



**SÍNTESIS DE LA SAL SULFATO DE POTASIO Y CROMO (III) $KCr(SO_4)_2$
PARA EL ESTUDIO DEL PROCESO DE NUCLEACIÓN Y CRISTALIZACIÓN A
DIFERENTES CONDICIONES DE OPERACIÓN.**

Directora:

LILIANA CRISTINA HERNÁNDEZ BELLO

Estudiantes:

**PEDRO SANTIAGO CHAVES DÍAZ
HEYSAN RENATTA TRUJILLO CORTÉS**

Facultad de Ciencias Naturales e Ingeniería
Departamento de Ingeniería
Programa de Ingeniería Química

Bogotá, D.C.-Colombia
Septiembre 27, 2018



**SÍNTESIS DE LA SAL SULFATO DE POTASIO Y CROMO (III) $KCr(SO_4)_2$
PARA EL ESTUDIO DEL PROCESO DE NUCLEACIÓN Y CRISTALIZACIÓN A
DIFERENTES CONDICIONES DE OPERACIÓN.**

Directora:

LILIANA CRISTINA HERNÁNDEZ BELLO

Estudiantes:

**PEDRO SANTIAGO CHAVES DÍAZ
HEYSAN RENATTA TRUJILLO CORTÉS**

Proyecto de investigación para optar al título de:

Ingeniero (a) Químico (a)

Facultad de Ciencias Naturales e Ingeniería
Departamento de Ingeniería
Programa de Ingeniería Química

Bogotá, D.C.-Colombia
Septiembre 27, 2018

Nota de aceptación

Firma del presidente de jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Bogotá, Septiembre 27 de 2018.

Resumen

Gracias al valor comercial de los cristales en joyería, se propuso hacer un estudio de las condiciones necesarias para cristalizar la sal doble sulfato de potasio y cromo (III), la cual es una sustancia de color violeta de forma octaédrica. Para entender el proceso de obtención de núcleos, se planeó estudiar la relación inicial de reactivos y la presencia de iones Fe, Na en el agua madre, en la forma o el tamaño de los núcleos obtenidos. Algunos de los núcleos obtenidos se dejaron crecer dentro de las soluciones madre a 5°C, 25°C y 35°C, buscando conocer la temperatura de operación del proceso de cristalización. Posterior a la obtención de núcleos y cristales de diferentes tamaños; entre 200µm y 5cm de longitud, y diferentes geometrías, se hicieron pruebas de rayado, permitiendo clasificarlos entre 2-3 según escala de Mohs, las muestras sólidas fueron vistas a través de microscopio óptico a 10x, 40x y 100x, además se realizó microscopía electrónica de barrido (SEM) entre 20-200µm, la espectroscopia de transmisión de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) fue leída entre 930-800cm⁻¹ con presencia de cromatos y sulfatos cercanos a 1200cm⁻¹ y en espectroscopia de absorción atómica (EAA) se reconoce mayor cromo y potasio disuelto en solución que aquellas con presencia de hierro o cloruro de sodio. Con este estudio se logró obtener una metodología que permite obtener de cristales de sulfato de potasio y cromo (III) para ser usados en joyería.

Palabras claves: sulfato de potasio y cromo (III), cristalización, nucleación, joyería.

Abstract

Thanks to the commercial value of crystals in jewelry, it was proposed to study the necessary conditions to crystallize the double salt of potassium sulfate and chromium (III), which is a violet substance of octahedral shape. To understand the process of obtaining nuclei, it was planned to study the initial relationship of the reactants and the presence of Fe, Na in the mother water, in the shape or size of the obtained nuclei. Some of the nuclei obtained were grown in the mother liquors at 5 ° C, 25 ° C and 35 ° C, seeking to know the operating temperature of the crystallization process. After obtaining cores and crystals of different sizes; Between 200µm and 5cm in length, and different geometries, scratch tests were carried out, which allowed to classify them between 2-3 according to the Mohs scale, the solid samples were observed through a 10x, 40x and 100x optical microscope, and the scanning electron microscope (SEM) between 20-200 µm, the Fourier transform infrared transmission spectroscopy (FTIR) was read between 930-800cm⁻¹ with the presence of chromates and sulphates close to 1200cm⁻¹ and in atomic absorption spectroscopy (EAA)) higher chromium and potassium dissolved in solution than those with the presence of iron or sodium chloride are recognized. With this study it was possible to obtain a methodology that allows crystals of potassium sulphate and chromium (III) to be used in jewelry.

Keywords: Potassium sulphate and chromium (III), crystallization, nucleation, jewelry.

1. INTRODUCCIÓN

Las joyas y los minerales han reflejado poder social, industrial y financiero, llegando a convertirse en referentes del poder del hombre en la historia y de las propiedades de la naturaleza en diferentes estadios. Las joyas sirven de decoración por su belleza; las gemas, piedras preciosas, cristales y minerales encontrados en diferentes yacimientos, han sido empleados en la creación de nuevos materiales para diferentes industrias.

Los minerales han sido trabajados en las culturas china, egipcia, griega, romana, bizantina, en aleaciones e incrustaciones de gemas, piedras preciosas y cristales de diferentes aspectos, también usadas en adornos, armaduras y nuevas tecnologías.

Hoy día se realizan estudios sobre la composición química y la configuración estructural, para predecir las propiedades y la estabilidad de gemas, piedras preciosas y minerales a diferentes estímulos, clasificándolos por dureza, tenacidad, exfoliación o fractura, entre otros; permitiendo así evaluar características piezoeléctricas, piroeléctricas, triboeléctricas o magnéticas (Orche,1998).

La fascinación que presentan estos materiales ha llevado a la búsqueda de conocimientos que puedan explicar el proceso de cristalización, demostrando una necesidad de datos experimentales de equilibrio químico, entalpías y diagramas de solubilidad para poder describir y predecir la velocidad de formación de cristales de forma natural o sintética (Costa,2015).

