de barita en México en los últimos años. (1)

TABLA No. 2

PRODUCCION
1988-1989

FORMA DE PRESENTACION	TONELADAS	MILES DE PESOS	TONELADAS	MILES DE PESOS
TOTAL	534 954	42 930 954	324 739	28 099 165
CONCENTRADOS	146 548		47 467	
MINERALES	388 406		277 276	

- 13 -

TABLA No. 3

EXPORTACION
1988-1989

FRACCION ARANCELARIA FORMA DE PRESENTACION Y PAIS DE DESTINO	KILOGRAMOS 1/	MILES DE PESOS	KILOGRAMOS 1/	MILES DE PESOS
TOTAL		2 151 192		5 363 492
2511.10 SULFATO DE BARIO NA- TURAL (BARITINA)	44 387 275	2 151 192	54 001 934	5 363 492
ALEMANIA REP. FED.	5	7	-	-
CUBA	-	-	2 015 397	481 940
ESTADOS UNIDOS	44 387 270	2 151 185	51 986 537	4 881 552

1 / PESO BRUTO

TABLA No. 4

IMPORTACION
1988-1989

FRACCION ARANCELARIA FORMA DE PRESENTACION Y PAIS DE ORIGEN	KILOGRAMOS 1/	MILES DE PESOS	KILOGRAMOS 1/	MILES DE PESOS
TOTAL		117 179		286 955
2511.10.01 SULFATO DE BARIO NA- TURAL (BARITINA)	23 856	33 729	128 244	141 533
ESTADOS UNIDOS	23 856	33 729	38 119	79 887
GUATEMALA	-	-	89 721	59 894
PAISES BAJOS	-	-	404	1 752
2511.20.01 CARBONATO DE BARIO NATURAL (WITHERITA)	55 522	83 450	104 507	145 422
ALEMANIA REP. FED.	16 567	24 818	-	-
DINAMARCA	-	-	21 000	18 701
ESPAÑA (EXCLUYE LAS ISLAS CANARIAS)	10	5	-	-
ESTADOS UNIDOS	37 325	51 914	82 007	118 581
SUIZA	1 620	6 713	1 500	8 140

1/ PESO BRUTO

TABLA No. 5

PRODUCCION MUNDIAL
(MILES DE TONELADAS METRICAS)

PAISES PRODUCTORES	1988	1989
ALEMANIA REP. FED.	167	159
CANADA	54	36
ESTADOS UNIDOS	404	351
FRANCIA	100	91
INDIA	265	272
IRLANDA	30	27
ITALIA	113	109
MARRUECOS	321	272
MEXICO	535	325
PERU	10	9
REP. POP. CHINA	1 497	1 361
TAILANDIA	41	36
U.R.S.S.	540	454
YUGOSLAVIA	20	18
OTROS PAISES DE ECONOMIA CENTRAL	245	227
OTROS PAISES DE ECONOMIA DE MERCADO	998	907
TOTAL	5 340	4 654

CAPITULO III

MATERIALES Y METODOS

En este capítulo se presentan los materiales y el equipo empleado en el análisis de la barita.

En la realización de los análisis por los métodos que se mencionan en este capítulo se han empleado reactivos del grado "R.A." sin especial purificación.

Las soluciones de reactivos sólidos se prepararon sobre base de peso/volumen de solución. Las soluciones de reactivos líquidos se prepararon sobre base de volumen de reactivo/volumen de solución.

Los indicadores empleados se prepararon con las concentraciones usuales en análisis químico.

Barita a) Sonora, S.A.

b) Técnica Mineral, S.A.

Difractómetro de Rayos X Philips PE 1050/25

Fotocolorímetro Perkin-Elmer Coleman, modelo 44

Mufla Electrica Sybron|Thermolyne, Thermolyne 1500 Furnace

Balanza Analítica Mettler Hoffmann-Pinther & Bosworth AEZJO -

40/0870

Agitador con plato de calentamiento Osyma, modelo duplex X -

1500

Estufa Riossa, modelo HS

Desecador

Malla del No. 200 (abertura 0.074 mm)
Malla del No. 250 (abertura 0.0625 mm)
Malla del No. 325 (abertura 0.044 mm)
Material de uso común en el laboratorio
Acetato de amonio 10%
Azul de bromofenol
Acido ascórbico
Acido acético glacial 1:1
Acido cítrico
Acido nítrico: 1:1, concentrado, 0.1N
Acido sulfúrico : 1:1, 1:5, 1:8, 5%
Carbonato de sodio: 2%, 0.5%
Carbonato de potasio
Bisulfito de sodio
Cloruro de amonio
Clorhidrato de hidroxilamina 10%
Fosfato disódico de amonio
Hidróxido de amonio
Hidróxido de sodio
Nitrato de amonio
Ortofenantrolina
Oxalato de amonio
Rojo de metilo
Sulfato ferroso amoniacal 3%
Permanganato de potasio 0.1N

Papel tornasol

Nitrato de amonio

Acetato de plomo

Molibdato de amonio

Nitrato de plata 0.01N

Fenofaleina

DIFRACCION

Es el proceso por el cual los rayos luminosos se desvian al chocar con un cristal. Cuando un haz de rayos X incide en la superficie de éste a cierto ángulo θ , una parte se dispersa por la primera capa de átomos y la otra penetra sufriendo dispersiones semejantes al atravesar cada una de las siguientes capas. Para que la difracción se lleve a cabo es necesario:

1. Que la separación entre las capas de átomos sea aproximadamente igual a la longitud de onda de la radiación.
2. Que los centros de dispersión se distribuyan en una forma regular.

La difracción de rayos X se representa en la fig.1.

Pueden presentarse interferencias constructivas y destructivas. Para que se lleve a cabo una interferencia constructiva existe una relación, dada por primera vez por W.L. Bragg:

$$AB + EC = n \quad (1)$$

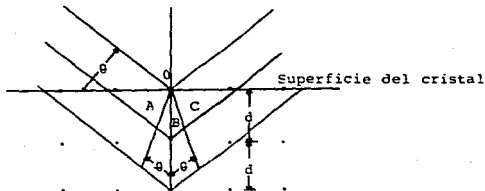


Fig.1 DIFRACCION DE RAYOS X A TRAVES DE UN CRISTAL

$$AB - BC = d \text{ sen } \theta \quad (2)$$

$$n\lambda = 2d \text{ sen } \theta \quad (3)$$

donde:

n = número entero, llamado orden de interferencia.

Con los valores de las densidades del cloruro de sodio y potasio y el número de Avogadro se puede calcular el valor de d . Con la ecuación (3) se pueden obtener datos precisos de longitud de onda para gran número de líneas de rayos X; en esto se basa la cristalografía por rayos X.

En los espectrofotómetros de rayos X puede emplearse un cristal grande de geometría conocida como monocromador. Las sustancias cristalinas se emplean como patrones de difracción, que son muy útiles en análisis cualitativo. Los patrones de difracción obtenidos de distintas direcciones aportan datos precisos y detallados de la posición de los átomos de un cristal en tres dimensiones.

Los patrones de difracción aparecen como series de arcos concéntricos, cuyo radio es determinado por la dirección de los ángulos (θ) y las distancias interpolares (d). El ángulo se determina por el espacio existente entre un conjunto de planos, y con la ecuación de Bragg se calcula la distancia si se conoce la longitud de onda.

