QUÍMICA INORGÁNICA EXPERIMENTAL

EXPERIMENTAL INORGANIC CHEMISTRY



Cita este libro / Cite this book —

Ávila Torres Y. P.; Guateque J. F. y Pineda J. D. (2020). *Química Inorgánica Experimental I*. Cali, Colombia: Editorial Universidad Santiago de Cali.

Palabras Clave / Keywords ——

Metales, reactividad, propiedades, enlaces químicos, química inorgánica.

Metals, reactivity, properties, chemical bonds, inorganic chemistry.

Contenido relacionado / Related content

https://investigaciones.usc.edu.co/

QUÍMICA INORGÁNICA EXPERIMENTAL

EXPERIMENTAL INORGANIC CHEMISTRY

Colección

Facultad de Ciencias Básicas

Autores

Yenny Patricia Ávila Torres John Fernando Guateque Jhon David Pineda



Ávila Torres, Yenny Patricia, 1986-

Química inorgánica experimental I / Yenny Patricia Ávila Torres, John Fernando Guateque. -- Cali : Universidad Santiago de Cali, 2020.

166 páginas : ilustraciones, fotografías ; 24 cm.

Química inorgánica – Manuales 2. Residuos (Industria química) -- Tratamiento 3. Laboratorios de química I. Guateque, John Fernando, 1991-, autor II. Tít.

546 cd 22 ed.

A1659846

CEP-Banco de la República-Biblioteca Luis Ángel Arango



Química Inorgánica Experimental I.

© Universidad Santiago de Cali.

© **Autores:** Yenny Patricia Ávila Torres, John Fernando Guateque y Jhon David Pineda.

Edición 100 ejemplares
 Cali, Colombia - 2020.

ISBN: 978-958-5583-66-5 ISBN (Libro digital): 978-958-5583-67-2

Comité Editorial Editorial Board

Rosa del Pilar Cogua Romero Doris Lilia Andrade Agudelo Edward Javier Ordóñez Luisa María Nieto Ramírez Sergio Molina Hincapié Milton Orlando Sarria Paja Sergio Antonio Mora Moreno Claudia Fernanda Giraldo Jiménez Luis Felipe Vélez Franco

Proceso de arbitraje doble ciego "Double blind" peer-review

Recepción/Submission: Noviembre (November) de 2019

Evaluación de contenidos/ Peer-review outcome: Febrero (February) de 2020

Aprobación/Acceptance: Abril (April) de 2020



La editorial de la Universidad Santiago de Cali se adhiere a la filosofía de acceso abierto. Este libro está licenciado bajo los términos de la Atribución 4.0 de Creative Commons (http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/), que permite el uso, el intercambio,adaptación, distribución y reproducción en cualquier medio o formato, siempre y cuando se dé crédito al autor o autores originales y a la fuente https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/

Agradecimientos

A todos los estudiantes de química inorgánica que año tras año han encontrado en el laboratorio un espacio de fortalecimiento y discusión académica.

Dedicatoria

A Jorge, Angela, Mariangel, Daniel, Carol y Ricardo por brindarnos amor y tiempo.

A nuestras familias que están incondicionalmente en estos procesos de inmersión académica, y siempre preguntan en que te ayudo solo para que termines más rápido y puedan sentirte presente.

A los estudiantes que encuentran una excusa para mejorar o simplemente cambiar.

A Daniel Ávila por su constante apoyo y dedicación en el diseño gráfico de este texto guía.

CONTENIDO

Prólogo	11
Introducción	13
Consideraciones legales	14
Capítulo I	
Prácticas convencionales de química inorgánica experimental	17
1.1. Estudio de algunos elementos químicos	17
1.2. Ciclo de cobre	26
1.3. Química del yodo	38
1.4. Química del nitrógeno: ácido nítrico	
1.5. Estados de oxidación del hierro y manganeso	53
1.6. Preparación de sulfato de cobre (II) y sulfito de sodio	
1.7. Determinación de la resistencia de las soluciones y	
reconocimiento de ácidos y bases duros y blandos	69
1.8. Calor de reacción	
1.9. Observación de complejos y obtención del cis y trans	
dioxalatodiacuocromato(III) de potasio	90
Bibliografía	107
Capítulo II	
Tratamiento de residuos inorgánicos	111
2.1. Conceptualización sobre residuos	111
2.2. Métodos convencionales para determinar iones metálicos	
2.3. Tratamiento de residuos grupo I	
2.4. Tratamiento de residuos grupo II	
2.5. Tratamiento de residuos grupo (III)	
2.6.TratamientoresiduosgrupoV	
Riblingrafía	155

Acerca de los autores	.161
Pares Evaluadores	.163

TABLE OF CONTENTS

Foreword	11
Introduction	13
Consideraciones legales	14
Chapter I	
Conventional Inorganic Chemistry Experimental Practices	17
1.1. Study of some chemical elements	17
1.2. Copper cycle	26
1.3. Chemistry of Iodine	
1.4. Nitrogen Chemistry: Nitric Acid	48
1.5. Oxidation states of iron and manganese	
1.6. Preparation of copper (II) sulfate and sodium sulfite	63
1.7. Determination of the resistance of solutions and recognit	ion
of hard and soft acids and bases	69
1.8. Heat of reaction	84
1.9. Observation of complexes and obtaining of potassium	
cis and trans dioxalatodiaquochromate (III)	90
Bibliography	107
Chapter II Inorganic waste treatment	111
2.1. Concentralization of wests	111
2.1. Conceptualization of waste	
2.2. Conventional Methods for Determining Metal Ions	
2.3. Group I waste treatment	
2.4. Group II waste treatment	
2.5. Group (III) waste treatment	
2.0. Group v waste treatment	133
Bibliography	155

About the authors	161
Peer Evaluators	163

PRÓLOGO

Foreword

Este libro está dirigido a los alumnos y docentes que han adquirido los conocimientos básicos de Química Inorgánica en el transcurso de programas académicos como Química, Química Industrial, Tecnología Química, Ingeniería Química y Química de Alimentos. Se ha planteado este libro considerando que el alumno posee los conocimientos básicos de química general. Por lo tanto, se pretende abarcar los temas que constituyen manejo de residuos de tipo inorgánico, como lo son reactividad química, solubilidad, oxidación y reducción, potenciales redox y ácidos- bases de Pearson entre otros.

La situación compleja a la que se encuentran expuestos los estudiantes de química, pone de manifiesto la necesidad de consolidar el conocimiento de tratamientos químicos y físicos que permitan reutilizar diferentes reactivos inorgánicos y en su defecto se sinteticen compuestos menos contaminantes que los respectivos de partida.

Efectivamente, se ha optado por evaluar directamente las prácticas convencionales del laboratorio de química inorgánica de diferentes universidades, con la finalidad de ofrecer una alternativa al manejo de residuos, el cual es un problema transversal a diferentes facultades de Química en donde se llevan a cabo prácticas similares con estos elementos y en especial a los programas de Química, Microbiología, Química Farmacéutica y la Maestría en Química Industrial de la Universidad Santiago de Cali.

INTRODUCCIÓN

Introduction

En las prácticas convencionales de química inorgánica se maneja una gran cantidad de reactivos y se efectúan diversas operaciones que conllevan a la generación de residuos, en la mayoría de los casos peligrosos para la salud y el medio ambiente. El tratamiento de un residuo implica la documentación sobre la legislación vigente, así como la disposición con base en las características y peligrosidad de los mismos; posibilidad de recuperación, reutilización y reciclado. Los residuos obtenidos deben ser desactivados de su condición de peligrosidad y correctamente acondicionados en recipientes preparados para efectos de eliminación.

La Constitución Política de Colombia de 1991 elevó a norma constitucional la consideración, manejo y conservación de los recursos naturales y el medio ambiente, a través de los siguientes principios fundamentales: derecho a un ambiente sano, el medio ambiente como patrimonio común y desarrollo sostenible. La normatividad sanitaria y ambiental está contemplada en la Ley 430 de 1998 que dicta normas prohibitivas y medidas sancionatorias en materia ambiental referentes a los desechos peligrosos y el Decreto 605 de 199 reglamenta la Ley 142 de 1994; en cuanto al manejo, transporte y disposición final de residuos sólidos. Esta reglamentación establece la debida disposición de los residuos ambientales con la finalidad de elevar la calidad de vida y el bienestar social, sin agotar la base de los recursos naturales renovables en que se sustenta, ni deteriorar el medio ambiente o el derecho de las generaciones futuras a utilizarlo para la satisfacción de sus propias necesidades. El Decreto 4741 de 2005 (Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial) define los lineamientos de regulación y manejo de los residuos con características químicas, tóxicas y peligrosas. En el manejo del recurso hídrico el Decreto 1594 de 1984 regula y establece parámetros sobre la calidad de aguas residuales y potables. Así mismo, la Resolución 0631 del 2015, del Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible discrimina las diferentes actividades económicas asociadas al vertimiento de aguas residuales y el Decreto 3930 de 2010 lo define y reglamenta.

En las prácticas convencionales de química inorgánica se llevan a cabo reacciones con metales pesados, los cuales al no ser tratados adecuadamente pueden entrar en el sistema de agua potable. El arsénico, el cadmio y el plomo son sólo algunos de los metales pesados en el medio ambiente. La industria minera se encuentra ponderada como uno de los mayores contaminantes de metales pesados en fuentes hídricas, así como los procesos industriales que involucran la fabricación y uso de pesticidas y fertilizantes.

Los metales asociados a estas prácticas pueden generar implicaciones biológicas que desencadenan enfermedades y trastornos crónicos. El exceso de estos elementos en el organismo conlleva a la acumulación en órganos y tejidos. Por lo tanto, los procesos de absorción se ven afectados causando una alteración metabólica y genética en algunos casos.

En este contexto, es importante diseñar un método estratégico de tratamiento dependiendo de la naturaleza del metal, con la finalidad de mitigar el impacto ambiental generado por el vertimiento indiscriminado e irresponsable de estos residuos.

CONSIDERACIONES LEGALES

En la formulación del manual de prácticas de laboratorio de inorgánica se tuvieron en cuenta diversas normatividades colombianas en el manejo del recurso hídrico, disposición de desechos peligros y valores permisibles de contaminantes en la descarga de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado. Cada una de estos decretos, leyes y resoluciones son indispensables en el momento diseñar un tratamiento para los diferentes tipos de residuos de índole inorgánica que se pueden generar a nivel de laboratorio. Por lo tanto, se considera la siguiente reglamentación:

Decreto 1594 de 1984. Por el cual se reglamenta parcialmente el Título I de la Ley 9 de 1979, así como el Capítulo II del Título VI Parte III Libro II y el Título III de la Parte III Libro I del Decreto Ley 2811 de 1974 en cuanto a usos del agua y residuos líquidos. República de Colombia.

Ley 99 de 1993. Por la cual se crea el Ministerio del Medio Ambiente, se reordena el Sector Público encargado de la gestión y conservación del medio ambiente y los recursos naturales renovables y se organiza el Sistema Nacional Ambiental, SINA. República de Colombia¹.

Reglamentada por el Decreto Nacional 1713 de 2002. Reglamentada por el Decreto Nacional 4688 de 2005, Reglamentada parcialmente por el Decreto Nacional 3600 de 2007, Reglamentada por el Decreto Nacional 2372 de 2010. Ley 99 de 1993, (Diciembre 22).

Ley 142 de 1994. Por la cual se establece el régimen de los serviciospúblicos domiciliarios y se dictan otras disposiciones. República de Colombia.

Ley 430 de 1998. Por la cual se dictan normas prohibidas en materia ambiental, referentes a los desechos peligrosos y se dictan otras disposiciones. República de Colombia.

Decreto 4741 de 2005. Por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y manejó de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral. República de Colombia. Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial.²

Decreto 3930 de 2010. Por el cual se reglamenta parcialmente el Título I de la Ley 9 de 1979, así como el Capítulo II del Título VI -Parte III-Libro II del Decreto – Ley 2811 de 1974 en cuanto a usos del agua y residuos líquidos y se dictan otras disposiciones. República de Colombia. Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial.

Resolución 0631 de 2015. Por el cual se establecen los parámetros y valores límites máximos permisibles en los vertimientos puntuales a cuerpos de aguas superficiales y a los sistemas de alcantarillado público y se dictan otras disposiciones. Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible. República de Colombia.

Resolución del Min. Ambiente 1402 de 2006. República de Colombia. Decreto 4741 de 2005.

Prácticas convencionales de Química Inorgánica Experimental

Conventional Inorganic Chemistry Experimental Practices

1.1. Estudio de algunos elementos químicos

1.1.1. Objetivo general

Relacionar los elementos de algunas familias de la Tabla Periódica con base en las propiedades físicas y químicas observadas.

1.1.2. Objetivo específico

Encontrar similitudes y diferencias entre elementos del mismo grupo y período de la Tabla Periódica.

1.1.3. Marco teórico

La Tabla Periódica de los Elementos Químicos representa sistemáticamente el principio de distribución electrónica. Cada elemento ocupa un sitio preciso en la Tabla Periódica y las propiedades físicas y químicas de cualquier elemento son regulares dependiendo del grupo y del período (Cotton & Wilkinson, 1969) (Rodgers, 1995).

Las familias químicas se encuentran organizadas por grupos en dirección vertical. Si se conocen dos elementos de una familia, es posible por las propiedades de dichos elementos, sugerir cualitativamente propiedades de los homólogos (Falcón, 2013) (Petrucci & Harwood, 1998) Ver Figura. 1.1.1.

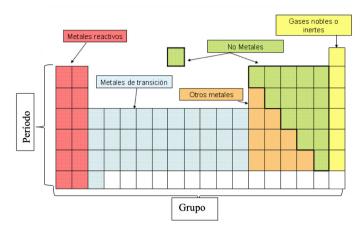


Figura 1.1.1. Ubicación en la tabla de los grupos de elementos. **Fuente:** Ovelar M. (2019). Esquema de la tabla periódica. http://abc.com.py/

Los metales alcalino y alcalino térreos (grupos I A y II A) en la Tabla Periódica se caracterizan por presentar uno y dos electrones de valencia respectivamente. Los valores de energía de ionización son bajos, lo cual favorece su desprendimiento y estabilización de especies oxidadas como M¹⁺ y M²⁺ respectivamente, obteniendo la configuración del gas noble anterior. A mayor período mayor reactividad, ya que los electrones de valencia se encuentran con menor carga nuclear efectiva (Ebbing & Gammon, 1997).

Las propiedades de los no metales son más variadas que las de los metales; a diferencia de los metales, estos son malos conductores de calor y electricidad, y pueden tener números de oxidación tanto positivos como negativos. Los metales son más electronegativos que los metales, los compuestos que se forman por la combinación entre metales y no metales tienden a ser iónicos, formando un catión metálico y anión no metálico (Chang, 2002).