En la actualidad la cristalización juega un papel importante en la producción de sustancias de alta pureza, por ejemplo la producción ácido acetilsalicílico (Alcázar et al, 2016), sin embargo, la cristalización no es una operación que pueda ser diseñada por predicciones teóricas, ya que las condiciones de nucleación y cristalización dependen de muchos factores (Guardado Calvo,2010), como el transporte de masa y de calor (Bruhns, Ramdohn,1965); conllevando a la variación de la solubilidad según la termodinámica de mezclas, o por el equilibrio conseguido por el sistema según lo determina el principio de Le'chatelier (Masciarelli et al, 2012).

El proceso de cristalización además de permitir la obtención de diferentes materiales industriales, farmacéuticos y de joyería, es también de interés académico, debido a la cantidad de fenómenos y conocimiento físico químicos que se pueden relacionar para hacer una correcta descripción. (Falicoy,1967)

Una posibles de cristalización es la óxido-reducción de dicromato de potasio en medio ácido, lo que permite la obtención de la sal mixta sulfato de potasio y cromo (III), la cual genera cristales iónicos violeta de geometría octaédrica definidas a temperaturas cercanas a los 50°C (Scheegans,2013). Estas condiciones permitieron como se verá en el presente documento generar una metodología de obtención de núcleos y cristales de distinto tamaño para ser usados en joyería, a través de la variación de: temperaturas de operación, concentración de reactivos en solución y adición de impurezas.

2. METODOLOGÍA

2.1. Mecanismo de reacción

El procedimiento de obtención de la sal sulfato de potasio y cromo (III) es de carácter exotérmico, por lo que la reacción se realizó en baño de hielo para controlar la temperatura. El proceso se inició calentando agua destilada hasta una temperatura de 50°C, en la cual fue disuelto dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) para liberar los iones potasio (K^+) y dicromato ($[Cr_2O_7]^{2-}$) en solución; posterior a esto el ion $[Cr_2O_7]^{2-}$ se reduce por adición de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 98%, mientras se agita constantemente la solución; promoviendo la liberación de los iones potasio (K^+), cromo (Cr^{+3}) y sulfato ($[SO_4]^{2-}$). Para finalizar la reacción fue adicionado etanol absoluto (CH_3CH_2OH) gota a gota y sin dejar de agitar, para oxidar la solución, obteniendo como productos la sal sulfato de potasio y cromo (III) ($KCr(SO_4)_2$), agua y etanal (CH_3COH) (Galwey, Guarini, 1993) (Galwey, Brown,1999). Después de veinticuatro horas en reposo a 20°C, la solución fue filtrada, para observar las características morfológicas de los sólidos obtenidos; aquellos núcleos con la geometría más definida fueron seleccionados para ser atados y suspendidos dentro de la solución madre (Holden, Singer, 1996), para evidenciar el proceso de cristalización después de veinticuatro horas (Morales et al,2017).

La reacción fue llevada a cabo inicialmente a una concentración de 75% (P/V) y a la presión atmosférica de Bogotá, Colombia; presentando la formación del sulfato de potasio y cromo (III) $KCr(SO_4)_2$ en solución por el color violeta característico pero sin tener evidencia de posible nucleación después de veinticuatro horas, por lo que se propuso hallar las cantidades de reactivos que favorecen la formación de núcleos de la sal mixta mediante el método de prueba y error, para lo que se propusieron 4 opciones; variando en cada una, el volumen del solvente (agua destilada), para sobresaturación la solución madre mientras se desarrollaba la reacción y así poder confirmar la viabilidad del proyecto; siendo esta la etapa de exploración.

Para el desarrollo de esta investigación; el proyecto fue dividido en cuatro etapas de trabajo, análisis térmico de la cristalización, factores externos que inciden en la formación de núcleos, análisis físicos-químicos, para culminar con la observación y descripción de la velocidad del proceso de cristalización.

2.2. Etapa de exploración

Debido a la ausencia de información verídica de datos experimentales sobre las cantidades de reactivos necesarios para la obtención del sulfato de potasio y cromo (III), se tomaron 4 beaker y se adicionaron las proporciones de agua destilada (solvente) 25, 30, 40, 50 mL, y en cada uno se adicionaron las cantidades de 6,0 gramos de dicromato de potasio, 10mL de ácido sulfúrico y 10mL de etanol absoluto, según la descripción dada con anterioridad.

2.3. Primera etapa

Análisis de la temperatura de cristalización

Con la información del volumen de solvente necesario para producir la nucleación de interés, obtenido en la etapa de exploración, se procedió a repetir la reacción, obteniendo nuevamente núcleos; los cuales fueron atados con hilos de teflón y suspendidos en la solución madre a las diferentes condiciones de operación térmica; 5°C en nevera, temperatura de laboratorio 20°C y 35°C en baño termostático, por un tiempo de veinticuatro horas, para observar la variación en la cantidad de cristalización a distintas temperaturas (Londoño et al,2006).

2.4. Segunda etapa

Factores externos (impurezas) que inciden en la formación de núcleos

Conociendo en este punto de la investigación, la temperatura de operación y las cantidades de reactivos que favorecen el proceso de nucleación, se procedió a juzgar el efecto del hierro elemental (Fe) y del cloruro de sodio (NaCl) en la formación de núcleos y el crecimiento de cristales; estas pruebas se realizaron por separado, adicionando 0,007 gramos y 0,0010 gramos respectivamente en cada muestra, y siguiendo los pasos mencionados anteriormente en la descripción del mecanismo de reacción para la obtención de la sal mixta sulfato de potasio y cromo (III).

2.5. Tercera etapa

Análisis físicos-químicos

Con las muestras obtenidas de la primera y segunda etapa de investigación, se realizaron las siguientes caracterizaciones físicas, mecánicas y químicas a las muestras obtenidas: peso por medio de balanza analítica (Ohaus Pioneer, Estados Unidos), dimensiones mediante pie de rey, resistencia a la compresión, con la ayuda de la máquina universal de ensayos (Jinan Testing Equipment IE). El pH, empleando un Potenciómetro digital (pH-metro) (Mettler Toledo, Suiza) y por papel tornasol universal. Además, se realizaron las siguientes pruebas de caracterización:

2.5.1. Espectrometría infrarroja por transformadas de Fourier

La espectrometría infrarroja se realizó en un equipo Cary 630 FTIR, donde se analizó cada una de las soluciones madre obtenidas en las etapas de investigación, en el espectrograma se relaciona la presencia de grupos funcionales, según el comportamiento de las bandas de respuesta a diferentes longitudes de onda.