Para determinar los patrones de difracción se usa el método fotográfico de Debye-Scherrer.

Esta cámara tiene un tubo de Coolidge cuyo haz se filtra, produciéndose una radiación monocromada que se colima para permitir -

el paso por un tubo estrecho del cual sale la radiación no difractada.

La cámara es cilíndrica y su diámetro interior es de 11.46 cm. Cada milímetro lineal de película corresponde a medio grado del ángulo θ . La muestra se sostiene en el centro del haz mediante un soporte adaptable. (23)

EL ESPECTRO ELECTROMAGNETICO

La radiación electromagnética puede considerarse como constituida por ondas de energía. En cada una de estas ondas, la distancia entre dos crestas (o valles) consecutivas es la longitud de onda λ . El producto de la longitud por la frecuencia, ν (el número de ciclos por segundo en unidades de hertz, Hz), es la velocidad de la luz, c (esencialmente la velocidad de la luz en el vacío).

$$c = \lambda \nu$$

En cualquier medio material, la velocidad de propagación es inferior a ésta y queda dada por $nc = 2.9979 \times 10^{10}$ (cm/seg), donde n es el índice de refracción del medio.

La radiación sólo se absorbe o emite en unidades definidas llamadas fotones. La energía de los fotones es proporcional a la frecuencia de la radiación:

$$E = h\nu$$

La intensidad de un haz de radiación está caracterizada por su poder de radiación, P o I , que es proporcional al número de fo-

el paso por un tubo estrecho del cual sale la radiación no difractada.

La cámara es cilíndrica y su diámetro interior es de 11.46 cm. Cada milímetro lineal de película corresponde a medio grado del ángulo θ . La muestra se sostiene en el centro del haz mediante un soporte adaptable. (23)

EL ESPECTRO ELECTROMAGNETICO

La radiación electromagnética puede considerarse como constituida por ondas de energía. En cada una de estas ondas, la distancia entre dos crestas (o valles) consecutivas es la longitud de onda λ . El producto de la longitud por la frecuencia, ν (el número de ciclos por segundo en unidades de hertz, Hz), es la velocidad de la luz, c (esencialmente la velocidad de la luz en el vacío).

$$c = \lambda \nu$$

En cualquier medio material, la velocidad de propagación es inferior a ésta y queda dada por $nc = 2.9979 \times 10^{10}$ (cm/seg), donde n es el índice de refracción del medio.

La radiación sólo se absorbe o emite en unidades definidas llamadas fotones. La energía de los fotones es proporcional a la frecuencia de la radiación:

$$E = h\nu$$

La intensidad de un haz de radiación está caracterizada por su poder de radiación, P o I , que es proporcional al número de fo-

tones por segundo que se propagan en el haz. Un haz que transporte radiación de una sola longitud de onda es monocromático; un haz polícromático contiene radiación de diversas longitudes de onda.

La luz visible representa una parte muy pequeña del espectro-electromagnético, por lo general se considera que va desde 3800 a 7800 Å. (380 a 780 nm.).

La absorción se verifica cuando un cuanto de energía radiante coincide con una transición permisible a un estado energético más-alto, por parte del átomo o molécula que se está estudiando. En el ultravioleta (2100 a 3800 Å), la absorción de luz en los átomos es el resultado de transiciones de los electrones de capas orbitales; en las moléculas es una consecuencia de transiciones electrónicas-asociadas con "nubes" de electrones de algunos tipos de enlaces. - La absorción que resulta de las transiciones electrónicas en capas internas requiere de cuantos de mayor energía y, por lo tanto, sólo puede medirse en el ultravioleta al vacío (10 a 2100 Å). La absorción causa que los objetos se vean oscuros, o de color cuando-varía con la longitud de onda.

LEYES FUNDAMENTALES DE LA FOTOMETRIA

La velocidad de desplazamiento de la energía en un haz de energía radiante, se denota con el símbolo P . para el rayo incidente y P para la cantidad de energía que queda sin absorber después-de haber pasado la muestra o material absorbente. La relación del-

poder de radiación transmitido por la muestra al poder de radiación incidente en la misma es la transmitancia, T:

$$T = \frac{P}{P_0}$$

El logaritmo (base 10) de la recíproca de la transmitancia es la absorbancia, A:

$$A = -\log_{10} T = \log_{10} \left(\frac{1}{T} \right)$$

La ley fundamental que rige la fotometría de absorción se llama Ley de Beer. Cuando un haz de luz monocromática que se transmite en planos paralelos, penetra a un medio absorbente a ángulos rectos con las superficies planas y paralelas al medio, la disminución de su poder de radiación con respecto al trayecto lumínico (espesor de la cubeta de muestra) b, o con la concentración del material absorbente C (en gramos por litro) sigue una progresión exponencial:

$$T = 10^{-A} = 10^{-abc}$$

La absorbancia está dada por

$$A = abc$$

donde a es la absorbancia del componente considerado en solución.

La absorbancia es una constante que depende de la longitud de la radiación y de la naturaleza del material absorbente. El producto de la absorbancia por el peso molecular recibe el nombre de ab-

sorbancia molar, y se le asigna el símbolo ϵ .

Una gráfica de la absorbancia en función de la concentración es una línea recta que pasa por el origen, tal como lo muestra la Fig.3. Esta relación es mucho más conveniente que la que existe entre la transmitancia y la concentración. (24)

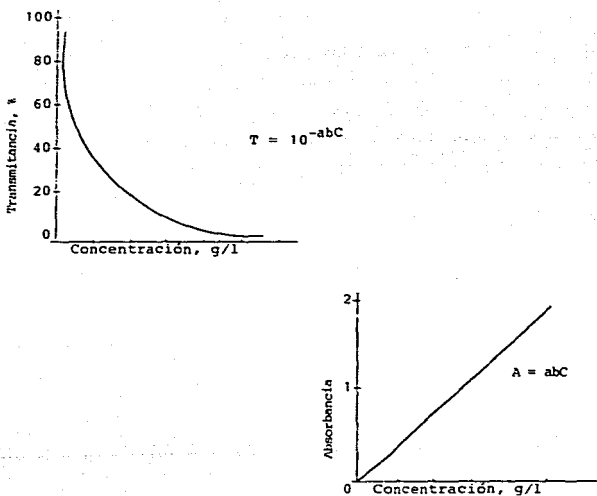


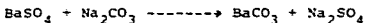
Fig.3. REPRESENTACION DE LA LEY DE BEER

DESCRIPCION DE LOS METODOS ANALITICOS PARA
LA EVALUACION DE LA BARITA NATURAL (20)

Pesar 1.0 g de muestra molida a más de 100 mallas, dentro de un crisol refractario y adicionar 10 g de una mezcla de carbonatos de sodio y potasio, cubrir y calentar el crisol con un mechero Fisher a baja temperatura por 5 min. y a alta temperatura 30 min. Retirar el crisol de la llama y dejar enfriar.

Una vez frío poner en el crisol agua caliente y 1.0 g de NaOH calentar hasta la desintegración total de la fusión. El objeto de poner NaOH es la de que los carbonatos formados no pasen a bicarbonatos al haber una posible acidez en la solución debido a algún componente de la barita.

Reacción de la fusión: formación de carbonatos solubles.