La energía de ionización mide los cambios en la energía asociados a la eliminación de electrones de un átomo en estado fundamental y gaseoso para formar iones con carga positiva. Por ejemplo, la energía de primera ionización de Cl_{2} (g) es el cambio de energía asociado al siguiente proceso, R. (1.1.1).

$$Cl_{(g)} \rightarrow Cl_{(g)}^{+} + e^{-}$$
 $\Delta E = 1251 \frac{Kj}{mol}$ $R. (1.1.1)$

Por otro lado, la afinidad electrónica ocurre cuando se agrega un electrón a un átomo a partir del estado fundamental y gaseoso, midiendo la atracción o afinidad del átomo por el electrón añadido; en la mayoría de los casos, se libera energía cuando se agrega un electrón. Por ejemplo, la adición de un electrón a un átomo de cloro va acompañada por un cambio de energía, que indica que se libera energía durante el proceso R.(1.1.2) (Brown, LeMay, Bursten, & Burdge, 2004).

$$Cl_{(g)} + e^{-} \rightarrow Cl_{(g)}^{-}$$
 $\Delta E = -349 \frac{Kj}{mol} R. (1.1.2)$

1.1.4. Reactivos

Azufre, S Calcio, Ca Fósforo, P Magnesio, Mg Potasio, K Sodio, Na

1.1.5. Materiales

Cuchara de combustión
Espátula
Gradilla
Mechero
Papel indicador universal
Pinza para crisol
Pinza para tubo de ensayo
Tubos de ensayo
Varilla agitadora
Vaso de precipitados de 50 mL
Vidrio de reloj

1.1.6. Procedimiento

En esta práctica trabajar con mucho cuidado. Tener en cuenta que puede manipular cualquier sustancia sin ningún peligro, siempre y cuando conserve normas de seguridad apropiadas. Trabajar despacio y ordenadamente. Observar cuidadosamente y anotar los resultados

obtenidos. No desechar ningún reactivo por el desagüe sin la supervisión del profesor o monitor.

1.1.6.1. Reactividad frente al agua

a) Antes de iniciar la práctica, consultar las fichas de seguridad de los elementos sodio y potasio. Agregar 3 mL de agua al vaso de precipitados y estimar el pH. Anote las observaciones realizadas.

Los siguientes procedimientos se deben realizar dentro de la campana de extracción:

Con la espátula limpia y seca, tomar una pequeña porción de sodio entregado por el monitor (aproximadamente $0.05g-2.17x10^{-3}$ moles) y llevar al vidrio de reloj completamente seco. Adicionar sobre el agua que se encuentra en el vaso de precipitados. Observar y anotar. Estimar el pH de la solución.

Repetir el procedimiento con el elemento potasio.

b) Consultar las fichas de seguridad de los elementos magnesio y calcio. Adicionar al vaso de precipitados 3 mL de agua. Retirar la capa de óxido de magnesio (II) con papel de lija e introducir en el agua Observar y anotar. Si no se observa alguna reacción retirar el magnesio y calentar el agua hasta ebullición. Posteriormente introducir el magnesio al agua caliente. Anote las observaciones realizadas.

Repetir el procedimiento con el elemento calcio, Figura 1.1.2.



Figura 1.1.2. Reactividad de Calcio en agua. **Fuente:** Elaboración propia.

1.1.6.2. Reactividad frente al oxígeno

Obtención de los óxidos metálicos

a) Tomar una pequeña porción (aproximadamente 0.05 g – 2.17x 10⁻³ moles) de sodio que consiga cortar con la espátula utilizada anteriormente, depositar en una cuchara de combustión y acercar directamente a la llama del mechero. El compuesto formado sobre la cuchara de combustión disuélvalo en tres gotas de agua. Estimar el pH de la solución empleando papel indicador. Observe y anote.

Al someter la porción del metal a la llama, prediga el posible producto, y su reacción.

b) De manera similar proceda para el potasio (K), Figura 1.1.3.

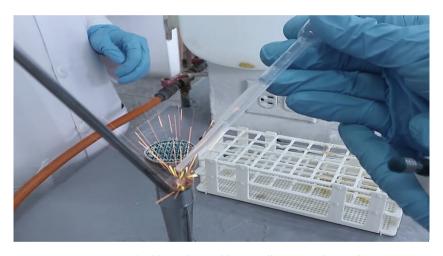


Figura 1.1.3. Obtención óxido metálico para el potasio. **Fuente:** Elaboración propia.

c) Para el magnesio, Mg, tome la misma lámina utilizada anteriormente, con la pinza para crisol, quémela con ayuda del mechero iprecaución, la luz emitida es intensa!, Figura 1.1.4. Cuando finalice la combustión, recolectar el producto de la combustión en un vaso de precipitados. ¿Qué ocurrió? ¿Observó la formación de un nuevo producto? ¿Cuál? Agregar agua al producto y mezclar, estimar el pH de la solución. ¿Se habrá formado un nuevo producto? ¿Cuál es el producto obtenido?

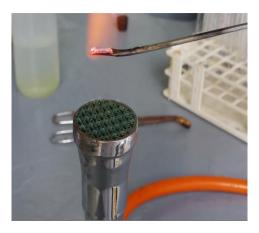


Figura 1.1.4. Obtención óxido metálico para el magnesio. **Fuente:** Elaboración propia.

Obtención de los óxidos no metálicos

Repase las fichas de seguridad en los frascos que contienen los elementos fósforo y azufre.

- a) Tomar una pequeña porción de fósforo, P (aproximadamente 0.05 g 2.17x10⁻³ moles), introducir en un tubo de ensayo y tapar inmediatamente con un tapón de caucho. Si no hay reacción, retirar el tapón y calentar con cuidado. Observar y anotar. Adicionar 5 mL de agua caliente, tapar y agitar. Con papel indicador universal estimar el pH de la solución. ¿Por qué cree que no se debe realizar la combustión del fósforo directamente al calor?
- b) Tomar un poco de azufre con la cuchara de combustión, y poner a la llama del mechero con mucho cuidado hasta su punto de fusión, formando un líquido color pardo. Colocar inmediatamente el producto en un vaso de precipitados con 5 mL de agua, agite y con papel indicador universal, observe el pH de la solución, Figura 1.1.5. ¿Se formó un nuevo compuesto al quemar el azufre?



Figura 1.1.5. Obtención de los óxidos no metálico para el azufre. **Fuente:** Elaboración propia.

A partir de los resultados obtenidos sugiera el comportamiento esperado para cada grupo y realice una consulta bibliográfica.

Tabla1.1. Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Fósforo		H228. Sólido inflamable. H412. Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.	P210. Mantener alejado de fuentes de calor, chispas, llama abierta o superficies calientes. No fumar. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ gafas/ máscara de protección. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, producto químico seco o espuma resistente al alcohol para la extinción. P501. Eliminar el contenido/ el recipiente en una planta de eliminación de residuos autorizada.

Sustancia	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Magnesio	H250. Se inflama espontáneamente en contacto con el aire. H260. En contacto con el agua desprende gases inflamables que pueden inflamarse espontáneamente.	P210. Mantener alejado de fuentes de calor, chispas, llama abierta o superficies calientes No fumar. P223. Mantener alejado de cualquier posible contacto con el agua, pues reacciona violentamente y puede provocar una llamarada. P280 Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, polvo químico seco o espuma resistente al alcohol para apagarlo. P402 + P404. Almacenar en un lugar seco. Almacenar en un recipiente cerrado.
Potasio	H260. En contacto con el agua desprende gases inflamables que pueden inflamarse espontáneamente. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H318. Provoca lesiones oculares graves. H350. Puede provocar cáncer.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitarse inmediatamente las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua o ducharse. P304 + P340 + P310. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la víctima al exterior y mantenerla en reposo en una posición confortable para respirar. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, polvo químico seco o espuma resistente al alcohol para apagarlo. P402 + P404. Almacenar en un lugar seco. Almacenar en un recipiente cerrado.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Sodio		H260. En contacto con el agua desprende gases inflamables que pueden inflamarse espontáneamente. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H318. Provoca lesiones oculares graves. H350. Puede provocar cáncer.	P201. Pedir instrucciones especiales antes del uso. P223 Mantener alejado de cualquier posible contacto con el agua, pues reacciona violentamente y puede provocar una llamarada. P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P281. Utilizar el equipo de protección individual obligatorio. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitarse inmediatamente las prendas contaminadas. Lavar la piel con agua o ducharse. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir Enjuagando Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACION TOXICOLOGICA o a un médico. P363. Lavar las prendas contaminadas antes de volver a usarlas. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, polvo químico seco o espuma resistente al alcohol para apagarlo. P402 + P404. Almacenar en un lugar seco. Almacenar en un recipiente cerrado.

Fuente: Adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https:// https://www.merckmillipore.com/CO/es

1.2. Ciclo De Cobre

1.2.1. Objetivo general

Realizar las reacciones de desplazamiento involucradas en el ciclo de cobre.

1.2.2. Objetivos específicos

Aplicar el concepto de reactivo limite y reactivo en exceso en reacciones químicas.

Plantear una secuencia de reacciones que evidencien el desplazamiento de diferentes aniones en el ciclo del cobre.

1.2.3. Marco teórico

El cobre ya era conocido en la prehistoria y fue probablemente el primer metal utilizado para fabricar útiles y objetos decorativos. Los objetos de cobre se han encontrado entre los restos de muchas civilizaciones antiguas, incluyendo las de Egipto, Asia Menor, China, sudeste de Europa, Chipre (palabra de la que se deriva su nombre) y Creta.

Dentro de los hallazgos realizados a nativos americanos se determinó que empleaban el cobre desde el tercer milenio A. C. Los análisis químicos de los objetos de cobre y sus aleaciones, y el estudio de los minerales existentes en los lugares donde fueros encontrados inducen pensar que ya en el año 6000 A. C. el hombre desarrollaba procesos de metalurgia (Esteban, 2010).

Es un metal de color rojizo característico que cristaliza en un sistema cubico centrado en las caras. A causa de muchas propiedades deseables como su conductividad eléctrica y calorífica, su resistencia a la corrosión, su maleabilidad y ductilidad y su belleza, el cobre se usa en una amplia variedad de aplicaciones.

Tiene poca actividad química y únicamente se oxida en el aire húmedo muy lentamente, cubriéndose de una capa de carbonato básico que lo protege de la posterior corrosión.

Su oxidación se favorece en medio acido por lo que no es recomendable su uso en utensilios de cocina, ya que las sales que forma son eméticas (provocan vómitos). Es atacado por ácidos oxidantes y puede formar complejos con algunas sustancias como el amoniaco acuoso.

El cobre posee una configuración electrónica [Ar] d¹ºs¹ con un peso atómico de 63,536 g/mol. Forma dos series de compuestos químicos: cuprosos, en los que el cobre tiene valencia 1⁺, y cúpricos, en los que tiene valencia 2⁺. Los compuestos cuprosos se oxidan fácilmente a cúpricos en presencia de aire y son de poca importancia industrial.

La metalurgia del cobre varía con la composición del mineral. Los minerales que contienen cobre nativo se trituran, se lavan y se separa el cobre para fundirlo y prepararlo en barras.

El proceso de extracción de cobre del sulfuro se puede realizar mediante un método térmico (pirometalurgia) (Rayner, 2000), *R.*(1.2.1).

$$4 CuFeS_{2(s)} + 9 O_{2(g)} \rightarrow 2 Cu_2S_{(l)} + 6SO_{2(g)} + Fe_2O_{3(s)}$$
 R. (1.2.1)

Se añade arena a la mezcla fundida para convertir el óxido de hierro en una escoria de silicato de hierro (III). *R.* (1.2.2).

$$Fe_2O_{3(s)} + SiO_{2(s)} \rightarrow Fe_2(SiO_3)_{3(t)}$$
 R.(1.2.2)

Este líquido flota en la superficie y se puede decantar. Se añade nuevamente oxígeno para oxidar el sulfuro de cobre (I), R. (1.2.3).

$$2Cu_2S_{(l)} + 3O_{2(g)} \rightarrow 2CuO_{(s)} + 2SO_{2(g)}$$
 R. (1.2.3)

La mezcla de óxido de cobre y sulfuro de cobre sufre una reacción redox extraña para obtener el cobre metálico, *R*. (1.2.4).

$$Cu_2S_{(l)} + 2CuO_{(s)} \rightarrow 6Cu_{(s)} + SO_{2(a)}$$
 R. (1.2.4)

Los óxidos y carbonatos también se reducen a carbón cuando los minerales tienen bastante riqueza en cobre. Los minerales más importantes, los sulfuros, contienen entre el 1 y el 12%; estos se muelen y se concentran por flotación.

Los concentrados se reducen en un horno, quedando cobre metálico crudo, llamado blíster, aproximadamente del 98% de pureza. El cobre crudo es posteriormente purificado por electrólisis, hasta una pureza superior al 99.9%.

Las reacciones de desplazamiento son aquellas en las cuales un elemento desplaza a otro en un compuesto, como se indica en la reacción *R.* (1.2.5). Cuanto menor sea la electronegatividad de un metal, la tendencia es a la oxidación. El metal más activo (menos electronegativo) desplaza al metal menos activo (más electronegativo) a partir de compuestos en

solución acusa para formar la especie oxidada del metal más activo y por ende la especie reducida del otro metal, Tabla 1.2.1 (Whitten, Davis, Peck, & Stanley, 2013).

$$\begin{split} Zn_{(s)} + CuSO_{4}{}_{(ac)} &\to Cu_{(s)} + ZnSO_{4}{}_{(ac)} \quad R. (1.2.5) \\ Zn_{(s)} + \left[Cu^{2}{}^{+}_{(ac)} + SO^{2}_{4}{}^{-}_{(ac)} \right] &\to Cu_{(s)} + \left[Zn^{2}{}^{+}_{(ac)} + SO^{2}_{4}{}^{-}_{(ac)} \right] \\ Zn_{(s)} + Cu^{2}{}^{+}_{(ac)} &\to Cu_{(s)} + Zn^{2}{}^{+}_{(ac)} \end{split}$$

Tabla 1.2.1. Serie de actividad de algunos elementos.

Elemento			Especie común reducido	Especie común oxidado
Li		Desplazar el	Li	Li ⁺
K		hidrógeno	K	K ⁺
Ca		del agua fría	Ca	Ca ²⁺
Na	Desplazar el		Na	Na ⁺
Mg Al Al Cr Cr Seblaza el Hidrógenc de ácidos oxidantes	<mark>hidrógeno</mark>		Mg	Mg^{2+}
Al go du la	del vapor		Al	A1 ³⁺
MB BB AI NO CT			Mn	Mn ²⁺
Zn e s sidos			Zn	Zn^{2+}
Cr Splan			Cr	Cr ³⁺ , Cr ⁶⁺
Fe of of			Fe	Fe ²⁺ , Fe ³⁺
Cd			Cd	Cd ²⁺
Co			Co	Co ²⁺
Ni			Ni	Ni ²⁺
Sn			Sn	Sn ²⁺ , Sn ⁴⁺
Pb			Pb	
H (un no metal)			H_2	H ⁺
Sb (un metaloide)			Sb	Sb^{2^+}
Cu			Cu	Cu ⁺ , Cu ²⁺
Нg			Hg	$Hg_2^{2^+}, \\ Hg^{2^+}$
Ag			Ag	Ag ⁺
Pt			Pt	Pt ²⁺ , Pt ⁴⁺
Au			Au	Au ⁺ , Au ³⁺

Fuente: Petrucci (2010). Química general. Actividad elementos químicos.

Incrementa la actividad

1.2.4. Reactivos

Ácido clorhídrico 6 M, HCl Ácido nítrico concentrado, HNO₃, Cloruro de cobre (II) sólido, CuCl₂ Hidróxido de sodio 6 M, NaOH Lámina de aluminio, Al

1.2.5. Materiales

Aro metálico
Embudo de filtración
Espátula metálica
Estufa
Frasco lavador
Papel indicador
Pera
Pipeta graduada 5 ml
Probeta 25 ml
Soporte universal
Varilla de agitación
Vaso de precipitados 50 ml
Vidrio reloj

1.2.6. Procedimiento

1. Lavar el vaso	de precipitados,	rotular y secar	en la estufa a 110 °	C.
Retirar de la	estufa, enfriar a	temperatura an	nbiente y pesar.	

Masa de vaso de precipitados:

2. Pesar 1.5 g con precisión de \pm 0.0001 de cloruro de cobre (II) (0.0112 mol), CuCl₂, o su equivalente en sal hidratada.