2.5.2. Espectroscopia de absorción atómica

La absorción atómica se realizó en un espectrofotómetro de llama UNICAM 969, en el que se realizó para los elementos Cr⁺³ y K⁺ la lectura de los sólidos disueltos en las aguas madre, para ser comparados con las soluciones madre que presentan Fe elemental y sal NaCl.

2.5.3. Análisis microscopía electrónica de barrido

El estudio SEM se realizó en un equipo VEGA3 TESCAN, para obtener imágenes de 20µm a 200µm de los sólidos descartados en la etapa de exploración, esto se realizó para evidenciar el avance de la formación de redes octaédricas, por detector de electrones secundarios (SE), y con un detector de electrones retro dispersados (BSE), la cual es sensible a diferentes para evidenciar impurezas.

2.5.4. Análisis estereoscopio y microscópico

En el estudio óptico, se buscaron por estereoscopia las desviaciones de forma de los sólidos obtenidos con la forma octaédrica característica esperada; identificando fallas e irregularidades en la formación de piezas útiles en joyería, mientras en microscopía se buscaron gérmenes en solución, para observar la formación de núcleos por el movimiento, choque y unión de los sólidos en el solvente.

2.6. Cuarta etapa

Observación y descripción de la velocidad del proceso de cristalización

Después de realizar la investigación propuesta para la obtención de cristales de sulfato de potasio y cromo (III) para uso en joyería, se planteó recopilar información sobre la evolución de la nucleación y la cristalización, haciendo las siguientes pruebas:

2.6.1. Nucleación

- Tamaño

Se analizaron las imágenes SEM de las diferentes proporciones en la etapa exploratoria, para determinar los efectos de la cantidad de solvente en la creación de núcleos con forma definida.

- Geometría

Se tomaron recipientes con diferentes tamaños de base para determinar si la distribución molecular favorecía el crecimiento de núcleos.

- Cantidad

Para saber cuántos núcleos se creaban en unidad volumen por unidad tiempo, se adicionaron 5mL de solución madre a un vidrio de reloj y se observó por un tiempo de dos horas el proceso de nucleación.

2.6.2. Cristalización

- Tamaño

Se tomaron varios núcleos de geometrías diferentes y se dejaron suspendidos en las soluciones madre para determinar cuánto tiempo duraría la cristalización.

- Forma

Para conocer la forma de los cristales obtenidos a diferentes alturas respecto al recipiente, se tomaron dos beaker, en uno se dejó crecer un núcleo, reposando en la base del recipiente, y en el otro fue atado y suspendido a la mitad recipiente, para evidenciar crecimiento según distribución espacial en el recipiente.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1. Mecanismo de reacción

La reacción de obtención del reactivo sulfato de potasio y cromo (III) tiene como característica esencial ser exotérmica, por lo que de no ser controladas las condiciones de temperatura a valores inferiores a 60°C, la solución tiende a producir vapores, los cuales representan una pérdida de materia y una clara peligrosidad. Por lo que se recomienda, adicionar el ácido sulfúrico por las paredes de forma lenta y el etanol gota a gota para evitar, un aumento brusco de la temperatura y las posibles salpicaduras de ácido sulfúrico; debido a que las moléculas van reaccionando a medida que chocan, se requiere de agitación constante para asegurar la reacción completa de los reactivos y así, no tener aumentos de temperatura después de retirar la solución de baño de hielo.

3.2. Etapa de exploración

La ausencia de datos confiables, nos llevó a proponer una práctica inicial de verificación de proporciones de reactivos, esto para obtener una solución que

estuviera en la zona de sobresaturación del sistema alumbre de cromo-agua-etanal; permitiendo obtener núcleos para el proceso de cristalización sin tener que intervenir con otro proceso para llegar a la obtención de núcleos, por lo que se utilizaron las cantidades de 25, 30, 40, 50 mL de agua destilada, esta cantidad juega el papel de solvente para disolver la sal dicromato de potasio y como agua de cristalización para hidratar la sal mixta obtenida, debido a que la reacción también produce agua, si no se tiene un valor apropiado la sal puede quedar diluida y no formar núcleos como se tiene previsto. Imagen 1

Conociendo que 50ml de agua destilada promovía la obtención de núcleos de tamaño superior a 1cm, sin presencia de polvo, se descartaron las demás opciones, pues a 25mL se formaban cristales alargados de color azul-grisáceo Imagen 5a, mientras que a 30mL y 40mL, imágenes 5b y 5c respectivamente, se formaban núcleos de un tamaño aproximado de 1mm a 3 mm que no podían ser manipulados.



Imagen 1. Pruebas etapa de exploración.

3.3. Primera etapa

Análisis de la temperatura de cristalización.

Debido a que el proceso de cristalización y a su vez las propiedades, dependen de las condiciones de sobresaturación (ΔC) de la sal en la solución, se puede generalizar la solubilidad en la curva concentración-temperatura imagen 2; donde se puede ver que a diferentes temperaturas, se desplaza la zona de sobresaturación (Falicoy, 1967) promoviendo una mayor dilución de sal o la precipitación de la misma, por lo que se comprobó que a la condición estándar de temperatura en laboratorio 20°C se obtenía la mayor deposición de moléculas sobre los núcleos puestos a crecer en el agua madre; permitiendo concluir que a temperaturas de 5°C la velocidad de precipitación es tan alta que no da tiempo a que las moléculas de la interface sólido-líquido se depositen, sobre la superficie del núcleo, lo que impide un proceso homogéneo. Mientras que, al elevar la temperatura de la solución por encima de 20°C , el solvente llega a solvatar el material que se

encuentra depositado en el núcleo puesto a cristalizar por lo que a temperaturas de 35°C o superiores hace perder el progreso adelantado en la etapa de nucleación.