Lavar perfectamente el crisol, reunir todos los lavados con la solución principal y filtrar a través de un filtro cuantitativo de poro mediano, bajar cuidadosamente todo el precipitado al filtro y lavar 10 veces con agua caliente, recibir el filtrado y lavados en un vaso de 400 ml donde haya 50 ml de HCl 1:1.

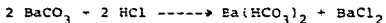
Se tiene un precipitado A y un filtrado B. El precipitado está compuesto de los carbonatos y óxidos de los siguientes cationes

Ba, Ca, Fe, Sr y Mg; el filtrado contiene todos los aniones siguientes: sulfato, silicato, aluminato, fosfato y como únicos cationes sodio y potasio.

Precipitado A: Está compuesto de los carbonatos y óxidos mencionados.

Disolver el precipitado cuidadosamente en el mismo filtro con gotas de solución de HCl al 2% en caliente, recibir la solución en un matraz volumétrico de 200 ml, lavar el filtro 10 veces con la solución clorhídrica caliente, enfriar y aforar con agua destilada.

Reacción: Al solubilizar los carbonatos, pasan a bicarbonatos



De la solución anterior se toman con pipetas volumétricas las siguientes alícuotas:

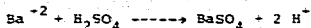
Alícuota	Pasada a	Determinación	Método
100 ml	Vaso de 150 ml	Ba, Sr, Ca, Mg	Gravimétrico
5 ml	Matraz aforado 100 ml	Fe	Colorimétrico

VALORACION DE BARIO Y ESTRONCIO

La alícuota de 100 ml se calienta a ebullición. Si el color amarillo de la solución indica la presencia de una cantidad apreciable de fierro, hay necesidad de reducir éste para que no contamine el precipitado, para lo cual se le agregan a la solución unos miligramos de ácido ascórbico hasta decolorarla, en caliente se a-

grega gota a gota 5 ml de H_2SO_4 1:1 y se deja el vaso cubierto para que el precipitado de $BaSO_4$ granule bien a suave calor por 2 ó 3 horas.

Reacción:



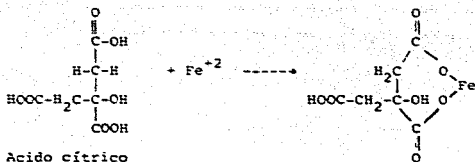
Filtrar el precipitado usando un filtro de poro cerrado, bajar mediante gendarme y lavar perfectamente cuando menos 10 veces usando agua caliente con HCl al 2%. Filtrado y lavados se reúnen en un vaso de 250 ml.

Filtro y precipitado se colocan en un crisol de porcelana, calcinar en una mufla eléctrica subiendo la temperatura paulatinamente hasta $600^\circ C$ manteniéndola por 15 min. Enfriar y colocar el crisol en un desecador. Pesar el $BaSO_4$ calculando la pureza de la barita con la siguiente fórmula:

$$BaSO_4\% = \frac{\text{Peso del } BaSO_4 \text{ en g} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

VALORACION DE CALCIO

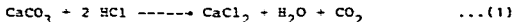
El calcio se determina en la solución libre de bario obtenida de la determinación anterior, dicha solución contiene el calcio como $CaCl_2$. Concentrar a un volumen de 100 ml, agregar 3 g de ácido cítrico para prevenir cualquier interferencia de fierro o titanio, ya que forma complejos estables con ellos:



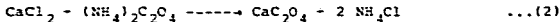
Añadir 1.0 g de oxalato de amonio y unas gotas de azul de bromofenol como indicador. Calentar a ebullición y agregar hidróxido de amonio gota a gota hasta vire del indicador de amarillo a azul (pH = 3.0-4.6), dejar cubierto y mantener a calor suave por 30 min filtrar el precipitado por un filtro de poro medio, bajar con un gendarme y lavar con agua tibia 10 veces, bajar a un vaso de precipitados con el chorro de un frasco lavador, rompiendo con una varilla el fondo del papel con H_2SO_4 diluido (1:8) caliente, disolver las pequeñas porciones que pudieran haber quedado adheridas al filtro, lavar nuevamente con agua y añadir más ácido sulfúrico a la solución, se titula con permanganato de potasio 0.1N.

Reacciones:

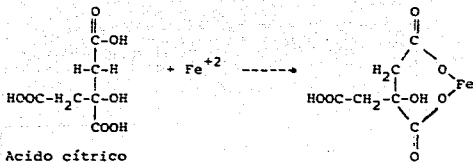
El carbonato de calcio original se disolvió con HCl y se tiene ahora CaCl_2 :



Al ser tratados con oxalato de amonio:



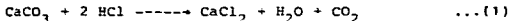
Este oxalato se trata con ácido sulfúrico, el que desaloja a-



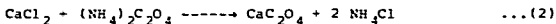
Añadir 1.0 g de oxalato de amonio y unas gotas de azul de bromofenol como indicador. Calentar a ebullición y agregar hidróxido de amonio gota a gota hasta vire del indicador de amarillo a azul (pH = 3.0-4.6), dejar cubierto y mantener a calor suave por 30 min filtrar el precipitado por un filtro de poro medio, bajar con un gendarme y lavar con agua tibia 10 veces, bajar a un vaso de precipitados con el chorro de un frasco lavador, rompiendo con una varilla el fondo del papel con H₂SO₄ diluido (1:8) caliente, disolver las pequeñas porciones que pudieran haber quedado adheridas al filtro, lavar nuevamente con agua y añadir más ácido sulfúrico a la solución, se titula con permanganato de potasio 0.1N.

Reacciones:

El carbonato de calcio original se disolvió con HCl y se tiene ahora CaCl₂:

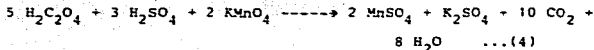
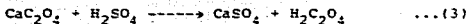


Al ser tratados con oxalato de amonio:



Este oxalato se trata con ácido sulfúrico, el que desaloja a-

el ácido oxálico y éste se titula con permanganato de potasio:



Para los cálculos se tiene una solución 1N de KMnO_4 . calculán dose la cantidad de calcio correspondiente a 1 ml de solución de KMnO_4 1N:

$$\text{PM de } \text{KMnO}_4 = 158$$

$$\text{P.eq. de } \text{KMnO}_4 = 31.6$$

$$\text{PM de } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 = 90$$

$$\text{PM de } \text{CaC}_2\text{O}_4 = 128$$

Un ml de KMnO_4 1N contiene un peso equivalente de KMnO_4 o sea 31.6 mg y de acuerdo con la última reacción:

$$5 \text{ X } 90 \text{ mg -----} 316 \text{ mg } \text{KMnO}_4$$

$$\text{X -----} 31.6 \text{ mg}$$

$$\text{X} = 45 \text{ mg}$$

$$128 \text{ mg -----} 90 \text{ mg}$$

$$\text{X -----} 45 \text{ mg}$$

$$\text{X} = 64 \text{ mg}$$

Y en 128 mg de CaC_2O_4 hay 40 mg de calcio o sea:

$$128 \text{ mg -----} 40 \text{ mg}$$

$$64 \text{ mg -----} \text{X}$$

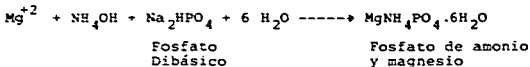
$$\text{X} = 20 \text{ mg} = 0.020 \text{ g de calcio}$$

