



FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES Y MATEMÁTICA

OBTENCIÓN DE SULFATO DE HIERRO (II) HEPTAHIDRATADO Y  
MONOHIDRATADO PARTIENDO DE RESIDUOS DE ACERO

Suficiencia Profesional para optar el Título Profesional de Licenciado en Química

AUTOR:

ROQUE MUCHA David Alberto

ASESORA:

MSc. Ing. CASTAÑEDA PÉREZ Luz

JURADO

Dra. SALVADOR SALAZAR Martha

Mg. LEZAMA VIGO Helmer

Mg. CHÁVEZ ROJAS Danilo

LIMA – PERÚ

2019

## ÍNDICE

Resumen.....	3
Abstract.....	4
I.    Introducción .....	5
1.1 Trayectoria del autor .....	6
1.2 Descripción de la Empresa.....	8
1.3 Organigrama de la Empresa.....	10
1.4 Funciones desempeñadas en la Empresa.....	11
II.   Deshidratación de Sulfato Ferroso Heptahidratado empleando técnica ácida para obtener Sulfato Ferroso Monohidratado.....	13
2.1 Obtención del Sulfato de Hierro (II) Heptahidratado y Monohidratado partiendo de residuos de acero.....	16
2.1.1 Sulfatación o Digestión.....	16
2.1.2 Filtrado.....	18
2.1.3 Cristalizado.....	19
2.1.4 Centrifugado.....	19
2.1.5 Embolsado temporal.....	20
2.1.6 Secado.....	20
2.1.7 Control de Calidad del Producto.....	21
2.1.8 Envasado Final.....	24
2.1.9 Paletizado.....	24
2.1.10 Almacenamiento.....	24
2.2 Obtención de Sulfato Ferroso monohidratado USP – FCC.....	26
III.  Aportes más destacables a la empresa.....	30
IV.   Conclusiones.....	31
V.    Recomendaciones.....	32
VI.   Referencias.....	33
VII.  Anexos.....	34

## **Resumen**

El presente informe de suficiencia profesional tiene por objetivo obtener el sulfato de hierro (II) heptahidratado y sulfato ferroso monohidratado partiendo de virutas de acero.

Actualmente en el mercado nacional de insumos químicos se viene incrementando la demanda de sulfato ferroso monohidratado. El sulfato ferroso heptahidratado es obtenido a partir de virutas de acero atacado con ácido sulfúrico de 96% – 98% de pureza, siguiendo la metodología propia de la empresa. Este sulfato ferroso pasa por las siguientes etapas: Filtrado, cristalizado, centrifugado, secado y control de calidad. El producto sulfato ferroso monohidratado se obtiene empleando la técnica de deshidratación por saturación ácida (técnica propia de la empresa), este producto obtenido como producto final está dentro del rango de pureza de 31.62% - 32.72% según la norma USP 39 y se utiliza generalmente en la industria farmacéutica.

Palabra Clave: USP 39, sulfato ferroso heptahidratado, sulfato ferroso monohidratado, deshidratación.

## **Abstract**

The purpose of this professional proficiency report is to obtain iron (II) sulfate heptahydrate and ferrous sulfate monohydrate from steel shavings.

Currently, the demand for ferrous sulfate monohydrate is increasing in the domestic market of chemical inputs. Ferrous sulfate is obtained from steel chips attacked with 96% sulfuric acid - 98% pure, following the company's own methodology. This ferrous sulfate goes through the following stages: Filtration, crystallization, centrifugation, drying and quality control.

Ferrous sulfate monohydrate product is obtained using the technique of acid saturation dehydration (company's own technique), this product obtained as a final product is within the purity range of 31.62% - 32.72% according to the USP 39 standard and is generally used in the pharmaceutical industry.

Keyword: USP 39, ferrous sulfate heptahydrate, ferrous sulfate monohydrate, dehydration.

## I **Introducción**

La industria de los sulfatos a nivel mundial, mueve grandes cantidades de producción para poder satisfacer las demandas, para la obtención de los mismos se basa en diversos procesos químicos complejos y en diversos insumos con alto contenido de hierro tal como: pirita y virutas de acero.

En nuestro país se vio la manera de obtener este activo, debido a la constante demanda de las diversas industrias, ya que la obtención por importación de este insumo resulta ser lenta y tediosa, es por ello que ante esta necesidad se planteó un objetivo de sintetizar y caracterizar químicamente el principio activo del hierro (II), observando así que a partir de los recursos residuales metálicos generados por la industria mecánica se puede obtener, sometiéndolo posteriormente a procesos de reacciones químicas con ácido sulfúrico, obteniendo así el sulfato ferroso heptahidratado y sulfato ferroso monohidratado.

En la industria farmacéutica se emplea para la fabricación de medicamentos para la población. En la industria agrícola el sulfato ferroso es empleado como nutriente en plantas, frutos y prevención de plagas. En la Industria minera se empleará en los procesos de flotación.

### **1.1 Trayectoria del autor**

Yo, David Roque Mucha: inicié la carrera profesional en el campo de la Química Desempeñándome como analista:

- Empresa Insumex S.A., con suficiencia profesional en análisis fisicoquímicos de minerales no metálicos tales como carbonato de calcio, diatomita, dolomita, talco, bentonita entre otros, desde Octubre 2009 hasta Junio 2010.

- Empresa SGS del Perú en el área de minerales concentrados, con experiencia en análisis químico de minerales polimetálicos, empleando métodos de análisis volumétricos, desde Julio 2010 hasta Marzo 2011.

Desempeñándome como Supervisor de Producción:

- Empresa Insumex S.A. con suficiencia profesional en las operaciones de producción en los molinos de bolas, desde Abril 2011 hasta Febrero 2012.

Desempeñándome como Analista:

- Empresa Vitapharma SAC, con suficiencia profesional en manejo de técnicas químicas, fisicoquímicas e instrumentales para el análisis de insumos farmacéuticos, desde Diciembre 2012 hasta Mayo 2013.