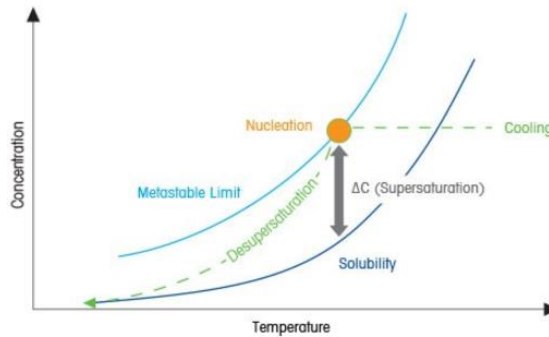


Imagen 2. Curva general de solubilidad. (Fuente: the Journal of Crystal Growth, 1968)

3.4. Segunda etapa

Factores externos (impurezas) que inciden en la formación de núcleos

Gracias a las condiciones de operación encontradas en las etapas de exploración y de efectos térmicos ya mencionada, quedó planteada la posibilidad de obtener cristales de diferentes propiedades por la presencia de impurezas en la solución; considerando oportuno manejar como impureza al hierro+3 ya que podría reemplazar el cromo+3; y el sodio Na+ del cloruro de sodio como posible reemplazo del potasio K+. Debido a que la fórmula general de los alumbres está compuesta por un metal monovalente (M+1), un metal trivalente (X+3) unidos a un ion sulfato [ligante]-2, $(M+1X+3[\text{ligante}]-2)$. Se hubiera podido cumplir la condición estructural de los alumbres y haber tenido núcleos de tamaño o aspecto diferentes con la presencia de hierro y sodio, sin embargo, los cristales con impurezas no tenían variaciones apreciables respecto a los que no contenían impurezas (Yashiro et al, 1995).

3.5. Tercera etapa

Análisis físicos-químicos

Al culminar las primeras dos etapas de la investigación del proyecto, se procedió a caracterizar los líquidos y los sólidos (núcleos y cristales) recuperados en cada reacción, esto se realizó para tener información del comportamiento físico-químico.

- **Peso**

Para la síntesis general del reactivo sulfato de potasio y cromo (III) se decidió que las cantidades de reactivos que promueven la sobresaturación después de ocurrir la reacción son: 6 gramos de dicromato de potasio, 50mL de agua destilada, 10mL de ácido sulfúrico y 10mL de etanol. Esta relación de reactivos, después de veinticuatro horas da un promedio 17 núcleos, con un peso total promedio de 3.7gramos, que equivale al 61.7% del material sólido entrante.

Posteriormente se suspendieron 3 núcleos en las solución madre a 20°C; con peso inicial total de 2,58 gramos, después de veinticuatro horas habían aumentado 1,34 gramos se pudo evidenciar que se presentaba un incremento aproximado del 20%. Permitiendo concluir que en un transcurso de cuarenta y ocho horas se había depositado 81,6% del material sólido entrante.

- **Dimensiones**

Las dimensiones de los núcleos como se evidenció en la etapa de exploración, dependen de la cantidad de solvente disponible, debido a que el agua destilada disuelve al dicromato de potasio; paso preliminar a la reacción de óxido-reducción, y además sirve para dodecahidratar la molécula sulfato de potasio y cromo $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$.

Para la concentración de 50mL de solvente, los núcleos obtenidos tienen un tamaño de partícula aproximado de 1,5cm, mientras que las opciones de 20, 30, 40mL como se puede ver en imágenes de microscopía electrónica de barrido SEM, existen núcleos con geometrías totalmente definidas a escalas micrométricas.

- **Compresión**

La máquina universal de ensayos tiene un valor mínimo de tamaño de muestra por lo que a los núcleos no se les logro determinar el valor máximo de compresión antes de sufrir fractura, pero a un cristal dejado en solución madre por dos semanas, tenía las dimensiones: longitud 22.28mm, área superficial 546,08mm² y una altura de 24,51mm, esta muestra soportó 0,119 kiloNewton o 12 kilogramos fuerza. Imagen 3.

| | |
|----------------------|---------------------|
| Customer | Cristal (KCr(SO4)2) |
| Coil No/Package No | |
| Type Other | 24.51 |
| Size(mm) | 24.51 |
| So(mm ²) | 546.08 |
| Lo(mm) | 22.28 |
| Lu(mm) | |
| A(%) | / |
| Su(mm ²) | / |
| Z(%) | / |
| Fm(kN) | 0.119 |



Imagen 3. Resultados de compresión

- Acidez

Las pruebas de acidez fueron elaboradas con un pH-metro digital reportando un valor de -1,3 y por medio de papel tornasol universal color rojo, identificado para pH 1, lo que indica una gran cantidad de iones hidrógeno en solución (Christen,1986).

3.5.1. Espectrometría infrarroja por transformadas de Fourier

En el espectrograma de la imagen 4, se registra la presencia de grupos funcionales a diferentes longitudes de onda, en donde se observan que los picos dominantes lo tienen todas las curvas sin impurezas, los cuales permiten comparar que la variación es respecto a la concentración de los productos y no a las familias presentes en solución. Al realizar el respectivo análisis de derecha a izquierda se pueden encontrar las siguientes bandas de absorción: vibraciones de torsión del enlace C-OH entre 660-50 cm^{-1} y estiramiento del enlace C-OH característico para el alcohol primario entre 1075-1025 cm^{-1} , estiramiento del O-H con patrón de torsión entre 2800-2200 cm^{-1} visualizado en 2353 cm^{-1} , y vibraciones por flexión del enlace O-H de puentes de hidrógeno poliméricos comprendida entre 3400-3200 cm^{-1} . Se observa presencia de cromatos entre 930-800 cm^{-1} en posición 874 cm^{-1} y señal banda cercana a sulfatos en posición 1200 cm^{-1} (Rodríguez, Reátegui,2002). De esto se puede decir que la reacción en la que se adiciona Fe, tiene un menor rendimiento respecto a las demás, pues aun cuando se encuentran las mismas torsiones y elongaciones, los picos son menores, lo que se traduce en una menor concentración de productos en solución.