O sea que 1 ml de KMnO_4 1N = 0.020 g de calcio

VALORACION DE MAGNESIO

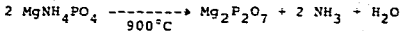
Calentar el filtro libre de calcio (con un volumen máximo de 200 ml) a 70-80°C y agregar 1.0 g de fosfato disódico de amonio, - agitar hasta disolver al mismo. Añadir 20 ml de NH₄OH y dejar reposar toda la noche, sin calentar. Examinar la solución para ver los cristales de fosfato amónico magnesiano que generalmente se forman en las paredes del vaso. Si existen, filtrar la solución a través de un filtro de poro mediano y redissolver los cristales en la mínima cantidad de HCl al 10%, siendo especialmente cuidadoso al lavar el filtro, recibir la solución clorhídrica en el mismo vaso en el que se hizo la precipitación del magnesio. Diluir la solución a 50 ml y agregar 1.0 g de ácido cítrico, 0.5 g de fosfato de amonio dibásico y unas gotas de rojo de metilo. Cuando se han disuelto los reactivos se alcaliniza con NH₄OH hasta vire del indicador y añadir un exceso de 5%, dejar la solución el tiempo suficiente para que el precipitado granule bien. Filtrar a través de un filtro pequeño de poro medio y lavar con agua amoniacal al 2% bajando todo el precipitado con gendarme.

Reacción:



Colocar el filtro y precipitado en un crisol de porcelana y calcinar en una mufla eléctrica a 900°C subiendo la temperatura -

paulatinamente. Pasar a un desecador; pesar el precipitado que corresponderá a pirofosfato de magnesio ($Mg_2P_2O_7$).



Cálculos:

PM de $Mg_2P_2O_7$ ----- Hay 48 g de Mg

Peso encontrado ----- X

O bien, obteniendo el factor, que es $\frac{2 Mg}{Mg_2P_2O_7} = 0.2185$

$$\% Mg = \frac{\text{Peso de } Mg_2P_2O_7 \times \text{Factor} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

VALORACION COLORIMETRICA DE FIERRO TOTAL
(CON 1-10-ORTOFENANTROLINA)

Pasar la alícuota de 5 ml (representando 25 mg de muestra) a un matraz volumétrico de 100 ml, adicionar con pipeta 5 ml de solución de clorhidrato de hidroxilamina y dejar reposar por 10 min.

Agregar 20 ml de solución de ortofenantrolina y mezclar.

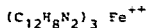
Añadir con pipeta solución de acetato de amonio hasta que empiece a desarrollar el color del complejo ortofenantrolina ferroso y adicionar 2 ml de exceso.

Aforar al volumen y dejar reposar por una hora determinando la densidad óptica con un fotocolorímetro provisto de un filtro de transmitancia máxima cercana a 555 mmm. Grafica No. 5.

La curva de calibración del aparato se puede llevar a cabo a-

partir de sulfato ferroso amoniacal, teniendo cuidado que en cada disolución, se agregen las mismas cantidades de reactivos.

Complejo formado:



ORTOFENANTROLINA FERROSO

(ROJO-NARANJA)

TRIS (ORTOFENANTROLINA) FIERRO (II)

Cálculos:

$$Fe_2O_3 \% = \frac{L \times V \times 0.00179}{P}$$

L = Lectura

V = Volumen del aforo

P = Peso de la muestra

ANALISIS DEL FILTRADO

Este filtrado contiene todos los aniones mencionados, como sulfato, aluminato, silicato y fosfato, como únicos cationes sodio y potasio (que en este análisis no son determinados).

VALORACION DE SILICE

La solución se evapora a sequedad y se mantiene a 110°C por espacio de una hora o hasta que el olor a ácido clorhídrico haya desaparecido. Añadir 100 ml de ácido clorhídrico al 10% y llevar a

una suave ebullición que se mantiene 5 min, filtrar en caliente a través de un filtro de poro medio y bajar cuidadosamente todo el residuo con gendarme usando ácido clorhídrico al 2t como agua de lavado.

Lavar perfectamente el residuo cuando menos 10 veces, filtrados y lavados se colectan en un matraz aforado de 200 ml, enfriar y aforar al trazo.

Calcinar el filtro con el residuo en un crisol de porcelana, subiendo lentamente la temperatura de la mufla hasta 900°C y manteniéndola así por 30 min. Crisol y precipitado se colocan en un desecador.

Pesar el precipitado que corresponde a la sílice impura.

Cálculos:

$$\% \text{ SiO}_2 = \frac{\text{Peso del precipitado en g}}{\text{Impura}} \times 100$$

De la solución obtenida de la separación de la sílice se toman las siguientes alícuotas:

Alícuota	Pasada a	Determinación	Método
100 ml	Vaso de 250 ml	Al	Gravimétrico
100 ml	Vaso de 250 ml	Fe	Volúmetrico

VALORACION DE ALUMINIO

La alícuota se calienta a ebullición, adicionar rojo de metilo como indicador. Agregar gota a gota hidróxido de amonio hasta -

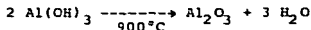
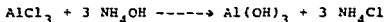
vire del indicador, dejar reposar a suave calor por 15 min. Si es detectado un precipitado, se filtra por un filtro de poro abierto, lavar 5 veces con solución de cloruro de amonio al 2% en caliente. Regresar filtro y precipitado al vaso original, añadir 10 ml de ácido clorhídrico 1:1, calentar a suave ebullición hasta que el papel filtro esté convertido en pulpa; agregar 90 ml de agua y precipitar nuevamente siguiendo los mismos pasos anteriores filtrando y lavando los hidróxidos.

Filtro y precipitados se calcinar en un crisol de porcelana - en la forma usual, elevando la temperatura hasta 900°C, enfriar y pesar.

Cálculos:

$$\% \text{ Al}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Peso del precipitado en g} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

Reacciones:



A continuación se describen los métodos analíticos que se deben seguir según la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos en el análisis del sulfato de bario grado radiológico. (17)

ENSAYOS DE IDENTIDAD

Se mezclan 0.5 g de la muestra con 2.0 g de carbonato de sodio anhidro y 2.0 g de carbonato de potasio anhidro. La mezcla se calienta en un crisol hasta fusión completa. La masa fundida se trata con agua caliente y se filtra; el filtrado, acidificado con ácido clorhídrico, da positivas las reacciones características para sulfatos.

El residuo lavado, obtenido en la prueba anterior, se disuelve en ácido acético; la solución da positivas las reacciones características para bario.

VOLUMEN DEL POLVO

En una probeta graduada, seca, provista de tapón esmerilado, con la marca correspondiente a 50 ml, distante entre 11 y 14 cm del fondo, se depositan 5 g de muestra previamente pasada por un tamiz D. Se agrega agua hasta que el volumen total de la mezcla sea de 50 ml. La probeta se tapa, se agita durante un minuto y se deja en reposo para que sedimente: el sulfato de bario ocupa hasta no más abajo de la marca situada a 11 cm de distancia del fondo de

la probeta, dentro del término de 15 minutos.