Observar el compuesto y describirlo.

Nota: Si el cloruro de cobre (II) se encuentra en solución, medir 3 mL de la misma y pasar directamente al paso 4.

3. Disolver el CuCl₂ en de 20 mL de agua y agitar con la varilla de vidrio hasta completa disolución de la sal, Figura 1.2.1.



Figura 1.2.1. Disolución de la sal de cobre. **Fuente:** elaboración propia.

Justificar el cambio de color.

4. Pesar con precisión de + 0.0001 g entre 0.2 y 0.3 g $(7.041 \times 10^{-3} \text{ moles} - 11.11 \times 10^{-3} \text{ moles})$ de aluminio.

Masa del aluminio =

¿Cuál es la equivalencia en moles de la masa medida?, ¿Cuál es la equivalencia en átomos de la masa medida?

- 5. Introducir la lámina de aluminio en el vaso de precipitados con la solución de cloruro de cobre (II). La reacción finaliza al observar la ausencia de desprendimiento de burbujas o pérdida de la coloración inicial de la disolución.
- ¿Qué ocurre en la interface entre el metal y la solución?
- ¿Explique los resultados de la reacción?
- Realizar una representación simbólica de este proceso (Ecuación química).
- ¿Cuál es la relación de este proceso con el concepto de reactivo límite?
- ¿Cuál es la relación de este proceso con el concepto de reactivo en exceso?
- Calcular el reactivo límite y el reactivo en exceso.
- 6. Separación del cobre formando de la solución, lavado y secado.

¿Qué es la decantación?

Separar por decantación cuidando que el sólido permanezca en el vaso de precipitados, Figura 1.2.2.

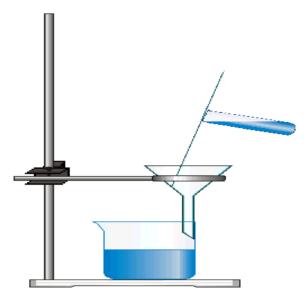


Figura. 1.2.2. Montaje de separación por decantación. **Fuente:** elaboración propia.

Lavar el cobre con agua destilada tres veces, decantando en cada ocasión. Utilice porciones pequeñas, de 5 mL aproximadamente, además se recomienda no agitar el residuo al lavarlo porque el cobre queda en suspensión dificultando la separación por decantación.

Nota. Los lavados deben depositarse en el recipiente de residuos etiquetado como III F (tricloruro de aluminio (III)).

Evaporar todo el líquido remanente calentando en la estufa, evitando el sobrecalentamiento. Figura 1.2.3.



Figura 1.2.3. Secado del compuesto obtenido. Fuente: elaboración propia.

- 7. Si al finalizar la reacción sobra aluminio lavar muy bien, secar en la estufa a 110°C y pesar para calcular la cantidad de aluminio que reaccionó con el cloruro de cobre (II).
- 8. Pesar el vaso de precipitados con el cobre y considerar el peso del vaso vacío. ¿Es eficiente el proceso de recuperación del cobre? Calcule el porcentaje de rendimiento.

Masa de cobre =
Masa de aluminio =

¿Cuántas moles de cobre se formaron?

Moles de cobre =

¿Cuántas moles de aluminio reaccionaron?

Moles de aluminio =

Dentro de una cabina extractora tomar el vaso de precipitados que contiene el cobre y adicionar estequiométricamente ácido nítrico concentrado, HNO₃; hasta obtener una solución de color azul. Realizar la reacción en la cabina extractora y observar el desprendimiento de vapores rojizos que corresponde al dióxido de nitrógeno (IV), NO₂ Figura 1.2.4. Estos vapores afectan las vías respiratorias y son tóxicos para el medio ambiente y la salud humana (Rico, López, & Figuero, 2001). Observar

la etiqueta del frasco del HNO₃ y consulte sus propiedades, usos y cuidados. Escribir la reacción observada.



Figura 1.2.4. Vapores de dióxido de nitrógeno (IV). **Fuente:** elaboración propia.

- 9. Retirar el agua y el exceso de ácido nítrico mediante la técnica de evaporación. El sólido formado corresponde a nitrato de cobre (II), Cu(NO₃)₂. Calcular la masa de nitrato de cobre (II) obtenida
- 10. Obtención del hidróxido de cobre (II), Cu(OH)₂. Disolver los cristales de nitrato de cobre adicionando unos pocos mililitros de agua destilada. Posteriormente, a la solución formada añadir gota a gota hidróxido de sodio, NaOH 6 M. Agitar después de cada adición. Repetir este proceso hasta que el pH se encuentre alrededor de 11, emplear papel indicador. El precipitado que se observa es el hidróxido de cobre. Calcular la masa de hidróxido de cobre (II) obtenida Escribir la reacción observada
- Lavar el precipitado con pequeñas porciones de agua destilada y decantar en cada ocasión, desechar los lavados en el recipiente de residuos rotulado como V A.

Calentar suavemente en la estufa para desecar completamente y formar el óxido de cobre (II), CuO. Examinar la apariencia y consultar sus propiedades y usos. Escribir la reacción observada.

12. El ciclo del cobre finaliza al adicionar HCl 6 M gota a gota al óxido de cobre (II). Escribir la reacción observada.

Tabla 1.2.2. Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Ácido clorhídrico		H290. Puede ser corrosivo para los metales. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H318. Provoca lesiones oculares graves. H335 Puede irritar las vías respiratorias.	P234. Conservar únicamente en el recipiente original.
			P261. Evitar respirar el polvo/ el humo/ el gas/ la niebla/ los vapores/ el aerosol.
			P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación.
			P271. Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado.
			P280. Llevar guantes/ prendas/ ga- fas/ máscara de protección.
			P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitarse inmediatamente las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua o ducharse.
			P304 + P340 + P310. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la víctima al exterior y mantenerla en reposo en una posición confortable para respirar. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico.
			P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Ácido nítrico		H272. Puede agravar un incendio; comburente. H290 Puede ser corrosivo para los metales. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.	P210. Mantener alejado de fuentes de calor. P220. Mantener o almacenar alejado de la ropa/materiales combustibles. P221. Tomar todas las precauciones necesarias para no mezclar con materias combustibles. P234. Conservar únicamente en el recipiente original. P264 Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ducharse. P304 + P340 + P310. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al aire libre y mantenerla en una posición que le facilite la respiración. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA o a un médico. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Cloruro de Cobre (II)		H302 + H312. Nocivo en caso de ingestión o en contacto con la piel H315. Provoca irritación cutánea. H318. Provoca lesiones oculares graves. H400. Muy tóxico para los o r g a n i s m o s acuáticos. H411. Tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar gafas/ máscara de protección. P302 + P352. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes. P302 + P352 + P312. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes. Llamar a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico en caso de malestar. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico. P332 + P313. En caso de irritación cutánea: Consultar a un médico.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Hidróxido de sodio		H290. Puede ser corrosivo para los metales. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H318. Provoca lesiones oculares graves. H402. Nocivo para los organismos acuáticos.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ducharse. P304 + P340 + P310. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al aire libre y mantenerla en una posición que le facilite la respiración. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA o a un médico. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE I N F O R M A C I Ó N TOXICOLÓGICA o a un médico. P405 Guardar bajo llave. P406 Almacenar en un recipiente resistente a la corrosión de acero inoxidable con revestimiento interior resistente.

Fuente: Adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https://www.merckmillipore.com/CO/es

1.3. Química Del Yodo

1.3.1. Objetivo general

Estudiar los estados de oxidación del yodo mediante reacciones de óxido-reducción.

1.3.2. Objetivos específicos

Plantear reacciones de óxido-reducción en medio ácido y básico que conllevan a la estabilización de diferentes especies de yodo.

Identificar mediante pruebas cualitativas diferentes estados de oxidación del yodo.

1.3.3. Marco teórico

Los halógenos son elementos químicos que pertenecen al grupo VII de la actual Tabla Periódica, su configuración electrónica está caracterizada por tendencia a llenar su último nivel de energía (ns²p⁵) requiriendo un electrón para obtener la configuración del gas noble más próximo, estabilizando iones mononegativos X⁻ (denominado haluros) o un enlace covalente simple −X (Housecroft & Sharpe, 2006). Estos elementos poseen alta electronegatividad, que disminuye al descender en el grupo respectivo, convirtiéndolos en elementos altamente oxidantes. Todos los halógenos existen como moléculas diatómicas, las cuales por ser homonucleares no poseen polaridad eléctrica permanente. Diferentes propiedades de los halógenos varían al descender en el grupo, Tabla 1.3.1. La intensidad del color de los elementos y sus compuestos covalentes se ve afectada con el desplazamiento de las bandas de transferencia de carga hacia longitudes de ondas menores dentro del espectro electrónico UV- Vis (Cotton & Wilkinson, 1969).

Tabla 1.3.1. Propiedades periódicas de los halógenos.

Elemento	Afinidad electrónica (Kcal/mol)	Electronegatividad	P.e. °C	P.f °C	Radio Cristalino	Radio Covalente
F	79.96	4.10	-188	-223	1.31	0.64
Cl	83.3	2.83	-34.6	-103	1.81	0.99
Br	77.5	2.74	58.76	-7.2	1.94	1.14
I	70.6	2.21	184.35	113.5	2.22	1.33
At		1.96				

Fuente: Adaptación tabla de estados oxidación de diferentes halógenos. Cotton y Wilkinson. Química Inorgánica Avanzada.

Los números de oxidación de los halógenos varían entre 1- a 7+; pero el flúor difiere de los otros halógenos en el hecho de que no tiene oxoácidos estables.

La Tabla 1.3.2 contiene algunos de los compuestos conocidos de los halógenos en distintos estados de oxidación:

Tabla 1.3.2. Estados de oxidación de diferentes halógenos.

Número de oxidación	Flúor	Cloro	Bromo	Yodo
+7		HClO₄, ClO₄		HIO₄, IO₄
+5		HClO ₃ , ClO ₃	HBrO, BrO,	HIO,, IO,
+3		HClO,, ClO,		
+1		HClÕ, ClÕ	HBrO, HBr	HIO, IO
0	F,	Cl,	Br,	I,
-1	HF, F	HCl, Cl	HBr, Br	HI, I

Fuente: Elaboración propia.

El yodo al ser un oligoelemento tiene un papel fundamental para el normal crecimiento, y el desarrollo físico y mental de las personas. En seres humanos, la concentración del elemento oscila entre 30 y 50 mg, 30% está presente en la glándula tiroidal y las hormonas tiroideas, el resto entre 60-80% se encuentra en tejidos extratiroideos (Arroyo, García, & Xochihua, 2010), aunque aún se desconoce la función en estos tejidos. La ingestión adecuada de yodo es el requisito básico para la síntesis normal de hormonas tiroideas (principalmente la tiroxina o T4 y la triyodotironina o T3). Las deficiencias de hormonas tiroideas en humanos producen anomalías importantes en el crecimiento, desarrollo,

reproducción, comportamiento y metabolismo. Estas hormonas son de suma importancia, pues actúan sobre casi todos los tejidos corporales durante toda la vida de un individuo (Muela, García, Torres, Santiago, & Sóriguer, 2008).

En el medio ambiente el yodo se encuentra en salmueras marinas como yoduro y yodato de calcio o sodio. La producción de este elemento se da mediante la oxidación del yoduro (I⁻) o reducción de yodatos (IO₃⁻) a I⁻ seguida por la oxidación. El yodo es un sólido negro poco soluble en agua (0.33 g/L a 25 °C), forma con el almidón un complejo de color azul, en el cual los átomos del halógeno se encuentran alineados en las cadenas del polisacárido amilosa (Cotton & Wilkinson, 1993).

1.3.4. Reactivos

Ácido nítrico 6 M, HNO₃ Ácido sulfúrico 6 M, H₂SO4 Hidróxido de potasio 6 M, NaOH Hipoclorito de sodio comercial 5 %, NaClO₃ Metabisulfito de sodio sólido, Na₂S₂O₅ Nitrato de plata 0,1 M, AgNO₃ Peróxido de hidrógeno 30%, H₂O₂ Solución de almidón Solución saturada de yodato de potasio, KIO₃ Yodato de potasio sólido, KIO₃ Yodo sólido, I₂ Yoduro de potasio 0.1 M, KI

1.3.5. Materiales

Espátula
Frasco lavador
Goteros
Mechero
Papel indicador
Peras
Pipeta graduada 2, 5 y 10 mL
Pinzas para tubo de ensayo
Varilla de agitación
Tubos de ensayo grande
Vidrio reloj

1.3.6. Procedimiento

Experiencia preliminar: Ensayo del yodo con el almidón

PRECAUCIÓN: El yodo sólido y sus vapores producen quemaduras y manchas en la piel y en la ropa. Sus vapores son venenosos y aun en pequeñas cantidades, irritan las membranas mucosas si se inhalan. Evítese cualquier contacto innecesario.

Preparar una solución diluida de yodo, añadiendo a 5 mL de agua del grifo contenida en un tubo de ensayo, aproximadamente 0.02 g (7.88x10⁻⁵ moles) de los cristales de yodo, I₂· Calentar suavemente con el fin de disolver el yodo, dejar enfriar y añadir 3 o 4 gotas de la solución de almidón. Esta es una reacción muy sensible para el yodo molecular.

Parte I. Reacciones con el yoduro, I⁻.

Rotular tres tubos de ensayo y depositar en cada uno de estos 2 mL de solución de yoduro de potasio 0.1 M, KI.

- 1. Al primer tubo de ensayo agregar 2 mL de solución de nitrato de plata 0.1 M, AgNO₃. Observar y anotar.
- 2. Al segundo tubo de ensayo agregar 5 mL de solución de almidón (10%) y luego añadir dos gotas de hipoclorito de sodio comercial, NaClO. Continuar añadiendo hipoclorito hasta que tenga lugar un segundo cambio de color. Explicar la reacción.
- Al tercer tubo de ensayo agregar 5 mL de solución de almidón y luego añadir cinco gotas de peróxido de hidrógeno al 30%, H₂O₂. Observar.

Los residuos recolectados en esta sección depositarlos en el recipiente rotulado como VI H.

Parte II Reacciones con el yodato, IO₃.

- a. Rotular dos tubos de ensayo y depositar en cada uno de estos 5 mL de solución saturada de yodato de potasio, KIO₃,
- 1. Al primer tubo de ensayo añadir 3 mL de solución de yoduro de potasio 0.1 M y 2 mL de ácido sulfúrico 6 M, H₂SO₄. Decantar y

- filtrar si es necesario. Lavar el sólido con agua. ¿Cómo se llama el sólido obtenido?
- 2. Al segundo tubo de ensayo añadir 3 mL de solución de yoduro de potasio 0.1 M y 2 mL de solución de hidróxido de potasio 6 M, KOH. ¿Qué efecto tiene el cambio de concentración de iones hidrógeno en la reacción entre los iones yoduro y yodato?
- b. En un tubo de ensayo seco añadir 0.05 g (2.34x10⁻⁴ moles) de yodato de potasio sólido y 0.1 g (5.26x10⁻⁵ moles) de metabisulfito de sodio, Na₂S₂O₅. Calentar suavemente en el mechero con una pequeña llama. No calentar excesivamente. Plantear la reacción.