Desempeñándome como Jefe de Laboratorio:

- Empresa Ferrosalt SA, con suficiencia profesional en la supervisión, gestión e implementación del laboratorio, desarrollando nuevas metodologías analíticas para la determinación de sulfatos, desde Mayo 2013 hasta Julio 2015.
- Empresa Azulcocha Mining, con suficiencia profesional en la supervisión y gestión de análisis químico de los concentrados de minerales, desde Julio 2015 hasta Febrero 2016.
- Empresa Ferrosalt SA, con suficiencia profesional en Investigación y Desarrollo; con experiencia en la supervisión, gestión y desarrollo de nuevos productos, desde Junio 2016 hasta Mayo 2017.
- Empresa Mipsur SAC desempeñándome también como jefe de planta; con suficiencia profesional en la supervisión, gestión, operaciones y desarrollo de nuevos productos, desde Mayo 2017 hasta Julio 2018.

- Actualmente gane un concurso público para trabajar en la empresa Buenaventura, en la unidad El Brocal, para desempeñar el cargo de ingeniero de laboratorio.

## **1.2 Descripción de la Empresa**

La suficiencia profesional que voy a presentar estará centrado en la empresa Ferrosalt.

Ferrosalt S.A. es una empresa fundada en el año 2000 la cual forma parte de un grupo empresarial con más de 40 años de experiencia en la industria química y entre otros.

El proceso de fabricación de los productos se lleva a cabo en instalaciones totalmente modernizadas, con la implementación de nuevas tecnologías conseguimos un producto de la más alta calidad.

Los controles sanitarios y ambientales son prioridad durante el proceso de fabricación, desde la calidad de los productos, hasta su aplicación.

En el laboratorio de Control de Calidad se garantiza la calidad de los procesos de producción y de los productos obtenidos.

La empresa está dedicada a la fabricación y venta de productos químicos para la industria farmacéutica, alimenticia animal, minería y agricultura.

Los productos más destacados son:

- Sulfato de magnesio heptahidratado
- Sulfato de zinc heptahidratado AFG y Grado minero
- Sulfato de zinc monohidratado
- Sulfato ferroso heptahidratado

- Sulfato ferroso tetrahidratado
- Sulfato ferroso monohidratado
- Sulfato de manganeso monohidratado
- Productos foliares tales como; Organikel vida, Organikel Boro, Organikel Calcio, Organikel Zinc, Organikel Cobre, Organikel Magnesio, Organikel Manganeso, Organikel Potasio, Organikel NPK 32-10-10, Organikel NPK 12-12-12, Organikel 5-50-5, Organikel PK 0-40-40

A continuación presento el organigrama de la empresa Ferrosalt y el puesto en el que me desempeñe como profesional.



1.3

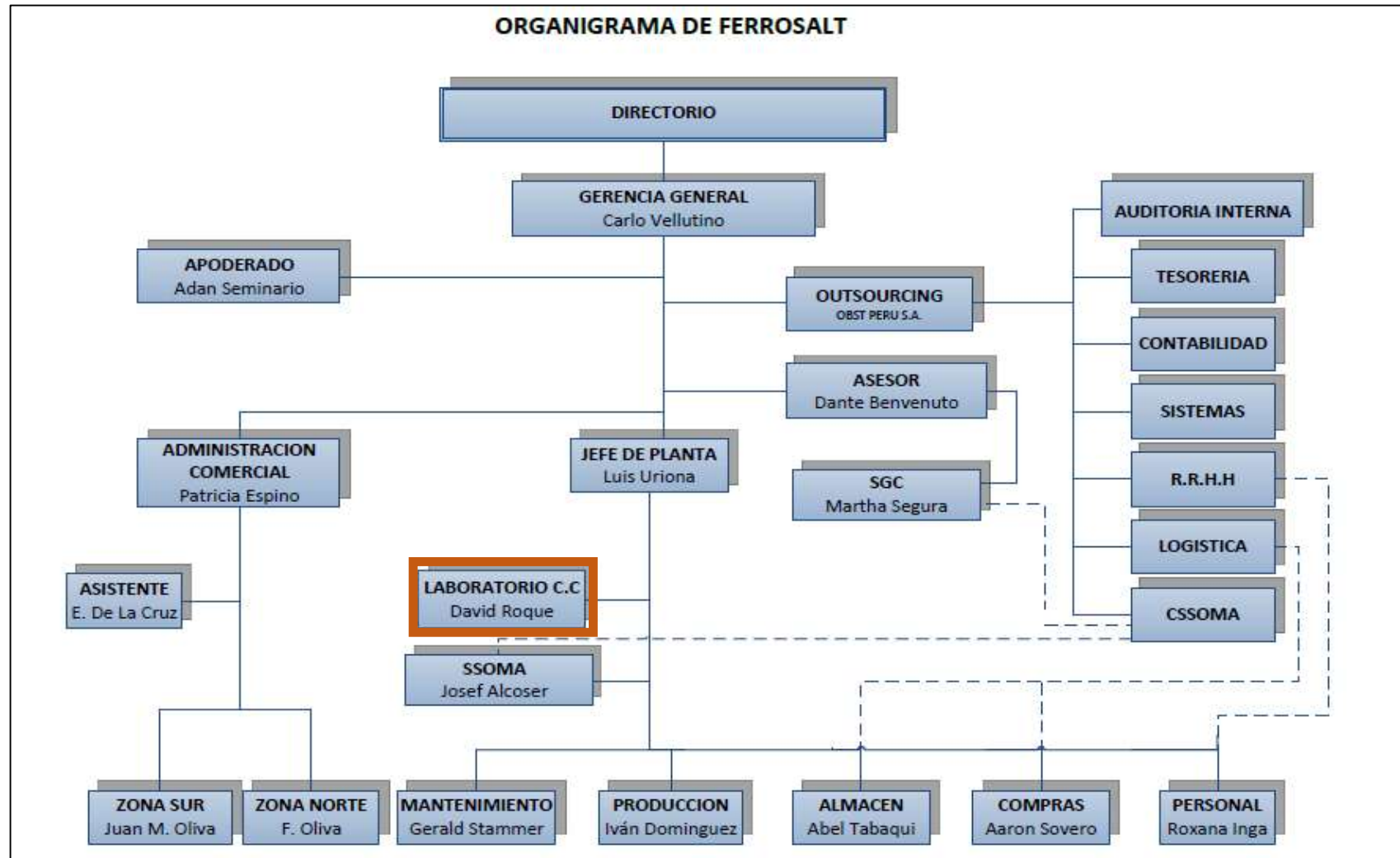


Figura 01, Organigrama de la empresa Ferrosalt

#### **1.4 Funciones desempeñadas en la empresa:**

Jefe de Control de Calidad, en este cargo desempeñe las siguientes funciones:

- Supervisar los procesos de análisis químico en el laboratorio, preparación de muestra, cuarteo, pesado, digestión y emplear la técnica volumétrica o instrumental.
- Supervisar la correcta preparación de reactivos para los análisis.
- Elaborar los certificados de calidad del producto terminado.
- Elaborar el informe técnico del bien fiscalizado para la SUNAT.
- Planificar las actividades en el laboratorio.
- Gestionar el plan de calibración de los equipos en el laboratorio, potenciómetros, balanzas, estufa, equipo absorción atómica e instrumentación de vidrio.
- Participar en las auditorías internas y externas realizadas en el laboratorio y planta.
- Optimizar la calidad del producto en cada línea de producción.
- Implementar métodos de análisis que ayuden a garantizar los resultados confiables.
- Autorizar el ingreso y liberación de las materias primas de proveedores (línea de hierro, línea de magnesio y línea de zinc).
- Gestionar y supervisar las posibles soluciones ante las problemáticas presentadas durante el proceso de producción.

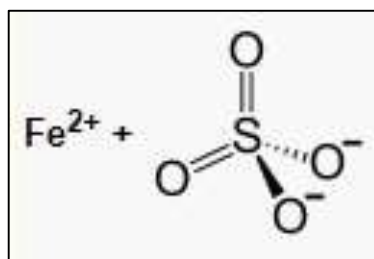
Jefe de Investigación y Desarrollo, en este cargo desempeñe las siguientes funciones:

- Gestionar y realizar los trabajos de investigación y desarrollo.
- Coordinar los proyectos a investigar y ejecutarlas en el laboratorio según programa.
- Gestionar y realizar charlas informativas a las áreas involucradas referentes a los nuevos productos.
- Coordinar con el área comercial la viabilidad de los productos, según demanda de mercado y necesidades.
- Coordinar con los jefes de área las facilidades operativas para las pruebas y ensayos respectivos.
- Elaborar los reportes de los ensayos piloto; según cronograma de investigación.

## **II. Deshidratación del Sulfato Ferroso Heptahidratado Empleando la técnica ácida para obtener Sulfato Ferroso Monohidratado**

### **Sulfato de Hierro (II)**

El sulfato de hierro (II) es un compuesto químico de fórmula ( $\text{FeSO}_4$ ). También llamado sulfato ferroso, caparrosa verde, vitriolo verde, vitriolo de hierro, melanterita o Szomolnokita, el sulfato de hierro(II) se encuentra casi siempre en forma de sal heptahidratada ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ ); de color azul-verdoso.



*Figura 02: Forma estructural del  $\text{FeSO}_4$*

### Forma anhidra e hidratos

El sulfato de hierro (II) puede encontrarse en varios estados de hidratación, de estas existen en la naturaleza los siguientes:

- $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (mineral: szomolnokita)
- $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (mineral: siderotilo)
- $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (mineral: melanterita)

### Propiedades físicas:

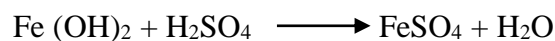
<b>Apariencia:</b>	cristales verdes – azules o blancos
<b>Densidad:</b>	1898 kg/m <sup>3</sup>
<b>Masa molar:</b>	151,908 g/mol (sal anhidra)
	169,923 g/mol (monohidrato)
	224, 120 g/mol (tetrahidrato)
	242,135 g/mol (pentahidrato)
	278, 05 g/mol (heptahidrato)
<b>Punto de fusión:</b>	337 K (64 °C)
<b>Punto de ebullición:</b>	363 K (90 °C)
<b>Punto de descomposición:</b>	573 K (300 OC)

### Propiedades químicas:

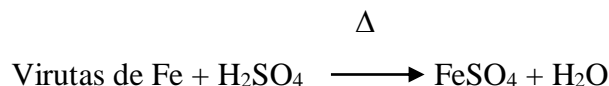
**Solubilidad en agua:** 29.5 g/100mL de agua

### Obtención:

En el proceso de acabado del acero antes de la galvanoplastia o el recubrimiento, la lámina, la hoja o la barra de acero se pasa a través de un baño decapante de ácido sulfúrico. Este tratamiento produce grandes cantidades de sulfato de hierro (II) como producto.



Comercialmente se prepara por oxidación de la pirita, o tratando láminas de hierro con ácido sulfúrico



### Reactividad Química

- Estable en condiciones normales de uso y almacenamiento.
- En cualquiera de sus formas hidratadas, pierde agua en contacto con aire seco.
- Bajo exposición a la humedad, se oxida formando un recubrimiento marrón de sulfato de hierro (III), muy corrosivo.
- Al quemarse puede producir óxidos de azufre.
- Usar crema de manos

### Usos

- El sulfato ferroso se usa para purificación de agua por floculación
- Para eliminar fosfatos en las plantas de depuración municipales e industriales para prevenir la eutrofización de masas de agua superficiales.
- Se usan como agente reductor, sobre todo para la reducción de cromatos en cemento.
- Se usa para tratar la anemia ferropénica en las personas.
- Se usa también para enriquecer ciertos alimentos con hierro.
- En agricultura el sulfato ferroso se emplea como ayuda para regular el pH en los suelos calizos, también aporta grandes cantidades de hierro y azufre.

También destaca su capacidad para movilizar y mejorar la asimilación por la planta de otros nutrientes que son móviles en pH ácidos.

## **2.1 Obtención de Sulfato de Hierro (II) Heptahidratado y Monohidratado**

### **Partiendo de Residuos de Acero**

Obtenemos sulfato de hierro heptahidratado a partir de virutas de acero y ácido sulfúrico comercial, el producto obtenido cumple las especificaciones de la USP 39; este es usado como materia prima y reactivo para la industria farmacéutica y alimentaria.