ACIDEZ O ALCALINIDAD

Se digiere 1.0 g de la muestra con 20 ml de agua durante 5 - minutos: el agua es neutra al papel tornasol.

SULFUROS

En un matraz cónico de 250 ml se hierven 10 g de la muestra con una mezcla de 10 ml de ácido clorhídrico diluido y 90 ml de agua, durante 10 min. Una tira de papel con reactivo de acetato de plomo se expone a los vapores que se desprenden de la mezcla, el papel no se oscurece.

SUBSTANCIAS SOLUBLES EN ACIDO

La mezcla obtenida en la prueba anterior, sulfuros se enfría se le agrega agua hasta restituir el volumen inicial, se filtra a través de papel filtro previamente lavado con una mezcla de 10 ml de ácido clorhídrico diluido y 90 ml de agua. Si es necesario, - las primeras porciones filtradas de la mezcla se filtran nuevamente hasta obtener un filtrado claro.

En B.V. se evaporan 50 ml del filtrado, hasta sequedad; al residuo se le agregan dos gotas de ácido clorhídrico y 10 ml de -

agua caliente, se filtra a través de papel previamente lavado con solución ácida, que se prepara como se indica antes y enseguida el filtro se lava con 10 ml de agua caliente.

En una cápsula tarada se depositan pequeñas porciones del filtrado y los lavados reunidos y, en B.V. se evaporan hasta sequedad el residuo desecado a 105°C durante una hora, pesa cuando más, 15-mg (0.3%).

FOSFATOS

En un recipiente adecuado se hierven, durante 5 minutos, 1.0-g de sulfato de bario con 3 ml de ácido nítrico y 5 ml de agua. En seguida se agrega agua hasta restituir el volumen inicial y se filtra a través de un filtro previamente lavado, con ácido nítrico diluido. Al filtrado tibio, medido, se agrega un volumen igual de molibdato de amonio: no se produce precipitado amarillo.

ARSENICO

En un vaso de precipitados de 150 ml se depositan 5.0 g de la muestra, se agregan 40 ml de agua y 10 ml de ácido nítrico. Se cubre y en B.V. se digiere durante una hora, agitando frecuentemente. Se filtra; el residuo insoluble se lava con pequeñas porciones, - hasta un total de 20 ml de ácido sulfúrico diluido 1:5 y enseguida con 10 ml de agua. El filtrado y los lavados se recogen en un frasc

co generador de arsina, donde se evaporan hasta la aparición de hu mos blancos. Se enfría, las paredes del frasco se lavan con agua y se continúa evaporando hasta la aparición de humos blancos. Los la vados y la evaporación se repiten, se enfría y con precaución se - diluye con agua a 55 ml: la solución resultante satisface las espe cificaciones de la prueba respectiva. (0.8 ppm).

SALES DE BARIO SOLUBLES

El residuo obtenido en la prueba anterior, substancias solu - bles en ácido, se trata con 10 ml de agua. La solución se filtra a través de un filtro previamente lavado con una mezcla de 10 ml de ácido clorhídrico diluido y 90 ml de agua y al filtrado se agregan 0.5 ml de ácido sulfúrico diluido: no produce turbidez dentro del término de 30 minutos.

METALES PESADOS

En un recipiente adecuado se hierven, durante 10 min 4.0 g de la muestra con 2 ml de ácido acético glacial y 48 ml de agua. Se - diluye con agua hasta 50 ml. Se diluye con agua y se sigue el méto do rutinario. (No más de 10 ppm).

VALORACION

En un crisol de platino se depositan aproximadamente 500 mg - de sulfato de bario muestra; usando un mechero adecuado, se funde con cerca de 4 g de carbonato de sodio anhidro, calentando con lentitud al principio y enseguida aumentando rápidamente la temperatura. El crisol y su contenido se enfrían y se colocan en un vaso de precipitados de 250 ml. La masa fundida se disuelve agregando 100-ml de agua caliente. Esta solución se filtra y el papel filtro que retiene un precipitado escaso, se lava con solución caliente de carbonato de sodio al 0.2%, hasta que los lavados estén libres de sulfatos. El precipitado retenido en el papel filtro se disuelve con 25 ml de solución caliente de ácido clorhídrico diluido al 10%. La solución se pasa a un vaso de 400 ml y el papel filtro se lava con agua caliente, hasta que los lavados estén libres de cloruros.

Los filtrados y los lavados reunidos se neutralizan con amoníaco, enseguida se agregan 0.5 ml de ácido clorhídrico y la solución se diluye con agua hasta 200 ml. Se calienta a ebullición, se agregan, gota a gota y con agitación constante, 12.5 ml de una solución caliente, diluida al 3% de sulfato de amonio. El recipiente se mantiene en E.V. durante 2 horas y se deja reposar durante la noche. La solución se filtra a través de papel filtro, lavando el precipitado así obtenido. En un crisol de platino, tarado, se colocan el papel filtro y su contenido, se pasa a una mufla donde se incineran. Se enfría. El peso del sulfato de bario así obtenido es entre el 98 y el 100.5 por ciento del peso de la muestra ensayada.

CAPITULO IV

PARTE EXPERIMENTAL

A continuación se describe el análisis efectuado a las baritas naturales de dos proveedores: una de Barita de Sonora, S.A. y otra de Técnica Mineral, S.A. del estado de Jalisco.

Se tiene barita natural, se procede a efectuar un análisis físico-químico para determinar el tipo de impurezas presentes y posteriormente un análisis cuantitativo para conocer los porcentajes.

Se determino su solubilidad en agua, ácido clorhídrico y sulfúrico. En agua no se observa solubilidad alguna, en ácido clorhídrico presenta una coloración amarilla mientras que en el ácido sulfúrico es completamente soluble a temperatura ambiente.

Posteriormente se realiza un análisis cualitativo a la flama de la siguiente manera: se introduce un alambre de platino perfectamente limpio en ácido clorhídrico concentrado y luego en la muestra que se va a analizar, se coloca el alambre en la base de la llama no luminosa de Bunsen y se observa la coloración que adquiere ésta.

Las muestras se someten además a un análisis de difracción de rayos X, lo que lleva al siguiente procedimiento:

- I LIXIVIACION (Con HCl a diferentes concentraciones)
- II DISOLUCION (con H_2SO_4 al 98%)
- III PRECIPITACION
- IV SEDIEMNTACION

V FILTRACION

VI SECADO

VII MOLIENDA

Lixiviación.- Pesar 100 g de barita molida y seca, lavar 2 veces con 500 ml de agua destilada y decantar, se hierve con 200 ml de ácido clorhídrico a diferentes concentraciones: 10,20,30,40 y - 50% durante una hora.

Una vez transcurrido el tiempo se decanta y lava varias veces con agua destilada (3 lavados de 500 ml), enseguida se le agregan 200 ml de ácido clorhídrico a las mismas concentraciones y se pone a ebullición durante una hora más.

Se decanta y se lava con agua destilada hasta completa eliminación de cloruros, se filtra por doble papel filtro y se seca a - 110°C durante dos horas.

Una vez seco, se pulveriza y se pasa por malla No. 250.

Disolución.- 90 g de barita obtenida de la lixiviación se disuelven en 250 ml de ácido sulfúrico al 98% con agitación y a temperatura ambiente procurando que el polvo se disperse bien en el ácido sin formar grumos. Se observa que la disolución del sulfato de bario es exotérmica.