Parte III. Reacción del vodo en solución básica

- a. Añadir con un gotero diez gotas de hidróxido de potasio 6 M a unos cristales pequeños de yodo sólido, I₂. Agitar suavemente el tubo hasta que desaparezca todo el yodo y la solución sea incolora. Es posible que sea necesario calentar la solución ligeramente y añadir unas gotas en exceso de solución de hidróxido de potasio. Los productos de esta reacción se identificarán en el apartado *d*.
- b. Enfriar la solución y acidificar añadiendo la cantidad necesaria de solución de ácido nítrico 6 M, HNO₃ (unas diez gotas o más) para neutralizar la base añadida antes. Observar. ¿Cuál es el producto de la reacción?
- c. Alcalinizar nuevamente adicionando gotas de solución de hidróxido de potasio. *calentar suavemente* y añadir gotas más de solución de hidróxido de potasio si es necesario (estimar el pH con papel indicador), hasta que se observe un cambio de color. Depositar los residuos en el recipiente rotulado como VI G.
- d. Repetir el proceso indicado en el apartado *a*. Enfriar con el agua del grifo hasta que se formen cristales. Decantar y guardar tanto el sólido como la parte líquida ya que se utilizarán a continuación.
- Secar el sólido blanco calentando suavemente el tubo de ensayo.
 Dejar enfriar a temperatura ambiente. Añadir al sólido blanco
 0.2 g (1.05x10⁻³ moles) de metabisulfito de sodio sólido. Mezclar
 las soluciones con una varilla de agitación y calentar la mezcla en
 el mechero suavemente. Observar los resultados y compararlos

con los obtenidos en el apartado b de la parte II. ¡No inhalar los vapores!

2. Añadir al líquido decantado 5 a 10 gotas de solución de nitrato de plata 0.1 M. Agitar el tubo de ensayo y observar el resultado.

Tratamiento de los datos

- 1. Escribir las ecuaciones químicas correspondientes a las reacciones observadas en cada uno de los procedimientos. Buscar los potenciales estándar de las reacciones.
- 2. ¿Cómo están relacionados los resultados del apartado *d* (2) de la parte III con los del apartado *b* de la parte II?
- 3. ¿Qué se puede deducir, respecto a las especies iónicas formadas cuando el yodo reacciona con solución de hidróxido potásico, como en el apartado *a* de la parte III?
- 4. ¿Cuál es la reacción de dismutación del yodo observada? Dar ejemplos y realizar las reacciones de desproporción en medios ácido y básico para el yodo.

Tabla 1.3.3. Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Sustancia	Pictogramas	H312 + H332. Nocivo en contacto con la piel o si se inhala. H315. Provoca irritación cutánea. H319. Provoca irritación ocular grave. H335. Puede irritar las vías	P260. No respirar el polvo/ el humo/ el gas/ la niebla/ los vapores/ el aerosol. P271. Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado. P273 Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar gafas/ máscara de protección. P302 + P352 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes. P304 + P340 + P312. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la víctima al exterior y mantenerla en reposo en una posición confort-
Yodo			

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Metabisulfito de sodio		H302. Nocivo en caso de ingestión. H318. Provoca lesiones oculares graves. H402. Nocivo para los organismos acuáticos.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar gafas/ máscara de protección. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Nitrato de plata		H272. Puede agravar un incendio; comburente. H290. Puede ser corrosivo para los metales. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H410. Muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.	P210. Mantener alejado de fuentes de calor. P220. Mantener o almacenar alejado de la ropa/materiales combustibles. P221. Tomar todas las precauciones necesarias para no mezclar con materias combustibles. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280 Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P301 + P330 + P331. EN CASO DE INGESTIÓN: Enjuagarse la boca. NO provocar el vómito. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Enjuagarse la piel con agua/ducharse. P363. Lavar las prendas contaminadas antes de volver a usarlas. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, producto químico seco o espuma resistente al alcohol para la extinción. P390. Absorber el vertido para que no dañe otros materiales.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Peróxido de hidrógeno		H302. Nocivo en caso de ingestión. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H402. Nocivo para los organismos acuáticos.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P280. Llevar guantes/ prendas/gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Enjuagarse la piel con agua/ducharse. P304 + P340 + P310. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al aire libre y mantenerla en una posición que le facilite la respiración. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir Enjuagando Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico.

Fuente: Adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https:// https://www.merckmillipore.com/CO/es

1.4. Química Del Nitrógeno: Ácido Nítrico

1.4.1. Objetivo general

Obtener experimentalmente ácido nítrico a partir de una destilación simple.

1.4.2. Objetivo específico

Observar las diferentes reacciones del ácido nítrico, tanto concentrado como diluido, en comparación al ácido clorhídrico.

Identificar cualitativamente la presencia de nitratos por medio de reacciones químicas.

1.4.3. Marco teórico

El nitrógeno tiene una química muy interesante como consecuencia de la variedad de los estados de oxidación, los cuales van desde N³-hasta N⁵+, siendo los compuestos más comunes en la química de las soluciones acuosas el ácido nítrico (HNO₃) y sus sales, los nitratos; el ácido nitroso (HNO₂) y sus sales, los nitritos; el dióxido de nitrógeno (NO₂); el óxido nítrico (NO); el óxido nitroso (N₂O); la hidroxilamina (NH₂OH); la hidracina (N₂H₄) y el amoniaco (NH₃) y sus sales (Cotton & Wilkinson, 1969).

Los compuestos industriales más importantes del nitrógeno son el ácido nítrico, HNO₃ y el amoniaco, NH₃ (éste es un gas y cuando se disuelve en agua se forman las soluciones de hidróxido de amonio, NH₄OH o más correctamente NH_{3(ac)}). El amoniaco se obtiene haciendo reaccionar el nitrógeno del aire directamente con hidrógeno, método industrial denominado *proceso Haber-Bosch* (García, 1998).

El ácido nítrico es un ácido fuerte, corrosivo y de vapores sofocantes; su forma común en la naturaleza corresponde a sales del tipo $(X(NO_3)_n)$ y no a su forma ácida debido a la alta reactividad que exhibe frente a muchas sustancias. Es un líquido incoloro o amarillento con coloraciones rojizas si contiene suficiente cantidad de dióxido de nitrógeno disuelto. Posee un olor irritante muy fuerte en concentraciones altas. Es completamente soluble en el agua formando un azeótropo al 69,2% en ácido. El ácido nítrico se

descompone por el calentamiento formando agua, oxígeno y dióxido de nitrógeno; este comportamiento hace dificil la determinación de muchas de sus propiedades a temperaturas por encima de 50°C. Se descompone también en presencia de alcoholes (Elvers & Hawkings, 1989).

El ácido nítrico puede obtenerse mediante destilación simple del producto de reacción del nitrato de potasio y ácido sulfúrico. La técnica de destilación consiste en la separación de mezclas homogéneas de los respectivos constituyentes, Figura 1.4.1. Por ejemplo, el agua tiene un punto de ebullición mucho más bajo que la sal de mesa, por lo cual se dice que es más *volátil*. Si se calienta la solución sal-agua, esta se evaporará, y la sal quedará en el fondo del recipiente. El vapor de agua se convierte otra vez en líquido al pasar por un condensador, en el cual circula una corriente fría de agua la cual disminuirá la temperatura del vapor hasta el cambio de estado (Brown et al., 2004).

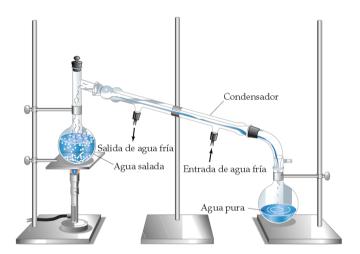


Figura. 1.4.1. Montaje de un sistema de destilación simple. **Fuente:** elaboración propia.

1.4.4. Reactivos

Ácido clorhídrico concentrado, HCl Ácido sulfúrico concentrado, H₂SO₄ Láminas de cobre, Cu Nitrato de potasio sólido, KNO₃ Sulfato de hierro (II) sólido, FeSO₄

1.4.5. Materiales

Embudo cuello corto
Espátula
Equipo para microdestilación sencilla
Frasco lavador
Pipeta de 5 mL
Tubos de ensayo
Vaso de precipitados de 25 mL
Vaso de precipitados de 100 mL
Vidrio de reloj

1.4.6. Procedimiento

Preparación del ácido nítrico

En el balón de fondo redondo, añadir 6.5 g (0.103 moles) de nitrato de potasio y 5 mL de ácido sulfúrico concentrado; primero agregar el nitrato al balón con la ayuda del embudo, cuando todo el sólido se encuentre en el balón, agregar el ácido sulfúrico.

Instalar el equipo de destilación. En una campana de extracción, utilizar una estufa eléctrica como fuente de calor e iniciar la destilación suavemente; cuando la mezcla llega al punto de ebullición, se desprenden unos vapores cafés y se inicia la destilación del ácido nítrico. Mantener el calor hasta que el líquido en el balón deje de hervir. Medir el volumen colectado y calcular el rendimiento de la reacción. El ácido nítrico que se acaba de obtener es considerarlo concentrado.

Reacción de ácido nítrico frente al cobre

En las reacciones del ácido nítrico se pueden desprender vapores rojos que son de NO₂ e incoloros de NO. El NO₂ se produce con HNO₃ concentrado y el NO con HNO₃ diluido.

a. Reacción del ácido nítrico concentrado

Agregar 0.5 mL de ácido nítrico destilado en un tubo de ensayo, luego añadir un trozo pequeño de cobre metálico. Observe y anote. Completar las semirreacciones, *R.* (1.4.1) y R. (1.4.2).

$$NO_{3(ac)}^{-} \rightarrow NO_{2(g)} R.(1.4.1) Cu_{(s)} \rightarrow Cu_{(ac)}^{2+} R.(1.4.2)$$

b. Reacción del ácido nítrico diluido

En un tubo de ensayo, agregar 3 mL de agua y 0.5 mL de ácido nítrico destilado. Agregue un trozo pequeño de cobre, *R.* (1.4.3) y *R.* (1.4.4) Observe y anote. Completar:

$$NO_3^- \to NO_{(g)}$$
 R. (1.4.3)

$$Cu_{(s)} \to Cu^{2+}$$
 R. (1.4.4)

Reacción del ácido clorhídrico concentrado con cobre

En un tubo de ensayo, colocar un trozo de cobre y añadir 0.5 mL de ácido clorhídrico. Compare con las reacciones anteriores y proponga una explicación, *R.* (1.4.5).

$$H_{(ac)}^+ + Cu_{(s)} \rightarrow R. (1.4.5)$$

Reacciones cualitativas para nitrato de potasio

a. Oxidación de una astilla de madera por el nitrato de potasio

En un tubo de ensayo, introducir unos 0.5 g (4.95x10⁻³ moles) de KNO₃ y calentar en un mechero hasta que funda. Retirar de la llama el tubo y arrojar una astilla de madera sobre la sal fundida. Observar y escribir las reacciones.

b. Prueba analítica para determinar la presencia de nitratos

En un vidrio de reloj colocar 0.1 g (4.95x10⁻³ moles) de sulfato de hierro (II) y otro de nitrato de potasio, disolver en unas gotas de agua. Añadir una gota de ácido sulfúrico concentrado sin agitar, observar y anotar.

La formación de un anillo café-pardo constituye una prueba de caracterización de nitratos. Plantear las reacciones respectivas.

Preguntas

- 1. Consultar los principales usos industriales del ácido nítrico.
- 2. Consultar los principales usos industriales del amoniaco.

Tabla 1.4.1 Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Ácido sulfúrico		H290. Puede ser corrosivo para los metales. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Enjuagarse la piel con agua/ducharse. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando . Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico.
Nitrato de potasio		H272. Puede agravar un incendio; comburente. H412. Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.	P220. Mantener o almacenar alejado de la ropa/materiales combustibles. P221. Tomar todas las precauciones necesarias para no mezclar con materias combustibles. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, polvo químico seco o espuma resistente al alcohol para apagarlo.

Fuente: Adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https:// https://www.merckmillipore.com/CO/es

1.5. Estados De Oxidación Del Hierro Y Manganeso

1.5.1. Objetivo general

Identificar diferentes estados de oxidación de hierro y manganeso.

1.5.2. Objetivos específicos

Determinar la estabilidad de diferentes estados de oxidación en medio básico, neutro y ácido.

Plantear las ecuaciones químicas que representen los procesos de óxidoreducción involucradas en cada etapa de la práctica.

1.5.3. Marco teórico

El hierro y el manganeso pertenecen al bloque de transición, Figura 1., con capas d o f parcialmente llenas; donde el Fe y el Mn tienen una configuración electrónica [Ar] $3d^64s^2$ y [Ar] $3d^54s^2$ respectivamente. Los elementos de transición pueden subdividirse en tres subgrupos: elementos del bloque d, lantánidos y actínidos. La primera serie de elementos de transición posee algunas características comunes tales como(Cotton & Wilkinson, 1969):

- Desde el Ti al Mn, los oxocompuestos y fluoruros presentan la valencia más elevada (Ti⁴⁺ y Mn⁷⁺). Co, Ni y Cu no presentan estados de oxidación elevados, comúnmente muestran especies con valencias de II y III.
- 2. En los oxo aniones correspondientes a estados de valencia IV al VII, el átomo metálico está rodeado en forma tetraédrica por átomos de oxígeno, mientras que en los óxidos de valencia hasta IV, los átomos poseen generalmente coordinación octaédrica.
- 3. Los óxidos de un elemento son más ácidos a medida que aumenta el estado de oxidación.

Generalidades de Manganeso:

En el estado de oxidación VII del manganeso se encuentran oxo compuestos MnO₄²⁻, Mn₂O₇ y MnO₃F; los cuales son poderosos

agentes oxidantes reduciéndose generalmente a Mn(II). Se conocen los estados de oxidación intermedios, pero estas especies intermediarios en la reducción de permanganatos. El único compuesto accesible de manganato(V) de sodio, Na₃MnO₄, de color azul, se obtiene por reducción de permanganato con formiato, en hidróxido sódico acuoso concentrado, a 0°C; el cual se descompone rápidamente a MnO₄²⁻y MnO₂ en disolución débilmente alcalina, y a MnO₄⁻ y MnO₂ en disolución ácida (Housecroft & Sharpe, 2006), *R.(1.5.1)*, *R.(1.5.2)*, *R.(1.5.3)*.

$$2 MnO_4^{3^+} + 4H^+ \rightarrow MnO_4^{2^-} + MnO_2 + 2H_2O \qquad R. (1.5.1)$$

 $2 MnO_4^{3^+} + 2H_2O \rightarrow MnO_4^{2^-} + MnO_2 + 4OH^- \qquad R. (1.5.2)$
 $3 MnO_4^{3^+} + 8H^+ \rightarrow MnO_4^- + 2MnO_2 + 4H_2O \qquad R. (1.5.3)$

A nivel industrial, los óxidos de manganeso tienen aplicación en la manufactura del acero, donde el óxido (MnO₂) se mezcla con Fe₂O₃ y se reduce con coque para formar el ferromanganeso (80% de mineral de Mn). En la mayoría de los aceros se encuentra este elemento donde se combina con oxígeno y azufre evitando que el acero sea quebradizo; algunos óxidos como la pirolusita es empleada en la fabricación de vidrios como agente decolorante (Díaz, 1997).

La mineralogía del manganeso es complicada debido al gran número de óxidos e hidróxidos formados, donde los estados de oxidación pueden variar, dentro de los principales minerales se encuentran: la Pirolusita (β-MnO₂), Hausmannita (Mn₃O₄), Ramsdelita (R-MnO₂), entre otros (Wells, 1978).