El proceso para la obtención del sulfato de hierro (II) heptahidratado y monohidratado es el siguiente:

- Sulfatación o Digestión
- Filtrado
- Cristalizado
- Centrifugado
- Embolsado temporal
- Secado
- Control de Calidad del producto
- Embolsado final
- Paletizado
- Almacenamiento

### **2.1.1 Sulfatación o Digestión**

Tiene como objetivo alcanzar la reacción de los insumos adicionados; hasta formar el sulfato ferroso solubilizado, la reacción se realiza en un tanque

reactor (SIN AGITADOR) con calentamiento por vapor directo siendo las operaciones las siguientes:

Al tanque reactor de 10m<sup>3</sup> se adicionan:

- 1- Residuos de acero 2.5 TN
- 2- Agua madre y agua potable 7m<sup>3</sup>
- 3- Ácido sulfúrico 100L

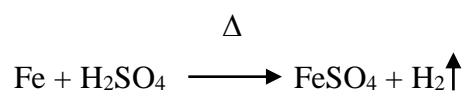
(La solución debe ser recirculada en caliente con vapor de agua, esto con la finalidad de evitar formación de cristales que pudieran ocasionar obstrucción en el proceso posterior) (Fig. 03).

- 4- El líquido de reacción obtenido debe mantenerse a una temperatura constante entre 60 °C a 80 °C.
- 5- Se mide el pH, la densidad ( $\delta$ ) y Temperatura (T), para adicionar otra cantidad de ácido Sulfúrico (10L), hasta llegar a los parámetros de control establecidos.
- 6- La solución final tiene que llegar a los siguientes parámetros de control  
Densidad ( $\delta$ ) 1.35 a 1.43, pH=0.5 a 1,0 T= 60°C a 80°C
- 7- Finalmente procedemos a filtrar la solución.



Figura 03: Digestión de virutas de acero con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> cc

### Reacción Química:



### Comparación:

Producto terminado	Rango de aceptación		
	Fe%	Porcentaje de Rendimiento	Costo en S/. de producción/ Tn
FeSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	20.0 - 21.0	4.93	470.28
FeSO <sub>4</sub> .4H <sub>2</sub> O	25.0 - 26.0	4.01	562.67
FeSO <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O	31.62 - 32.72	3.04	719.36

### 2.1.2 Filtrado

El objetivo de este procedimiento es eliminar las impurezas (insolubles en suspensión) que contiene la solución resultante de la sulfatación (Fig. 03).



Para esta operación se emplea un filtro prensa hidráulico (Fig. 04), de placas revistadas con lonas y la presión que ejerce el equipo al cerrar es de  $P=2300$  PSI.



*Figura 04: Filtro prensa hidráulico*

### **2.1.3 Cristalizado**

Tiene como objetivo la formación de cristales de sulfato de Ferroso Heptahidratado por enfriamiento, producto en solución obtenido después de la reacción.

El proceso se realiza en un tanque cristalizador de acero inoxidable (Fig. 05), en agitación, para la circulación de agua fresca en el cristalizador se emplea una torre de enfriamiento.

Dejamos enfriar la solución hasta llegar a una temperatura de entre  $24^{\circ}\text{C}$  a  $34^{\circ}\text{C}$  para proceder a separar los cristales del agua.



*Figura 05:* Cristalizador de acero inoxidable

#### **2.1.4 Centrifugado**

Tiene como objetivo separar los cristales formados de la solución (agua madre). Para efectuar dicha operación procedemos a medir la temperatura a la solución, tiene que estar en un rango de 24°C a 34°C.

Luego se procede activar el Separador de sólidos (Conturbeck o pusher) (Fig. 06), para obtener los cristales.



*Figura 06:* Separador de cristales (Conturbeck o pusher)

### 2.1.5 Embolsado temporal

El producto es almacenado en un big bag (Fig. 07), luego es trasladado al secador FLASH para la adecuación estable de 7 moléculas de agua



*Figura 07: Obtención de cristales de sulfato ferroso*

### 2.1.6 Secado

Tiene como objetivo darle al producto su composición molecular estable de 7 moléculas de agua.

El producto centrifugado pasa por un secador flash (Fig. 08), condiciones de temperatura de secado 40°C a 50°C.

Se toma una muestra para ser analizado en el laboratorio y cuantificar la pureza (Ver anexo 1), se obtienen como producto cristales de sulfato ferroso heptahidratado con una pureza en un rango de 99.5% - 104.5%



*Figura 08: Secador flash*

### **2.1.7 Control de Calidad del producto**

El área de control de calidad se encarga de tomar muestras representativas y aleatorias de la producción (Fig. 09), para efectuar los análisis y cuantificar el grado de pureza



*Figura 09: muestras de FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O*

El personal de laboratorio conjuntamente con el jefe de laboratorio son los responsables de realizar los análisis de acuerdo a los procedimientos de análisis (Ver anexo I).

Las muestras son ingresadas al laboratorio debidamente codificadas.

Los datos obtenidos en el análisis volumétrico se transcriben a una hoja de cálculo de Excel para el cálculo de los resultados (Fig. 09).

En dicha hoja se ingresan los siguientes datos:

- Fecha de ingreso de la muestra
- Lote de la muestra
- Fecha de fabricación del producto
- Peso de la muestra
- Gasto del sulfato cerico en la muestra

-Resultados del pH

-Resultados de pruebas fisicoquímicas

En caso que la muestra no cumpla con los parámetros establecidos, se informa a producción para separar el lote observado, el cual se trasladan a los tanques reactores para su reproceso.

A continuación detallo los resultados obtenidos del sulfato ferroso heptahidratado en la hoja de cálculo.