El tiempo ocupado en la disolución varió entre 5-6 min.

Precipitación.- La solución obtenida se agrega lentamente y - por las paredes a un vaso de precipitados que contiene 600 ml de - agua destilada a temperatura ambiente, manteniendo además una bue-

na agitación.

Se observa que el efecto de la temperatura inicial del agua - utilizada en la precipitación de la solución de sulfato de bario - en ácido sulfúrico no tiene influencia definitiva en el tamaño de partícula.

La precipitación fue homogénea.

La temperatura final varia entre 63.2-67.1°C.

Sedimentación.- Al terminar la precipitación se deja sedimentar y se separa el agua sobrenadante por decantación.

Filtración.- El precipitado obtenido se lava hasta completa - eliminación de sulfatos (12 lavados), se filtra a través de doble-papel filtro de poro fino.

La neutralización se efectúa por el método de extracción líquido-líquido (agua-ácido sulfúrico). No se efectua la neutralización por medio de alguna sustancia alcalina, debido a que se contaminaría el sulfato de bario.

Secado.- El sulfato de bario obtenido se seca a 100°C durante dos horas.

A temperaturas más elevadas se observa un color blanco sucio, debido probablemente a la carbonización de materia orgánica del medio circundante.

Se obtiene un pequeño terrón contraído y agrietado, blanco, - sin manchas sucias, poroso, facilmente fracturable y facilmente dispersable en agua.

La porosidad se comprobó tomando un pequeño pedazo del terrón

agregando agua con una pipeta gota a gota, observando como el agua era rápidamente absorbida por el pedazo.

La dispersabilidad se comprobó, poniendo un pedazo del terrón en una probeta, agregando agua y agitando, observando que se disgregaba facilmente quedando disperso durante algún tiempo, después se sedimentaba en forma homogénea.

La fragilidad se comprobó al vaciar un pedazo del terrón del vaso de precipitados sobre el mortero, rompiendose en trozos más pequeños.

Molienda.- Se pulveriza en mortero de agata y se pasa por malla No. 325. Se observan pequeñas bolitas producidas probablemente por la atracción entre las partículas por carga eléctrica estática producidas por frotamiento, pero son facilmente disgregables por agitación con un pincel.

Al final de este proceso se hicieron las siguientes determinaciones: cloruros, sulfatos, pruebas de identificación, velocidad de sedimentación, sulfuros, sustancias solubles en ácido, sales solubles de bario, fosfatos, metales pesados, arsenico, y prueba de valoración. Se obtienen los rendimientos para cada una de las muestras así como las perdidas por lavados y decantaciones. Se efectuaron dos determinaciones para cada una de las pruebas anteriores obteniendo resultados promedio.

CAPITULO V

RESULTADOS

El sulfato de bario natural presenta impurezas solubles en ácido clorhídrico, una coloración amarilla indica la presencia de fierro.

El análisis a la flama indica la presencia de calcio por la coloración ligeramente anaranjada, el bario colorea la flama de verde.

En el espectro obtenido del análisis por difracción de rayos-X de la muestra de barita natural, para Sonora, S.A. aparecen el bario y el fierro aunque este último no abundantemente, Grafica No.1 y para la barita de Tecnica Mineral, S.A, aparecen el bario, fierro y calcio aunque estos dos últimos no abundantemente, Grafica No.2.

Después de haber eliminado las impurezas solubles que contiene el sulfato de bario natural, aparecen incrementadas las señales para el bario en el espectro de difracción de rayos X de las muestras purificadas, Grafica No.3 y 4 (Sonora, S.A, y Tecnica Mineral, S.A.).

Los resultados de los análisis de las baritas naturales se encuentran en las tablas No.6 y 7.

Al efectuar el análisis que especifica la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos para el sulfato de bario grado radiológico, obtenido de la purificación, disolución y precipitación se tienen los resultados en las tablas No.8 y 9 para las dos baritas.

TABLA No. 6

BARITA DE SONORA, S.A.
ESTADO NATURAL

DESCRIPCION	Polvo fino blanco sucio con consistencia arenosa, inodoro e insipido.
INDICE DE ACIDEZ	7.0 (Neutro)
COMPOSICION QUIMICA	
a) BARIO	99.33%
b) CALCIO	0.012%
c) MAGNESIO	-----
d) FIERRO	0.03%
e) SILICE	0.39%
f) ALUMINA	0.21%
TOTAL DE IMPUREZAS	0.642%

TABLA No. 7

TECNICA MINERAL, S.A.

ESTADO NATURAL

DESCRIPCION	Polvo fino color café claro con consistencia arenosa, inodoro e insipido
INDICE DE ACIDEZ	7.0 (Neutro)
COMPOSICION QUIMICA	
a) BARIO	94.95%
b) CALCIO	0.44%
c) MAGNESIO	-----
d) FIERRO	1.0%
e) SILICE	2.0%
f) ALUMINA	1.5%
TOTAL DE IMPUREZAS	4.94%

TABLA No. 8

BARITA DE SONORA, S.A. TRATADA

EXPERIMENTO	1	2	3	4	5
CONCENTRACION DE HCl EN EL TRATAMIENTO EN %	10%	20%	30%	40%	50%
IDENTIFICACION	+	+	+	+	+
VELOCIDAD DE SEDIMENTACION	10.9 cm/ 15 min.	10.7 cm/ 15 min.	10.5 cm/ 15 min.	10.3 cm/ 15 min.	10.7 cm/ 15 min.
SULFUROS	-	-	-	-	-
SUSTANCIAS SOLUBLES EN ACIDO	0.14%	0.12%	0.12%	0.12%	0.12%
SALFS SOLUBLES DE BARIO	-	-	-	-	-
POSFATOS	-	-	-	-	-
METALES PESADOS	-2 ppm	-2 ppm	-2 ppm	-2 ppm	-2 ppm
ARSENICO	-	-	-	-	-
VALORACION	99.15%	99.10%	99.21%	99.15%	99.10%
CLORUROS	0.0072%	0.0083%	0.0082%	0.0083%	0.0083%
SULFATOS	0.015%	0.021%	0.0024%	0.030%	0.021%
PERDIDAS POR LAVADOS Y DECANTACION	3.4%	2.6%	2.5%	2.8%	3.9%
RENDIMIENTO	88.52%	87.97%	85.07%	88.45%	87.46%