Generalidades de hierro:

El hierro es el metal más abundante en la corteza terrestre, no obstante, los meteoritos que logran llegar a la superficie terrestre contienen dicho metal, sugiriendo que abunda también en el sistema solar. Los minerales más importantes del hierro son la hematita (Fe₂O₃), la magnetita (Fe₃O₄), la limonita (FeO(OH)) y la siderita FeCO₃. Estos minerales son empleados como fuente primaria en la obtención del metal, introduciendo la veta de hierro, piedra caliza y coque en el interior de un horno con un flujo de monóxido de carbono a altas temperaturas actuando como agente reductor (Rayner, 2000), *R* (1.5.4).

$$3Fe_2O_{3(s)} + CO_{(g)} \rightarrow 2Fe_3O_{4(s)} + CO_{2(g)}$$
 R (1.5.4)

Posteriormente el óxido obtenido se reduce con CO para formar el óxido de hierro (II) a 850°C, *R* (1.5.5).

$$Fe_3O_{4(s)} + CO_{(g)} \rightarrow FeO_{(s)} + CO_{2(g)}$$
 R (1.5.5)

A esta temperatura se descompone el carbonato de calcio (piedra caliza) a óxido de calcio y dióxido de carbono, *R* (1.5.6).

$$CaCO_{3(s)} \to CaO_{(s)} + CO_{2(a)} \qquad R \ (1.5.6)$$

A medida que aumenta la temperatura el óxido de hierro (II) se reduce a hierro metálico y el CO_2 se reduce nuevamente a monóxido de carbono por la acción del coque, R (1.5.7) y R (1.5.8).

$$FeO_{(s)} + CO_{(g)} \rightarrow Fe_{(s)} + CO_{2(g)}$$
 $R (1.5.7)$
 $C_{(s)} + CO_{2(g)} \rightarrow 2CO_{(g)}$ $R (1.5.8)$

Por otro lado, el mayor estado de oxidación que presenta es como hierro (VI) en $[FeO_4]^{2-}$, denominado ion ferrato que es un agente oxidante fuerte, R (1.5.9).

$$[FeO_4]^{2^-} + 8H^+ + 3e^- \rightarrow Fe^{3^+} + 4H_2O \qquad E^{0} = +2.20 V \qquad R (1.5.9)$$

El ion ferrato (VI) de color purpura, se precipita muy fácilmente con iones bario, mientras que sales de sodio y potasio suelen ser solubles. En solución alcalina es relativamente estable este ion, pero en soluciones neutras o ácidas se descompone fácilmente R (1.5.10).

$$2FeO_4^{2^-} + 10H^+ \rightarrow \frac{3}{2}O_2 + 2Fe^{3^+} + H_2O \qquad R (1.5.10)$$

El hierro y el manganeso son elementos con grado de contaminación considerable, un ejemplo de dicho problema es la potabilización de agua para consumo humano, donde aportan un olor, color y sabor poco agradable. En las tuberías se generan incrustaciones de dichos metales generando obstrucciones del flujo del agua y reduciendo la presión de la misma y un gasto energético en el bombeo del líquido a través de tuberías obstruidas con los depósitos de metales. Para eliminar el hierro y manganeso del agua potable se puede emplear diversos métodos como: tratamiento con fosfatos, ablandar el agua por intercambio de iones, filtro oxidante, oxidación química, entre otros(McFarland & Dozier, n.d.).

1.5.4. Reactivos

Agua amoniacal Ácido sulfúrico 3 M, H₂SO₄ Ácido sulfúrico concentrado, H₂SO₄ Ferricianuro de potasio 0.1 M, C₆N₆FeK₃ Ferrocianuro de potasio 0.1 M, C₆N₆FeK₄ Hidróxido de sodio 2 M, NaOH Hidróxido de sodio sólido, NaOH Hipoclorito de sodio comercial 0.7 M, NaClO Lana de acero (Esponjilla) Permanganato de potasio 0,1 M, KMNO₄ Peróxido de hidrógeno 10%, H₂O₂ Tiocianato de potasio, KSCN

1.5.5. Materiales

Embudo de filtración
Espátula
Frasco lavador
Goteros
Mechero
Peras
Pipeta graduada 1, 2 y 5 mL
Tubos de ensayo grande y pequeño
Varilla de agitación
Vaso de precipitados de 50 mL
Vidrio reloj

1.5.6. Procedimiento

Parte I. Obtención del manganato de sodio, Na₂MnO₄

a. Depositar en un tubo de ensayo 1 mL de permanganato de potasio al 0.1 M y 2 g (0.05 moles) de NaOH, agitar suavemente hasta que la solución se torne verde oscuro, Figura 1.5.1. Adicionar 3 mL de agua destilada y calentar suavemente con ayuda de un mechero, hasta que la solución se torne de una coloración rosada y sea estable.



Figura 1.5.1. Reacción entre el permanganato y el hidróxido de sodio. **Fuente:** elaboración propia.

- b. En un tubo de ensayo depositar un poco del producto obtenido y disuélvalo en agua del grifo. Observar el color de la solución.
- c. Con precaución añadir gota a gota una solución de ácido sulfúrico, observar los cambios que ocurren a la solución. Después de cada adición agitar muy bien el tubo de ensayo. Estimar el pH de la solución con papel indicador.

Parte II. Estados de oxidación del hierro, preparación de los iones Fe^{2+} y Fe^{3+}

- a. Introducir en el fondo de un tubo de ensayo, una pequeña cantidad de lana de acero y adicionar 3 mL de ácido sulfúrico 3 M.
- b. Filtrar el líquido con el embudo. Observar el color de la solución. Esta solución contiene el ion hierro (II).
- c. Agregar 20 mL de agua y agitar. Dividir el contenido en dos tubos de ensayo.
- d. A uno de los tubos anteriores agregar dos o tres gotas de peróxido de hidrógeno. Observar lo que ocurre y el nuevo color de la solución. Esta solución contiene Fe³⁺.
- e. Dividir las soluciones de cada seis tubos de ensayo pequeños previamente rotulados.

Parte III. Reacciones de los iones de Fe²⁺ y Fe³⁺

- A un tubo de ensayo de hierro (II) y otro de hierro (III) agregar dos gotas de solución de hidróxido de sodio 2 M y observar el color. Luego agregue dos gotas más de la base.
- A otros dos tubos de ensayo de hierro (II) y de hierro (III) agregar dos gotas de agua amoniacal NH4OH y observar el color.
- A otros dos tubos de ensayo de hierro (II) y de hierro (III) adicionar dos gotas de ferrocianuro de potasio, K4[Fe(CN)6]. Observar.
- A otros dos tubos de ensayo de hierro (II) y de hierro (III) adicionar dos gotas de ferricianuro de potasio, K3[Fe(CN)6]. Observar.
- Finalmente, a otros dos tubos de ensayo de hierro (II) y de hierro (III) adicionar dos gotas de tiocianato de potasio, KSCN. Observar.

Parte IV. Obtención del ferrato de sodio, Na, FeO,

- Al último tubo de ensayo etiquetado como hierro (III) agregar 5 mL de hipoclorito de sodio y 3.0 g (0.075 moles) de hidróxido de sodio sólido. Disolver muy bien con ayuda de la varilla de agitación. Un color rojo púrpura indica que se ha formado el ion ferrato.
- Al último tubo de ensayo etiquetado como hierro (II) agregar tres gotas ácido sulfúrico concentrado. Observar.

Preguntas.

- Realizar las reacciones que se llevaron a cabo en la práctica.
- Consultar el tratamiento de agua residual contaminada con trazas de manganeso y de hierro.
- Investigar los principales usos del hierro y el manganeso, de igual manera la obtención de los mismos a nivel industrial.

Tabla 1.5.1. Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Hipoclorito de sodio	Theogram as	H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H400. Muy tóxico para los organismos acuáticos.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Enjuagarse la piel con agua/ ducharse. P304 + P340 + P310. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al aire libre y mantenerla en una posición que le facilite la respiración. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Lavar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Hidróxido de amonio		H302. Nocivo en caso de ingestión. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H400. Muy tóxico para los organismos acuáticos. H411. Tóxico para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.	P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ducharse. P304 + P340 + P310. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al aire libre y mantenerla en una posición que le facilite la respiración. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico. P305 + P351 + P338 + P310 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Lavar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Permanganato de potasio		H272. Puede agravar un incendio; comburente. H302. Nocivo en caso de ingestión. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H410. Muy tóxico para los or ganis mos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.	P210. Mantener alejado de fuentes de calor. P220. Mantener o almacenar alejado de la ropa/materiales combustibles. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Enjuagarse la piel con agua/ ducharse. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, producto químico seco o espuma resistente al alcohol para la extinción.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Tiocianato de potasio		H302 + H312 + H332. Nocivo en caso de in- gestión, contac- to con la piel o inhalación H412. Nocivo para los organ- ismos acuáti- cos, con efectos nocivos du- raderos.	P261. Evitar respirar el polvo/ el humo/ el gas/ la niebla/ los vapores/ el aerosol. P271. Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ prendas de protección. P302 + P352 + P312. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes. Llamar a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico en caso de malestar. P304 + P340 + P312. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar al paciente al exterior y mantenerlo en reposo en una posición confortable para respirar. Llamar a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico en caso de malestar.

Fuente: adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https://https://www.merckmillipore.com/CO/es

1.6. Preparación De Sulfato De Cobre (Ii) Y Sulfito De Sodio

1.6.1. Objetivo general

Obtener experimentalmente sulfato de cobre (II) y sulfito de sodio a partir de una destilación simple.

1.6.2. Objetivo específico

Realizar reacciones cualitativas de identificación de sulfitos y sulfatos.

1.6.3. Marco teórico

En prácticas anteriores se ha observado la reactividad de elementos como el cobre, el cual no es atacado por ácidos corrientes. Es decir, el oxidante típico de los ácidos, el H^+ no tiene la capacidad (el potencial de reducción adecuado, R (1.6.1)) para oxidar el cobre. Un oxácido es necesario para lograr el objetivo de oxidar el cobre:

$$Cu \rightarrow Cu^{2+} + 2e^{-}$$
 $E^{0} = -0.34$ $R(1.6.1)$

El ácido sulfúrico concentrado y caliente es un agente oxidante capaz de oxidar al cobre, R (1.6.2).

$$Cu_{(s)} + H_2SO_{4 (conc.)} \rightarrow CuSO_{4 (ac)} + H_2 \qquad R (1.6.2)$$

En soluciones diluidas el poder oxidante asociado con el ion sulfato es insignificante. El potencial estándar ($H^+ = 1 M$), R (1.6.3) de este proceso es:

$$SO_4^{2-} + 4H^+ + 2e^- \rightarrow SO_2 + 2H_2O \qquad E^{\circ} = 0.17 \qquad R \ (1.6.3)$$

Los potenciales de reducción estándar de un conjunto de especies se consolidan en un diagrama de Latimer de potencial de reducción, Fig.1.6.1. El diagrama incluye los estados de oxidación comunes del elemento; el número que aparece entre cada par de especies es el potencial estándar de reducción para esta semireacción (Rayner, 2000).

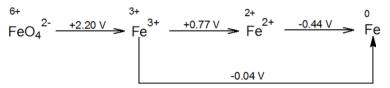


Figura. 1.6.1. Diagrama de Latimer de potenciales de reducción del hierro. **Fuente:** Adaptación. Chang. R. (2002). Química.

Cada elemento presenta un potencial de oxidación o un potencial de reducción, de acuerdo a como está involucrado el elemento dentro de la reacción global, *R* (1.6.4).

$$Zn \to Zn^{2+} + 2e^{-}(a)$$
 $Zn^{2+} + 2e^{-} \to Zn(b)$ $R(1.6.4)$

Para el caso de una semirreacción del orden a, involucra un proceso de oxidación, mientras la semirreacción del orden b, involucra un proceso de reducción (Cotton & Wilkinson, 1969).

1.6.4. Reactivos

Ácido sulfúrico concentrado, H₂SO₄ Carbonato de sodio sólido, Na₂CO₃ Cobre metálico Cloruro de bario analítico, BaCl₂ Etanol, C₂H₃OH Hidróxido amoniacal1:1, NH₄OH Peróxido de hidrógeno 30%, H₂O₂

1.6.5. Materiales

Agitador
Aro
Embudo de tallo corto
Erlenmeyer de 125 mL
Frasco lavador
Equipo de microdestilación
Malla de asbesto
Mechero
Papel filtro
Perlas de ebullición

Probeta de 25 mL Vaso de precipitados de 250 mL

1.6.6. Procedimiento

Obtención de sulfato de cobre y sulfito de sodio.

En el balón de destilación añadir alrededor de 5.0 g (7.87x10⁻² moles) de chatarra de cobre finamente cortado, y agregar con 30 g (0.306 moles) de ácido sulfúrico (Calcular cantidad en mL) concentrado. En un Erlenmeyer, agregar 7.0 g (6.60x10⁻² moles) de carbonato de sodio y disolver en 25 mL de agua.

Instalar un montaje de destilación simple (utilizado en la práctica 4) sin flujo de agua para el condensador, Figura 1.6.1. El codo de vidrio al final del montaje de destilación debe estar sumergido en una solución de carbonato de sodio contenida en el Erlenmeyer.



Figura 1.6.1. Montaje de destilación sin flujo de agua en el condensador. **Fuente:** elaboración propia.

Realizado el montaje de destilación, calentar suavemente el balón hasta que todo el cobre se haya disuelto y la solución sea de color azul correspondiente a la formación de sulfato de cobre (II).

Una vez finalizada la destilación, el residuo sólido del cobre (contenida en el balón) se deja enfriar, Figura 1.6.2. Posteriormente disolver añadiendo 40 mL de agua caliente y filtrar para eliminar los residuos.

Concentrar el filtrado hasta la mitad del volumen con evaporación, enfriar lentamente y filtrar los cristales formados, Figura 1.6.2.



Figura 1.6.2. Residuo de cobre en el balón de destilación. **Fuente:** elaboración propia.



Figura 1.6.3. Cristales de sulfato de cobre. **Fuente:** elaboración propia.

El contenido del Erlenmeyer es sulfito de sodio, Na₂SO₃; rotular y guardar para la siguiente sección.

Observación del comportamiento químico de sulfatos y sulfitos.

a. Formación de complejo de cobre cristalizado.

Añadir 0.1 g de cristales de sulfato de cobre y disolver en la mínima cantidad de agua añadiendo amoniaco gota a gota, hasta que la solución resultante sea translúcida. Agregar alcohol en porciones de 5 mL, hasta que se obtenga un precipitado sólido azul. Si obtiene algún complejo cristalizado, filtrar y separar los cristales; observar y anotar.

b. Reacción de sulfito de sodio con cloruro de bario.

A 12 mL de la solución de sulfito de sodio, agregar 10 mL de peróxido de hidrógeno, luego agitar. Posteriormente, adicionar gota a gota una solución de cloruro de bario hasta precipitación completa. Observar y explicar las reacciones.

Preguntas

- 1. Escriba las ecuaciones para todas las reacciones logradas en la práctica, especificando claramente si corresponde a medio ácido o básico.
- 2. ¿A qué se debe la diferencia de color en las sales de Cu(II) y de Cu(I)?
- 3. ¿Cómo son las estructuras moleculares de los compuestos de cobre (I) y cobre (II), tanto acuoso como amoniacal?
- 4. Mencione los principales usos industriales de los compuestos preparados en esta práctica.

Tabla 1.6.1 Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia		
Carbonato de sodio	!	H319. Provoca irritación ocular grave.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P280. Llevar gafas/ máscara de protección. P305 + P351 + P338. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Lavar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando. P337 + P313. Si persiste la irritación ocular: Consultar a un médico		

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia		
	K-1		P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación.		
			P280. Llevar guantes de protección.		
		H315. Provoca irritación cutánea. H318. Provoca lesiones oculares graves.	P302 + P352. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar conagua y jabón abundantes.		
Cloruro de bario			P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS		
de sano			OJOS: Enjuagar cuidadosamente cor agua durante varios minutos. Quita las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagándose. Llama inmediatamente a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA/médico.		
			P332 + P313. En caso de irritación cutánea: Consultar a un médico		
Etanol		H225. Líquido y vapores muy inflamables. H319. Provoca irritación ocular grave.	P210. Mantener alejado de fuentes de calor, chispas, llama abierta o superficies calientes No fumar.		
			P242. Utilizar únicamente herramientas que no produzcan chispas.		
			P280 Llevar guantes/ gafas/ máscara de protección.		
			P305 + P351 + P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar los lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando. P370 + P378 En caso de incendio: Utilizar arena seca, producto químico seco o espuma resistente al alcohol para la extinción.		