FORMULAS		$\% = (((Vs - Vb) * N * F) / W) * 100$		Método USP FCC											
DATOS DE LA MUESTRA				RESULTADOS								SOLUBILIDAD	ESTADO	PARTICULAS EXTRAÑAS	ANA LISTA
FECHA	LOTE DE MUESTRA	FECHA DE FABRICACIÓN	Peso de muestra disuelta	Vol. Gastado mL	pH (3.0 - 4.5)	%Pureza (102.4%) <sup>*</sup>	pH Prom.	% Fe (Promedio)	% Fe (20.5% ± 0.5%)	FeSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O (Promedio)					
06/06/2017	SFeH	073703	05/06/2017	0.1074	3.90	4.50	99.66	4.50	20.03	20.03	99.66	CUMPLE	Aprobado	No presenta	DR
				0.1074	3.90	4.50	99.66			20.03					
06/06/2017	SFeH	073803	05/06/2017	0.1020	3.75	4.50	100.84	4.50	20.27	20.27	100.84	CUMPLE	Aprobado	No presenta	DR
				0.1020	3.75	4.50	100.84			20.27					
12/06/2017	SFeH	073903	09/06/2017	0.1066	3.90	4.50	100.40	4.50	20.18	20.18	100.40	CUMPLE	Aprobado	No presenta	DR
				0.1066	3.90	4.50	100.40			20.18					
13/06/2017	SFeH	074003	12/06/2017	0.1072	3.90	4.50	99.84	4.50	20.06	20.06	99.84	CUMPLE	Aprobado	No presenta	DR
				0.1072	3.90	4.50	99.84			20.06					
14/06/2017	SFeH	0741003	13/06/2017	0.1053	3.70	4.50	96.36	4.50	19.37	19.37	96.36	CUMPLE	Rechazado	No presenta	DR
				0.1053	3.70	4.50	96.36			19.37					

Figura 10: Cuadro de Informe de Análisis Químico del FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O

### **2.1.8 Envasado final**

Tiene como objetivo envasar el producto en su presentación final, en bolsas y baldes de polietileno de 25 Kg (Fig. 11)



*Figura 11:* Envasado de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

### **2.1.9 Paletizado**

Tiene como objetivo acondicionar el producto en una parihuela, colocar 40 baldes; para su almacenamiento y darle la identificación necesaria para su posterior trazabilidad (Fig. 11)

### **2.1.10 Almacenamiento**

Tiene como objetivo el darle al producto las condiciones adecuadas durante su almacenamiento para evitar su deterioro y llegue al cliente en óptimas condiciones

## Diagrama de flujo para la obtención de Sulfato Ferroso Heptahidratado y Sulfato Ferroso Monohidratado

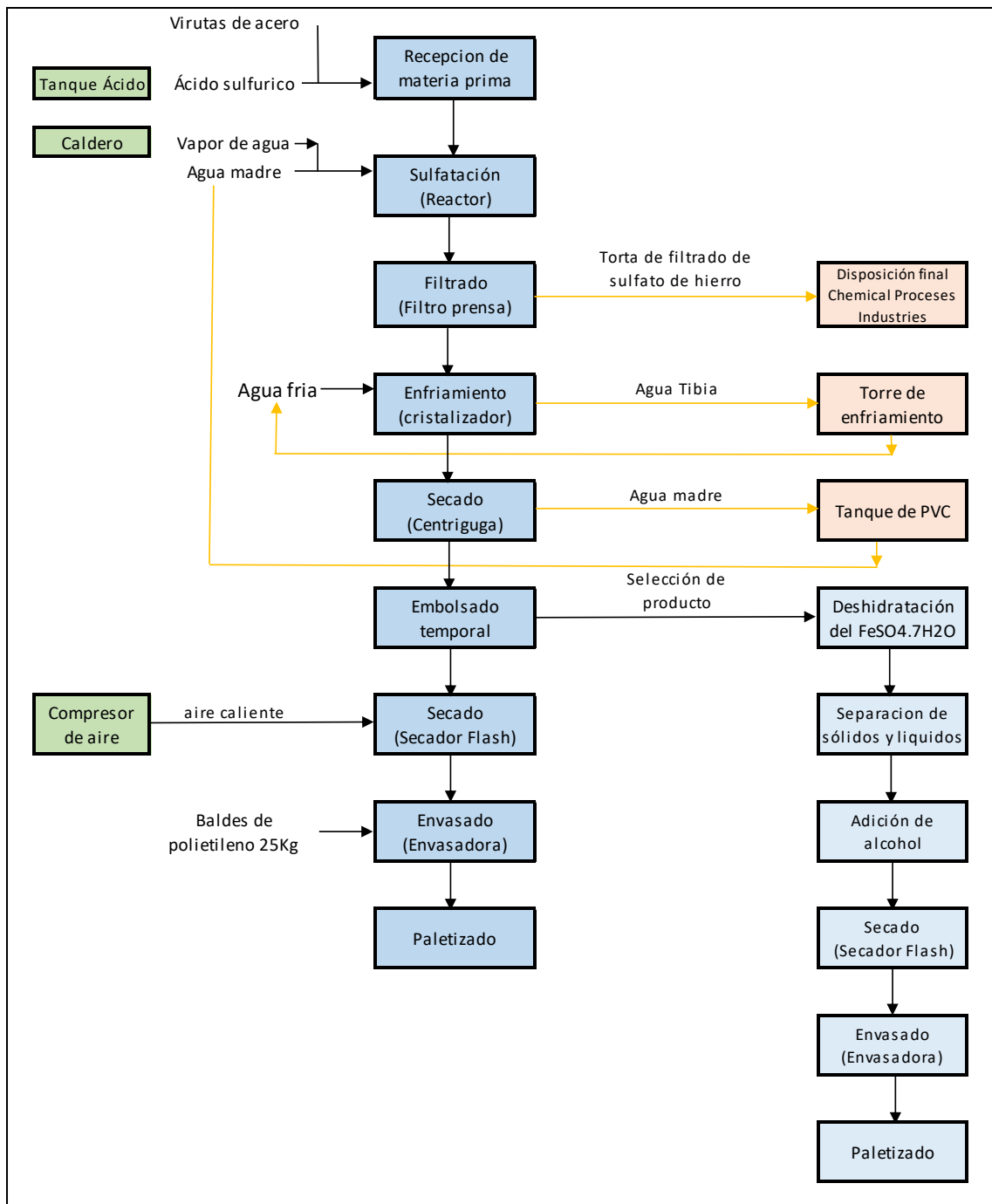


Figura 12: Diagrama de flujo para la obtención de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  y  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$



## 2.2 Obtención de Sulfato Ferroso Monohidratado USP - FCC

La obtención del Sulfato Ferroso Mono hidratado USP-FCC, a partir del sulfato ferroso heptahidratado por deshidratación de la sal formada con alcohol etílico y Ácido Sulfúrico, perdiendo en su estructura cristalina 6 moléculas de agua.