TABLA No. 9

TECNICA MINERAL, S.A. TRATADA

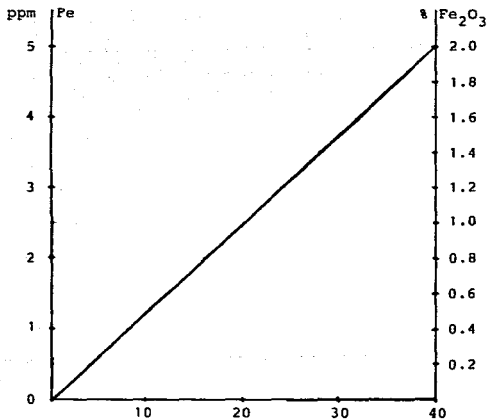
EXPERIMENTO	1	2	3	4	5
CONCENTRACION DE HCl EN EL TRATAMIENTO EN %	10%	20%	30%	40%	50%
IDENTIFICACION	+	+	+	+	+
VELOCIDAD DE SEDIMENTACION	7.5 cm/ 15 min.	8.2 cm/ 15 min.	9.1 cm/ 15 min.	10.4 cm/ 15 min.	10.7 cm/ 15 min.
SULFUROS	-	-	-	-	-
SUSTANCIAS SOLUBLES EN ACIDO	0.37%	0.30%	0.27%	0.24%	0.20%
SALES SOLUBLES DE BARIO	-	-	-	-	-
FOSFATOS	-	-	-	-	-
METALES PESADOS	-6 ppm	-6 ppm	-5 ppm	-2 ppm	-2 ppm
ARSENICO	-	-	-	-	-
VALORACION	94.99%	96.82%	95.60%	96.34%	96.65%
CLORUROS	0.025%	0.033%	0.030%	0.034%	0.027%
SULFUROS	0.033%	0.023%	0.034%	0.035%	0.030%
PERDIDAS POR LAVADOS Y DECANTACION	3.5%	3.8%	2.8%	3.1%	2.5%
RENDIMIENTO	85.70%	86.68%	84.73%	88.37%	88.75%