Fuente: adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https:// https://www.merckmillipore.com/CO/es

1.7. Determinación De La Resistencia De Las Soluciones Y Reconocimiento De Ácidos Y Bases Duros Y Blandos

1.7.1. Objetivo general

Clasificar soluciones como electrolitos fuertes, moderados, débiles o no electrolitos de acuerdo a su resistencia en solución acuosa.

1.7.2. Objetivos específicos

Determinar la resistencia de soluciones al paso de la corriente eléctrica en función del medio.

Realizar pruebas de análisis cualitativo para determinar cationes en una solución.

Clasificar los cationes en los grupos I, II, III, IV y V de acuerdo a la teoría de Pearson (DD-BB) precipitándolos con sus respectivos aniones.

1.7.3. Marco teórico

"Las disoluciones de electrolitos son muy diferentes de las disoluciones ideales y reales de solutos neutros. La razón fundamental de esta diferencia es que los solutos existen en las disoluciones de electrolitos como iones positivos o negativos solvatados. ¿Por qué son tan diferentes las disoluciones de electrolitos y de no electrolitos?" (Reid, Engel y Hehre, 2007, p. 223).

Las interacciones de Coulomb entre los iones de una disolución de electrolitos se extienden hasta una distancia mucho mayor que las interacciones entre los solutos neutros. Por esta razón las disoluciones electrolíticas se desvían del comportamiento ideal a concentraciones mucho más bajas que las disoluciones de sólidos neutros, Tabla 1.7.1 y Tabla 1.7.2.

Tabla 1.7.1. Electrólitos orgánicos-inorgánicos en su respectivo solvente.

Solvente	Solvente Electrólito		Temperatura (°C)	Conductividad (ohm ⁻¹ cm ⁻¹)	
		6.00		0.84	
	HC1	1.00		0.33	
		0.10		0.039	
Agua	H ₂ SO ₄	0.53	25	0.21	
Agua	H ₂ SO ₄	0.10	25	0.048	
	KCl	1.05		0.11	
		0.10		0.013	
	LiClO ₄	0.10		0.0089	
		1.00	25	0.050	
	TEAClO ₄	1.00	22	0.026	
		0.10	22	0.0084	
	TEABF ₄	1.00		0.056	
Acetonitrilo	TEAPF ₆	1.00	25	0.055	
Accionimo	TEACF ₃ SO ₃	1.00		0.042	
	TBAClO ₄	1.00 22		0.023	
	TBAPF ₆	1.00		0.031	
	LiPF ₆	1.00	25	0.050	
	LiCF ₃ SO ₃	1.00		0.0097	
Dimetilformamida	TBABF ₄	1.00		0.0145	
Carbonato	TBABF ₄	1.00	25	0.0076	
de propileno	TBABF ₆	1.00		0.0061	
Diclorometano	TBAClO ₄	1.00	22	0.0064	
Dimetoxietano	TBABF ₄	1.00		0.0044	
Tetrahidrofurano	TBABF ₄	1.00	25	0.0027	
Butironitrilo	TBAPF ₆	0.30		0.0079	
Diclorometano	TBAPF ₆			0.0014	
Trifluorotolueno	TBAB(C ₆ F ₅) ₄	0.10	Ambiente	0.0013	
Tetrahidrofurano	TBAPF ₆			0.0015	

Fuente: adaptación a la imagen de Electrólitos orgánicos-inorgánicos. Zoski (2007). Handbook of Electrochemestry.

Tabla 1.7.2. Electrolitos inorgánicos a diferente concentración.

	Concentración (mol/L)							
	Dilución	0.0005	0.001	0.005	0.01	0.02	0.05	0.10
Componente	Infinita ^°	Λ (10 ⁻⁴ m ² S mol ⁻¹)						
AgNO ₃	133.29	131.29	130.45	127.14	124.70	121.35	115.18	109.09
½ BaCl ₂	139.91	135.89	134.27	127.96	123.88	119.03	111.41	105.14
½ CaCl ₂	135.77	131.86	130.30	124.19	120.30	115.59	108.42	102.41
½ Ca(OH) ₂	258.00			233.00	226.00	214.00		
CuSO ₄	133.60	121.60	115.20	94.02	83.08	72.16	59.02	50.55
HCl	425.95	422.53	421.15	415.59	411.80	407.04	398.89	391.13
KBr	151.90	149.80	148.90	146.02	143.36	140.41	135.61	131.32
KCI	149.79	147.74	146.88	143.48	141.20	138.27	133.30	128.90
KClO ₄	139.97	138.69	137.80	134.09	131.39	127.86	121.56	115.14
¹ / ₃ K ₃ Fe(CN) ₆	174.50	166.40	163.10	150.70				
1/4 K ₄ Fe(CN) ₆	184.00		167.16	146.02	134.76	122.76	107.65	97.82
KHCO ₃	117.94	116.04	115.28	112.18	110.03	107.17		
KI	150.31	148.20	143.32	144.30	142.11	139.38	134.90	131.05
KIO ₄	127.86	125.74	124.88	121.18	118.45	114.08	106.67	98.20
KNO ₃	144.89	142.70	141.77	138.41	132.75	132.34	126.25	120.34
K MnO ₄	134.80	132.70	131.90		126.05			113.00
КОН	271.50		234.00	230.00	228.00		219.00	213.00
KReO ₄	128.20	126.03	125.12	121.31	118.49	114.49	406.40	97.40
¹/₃ LaCl₃	145.90	139.60	137.00	127.50	121.80	115.30	106.20	99.10
LiCl	114.97	113.09	112.34	109.35	107.27	104.60	100.06	95.81
LiClO ₄	105.93	104.13	103.39	100.52	98.56	96.13	92.15	88.52
½ MgCl ₂	129.34	125.55	124.15	118.25	114.49	109.99	103.09	97.05
NH ₄ Cl	149.60	147.50	146.70	143.90	141.21	138.25	133.22	128.69
NaCl	126.39	124.44	123.68	120.59	118.45	115.70	111.01	106.69
NaClO ₄	117.42	115.58	114.82	111.70	109.54	106.91	102.35	98.38
NaI	126.88	125.30	124.19	121.19	119.18	116.64	112.73	108.73
NaOOCCH ₃	91.00	89.20	88.50	85.68	83.72	81.21	76.88	72.76
NaOH	247.7	245.5	244.60	240.70	237.90			
Picrato de sodio	80.45	78.70	78.00	75.70	73.70		66.3	61.8
½ Na ₂ SO ₄	129.80	125.68	124.09	117.09	112.38	106.73	97.70	89.94
½ SrCl ₂	135.73	131.84	130.27	124.18	120.23	115.48	108.20	102.14
ZnSO ₄	132.70	121.30	114.47	95.44	84.87	74.20	61.17	52.61

Fuente: adaptación a la imagen de Electrólitos orgánicos-inorgánicos. Zoski (2007). Handbook of Electrochemestry.

En la marcha de cationes desde el grupo I hasta el grupo V, la naturaleza de los cationes encontrados permite excluir la existencia de aniones que son incompatibles con éstos. (Buscarons, García y Vallvey, 2005).

R. G. Pearson utilizó el concepto de ácido-base, duro-blando (ABDB) por parámetros de polarización. Propuso que los ácidos y bases de Lewis podían clasificarse como "duros" o "blandos". El sentido de la reacción está influenciado con la afinidad base dura - ácido duro, base blanda - ácido blando. A continuación, es descrita la clasificación de especies en función de su dureza:

Ácidos duros: También conocidos como iones metálicos de clase a, comprenden la mayor parte de los iones metálicos de la Tabla Periódica. Estos ácidos se caracterizan por su baja electronegatividad y, en muchos casos, por tener alta densidad de carga. En ocasiones la densidad de carga es un parámetro que indica la dureza, por ejemplo, como ácidos duros se encuentran: H⁺, B³⁺ y C⁴⁺, los cuales tienen una densidad de carga alta, y la electronegatividad es baja.

Ácidos blandos: También conocidos como iones metálicos de clase b, son el grupo de iones metálicos que están en el segmento inferior derecho de los elementos metálicos. Tienen baja densidad de carga y alta electronegatividad. Por su baja densidad de carga, estos cationes se polarizan con facilidad y, por lo tanto, tienden a formar enlaces covalentes. El ácido más blando de todos es el oro (I).

Ácidos intermedios: Éstos forman una frontera entre los ácidos blandos y duros y tienen valores intermedios de densidad de carga. El estado de oxidación se convierte en un factor importante para determinar la dureza. Por ejemplo, el cobre (I), se clasifica como blando, mientras que el cobre (II) se considera intermedio, ya que tiene una densidad de carga mayor.

Bases duras: Conocidas como *ligantes de clase a*, son especies ligadas a flúor y oxígeno, como óxido, hidróxido, nitrato, fosfato, carbonato, sulfato y perclorato, por ejemplo: F-, OH-

Bases blandas: También conocidos como ligantes de clase b, son los no metales menos electronegativos como el carbono, el azufre, el fósforo y el yodo. Estos iones voluminosos tienen tendencia a formar enlaces covalentes, debido a su alta densidad de carga.

Bases intermedias: Es preciso entender que la división entre las categorías no es rígida. Por ejemplo, los iones halogenuro forman una serie que va del más duro (ion fluoruro) al más blando (ion yoduro).

En aniones como NCS⁻ el ion metálico puede formar enlaces covalentes con el átomo de azufre o nitrógeno. Si se enlaza al átomo de nitrógeno, adquiere un comportamiento de base intermedia. Si se enlaza por medio del átomo de azufre, este ion se comporta como una base blanda. Los iones que pueden enlazarse por medio de elementos diferentes se denominan ligantes ambidentados (Rayner, 2000).

1.7.4. Reactivos

Reactivos para resistencia de soluciones (0.1M): colocar orden alfabético y IUPAC

Ácido acético, CH₃COOH Ácido bórico, H₃BO₃ Ácido cítrico, C₆H₈O₇ Ácido clorhídrico, HCl Ácido fosfórico, H₃PO₄ Cloruro de sodio, NaOH Fenol, C₆H₆O Hidróxido de amonio, NH₄OH Hidróxido de sodio, NaOH Sacarosa, C₁₂H₂₂O₁₁

Soluciones para análisis cualitativo (0.1%):

Nitrato de aluminio, Al(NO₃)₂ Nitrato de cadmio, Cd(NO₃)₂. Nitrato de magnesio, Mg(NO₃)₂ Nitrato de plata, AgNO₃ Nitrato de plomo, Pb (NO₃)₂ Nitrato de zinc, Zn(NO₃)₂

Ácido clorhídrico 3 M, HCl Ácido nítrico 2 M, HNO₃ Bifosfato de sodio 1 M, NaH₂PO₄ Cloruro de sodio 1 M, NaCl Cloruro de sodio sólido, NaCl Cromato de potasio 1 M, K₂CrO₄ Hidróxido de sodio 2 M, NaOH Hidróxido de sodio 10 M, NaOH Hidróxido de amonio 1:1, NH₄OH Tioacetamida 1 M, C₂H₅NS

Reactivos para determinación de ácidos y bases duros y blandos (10%):

Cloruro de bario, BaCl₂ Cloruro de estroncio, SrCl₂ Cloruro de mercurio, HgCl₂ Cloruro de níquel, NiCl₂ Cloruro de plata, AgCl Sulfato de litio, Li₂SO₄ Nitrato de plomo, Pb(NO₃)₂ Sulfato de magnesio, MgSO₄ Fluoruro de sodio 10%, NaF Hidróxido de sodio 0.1M, NaOH Sulfuro de sodio 10%, Na₂S Yoduro de sodio 5%, NaI

1.7.5. Materiales

Circuito de conducción Conductimetro Cuchara de combustión Espátula Frasco lavador Goteros Gradilla Mechero Papel indicador universal Peras Pinzas para tubo de ensayo Pipetas 2, 5 y 10 mL Tubos ensayo Varilla de agitación Vasos de precipitados 100 mL Vidrio reloj

1.7.6. Procedimiento

1.7.6.1. Estudio de la conductividad de las soluciones.

Insertar los electrodos de grafito en la solución que se encuentra en el vaso de precipitados de 100 mL, donde se ha depositado la solución a analizar. Registrar y completar la información que se solicita en la Tabla 1.7.3.

Posteriormente, se clasifican las soluciones como electrolitos fuertes, intermedio, débil o no electrolito. A partir del patrón de intensidades en el circuito de conducción, determinar cualitativamente las soluciones analizadas.

Registrar la conductancia de cada solución por medio de la medición directa con el conductímetro y calcular la resistencia expresada en Ω .

Tabla 1.7.3. Medida de conductancia en diferentes soluciones.

Solución [0.1M]	Orden de la K _{eq}	Tipo de Electrolito	Resistencia (Ω)	Conductancia (S)	Fórmula del compuesto
Ácido clorhídrico	Infinito				
Hidróxido de sodio	Infinito				
Ácido cítrico	10-3				
Ácido acético	10-5				
Fenol	10-10				
Agua	10-14				
Hidróxido de amonio	10-5				
Ácido fosfórico	10-2				
Sacarosa	XXXXXX				
Ácido bórico	5.9x10 ⁻¹⁰				
Cloruro de sodio	Infinito				

Fuente: elaboración propia.

- 1.7.6.2. Análisis cualitativo de algunos Iones. (Se recomienda consultar libros y manuales de análisis cualitativo).
 - a. Añadir 0.5 mL de solución de nitrato de plata a un tubo de ensayo, luego una gota de solución de cloruro de sodio 1 M y observar el color del precipitado formado. Decantar y adicionar 0.5 mL de solución de hidróxido de amonio al precipitado. Luego agregar 1.5 mL de ácido nítrico 2 M. Observar y determinar lo ocurrido.
 - b. Añadir 0.5 mL de solución nitrato de plomo a un tubo de ensayo, agregar dos gotas de ácido clorhídrico 3 M. Decantar y adicionar 1 mL de agua caliente al precipitado; a la solución formada agregar cuatro gotas de cromato de potasio 1 M. ¿Que indica este ensayo acerca de la solubilidad del cloruro de plomo, ¿Cuál es el precipitado formado?



Figura 1.7.1. Reacción para el cromato de potasio.

Fuente: elaboración propia.

- c. Añadir 0.5 mL de las siguientes soluciones de nitrato en tubos de ensayo separados: zinc, aluminio, magnesio y cadmio. Agregar tres gotas de hidróxido de sodio 2 M. Si no hay precipitación, a dicionar tres gotas de hidróxido de sodio 10 M. ¿Cuál de estos compuestos es anfótero?
- a. Añadir 0.5 mL de las siguientes soluciones de nitrato en tubos de ensayo separados: zinc, aluminio, magnesio y cadmio; agrega una gota de solución acuosa de hidróxido de amonio (1:1). Observar lo ocurrido, luego añadir 1 mL de la misma solución amoniacal a cada precipitado. ¿Cuál de estos iones forma complejos con el amoniaco?