Las cantidades requeridas de ácido y  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  son según la estequiometria

El proceso para la obtención es el siguiente:

- En un tanque reactor se adiciona el sulfato ferroso heptahidratado (Fig. 13) seguidamente el  $\text{H}_2\text{SO}_4$  cc
- Agitar la solución para homogenizar
- Se deja reposar un tiempo necesario para que el producto tome color y forma
- Se enciende la bomba del vacío para separación de sólidos y liquido (Fig. 14)
- Se adiciona el alcohol y se agita manualmente hasta formación de una pasta
- Trasladar el producto al secador Flash (Fig. 15)
- Luego se informa al área de Control de Calidad para que designe a un analista y proceda con la toma de muestra para los análisis respectivos (Fig. 16).
- Envasado final (Fig. 17)
- Paletizado (Fig. 17)
- Almacenamiento



*Figura 13:* Sulfato ferroso heptahidratado

A continuación en las figuras del 14 al 17 se muestran los procedimientos.



*Figura 14:* Filtrado de producto  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$



*Figura 15:* Secado de  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$



*Figura 16:* Producto final  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$



*Figura 17:* Envasado del producto  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

El personal de laboratorio conjuntamente con el jefe de laboratorio son los responsables de realizar los análisis de acuerdo a los procedimientos de análisis (Ver anexo II).

Las muestras son ingresadas al laboratorio debidamente codificadas.

Los datos obtenidos en el análisis volumétrico se transcriben a una hoja de cálculo de Excel para el cálculo de los resultados (Fig. 18).

En dicha hoja se ingresan los siguientes datos:

- Fecha de ingreso de la muestra
- Lote de la muestra
- Fecha de fabricación del producto
- Peso de la muestra
- Gasto del sulfato cérico en la muestra
- Resultados del pH
- Resultados de pruebas fisicoquímicas

En caso que la muestra no cumpla con los parámetros establecidos, se informa a producción para separar el lote observado, el cual se trasladan a los tanques reactores para su reproceso.

A continuación detallo los resultados obtenidos del sulfato ferroso monohidratado en la hoja de cálculo.

Ferrosalt S.A.			INFORME DE ANALISIS QUIMICOS													
LABORATORIO CONTROL DE CALIDAD			Metodo USP 39													
ANALISIS DE:	Fe				N1		0.10000	Bk		0.05		Codigo:R-020-LAB				
TITULANTE:	Sulfato cérico				N2			F		151.9		Elaborado:JL				
					N3							Revisado:RED				
					N4							Aprobado:RED				
												Rev:00				
												Fecha: 24/08/2016				
FORMULAS			$\% = ((V_s - V_b) * N * F) / W * 100$				Método USP FCC									
DATOS DE LA MUESTRA				VOLUMETRIA				RESULTADOS				ESTADO	SOLUBILIDAD	PARTICULAS EXTRAÑAS	ANALISTA	
FECHA	LOTE DE MUESTRA		FECHA DE FABRICACIÓN	Peso de muestra disuelta	Vol. Gastado mL	pH (2.0 - 3.0)	FeSO4.H2O (86% - 89%)	pH Prom.	% Fe (Promedio)	% Fe (31,62% - 32,72%)	% Pureza (Promedio)					
19/04/2018	SFeM	006705 M1	18/04/2017	0.1055	6.20	2.62	88.55	2.62	32.55	32.55	88.55	Aprobado	CUMPLE	No presenta	SZ	
				0.1055	6.20	2.62	88.55			32.55						
19/04/2018	SFeM	M2	18/04/2017	0.1038	6.05	2.65	87.80	2.65	32.28	32.28	87.80	Aprobado	CUMPLE	No presenta	SZ	
				0.1038	6.05	2.65	87.80			32.28						
19/04/2018	SFeM	M3	18/04/2017	0.1034	6.05	2.67	88.14	2.67	32.41	32.41	88.14	Aprobado	CUMPLE	No presenta	SZ	
				0.1034	6.05	2.67	88.14			32.41						
19/04/2018	SFeM	M4	18/04/2017	0.1010	5.90	2.68	87.98	2.68	32.35	32.35	87.98	Aprobado	CUMPLE	No presenta	SZ	
				0.1010	5.90	2.68	87.98			32.35						
19/04/2018	SFeM	M5	18/04/2017	0.1097	6.30	2.59	86.54	2.59	31.82	31.82	86.54	Aprobado	CUMPLE	No presenta	RG	
				0.1097	6.30	2.59	86.54			31.82						

Figura 18: Cuadro de Informe de Análisis Químico del FeSO<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O

### **III. Aportes más destacables a la Empresa**

Entre los aportes más destacables puedo mencionar los siguientes:

- Desarrollé un fungicida foliar para el mercado de la agricultura, Sulcopenta mejorado; la mejora que realice a esta fórmula fue de incrementar el porcentaje de cobre e incrementar la viscosidad para una mejor adherencia en los frutos.
- Desarrollé una nueva técnica para la obtención de sulfato ferroso monohidratado grado farmacéutico a partir del sulfato ferroso heptahidratado.
- Lideré el equipo de Control de Calidad en los procesos de homologación para Lograr la Certificación de la Norma ISO 9001, año 2013.
- Implementé el área de instrumentación químico y fisicoquímico en el laboratorio de Control de Calidad, la empresa adquirió un equipo de absorción atómica Perkin 400.
- Implementé nuevas técnicas de análisis para el sulfato ferroso y sulfato de magnesio heptahidratado, las mejoras que realice fue basándome en la USP 39.
- Gane una dirimencia en la observación de una materia prima (60 Tn de óxido de zinc), para determinar porcentaje de ZnO
- Representante y coordinador del departamento de Control de Calidad en el proceso de certificación de las normas ISO 9001, lográndose mantener la certificación por SGS, año 2015
- Participe como auditor interno y realice inspecciones en las diferentes áreas de la planta Ferrosalt, con la finalidad de observar, mantener y mejorar el sistema de la norma ISO 9001.
- Fui auditor externo para la homologación de materia prima óxido de zinc.