Imagen 4. Espectrograma del FTIR para líquidos obtenidos.

3.5.2. Espectrometría de absorción atómica

Las aguas madre con impurezas y sin impurezas fueron analizadas por espectroscopia de absorción atómica, para cuantificar la cantidad de sólidos de cromo y potasio disueltos en cada solución preparadas; en los resultados se observa que, en la muestra con hierro, fue la que menos cromo depósito sobre las superficies del cristal, mientras que para la solución que tenía sodio fue menor la adsorción de potasio. Estos resultados permiten suponer que si hubo sustitución de los iones Cr^{+3} por los iones Fe^{+3} y de los iones K^{+} por los iones de Na^{+} .

| Muestra | Cromo soluble mg/L | Potasio soluble mg/L |
|---------|--------------------|----------------------|
| M1 | 18480.0 | 14149.7 |
| M2 | 17444.3 | 15832.0 |
| M3 | 16499.2 | 15207.8 |
| M(Na)1 | 20241.8 | 18053.7 |
| M(Fe)1 | 21002.3 | 17276.5 |

Tabla 1. Valores de cromo y potasio disueltos en solución.

3.5.3. Análisis estereoscópico y microscópico.

Las cantidades de agua destilada usadas en la etapa de exploración, dieron como resultado, la sal sulfato de potasio y cromo (III) en solución; estas soluciones fueron filtradas para obtener los sólidos que estaban disueltos. Evidenciando la presencia de polvo y de núcleos de tamaños iguales o menores a 1 mm, imágenes 5a, 5b, 5c a través de estereoscopia, por lo que, para distinguir mejor las formas presentes dentro del polvo recolectado, se disolvió 1 gramo de polvo en 1 mililitro de agua destilada, esta muestra fue vista por microscopia óptica, logrando observarse la presencia de núcleos con geometrías (Falicoy, 1967) definidas como en las imágenes 6a, 6b, 6c.

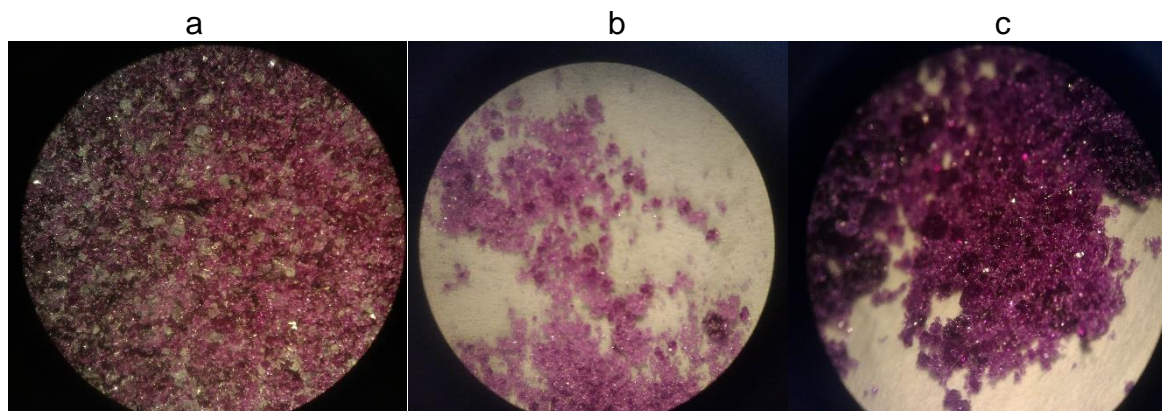


Imagen 5. Producto de reacción a diferentes concentraciones de solvente a: 20ml, b: 30ml, c: 40ml.



Imagen 6. Polvo recuperado de la etapa de exploración a: 20ml, b: 30ml, c: 40ml

3.5.4. Análisis de microscopía electrónica de barrido

Los sólidos recuperados de la etapa de exploración fueron examinados por microscopía SEM para comprobar la formación de agregados moleculares que comprueben la formación de núcleos a escala micrométrica (Menéndez,2010), como se ve las imágenes 7a, 7b, 7c; 20, 30,40mL respectivamente. Como se ve en la figura 6a, la concentración de agua destilada además de promover la producción de núcleos octaédricos también produce núcleos laminares imagen 8.

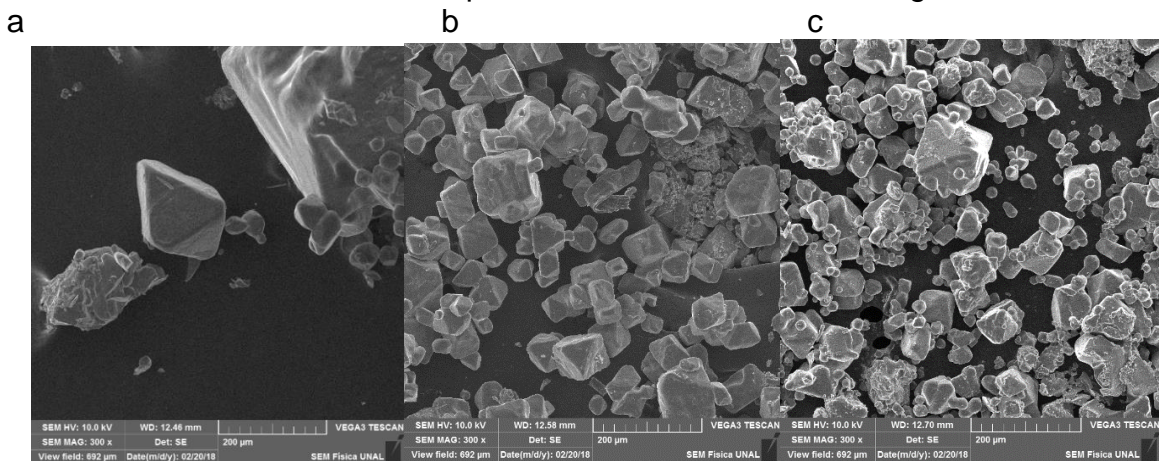


Imagen 7. Distribuciones de tamaño según SEM de las muestras de la etapa de exploración.