- b. A 0.5 mL de nitrato de magnesio, agregar cuatro gotas de ácido clorhídrico 3 M. Adicionar solución acuosa de hidróxido amonio (1:1) hasta que la solución resultante sea básica. Agregar cuatro gotas de bifosfato de sodio 1 M. El precipitado cristalino blanco es MgNH₄PO₄. Escriba las reacciones ocurridas en las que intervienen los iones amonio y fosfato.
- c. Agrega 0.5 mL de tioacetamida a 0.5 mL de nitrato de zinc y 0.5 mL de tioacetamida a 0.5 mL de nitrato de cadmio, en tubos de ensayo separados. Adicionar con una cuchara de combustión 0.1 g (1.71x10⁻³ moles) de cloruro de sodio a cada tubo y calentar ligeramente en un mechero. Los precipitados corresponden al sulfuro del correspondiente metal. Los sulfuros del metal tienden a formar coloides; explique el propósito de emplear el cloruro de sodio.



Figura 1.7.2. Reacción para el cadmio. **Fuente:** elaboración propia.

d. Repita el numeral 2.6 con la siguiente modificación: Añadir dos gotas de ácido clorhídrico 3 M antes de la adición de tioacetamida. ¿Cuál es el efecto de la acidez en la precipitación de estos sulfuros?

Las soluciones estudiadas son nitratos, ¿Cómo se puede verificar a nivel del laboratorio la presencia de estos iones? Consultar la prueba cualitativa de determinación de nitratos y plantear su procedimiento en el laboratorio. ¿Cómo puede comprobar la presencia de cloruros, hidróxidos, y fosfatos?

1.7.6.3. Estudio de ácidos y bases, duros y blandos (AB-DB)

Preparar tubos de ensayo limpios para las siguientes pruebas:

- a. Agregar 0.5 mL por cada solución de catión de prueba (10%) a cada tubo de ensayo. Luego añadir 0.5 mL de fluoruro de sodio 10% a cada tubo; anotar si observa una reacción en la solución.
- b. Preparar nuevos tubos de ensayo con las soluciones de los cationes de prueba, pero esta vez, agregar 0.5 mL de yoduro de sodio al 5% a cada tubo, anotar si observa una reacción en la solución.
- c. Anotar todos los datos observados en los apartados a y b en la Tabla 1.7.4; y con estos, clasificar el catión como duro, blando o intermedio de acuerdo a los resultados.

Tabla 1.7.4. Determinación de cationes duros, blandos o intermedios con diferentes aniones.

	Li ⁺	Mg ²⁺	Sr ²⁺	Ba ²⁺	Ni ²⁺	Pb ²⁺	Ag ⁺	Hg ²⁺
Reacción con F-								
Reacción con I-								
Clasificación								

Fuente: elaboración propia.

- d. Agregar 0.5 mL por cada solución de catión de prueba (10%) a cada tubo de ensayo. Luego añadir 0.5 mL de sulfuro de sodio 10% a cada tubo; anotar si observa una reacción en la solución.
- e. Completar los datos en la Tabla 1.7.5. ¿Según lo estudiado, el sulfuro es una base dura o blanda?

Tabla 1.7.5. Comportamiento de ácidos frente a la base sulfuro.

	Mg ²⁺	Ni ²⁺	Pb ²⁺	$\mathbf{A}\mathbf{g}^{+}$	Hg ²⁺
Reacción con S2-					

Fuente: elaboración propia.

f. Agregar 0.5 mL a cada una de las soluciones de los cationes de prueba (10%) a cada tubo de ensayo, luego añadir 0.5 mL de hidróxido de sodio al 10% a cada tubo; observar la reacción en la solución. Completar los datos en la Tabla 1.7.6. ¿Según lo estudiado, el hidróxido es una base dura o blanda?

Tabla 1.7.6. Comportamiento de ácidos frente a la base hidróxido.

	Mg^{2+}	Ni ²⁺	Pb ²⁺	$\mathbf{A}\mathbf{g}^{\scriptscriptstyle{+}}$	Hg ²⁺
Reacción con OH-					

Fuente: elaboración propia.

Preguntas

- 1. ¿Qué otra base se encuentra presente en la disolución de sulfuro? Comparada con el S²-, ¿La base sulfuro es más o menos polarizable?
- **2.** Basándose en las propiedades de la Tabla Periódica, clasifique los siguientes ácidos:

Tabla 1.7.7. Clasificación de diferentes ácidos.

	Ca ²⁺	K ⁺	Co ²⁺	Zn ²⁺	La ³⁺	Tl ⁺	Pt ²⁺
Duro, Blando o Intermedio							

Fuente: elaboración propia.

Tabla 1.7.8. Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
			P201. Pedir instrucciones especiales antes del uso.
Ácido bórico		H361. Se sospecha que perjudi-	P202. No manipular la sustancia antes de haber leído y comprendido todas las instrucciones de seguridad.
		ca la fertilidad o daña al feto.	P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección.
			P308 + P313. EN CASO DE EXPOSICIÓN MANIFIESTA O PRESUNTA: Consultar a un médico.
	K. J.		P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación.
			P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección.
Ácido fosfórico		H290. Puede ser corrosivo para los metales. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.	P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitarse inmediatamente las prendas contaminadas. Lavarse la piel con agua o ducharse.
iosiorico			P305 + P351 + P338. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.
			P321 Se necesita un tratamiento específico (ver las instrucciones suplementarias de primeros auxilios en esta etiqueta).

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Fenol		H301 + H311 + H331. Tóxico en caso de in- gestión, contacto con la piel o in- halación H314. Provo- ca quemaduras graves en la piel y lesiones ocu- lares graves. H341. Se sospe- cha que provoca defectos genéti- cos. H373 Puede provocar daños en los órganos tras exposi- ciones prolonga- das o repetidas. H402. Nocivo para los organis- mos acuáticos. H411. Tóxico para los organ- ismos acuáticos, con efectos noci- vos duraderos.	P202. No manipular la sustancia antes de haber leído y comprendido todas las instrucciones de seguridad. P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P271. Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Lavarse la piel con agua/ducharse. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando . Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
			P201. Pedir instrucciones especiales antes del uso.
		H301. Tóxico en caso de ingestión.	P261. Evitar respirar el polvo/ el humo/ el gas/ la niebla/ los vapores/ el aerosol.
		H315. Provoca irritación cutánea.	P271 Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado.
		H317. Puede provocar una reacción alérgica en la piel.	P272. Las prendas de trabajo contaminadas no podrán sacarse del lugar de trabajo.
		H319. Provoca irritación ocular	P273. Evitar su liberación al medio ambiente.
		grave. H335. Puede	P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección.
Cromato de		irritar las vías respiratorias.	P304 + P340 + P312. EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la persona al
potasio		H340. Puede provocar defectos genéticos.	aire libre y mantenerla en una posición que le facilite la respiración. Llamar a un CENTRO DE TOXICOLOGÍA
	AK.	H350. Puede provocar cáncer.	o a un médico si la persona se encuentra mal.
		H410. Muy tóxico para los organismos acuáticos, con efectos noci-	P333 + P313. En caso de irritación o erupción cutánea: Consultar a un médico.
		vos duraderos.	P403 + P233. Almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener el recipiente cerrado herméticamente.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Tioacetamida		H302. Nocivo en caso de ingestión. H315. Provoca irritación cutánea. H319. Provoca irritación ocular grave. H350. Puede provocar cáncer. H412. Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.	P201. Pedir instrucciones especiales antes del uso. P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P281. Utilizar el equipo de protección individual obligatorio. P302 + P352. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes. P305 + P351 + P338. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagandose. P308 + P313. EN CASO DE exposición manifiesta o presunta: Consultar a un médico. P332 + P313. En caso de irritación cutánea: Consultar a un médico.

Fuente: adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https:// https://www.merckmillipore.com/CO/es

1.8. Calor De Reacción

1.8.1. Objetivo general

Calcular el cambio de entalpia en una reacción de neutralización ácidobase y en la disolución de una sal.

1.8.2. Objetivos específicos

Determinar la identidad de una sustancia problema a partir de la entalpia de neutralización.

Determinar el cambio de temperatura en una reacción de neutralización y disolución de una sal.

1.8.3. Marco teórico

Las reacciones químicas van siempre acompañadas de liberación o absorción de calor. El calor de reacción a cierta temperatura, es el calor transferido desde los alrededores al sistema reaccionante cuando a moles de A se transforman para generar r moles de R y s moles de S, suponiendo que la presión y la temperatura son constantes, R (1.8.1) (Levenspiel, 2004). El calor de reacción se puede calcular por medio de una función de estado, la entalpia H y sus cambios ΔH .

$$aA \rightarrow rR + sS$$
 ΔH_r (Positiva, Entotérmica | Negativa, Exotérmica) R (1.8.1)

Para que una reacción se verifique espontáneamente, la energía de los productos debe ser menor que la de los reactantes; es decir, la variación de la energía de la reacción debe ser negativa. A esta energía, llamada energía libre de Gibbs, se le asigna el símbolo G que está determinada por el estado del sistema: presión, temperatura y cantidad de sustancia (Quílez, 2009). Por otro lado, la variación de energía libre de Gibbs se representa con el símbolo ΔG . ΔG depende de dos factores: el calor desprendido o absorbido y el aumento o disminución del grado de desorden que implica la transformación de los reactantes en productos. La variación de calor se llama variación de entalpía y se le asigna el símbolo ΔH . La variación de desorden corresponde a la variación de

entropía, cuyo símbolo es ΔS . La relación matemática de estas variables se expresa en la siguiente ecuación (1):

$$\Delta G = \Delta H - T * \Delta S \tag{1}$$

Donde T es la temperatura absoluta en Kelvin.

En la variación de la entalpia en las reacciones de neutralización, el proceso puede describirse en varias ecuaciones químicas. La *R* (1.8.2) es la expresión general de un ácido (*HZ*), donador de protones (concepto de Brönsted- Lowrry) que reacciona con la parte básica (*B*) de una molécula *MB*, para producir *HB* y la sal *MZ*. La forma iónica neta de esta reacción, en el caso en el cual tanto el ácido como la base sean fuertes, corresponde a la *R* (1.8.3). Las ecuaciones *R* (1.8.4) y *R* (1.8.5) son casos específicos para la neutralización de ácido clorhídrico con hidróxido de sodio.

$$HZ_{(ac)} + MB_{(ac)} \rightarrow HB_{(ac)} + MZ_{(ac)}$$
 R (1.8.2)
 $H_{(ac)}^{+} + B_{(ac)}^{-} \rightarrow HB_{(ac)} + Calor$ R (1.8.3)
 $HCl_{(ac)} + NaOH_{(ac)} \rightarrow H_{2}O + NaCl_{(ac)} + Calor$ R (1.8.4)
 $H_{(ac)}^{+} + OH_{(ac)}^{-} \rightarrow H_{2}O + Calor$ R (1.8.5)

Cuando la reacción se verifica a presión constante, el calor desprendido o absorbido es igual a la variación de entalpía, ΔH , de la reacción. Arbitrariamente se acostumbra a poner un signo negativo a ΔH cuando se desprende calor, es decir, cuando la reacción es exotérmica. Por lo tanto, si la reacción produce 2000 cal, $\Delta H = -2000$ cal.

La cantidad de calor desprendido por una reacción depende de la cantidad de reactantes presentes; por consiguiente, se trata de una propiedad extensiva. Es conveniente convertirla en una propiedad intensiva, para lo cual se debe expresar como cantidad de calor por mol de reactante. Una propiedad intensiva es aquella que no depende de la cantidad total de reactantes presentes. Supóngase que dos moles de A reaccionan con un mol de B para formar un mol de C y 10.000 J, de acuerdo con la ecuación R (1.8.6).

$$2A + B \rightarrow C \ 10000 J \ R \ (1.8.6)$$

Para esta reacción exotérmica, $\Delta H = -10.000$ J. Expresado como J/mol de reactante, R(1.8.7) y R(1.8.8).

$$\Delta H = \frac{-10000 J}{2 \, mol \, A} = -5000 \frac{J}{mol \, A} \quad R \quad (1.8.7)$$

$$\Delta H = \frac{-10000 J}{1 \, mol \, B} = -10000 \frac{J}{mol \, B} \quad R \quad (1.8.8)$$

Cuando la base fuerte B reacciona con el ácido fuerte, H^+ , R (1.8.3), es de esperarse que la formación del enlace B-H desprenda gran cantidad de calor. Si se mide ΔH para una serie de reacciones en las cuales B vaya siendo una base progresivamente más débil, ΔH debe ir haciéndose más pequeña (menos negativa), como corresponde a la formación de enlaces B-H cada vez más débiles. Esta tendencia es correcta y se puede comprobar comparando los resultados de varios estudiantes del grupo. Las neutralizaciones son generalmente exotérmicas, esto es, la variación de entalpía es negativa.

Por otra parte, el calor de disolución de un sólido iónico se disuelve en agua, *R* (1.8.9), no se verifica una reacción, es decir, los iones no se trasforman en otros tipos de iones. Sin embargo, sí se produce un cambio, pues los iones de cristal se separan y son atraídos por las moléculas de agua por medio de atracciones ion-dipolo, enlaces de hidrógeno y otras fuerzas (Ritter, 1956).

$$MZ_{(s)} + XH_2O \rightarrow M_{(ac)}^+ + Z_{(ac)}^- \qquad R (1.8.9)$$

Muchas sales tienen un calor de disolución positivo; es decir el sistema absorbe calor y la solución se enfría al disolverse la sal. Son también espontáneas, por lo que el valor ΔG debe ser negativo. En la R (I.8.2) se puede ver que, si ΔH es positivo, ΔS debe tener un valor positivo relativamente alto para que ΔG sea negativo. El valor positivo de ΔH indica que se debe suministrar más calor para separar los iones, que el que se desprende cuando dichos iones se hidratan. El valor positivo de ΔS implica que hay un mayor desorden en el sistema cuando los iones están distribuidos en todo el líquido, que cuando están fijos en el arreglo ordenado del sólido. Cuando las reacciones exotérmicas se verifican en un recipiente térmicamente aislado, todo el calor desprendido es absorbido por la solución en la cual ocurre la reacción, por lo que ésta se calienta. Al recipiente aislado se le llama calorímetro. Al medir la

variación de la temperatura de la solución, se puede calcular el calor de la reacción usando la expresión, Ecuación (2):

Calor de Reacción = Calor absorbido por la Solución + $C_c * \Delta T$ (2)

En donde:

Calor absorbido por la solución= (peso solución) *(calor especifico solución). ΔT

Cc = capacidad calorífica del calorímetro

 ΔT = variación de temperatura de la solución

La capacidad calorífica de una sustancia es la cantidad de calor requerida para incrementar la temperatura de una cierta cantidad de sustancia en un grado Celsius. Es decir, la cantidad de calor requerida para cambiar la temperatura de cualquier sustancia es proporcional a la masa y a su cambio de temperatura (Doria, Ibañez, & Mainero, 2009).

1.8.4. Reactivos

Ácido clorhídrico 1.8 M, HCl Ácido o base problema 1.8 M Fenoftaleina, C₂₀H₁₄O₄ Hidróxido de sodio 1.8 M, NaOH Óxido de magnesio sólido, MgO

1.8.5. Materiales

Espátula
Frasco lavador
Probeta 100 mL
Termómetro 100 °C
Varilla de agitación
Vaso de icopor 100 mL con tapa1
Vaso de precipitados 100 mL
Vidrio reloj

1.8.6. Procedimiento

Construir un calorímetro como el de la Figura. 1.8.1 y determinar su capacidad calorimétrica.



Figura. 1.8.1. Calorímetro.