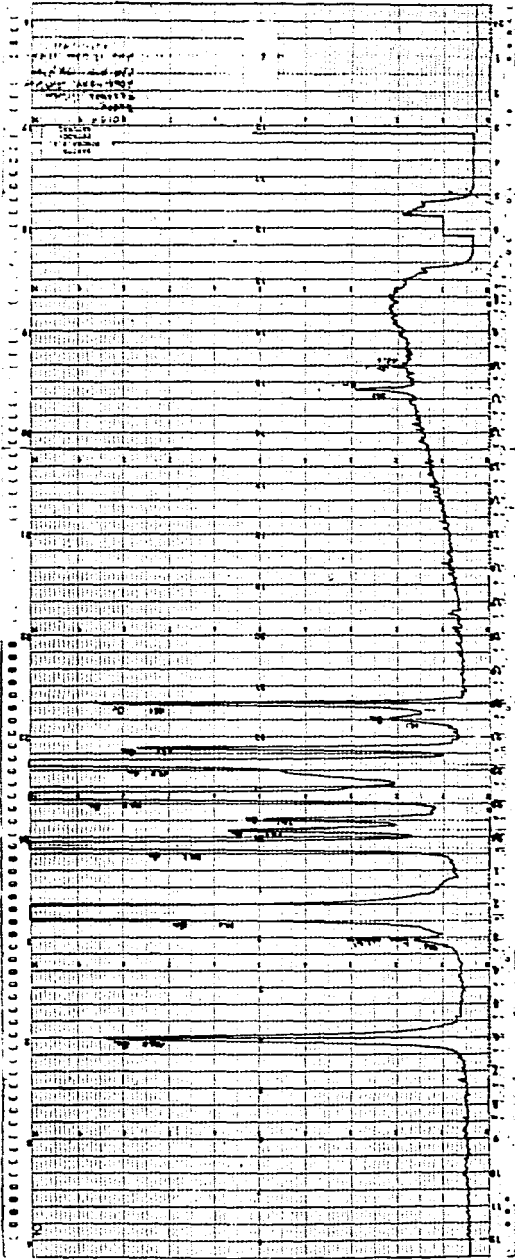
GRAFICA No. 4

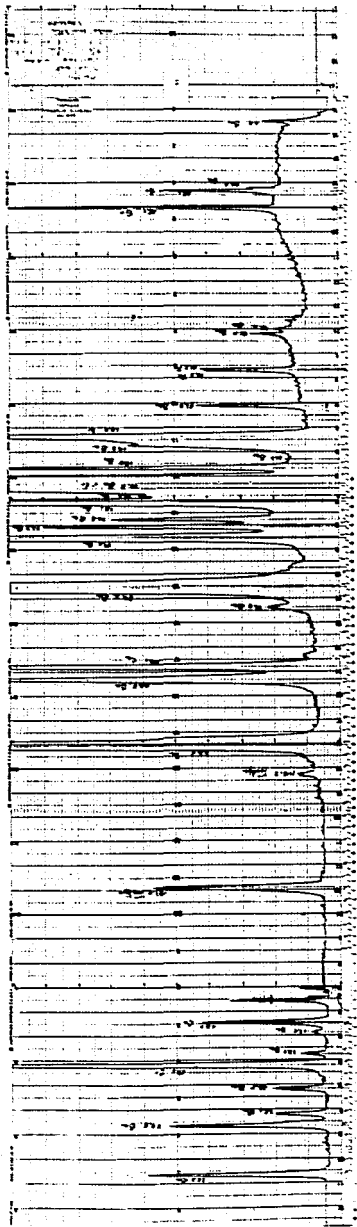
DETERMINACION DE Fe

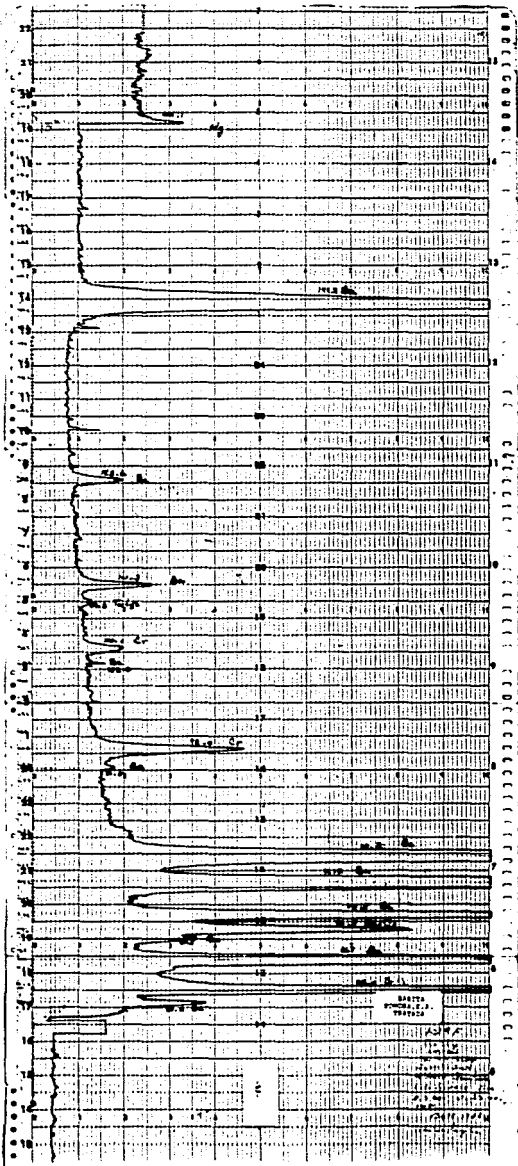
METODO CON ORTOFENANTROLINA

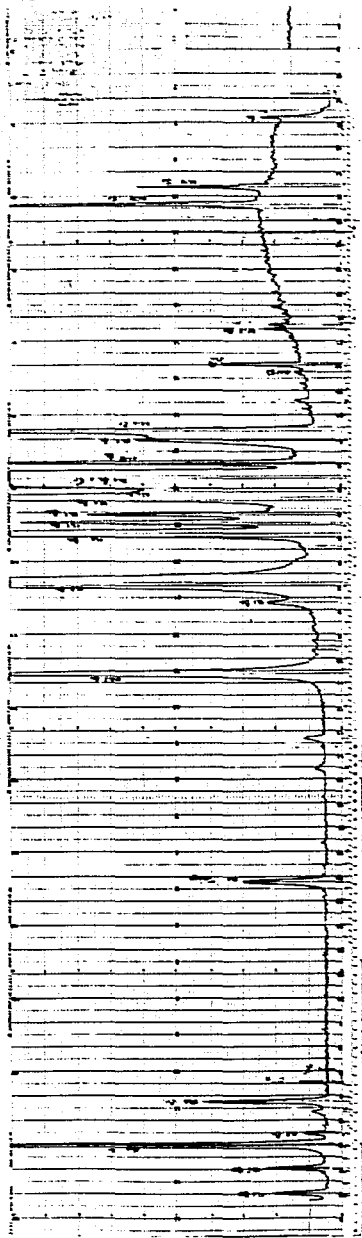
FORMULA $\frac{\text{LECTURA X VOL. DE AFORO X 0.00179}}{\text{PESO DE MUESTRA}}$











CAPITULO VI

DISCUSION

El presente trabajo se ha realizado con la intención de abarcar otras aplicaciones del sulfato de bario, en las que se utiliza en forma más pura.

En el análisis a la flama se establece la presencia de calcio de un modo cualitativo, con el método propuesto se presenta en forma objetiva y organizada para la determinación de la pureza y las impurezas del mineral.

El hecho de que algunas impurezas de la barita natural fueran solubles en ácido clorhídrico proporciona una ventaja en el proceso de purificación.

La purificación se realizó con dos muestras diferentes de barita natural. Una muestra procedente de Sonora S.A. cuyos resultados del análisis efectuado mostraron una menor cantidad de impurezas, la concentración de ácido clorhídrico al 10% fue suficiente para eliminarlas.

Otra muestra de color café procedente del estado de Jalisco - (Tecnica Mineral, S.A.) cuyos resultados mostraron una mayor cantidad de impurezas, las concentraciones de ácido clorhídrico al 10, 20, 30 y 40% no fueron suficientes para la purificación de esta muestra.

Una concentración al 50% de ácido clorhídrico para la muestra de Tecnica Mineral, S.A. fue la indicada, esta muestra fue analiza-

da por difracción de rayos X observándose incrementadas las señales para el bario, mostrando señales de impurezas.

Igualmente la barita de Sonora, S.A., se analizó por difracción de rayos X, observándose incrementadas las señales para el bario, sin mostrar señales de impurezas.

Además era indispensable la purificación hasta obtener la pureza requerida.

Los sulfatos de bario obtenidos de la purificación cumplen con las especificaciones que establece la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos.

El resultado económico en este trabajo indica que es factible producir el sulfato de bario grado radiológico, determinando la posibilidad de obtener la cantidad y calidad requerida para la materia prima en forma constante.

Las baritas de que puede partirse, son aquellas que contienen un alto grado de pureza, mínimo 96% de sulfato de bario y cierto tipo de impurezas. Trabajar con baritas con un contenido menor anterior reflejaría desventajas en los costos.

CAPITULO VII

CONCLUSIONES

En la elaboración de este trabajo se siguió una secuencia de acuerdo a los problemas que se presentaron.

La idea para manufacturar el sulfato de bario grado radiológico, nace de la necesidad de impedir la importación de productos que se puedan elaborar en México, y puesto que México es una de las principales fuentes de barita y esta se produce en varios grados de pureza, en volúmenes de producción de aproximadamente 534,954 ton/año, de los cuales 50% aproximadamente se exportan en forma de mineral sin procesar y el otro se procesa para obtener diferentes grados de calidad por lo tanto se propone el método de purificación como el más viable para obtener el sulfato de bario grado radiológico a un precio que pueda competir con el de importación.

CAPITULO VIII

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Anuario Estadístico de la Minería Mexicana, Consejo de Recursos No Renovables, México, D.F., (1989).
- 2.- Benedetti, A.A., *Essentials of Quantitative Analysis*, Renald- New York, (1956).
- 3.- Calvet Enrique, *Química General Aplicada a la Industria*, Tomo III, Tercera Ed., (1956).
- 4.- Danuta Nesterak, "Purification of Barium Sulfate and Improvement of its wather floating properties for use X-ray Diagno - sis", *Pharm. Inst. Warsaw. Acta Poln.*, 15, 51-7, (1985).
- 5.- Dean, A.J., *Lang's Handbook of Chemistry*, Eleventh Edition, - Mc.Graw-Hill, N.Y., (1973).
- 6.- Elias Azar Alberto, *Medios de Contraste Radiológico*, Tesis, - UNAM, (1973).
- 7.- Gallot, D., "Barium Sulfate: Pharmaceutical aspects and Formu- lation", *J. Pharm. Clin.*, 2(4), 373-86, (1984).
- 8.- García Jimenez Ma. de Lourdes, *Nuevos Métodos de Análisis de- Barita*, Tesis, UNAM, (1976).
- 9.- Giral, Rojahn, *Productos Químicos y Farmaceuticos*, Vol. I, - Pág. 101-3, México, (1956).
- 10.- Greenwood, N.N. y Earnshaw, *Chemistry of the Elements*, Ed. - Pergamon Press, Gran Bretaña, (1986).
- 11.- Janes, A.M. Goddard, "Barium Sulfate Preparation eded as X-ray

- opague Media", Pharm. Acta Helv., 46(12), 708-20. (1971).
- 12.- Johnstone, S.J., Johnstone, M.G., Minerals for the Chemical and Allied Industries, John Wiley & Sons, Inc., N.Y. (1975).
 - 13.- Kirk, E. y Othener, D.F., Kirk-Othener, Encyclopedia of Chemical Technology, Interscience Encyclopedia, Inc., New York, (1957).
 - 14.- Mallinckrodt Pharmaceutical, Barosperse (Sulfato de bario), - St. Louis Missouri, U.S.A..
 - 15.- Meloan, C.E. Y Kiser, R.W., Problemas y experimentos de Análisis Instrumental, Ed. Reverté, México, (1973).
 - 16.- Métodos Químicos para el Análisis de Minerales, Comisión Nacional de Fomento Minero, México.D.F., (1985).
 - 17.- Nueva Farmacopea Mexicana, Ed. Betas, México, (1970).
 - 18.- Obregón, P. Alberto, Análisis Químico de Rocas y Materiales Similares, Instituto de Geología, México, D.F., (1977).
 - 19.- Snell-Hilton, Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis, - Interscience Encyclopedia, Inc., Vol. III, (1957).
 - 20.- Sctt's, W., Standard Methods of Chemical Analysis, Van Nostrand Co., Princeton, N.Y., (1961).
 - 21.- The United States Pharmacopea, Sixteenth Edition, (1985).
 - 22.- Ullmann, F., Enciclopedia de Química Industrial., Ed. Gustavo-Gili, S.A., Barcelona, (1960).
 - 23.- Watty, M., Química Analítica, Ed. Alhambra, S.A., México, (1989).
 - 24.- Willard, H.H., Merrit, L.L. y Dean, A.J., Métodos Instrumentales de Análisis, Cia. Editorial Continental, S.A., México.