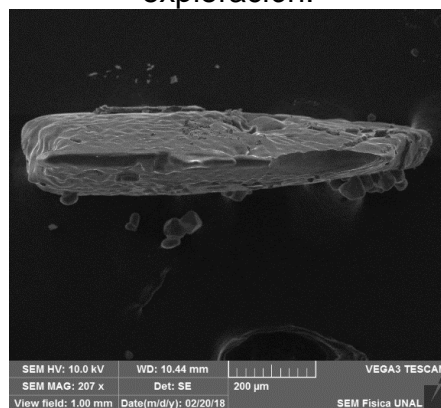


Imagen 8. Presencia de núcleo alargado junto a núcleo octaédrico. Condición 20mL.

3.6. Cuarta etapa

Observación y descripción de la velocidad del proceso de cristalización

Al recopilar información del proceso de obtención de la sal sulfato de potasio y cromo (III) para ser usados en joyería, se procedió a estudiar la velocidad de nucleación y cristalización, resaltando la importancia de lo observado en la etapa de exploración y en los resultados de las caracterizaciones; evidenciando que la reacción puede ser diseñada para favorecer la condición de nucleación en la zona de sobresaturación variando las condiciones de temperatura, y concentración. Para el estudio de la velocidad de cristalización se observó que si la solución madre es renovada cada veinticuatro horas el proceso incrementa en promedio un 20%; no hay que desconocer que, a mayor superficie de deposición, la interfase aumenta y con esto el proceso de cristalización (Orcottoma,2009).

3.6.1. Nucleación

- Tamaño

Como se discutió en la etapa de exploración, la concentración de solvente determina la cantidad de agua de cristalización disponible para determinar el tamaño de los núcleos obtenidos, pues como se ve en la imagen 8 existe presencia de núcleos cristalinos de forma octaédrica de dimensiones micrométricas; a esta condición de hidratación, se puede observar la presencia de arreglo cristalino longitudinales, lo que indica la existencia de una red cristalina no esperada a cantidades menores o iguales a 20ml de solvente. Con la relación de 50mL de agua destilada se observó la presencia de núcleos con tamaños superiores a 1 cm.

- Geometría

La geometría octaédrica puede estar presente a escala micrométrica como se ve en la imagen 8, sin embargo la geometría de los núcleos de tamaño superior al centímetro no siempre está completa, ya que su crecimiento se hace por capas o niveles. Depende de la cantidad disuelta de sulfato de potasio y cromo (III), será la distribución espacial de los iones en solución, por lo que esto influye en la cercanía de las moléculas a la superficie de deposición, sea el núcleo o el recipiente de trabajo (Prieto et al,1989).

- Cantidad

Para determinar la cantidad de núcleos formados se depositó una cantidad de 5ml sobre un vidrio de reloj, permitiendo ver el aumento en la cantidad de núcleos al evaporarse la solución, estos núcleos se fueron formando en el contorno de volumen de control, al ser estos núcleos dirigidos al centro, la producción de núcleos se reanudaba en el contorno, lo que nos permite decir que la pérdida de solvente aumenta la concentración de la sal mixta en la solución, permitiendo así manipulando la solución madre obtener una cantidad enorme de núcleos cristalinos (Peña,2007).

3.6.2. Cristalización

- Tamaño

La velocidad de crecimiento de los cristales, depende del área superficial disponible de los núcleos que estén creciendo y de la condición de sobresaturación presente en la solución, por lo que el tamaño es una relación no lineal de crecimiento, pues a medida que aumenta el tamaño del núcleo sembrado, aumenta el área disponible para deposición del más material disuelto, por esto, lo que promueve un mayor tamaño de cristal es el área del núcleo seleccionado y la concentración de la sal en la solución; pues a medida que va ocurriendo el proceso bien sea de nucleación o de cristalización el material disuelto se va reduciendo, y a su vez la condición de sobresaturación está más alejada del punto máximo de deposición de material. La falta de homogeneidad en la distribución espacial de la sal genera un crecimiento heterogéneo del cristal (Yashiro et al,1995) (Scheegans,2013).

- Forma

Debido a la distribución espacial del material disuelto en la solución, el núcleo depositado en la base tuvo sufrió de cristalización sobre la cara expuesta, impidiendo la formación octaédrica promoviendo su formación respecto a la estructura octaédrica, pues los átomos se van ordenando sobre área disponible, esto genera desviaciones importantes en la perfección del cristal (Scheegans,2013) (Knight,1969). Imagen 9, el núcleo cuanto más se deja crecer más parecida es la geometría a la estructura cristalina octaédrica. Imagen 10.