#### **IV. Conclusiones:**

- El producto Sulfato ferroso monohidratado obtenido por la técnica de desarrollo propuesta; cumple con la pureza requerida de 86.0% - 89.0%, según la norma USP.
- El sulfato ferroso heptahidratado obtenido en el proyecto contiene un porcentaje de Fe en un rango de 20.0% - 21.0%
- La solución de ácido sulfúrico diluido obtenido del proceso de deshidratación, es utilizado como agua madre y se recircula en los tanques reactores para reacción química en el proceso inicial.
- De 100Kg de sulfato ferroso heptahidratado se recupera 61 Kg  $\pm$ 1.0 Kg de sulfato ferroso monohidratado.

**V. Recomendaciones:**

- Como Químico que soy, recomiendo a seguir la profesión porque nos permite innovar, investigar, modificar los diversos procesos de producción y análisis químicos para beneficio de las industrias.
- Como profesional químico realizamos empresa de base tecnológica en diferentes industrias fundamentadas en un desarrollo sostenible.

## VI. Referencias:

- Agromática. (2019). Cómo usar el sulfato de hierro en agricultura. Recuperado de <https://www.agromatica.es/como-usar-el-sulfato-de-hierro>
- Definición de Acero dulce y conceptos relacionados] (s.f.). Recuperado de <http://www.parro.com.ar/definicion-de-acero+dulce>
- Instituto Nacional de Estadística e informática (2009). Perú, encuesta demográfica y de salud familiar, 222-223. Recuperado de <https://dhsprogram.com/pubs/pdf/FR242/FR242.pdf>
- Jones, S., Daigo, A. (2010). Método de fabricación de sulfato ferroso a partir de cenizas de pirita. *Organización Mundial de la Propiedad Intelectual*, 1 (1), 11-15. Doi: WO 2010/125205 A1
- Planta Ferrosalt, Informes de análisis químicos del laboratorio de control de calidad de la planta Ferrosalt SA, Código R-020-Lab., Emisión 2016-08-24, Revisión 04
- Planta Ferrosalt, Procedimiento: Proceso de Elaboración de Sulfato Ferroso Heptahidratado, Código P-005-PR, Emisión 2014-04-01, Revisión 06, Pág. 1-10
- Rodríguez, J., Lafourcade, A.(2005). OBTENCIÓN DE SULFATO DE HIERRO (II) HEPTAHIDRATADO CON CALIDAD FARMACÉUTICA A PARTIR DE RESIDUALES METÁLICOS DE LA INDUSTRIA MECÁNICA. *Revista Cubana de Química*, vol. XVII, núm. 2, 2005, 138-141. Doi: 0258-5995
- Sulfato Ferroso Jarabe equiv. 15mg/5 mL de hierro* (s.f.). Recuperado de [http://www.digemid.minsa.gob.pe/UpLoad/UpLoaded/PDF/Sulfato\\_Ferroso.pdf](http://www.digemid.minsa.gob.pe/UpLoad/UpLoaded/PDF/Sulfato_Ferroso.pdf).
- Velarde, P., Nuñez, M., De La Sota, A., Sánchez, M., Chávez, N., Tavera, M. (2004). Lineamientos de nutrición materno infantil del Perú. *Ministerio de salud*, 1 (2), 49. Recuperado de <https://repositorio.ins.gob.pe/bitstream/handle/INS/218/CENAN0060.pdf?sequence=1&%0AsAllowed=y%0A>
- Williams, R. (Ed.). (2016). *United State Pharmacopeia* 39, 4294-4297. Estados Unidos: Editorial UFCC.



**Métodos de análisis del laboratorio de Control de Calidad para determinación de Sulfato Ferroso Heptahidratado por el Método USP 39**

**1. Descripción de actividades**

**1.1. Preparación de reactivos**

- **H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 N.** En una fiola de 1L conteniendo agua destilada, agregar lentamente de ser posible en baño con agua fría, 54 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (densidad 1.84 g/cm<sup>3</sup>) y enrasar a 1L.
- **Sulfato Cérico Décimo Normal (0,1N),** Pesar 33.22g Ce(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, disolver con agua y enrasar a 1L.
- **Ortofenatrolina SR,** disolver 150mg de ortofenatrolina en 10mL de una solución de sulfato ferroso, que se prepara por disolución de 700mg de cristales transparentes de sulfato ferroso en 100mL de agua. La solución del sulfato ferroso se debe preparar inmediatamente antes de disolver la ortofenatrolina (almacenar en envase cerrado)

**1.2. Pruebas de Identificación**

**Sales ferrosas,** Las soluciones de sales ferrosas producen un precipitado azul oscuro con ferricianuro de potasio SR. Este precipitado es insoluble en ácido clorhídrico 3 N pero se descompone con hidróxido de sodio 1 N. Las soluciones de sales ferrosas con hidróxido de sodio 1 N producen un precipitado blanco-verdoso que cambia de color rápidamente a verde y luego, cuando se agita, se torna marrón.

**Sulfatos**-Las soluciones de sulfatos con cloruro de bario SR producen un precipitado blanco que es insoluble en ácido clorhídrico y en ácido nítrico. Con acetato de plomo SR, las soluciones neutras de sulfatos forman un precipitado blanco que es soluble en acetato de amonio SR. El ácido clorhídrico no produce precipitado cuando se agrega a las soluciones de sulfatos (a diferencia de los tiosulfatos).