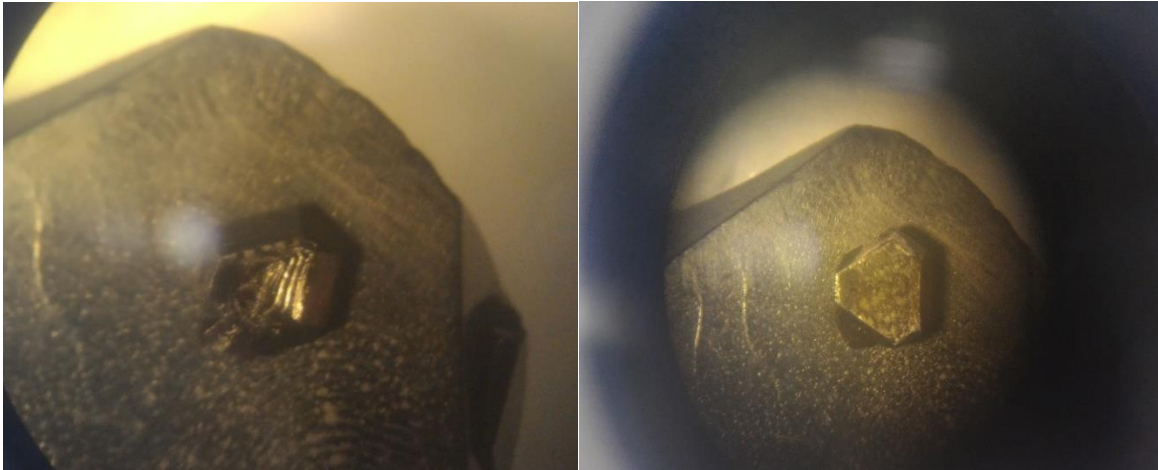


Imagen 9. Formación de un núcleo sobre un cristal

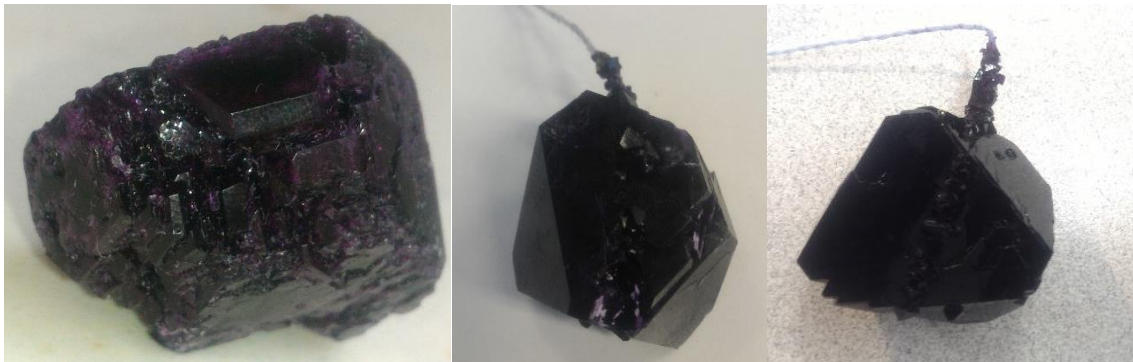


Imagen 10. Forma del cristal después del proceso de cristalización.

4. CONCLUSIONES

Los cristales y las gemas preciosas representan un negocio valioso en joyería, por lo que su obtención de forma sintética representa una gran línea de investigación, sin embargo el diseño de un proceso de cristalización, requiere de datos experimentales y de conceptos sobre equilibrio químico de soluciones heterogéneas y termodinámica de mezclas, transferencias térmicas y másicas, por lo que la metodología propuesta para obtención de cristales para joyería, permitió tener las condiciones de operación necesarias para la recolección de datos experimentales de forma sistemática, esta investigación, permitió la determinación de un proceso de transformación de una sustancia peligrosa en una sustancia inocua de alto valor comercial, por lo que con los pasos propuestos y las sugerencias descritas se pueden obtener cristales de forma definida y tamaño apreciable.

5. RECOMENDACIONES

- Realizar un estudio de la acidez en las aguas madre, por medio de titulación, sin embargo, debido al carácter violeta que promueve el cromo, se sugiere el uso de un agente enmascarante para cromo.
- Esmaltar la superficie para evitar la disolución de los cristales por humedad en el aire o por contacto directo con el agua.
- El proceso fue llevado a cabo en su mayoría cualitativamente, por lo que para un estudio cuantitativo se sugiere hacer un sistema cerrado, por la sensibilidad del proceso.
- Se recomienda hacer una caracterización por difracción de rayos X, para saber las redes cristalinas que desarrolla la sal sulfato de potasio y cromo (III).

6. AGRADECIMIENTOS

Al culminar este proyecto de investigación, nos gustaría agradecer a todas aquellas personas que estuvieron a nuestro lado ofreciéndonos apoyo constante para desarrollar y finalizar este trabajo satisfactoriamente.

En primer lugar, queremos agradecer a Dios por darnos salud y auxiliarnos con los recursos necesarios y suficientes para llevar a cabo el proyecto, por compartir grandes experiencias y adquirir nuevos conocimientos frente a temas que nos complementa como ingenieros químicos para desenvolvemos en la vida profesional.

También queremos agradecer de corazón a nuestras familias y queridos hermanos; Lizis Adriana Trujillo Cortés, Andrés Leonardo Trujillo Cortés y padre Jairo Trujillo Horta. Agradezco principalmente a mi amada madre Melba Cortés Cano, quién ha sido el pilar de mi educación continua, fortaleza, apoyo, amor, paciencia y modelo a seguir para ser un gran ser humano y profesional excepcional. Así como a Nelly Díaz Valderrama mi adorada madre, por todos los esfuerzos hechos en estos años con los que logramos hacer de las ilusiones de un chiquillo los proyectos de todo un hombre, a José Saúl Chaves Parra mi adorado padre, por la genética y ciencia heredada; y a mi hermano Felipe Chaves por ser gran ejemplo a seguir por enseñarme la fuerza y el enfoque que un hombre debe tener.

De antemano agradecemos a la Universidad Jorge Tadeo Lozano de Bogotá, por permitimos utilizar las instalaciones del plantel y facilitar los reactivos necesarios

para llevar a cabo la investigación del proyecto de tesis “ESTUDIO SOBRE LA CINÉTICA DE NUCLEACIÓN Y CRISTALIZACIÓN DEL SISTEMA OCTAÉDRICO SULFATO DE POTASIO Y CROMO (III), SULFATO DE ALUMINIO Y POTASIO” la cual después del desarrollo terminó llamándose “SÍNTESIS DE LA SAL SULFATO DE POTASIO Y CROMO (III) $K_2Cr(SO_4)_2$ PARA EL ESTUDIO DEL PROCESO DE NUCLEACIÓN Y CRISTALIZACIÓN A DIFERENTES CONDICIONES DE OPERACIÓN.” para optar al título de ingenieros químicos; así como a los ingenieros químicos Laura Rosa Conde Rivera y Andrés Felipe Suárez Escobar, por el apoyo dado en el proceso de finalización del presente trabajo, además reconocer la labor de los técnicos y laboratoristas del centro instrumental, centro de control y óptica que nos ayudaron a entender cómo desarrollar el proyecto de investigación, así como al laboratorio de equipos robustos de la universidad nacional de Bogotá donde se utilizó el SEM, al centro de biosistemas de la universidad Jorge Tadeo Lozano donde se usó el equipo de absorción atómica y al profesor de ingeniería agrícola Roberto Cuervo de la universidad Surcolombiana, Neiva, por su ayuda en el análisis de dureza en la escala de Mohs para el cristal.