### 1.3. Prueba de Solubilidad

**En agua**, se pesa 100g de la muestra y se agregan en un matraz de 250ml, luego se le agrega 100ml de agua desionizada, **la solubilidad de la muestra es lenta.**

**En alcohol**; se pesa 100g de la muestra y se agregan en un matraz de 250ml, luego se le agrega 100ml de alcohol industrial (98%), **la muestra es insoluble en alcohol.**

### 1.4. Valoración del $Ce(SO_4)_2$ 0,1N

Normalizar la solución del siguiente modo:

- Pesar con exactitud, aproximadamente 0.2g de oxalato de sodio patrón primario, secado según las instrucciones de la etiqueta.
- Disolver en 75mL de agua. Agregar, mezclando, 2mL de ácido sulfúrico previamente mezclado con 5mL de agua, mezclar bien.
- Agregar 10mL de ácido clorhídrico, y calentar entre 70° y 75°.
- Valorar con sulfato cérico 0,1N hasta color amarillo leve permanentemente.
- 6,700mg de oxalato de sodio equivalen a 1mL de sulfato cérico 0,1N

$$N = \frac{mg \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{67,00 \times mL \text{ de solución de } Ce(SO_4)_2}$$

### 1.5. Determinación del Sulfato Ferroso Heptahidratado

- Pesar 100.0 – 1000.0mg de muestra y pasarlo a un Erlenmeyer de 250 ml
- Disolver la muestra en una mezcla de 25mL de ácido sulfúrico 2N y 25 mL de agua.
- Agregar Ortofenaltrolina SR y valorar con Solución volumétrica. Realizar una determinación con el blanco.
- Calcular el porcentaje de sulfato ferroso anhidro ( $\text{FeSO}_4$ ) en la muestra tomada:
- Resultado =  $\{(V_s - V_b) \times N \times F / W\} \times 1000$  ml

$V_s$ : volumen de Solución volumétrica consumido por la muestra (mL)

$V_b$ : volumen de Solución volumétrica consumido por el Blanco (mL)

N: normalidad de la Solución volumétrica (mEq/mL)

F: factor de equivalencia, 278.0mg/mEq

W: peso de la muestra (mg)

Criterios de aceptación 99,5% - 104,5% de sulfato ferroso heptahidratado

## Anexo 2

### Métodos de análisis del laboratorio de Control de Calidad para determinación de Sulfato Ferroso Monohidratado por el Método USP 39

#### 2. Descripción de actividades

##### 2.1. Preparación de reactivos

- **H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N.** En una fiola de 1L conteniendo agua destilada, agregar lentamente de ser posible en baño con agua fría, 54 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (densidad 1.84 g/cm<sup>3</sup>) y enrasar a 1L.
- **Sulfato Cérico Décimo Normal (0,1N),** Pesar 33.22g Ce(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, disolver con agua y enrasar a 1L.
- **Ortofenatrolina SR,** disolver 150mg de ortofenentrolina en 10mL de una solución de sulfato ferroso, que se prepara por disolución de 700mg de cristales transparentes de sulfato ferroso en 100mL de agua. La solución del sulfato ferroso se debe preparar inmediatamente antes de disolver la ortofenatrolina (almacenar en envase cerrado)

##### 2.2. Pruebas de Identificación

**Sales ferrosas,** Las soluciones de sales ferrosas producen un precipitado azul oscuro con ferricianuro de potasio SR. Este precipitado es insoluble en ácido clorhídrico 3 N pero se descompone con hidróxido de sodio 1 N. Las soluciones de sales ferrosas con hidróxido de sodio 1 N producen un precipitado blanco-verdoso que cambia de color rápidamente a verde y luego, cuando se agita, se torna marrón.

**Sulfatos-**Las soluciones de sulfatos con cloruro de bario SR producen un precipitado blanco que es insoluble en ácido clorhídrico y en ácido nítrico.

Con acetato de plomo SR, las soluciones neutras de sulfatos forman un precipitado blanco que es soluble en acetato de amonio SR. El ácido clorhídrico no produce precipitado cuando se agrega a las soluciones de sulfatos (a diferencia de los tiosulfatos).

### 2.3. Prueba de Solubilidad

**En agua**, se pesa 100g de la muestra y se agregan en un matraz de 250ml, luego se le agrega 100ml de agua desionizada, **la solubilidad de la muestra es lenta.**

**En alcohol**; se pesa 100g de la muestra y se agregan en un matraz de 250mL, luego se le agrega 100ml de alcohol industrial (98%), **la muestra es insoluble en alcohol.**

### 2.4. Valoración del $Ce(SO_4)_2$ 0,1N

Normalizar la solución del siguiente modo:

- Pesar con exactitud, aproximadamente 0.2g de oxalato de sodio patrón primario, secado según las instrucciones de la etiqueta.
- Disolver en 75mL de agua. Agregar, mezclando, 2mL de ácido sulfúrico previamente mezclado con 5mL de agua, mezclar bien.
- Agregar 10mL de ácido clorhídrico, y calentar entre 70° y 75°.
- Valorar con sulfato cérico 0,1N hasta color amarillo leve permanentemente.
- 6,700mg de oxalato de sodio equivalen a 1 mL de sulfato cérico 0,1N

$$N = \frac{mg \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{67,00 \times mL \text{ de solución de } Ce(SO_4)_2}$$

## 2.5 Determinación del Sulfato Ferroso Monohidratado

- Pesar 50.0 – 800.0g de muestra y pasarlo a un Erlenmeyer de 250 ml
- Disolver la muestra en una mezcla de 25mL de ácido sulfúrico 2N y 25 mL de agua.
- Agregar ortofenaltrolina SR y valorar con Solución volumétrica. Realizar una determinación con el blanco.
- Calcular el porcentaje de sulfato ferroso anhidro ( $\text{FeSO}_4$ ) en la muestra tomada:

- Resultado =  $\{(V_s - V_b) \times N \times F / W\} \times 1000$  ml

$V_s$ : volumen de Solución volumétrica consumido por la muestra (mL)

$V_b$ : volumen de Solución volumétrica consumido por el Blanco (mL)

N: normalidad de la Solución volumétrica (mEq/mL)

F: factor de equivalencia, 151.9mg/mEq

W: peso de la muestra (mg)

Criterios de aceptación 86,0% - 89,0% de sulfato ferroso monohidratado