7. BIBLIOGRAFÍA

Alcázar D.J., Fuentes F.A, Gallardo M.A., Herrera C.P., Linares. I., Villarreal S.M., Zambrano A.M.,(2016). Re cristalización de un compuesto orgánico fármaco ácido acetilsalicílico En: Alcázar D.J., Fuentes F.A, Gallardo M.A., Herrera C.P., Linares.

I., Villarreal S.M., Zambrano A.M., Manual de prácticas de laboratorio de química orgánica. Corporación universidad de la costa. Primera edición. Edit.: Educosta. Capítulo 5.f. Páginas 75-85.

Bruhns, W. Ramdohn, P. (1965) Generalidades En: Bruhns, W. Ramdohn, P. (Ed) Cristalografía. Primera edición Edit.: UTEHA N°4 Capítulo 1. Páginas 28-29.

Christen H.R (1986). El estado sólido En: Christen H.R (Ed) Fundamentos de química general e inorgánica. Primera edición. Edit.: Reverte S.A Capítulo 5. Página 222.

Costa González, A.F. (2015) Conceptos de simetría, simetría de arabescos. Grupos cristalográficos planos. En: Costa A.F., (Ed) una introducción a la simetría. Primera edición. Edit.: UNED educación permanente. Capítulos 2, 5. Páginas 29-75.

Falicov L.M.,(1967). Los estados de la materia y su estudio en la física contemporánea. El estado sólido y la red cristalina. En: Falicov L.M., (Ed) Estructura electrónica de los sólidos. Primera edición. Edit.: secretaria general de la

organización de los estados americanos, programa regional de desarrollo científico y tecnológico monografía N°3 capítulo 2y 3. Páginas 5-23.

Galwey A.K., Guarini G.G. (1993). A kinetic study of the dehydrations of the alums $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ and $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$. Proceeding: mathematical and physical sciences volume 441.N°5 1912 the royal Society. Páginas 313-329.

Galwey A.K., Brown M.E. (1999). Thermal dehydration of hydrated salts. En: Galwey A.K., Brown M.E. (Ed) Thermal decomposition of ionic solids, studies in physical and theoretical chemistry N°86. Elsevier Capítulo 7. Páginas 217-239.

Guardado Calvo P. (2010). Introducción. En: Guardado Calvo P. (Ed) estructuras cristalográficas de proteínas de virus animales implicadas en la interacción virus-hospedador, tesis doctoral. Universidad de santiago de Compostela, departamento de bioquímica y biología molecular. Capítulo 1. Páginas 1-3.

Holden A., Singer P., (1966) Doce métodos para preparar cristales. En: Holden A., Singer P., (Ed) Los cristales y su crecimiento. Primera edición Edit.: Universitaria de buenos aires. Capítulo 5. Página109-145.

The Journal of Crystal Growth, Volumes 3–4, 1968, Pages 377-383

Knight C.A., (1969). Crecimiento de monocristales a partir de materiales fundidos. En Knight C.A (Ed) Cristalización de líquidos sobre enfriados. Van Nostrand Momentum Books Capítulo 9. Páginas 114-122.

Londoño M.E., Echevarria A., De la calle F. (2006) Características cristalóquímicas de la hidroxiapatita sintética tratada a diferentes temperaturas. Revista EIA escuela de ingeniería de Antioquia, Medellín N°5 Páginas109-118.

Masciarelli R., Stancich S., Fernando S., (2012) Transferencia de materia. Universidad Tecnológica Nacional Facultad Regional Rosario Cátedra de Ingeniería de las Reacciones Unidad 2.Página 17.

Menéndez A. (2010). Nano materiales cero dimensionales. En: Menéndez A. una revolución en miniatura, nanotecnología al servicio de la humanidad. Universidad de valencia catedra de divulgación de ciencia Páginas 50-52

Morales I.C., Fernández K.R., Ferro A., Moro W., Calzadilla A. (2017). Tecnología para la gestión del alumbre de cromo (III) y potasio como pigmento cerámico. Revista tecnológica de química Vol.37 N°1.

Orche. E. (1998) Devenir histórico de la relación entre la joyería y la ciencias de mineras y de los minerales. X CONGRESO INTERNACIONAL DE MINERÍA Y METALURGIA. Valencia, España. Páginas 143-160.

Orcottoma A.F (2009) purificación de los sólidos por cristalización. Universidad nacional de callao. Facultad de ingeniería química. Páginas 3-8

Peña Núñez Y.A. (2007) Estudio experimental y modelación de procesos de cristalización de molibdatos. Universidad de Chile facultad de ciencias físicas y matemáticas del departamento de ingeniería química y biotecnología. Santiago de Chile.

Prieto M., Fernández L., López S. (1989). Transferencia de masa y criterios de cristalización en el crecimiento en geles de cristales de estroncianita. Boletín de la sociedad española de mineralogía N°12. Páginas 77-89.

Rodríguez C., Gómez H., Reátegui S., (2002) Estudio de la sensibilidad espectrofotométrica del cromo (III) y del cromo (VI). Revista peruana de química e ingeniería química Volumen 5. N°1. Páginas 29-36.

Schneegans S. (2013) Crystallography matters!! Edit.: united Nations educational scientific and cultural organization UNESCO 2013.

Yashiro H., Fukazawa J., Kubota N., Mullin J.W., (1995) Impurity effect of chromium (III) on the growth and dissolution rates of potassium sulphate crystals. Journal of crystal growth Volume 149. Páginas 113-119.