Fuente: Adaptación. Parris (2018). Calorimetría. https://www.geniolandia.com/

Calor de neutralización

- a. Medir el calor de reacción del HCl con el NaOH para evaluar la técnica. Introducir exactamente 75 mL de HCl 1.8M, en el calorímetro y leer la temperatura cuidadosamente. Medir, en otro recipiente, exactamente 75 mL de NaOH 1.8 M, determinar su temperatura y añadir rápidamente con agitación a la solución de HCl. Observar cuidadosamente el ascenso de temperatura y registrar la temperatura máxima. Repetir con nuevas porciones de HCl y de NaOH. El calorímetro debe estar seco antes de cada reacción. Calcular el calor de reacción de las dos determinaciones. Repetir de nuevo si existen diferencias apreciables. El valor obtenido será ligeramente inferior al de la *R* (1.8.5) debido a las pequeñas pérdidas de calor que siempre ocurren.
- b. Repetir el método descrito en A para una solución desconocida de concentración 1.8 M, neutralizando porciones de 75 mL de la solución problema con porciones iguales de HCl o NaOH. La solución problema puede ser una base o un ácido débil o fuerte, por lo que las variaciones de temperatura pueden ser grandes o pequeñas. Calcular el calor de reacción de dos o tres determinaciones.

Calor de disolución

El óxido de magnesio debe estar a temperatura ambiente. Para simplificar los cálculos, el agua que se va a utilizar debe estar también a temperatura

ambiente. Introducir 50 mL de agua destilada en el calorímetro y medir la temperatura con toda la exactitud posible. Pesar y adicionar con exactitud 5 g (0.124 moles) del sólido al agua destilada con toda rapidez, agitando vigorosamente para lograr la disolución en un mínimo de tiempo. Registrar la temperatura máxima o mínima alcanzada durante el proceso de disolución. Al terminar, comprobar que todo el sólido quedó disuelto. Si no es así, repetir el experimento con menor cantidad de sólido. Efectuar dos determinaciones o más hasta obtener variaciones de temperatura aproximadamente iguales. Si el calor de disolución del sólido es cero, no habrá variación de temperatura. La medición de la no existencia de un cambio de temperatura es tan significativa como la medición de una variación de 10°C. Calcular el calor de disolución del sólido en J/g.

Consideraciones

Neutralizaciones

Si las temperaturas de las soluciones reaccionantes fueron diferentes, tómese el promedio de ambas como la temperatura inicial que se va a restar de la final para obtener ΔT . Suponer que las densidades de las soluciones son iguales a la del agua; esto es, 1.00 g/mL, y que el calor específico es también igual al del agua; $4.18 \text{ J/g}^{\circ}\text{C}$. Usando estos valores, calcular el calor de neutralización de acuerdo con la Ec.(1.8.2). Estimar las incertidumbres de las mediciones y la del valor de ΔH calculado. (La incertidumbre de las densidades será aproximadamente $\pm 0.05 \text{ g/mL}$, y la de los calores específicos $\pm 0.4 \text{ J/g}^{\circ}\text{C}$).

Calores de disolución

El calor de disolución se calcula también empleando la *Ec.* (1.8.2). La masa de la solución es la masa del agua (densidad = 1.00 g/mL) en adición a la masa del sólido evaluado. En la mayor parte de las soluciones de 10% en peso de soluto, el calor específico es 3.85 ± 0.20 J/g°C. Dividir el número de julios obtenidos entre el número de gramos de sólido, para registrar el calor de disolución en J/g.

Preguntas

Por regla general, los calores de disolución se reportan en la unidad de energía usada por mol. Si el calor de disolución del Li₂O es 4.31 KJ/g y el del NdCl₃ es 0.144 Kcal/g., calcular los respectivos calores de disolución en Kcal/mol y en KJ/mol.

Tabla 1.8.1. Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Fenoftaleina		H341. Se sospecha que provoca defectos genéticos. H350. Puede provocar cáncer. H361. Se sospecha que perjudica la fertilidad o daña al feto	P201. Pedir instrucciones especiales antes del uso. P202. No manipular la sustancia antes de haber leído y comprendido todas las instrucciones de seguridad. P281. Utilizar el equipo de protección individual obligatorio. P308 + P313. EN CASO DE exposición manifiesta o presunta: Consultar a un médico. P405 Guardar bajo llave.
Óxido de magnesio		No es una sustancia o	o mezcla peligrosa

Fuente: Adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https://www.merckmillipore.com/CO/es

1.9. Observación De Complejos Y Obtención Del Cis Y Trans-Dioxalatodiacuocromato (Iii) De Potasio

1.9.1. Objetivo general

Relacionar el proceso de síntesis de compuestos de coordinación con la estructura electrónica.

1.9.2. Objetivos específicos

Sintetizar una serie de compuestos de coordinación desde d²- d¹0 para observar las diferencias físicas entre estos.

Analizar las diferencias estructurales entre isómeros en compuestos de coordinación con cromo (III).

Sintetizar los compuestos de coordinación cis y transdioxalatodiacuocromato (III) de potasio.

Determinar las condiciones adecuadas de cristalización para cada uno de los compuestos obtenidos.

1.9.3. Marco teórico

Los compuestos químicos formados a partir de sus elementos constitutivos pueden ser de tipo iónico o molecular. Del primer tipo tenemos el NaCl y del segundo moléculas como el NH₃. La explicación que damos a la formación de estos compuestos se fundamenta en su estructura electrónica y en sus propiedades macroscópicas. Las propiedades de estos difieren radicalmente de las de los elementos que les dieron origen.

Por otro lado, se ha conocido desde hace unos tres siglos un grupo de compuestos, muchos de estos coloreados y principalmente de los metales de transición. Debido a su dificultad para explicarlos se les dio el nombre de complejos. Sólo a finales del siglo XIX se encontraron explicaciones adecuadas por parte del químico alemán Alfred Werner, dando inicio a lo que hoy se llama la Química de la Coordinación.

Siguiendo los lineamientos de la Teoría de Enlace de Valencia estos compuestos se explican por moléculas que tienen pares electrónicos (bases de Lewis), que coordinan con orbitales vacíos existentes en los elementos metálicos (ácidos de Lewis) (Rodgers, 1995). La mayoría de los iones de los átomos metálicos aceptan entre dos y doce especies ricas en electrones, que se van a denominar ligantes. El número de coordinación es igual al número de enlaces sigma formados entre los ligantes y el átomo central donde los más comunes son dos, cuatro y seis. Existen factores que favorecen la coordinación baja (hasta seis) y factores que favorecen la coordinación alta (desde siete a doce), Ribas (1995) establece que algunos factores que favorecen la coordinación baja son:

- 1. "Cationes no muy voluminosos,
- 2. Ligantes grandes y voluminosos. Consideraciones estéricas impiden coordinación alta,
- 3. Ligantes blandos y metales en estado de oxidación bajo,

4. Contraniones de baja capacidad coordinante, como nitrato, perclorato, triflato, entre otros" (p. 66)

Factores que favorecen la coordinación alta.

- 1. Cationes grandes, como la segunda y tercera fila de transición y lantánidos y actínidos.
- 2. Poco impedimento estérico de los ligantes.
- 3. Estado de oxidación alto y ligantes duros.

En las fórmulas de los compuestos de coordinación se escribe primero el átomo central. Los ligantes formalmente aniónicos van después, relacionados por orden alfabético de los primeros símbolos de sus fórmulas: Siguen los ligantes neutros en el orden alfabético anterior. Por otra parte, los nombres de los compuestos de coordinación se nombran en orden alfabético, sin tener en cuenta la carga, antes que el átomo central; en todo complejo hay que indicar el número de oxidación del átomo central, por ejemplo:

```
[Ag(NH_3)_2]^+ Ion diaminplata(I)

[C(H_2O)_4]^{2^+} Ion tetraacuocobre(II)

[Fe(CN)_6]^{4^-} Ion hexacianoferrato(II)

[Ni(CO)_4] Tetracarbonilniquel(O)
```

Estos compuestos presentan propiedades de isomería, donde pueden ser isómeros estructurales (De enlace, de hidratación, de ionización) o estereoisómeros (geométricos, ópticos); lo cual tiene una estrecha relación con su disposición espacial, siendo las geometrías más comunes las lineales, tetraédricas, planas cuadradas y octaédricas (Rayner, 2000). Los estereoisómeros se pueden dividir en: diastereoisómeros que se caracterizan porque la imagen especular de la molécula es la propia molécula y los enantiómeros que son moléculas que no son superponibles con su imagen especular. En los isómeros geométricos se destacan los isómeros *cis* y *trans* en complejos plano-cuadrados y octaédricos con ligandos bidentados y los isómeros *fac* y *mer* con ligandos tridentados, Figura. 1.9.1.

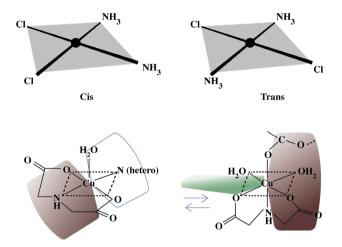


Figura 1.9.1. a). Isomeria *cis* y *trans* del complejo [PtCl₂(NH₃)₂], **b).** *fac*-[Cu(ida)(N-hetero)] y *mer*-[Cu(ida)(N-hetero)]. **Fuente:** Weaver, 1998.

El modelo de Kepert considera que el átomo central está situado en el centro de una esfera, este modelo indica la forma en que los complejos de metales del bloque d [ML_n], [ML_n]^{m+} o [ML_n]^{m-} consideran las repulsiones entre los grupos L. Se ignoran los pares solitarios de electrones (Housecroft & Sharpe, 2006). Para números de coordinación entre dos y seis, se predicen las siguientes disposiciones de átomos dadores:

Tabla 1.9.1. Geometrías alrededor del centro metálico.

Número de coordinación	Forma	Geometría	Ejemplo
2	Lineal		CO ₂ , HgCl ₂
3	Trigonal-plana		BF ₃ , CO ₃ ²⁻ ,NO ₃ -

Número de coordinación	Forma	Geometría	Ejemplo
4	Tetraédrica		CH ₄ , PO ₄ ³⁻ , SO ₄ ²⁻
5	Bipiramidal- trigonal		PCl ₅
5	Piramidal de base cuadrada		ClF ₅ , BrF ₅
6	Octaédrica		SF_6

Fuente: elaboración propia.

Es necesario comprender dos conceptos muy ligados como son las llamadas sales dobles o complejos normales o de coordinación externa y los complejos de penetración.

Los primeros se caracterizan porque al ser disueltos en un solvente apropiado, presentan las propiedades físicas y químicas de cada componente, ion o molécula, combinados, por ejemplo:

$$(NH_4)_2 CrCl_5. H_2O$$
 o $2NH_4 Cl. CrCl_3. H_2O$
 $(NH_4)_2 CrCl_5. H_2O = 2NH_4^+ + Cr^{3^+} + 5Cl^-$
 $Co(NH_3)_6 Cl_2$ o $CoCl_2. NH_3$
 $Co(NH_3)_6 Cl_2 = Co^{2^+} + 2Cl^- + 6NH_3$

Los complejos de penetración son aquellos que en solución existen en forma de agregados iónicos de mayor estabilidad que las sales dobles, por ejemplo:

$$K_4 Fe(CN)_6$$
 o $4KCN.Fe(CN)_2$
 $K_4 Fe(CN)_6 = 4K^+ + [Fe(CN)_6]^{4^-}$
 $Rh(NH_3).Cl_3$ o $RhCl_3.6NH_3$
 $Rh(NH)_3 = [Rh(NH_3)_6]^{3^+} + 3Cl^-$

1.9.4. Reactivos

Ácido clorhídrico 2 M. HCl Ácido oxálico sólido, C₂H₂O₄ Alcohol amílico, C₅H₁₁OH Dicromato de potasio sólido, K₂Cr₂O₇ Etanol, CH₃CH₂OH Ferricianuro de potasio, C₆N₆FeK₃ Hidróxido de amonio. NH₄OH Hidróxido de sodio, NaOH Peróxido de hidrógeno10%, H₂O₂ Solución amoniacal de dimetilglioxima, C₄H₈N₂O₂ Tiocianato de potasio saturado, KSCN Soluciones de cationes: Aluminio (III) Cobalto (II) Cobre (II) Cromo (III) Hierro (II) Níquel (II)

1.9.5. Materiales

Zinc (II)

Embudo Büchner Frasco lavador Gradilla Pera Pipetas graduadas de 1, 2 y 5 mL Pipeta Pasteur Pinzas tubo de ensayo Matraz Kitasato Tubos de ensayo pequeños Varilla de agitación Vasos de precipitados de 25, 100 y 250 mL Vidrio reloj

1.9.6. Procedimiento

En uno de los tubos de ensayo depositar un poco de la solución de hierro, en otro un poco de la solución de cobalto, en otro cromo, de la misma manera proceda con el cobre, zinc y el aluminio. Observar y anotar sus colores.

Realizar la configuración electrónica de cada elemento:

Fe: Co: Ni: Cr: Zn: Cu: Al:

¿Qué relación observa entre la configuración electrónica de los iones que poseen color?

Pruebas para el hierro (II)

 a. En un tubo de ensayo vacío depositar 1 mL de la solución de hierro (II) y adiciónele unas gotas de ácido clorhídrico 2 M y otras de ferricianuro de potasio, Figura 1.9.2. Escribir la reacción.

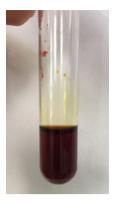


Figura 1.9.2. Reacción del hierro (II), HCl y ferricianuro de potasio. **Fuente:** elaboración propia.

b. En otro tubo de ensayo agregar otro mililitro de solución de hierro (II), agregar unas gotas de ácido clorhídrico 2 M y otras de peróxido de hidrógeno, luego un poco de tiocianato de potasio o de amonio, Figura 1.9.3. Escribir la reacción.



Figura 1.9.3. Reacción del hierro (II), HCl ,H₂O₂ y KSCN. **Fuente:** elaboración propia.

c. Proceder de manera similar a la anterior, pero en vez de tiocianato de potasio agregar ferrocianuro de potasio, Figura 1.9.4. Escribir la reacción.



Figura 1.9.4. Reacción del hierro (II), HCl ,H₂O₂ y ferricianuro de potasio. **Fuente:** elaboración propia.

Pruebas para el cobalto (II)

- a. Humedecer un pedazo de algodón con la solución de cobalto e introducir en la estufa a 110 °C. Observar el cambio de color.
- b. Depositar en un tubo de ensayo medio mililitro de la solución de cobalto (II) y agregar tiocianato de potasio o de amonio saturado y 1 mL de alcohol amílico, Figura 1.9.5. Escribir la reacción.



Figura 1.9.5. Reacción cobalto (II), KSCN y alcohol amílico. **Fuente:** elaboración propia.

c. A un 1 mL de la solución de cobalto (II) adicione unas gotas de hidróxido de amonio, Figura 1.9.6. Observar y escribir la reacción. Al mismo tubo agregue más amoniaco hasta que todo el precipitado disuelva. Escribir la reacción. En un vaso de precipitados depositar la solución y dejar expuesta al aire durante un buen rato. Observar.



Figura 1.9.6. Reacción cobalto(II) y NH₄OH. **Fuente:** elaboración propia.

Prueba para el Zinc (II)

En un tubo de ensayo depositar 1 mL de la solución de zinc (II) y adicionar gota a gota hidróxido de sodio. Observar si hay formación de precipitado. Adicionar más hidróxido de sodio y observar lo que ocurre con el precipitado.

Prueba para el aluminio (III)

Realizar el procedimiento anterior pero empleado la solución de aluminio (III).

Pruebas para el níquel (II)

a. Tomar unas gotas de la solución de níquel (II) y agregar un poco de la solución amoniacal de dimetilglioxima, Figura 1.9.7. Escribir la reacción.



Figura 1.9.7. Reacción níquel (II) y solución amoniacal de dimetilglioxima. **Fuente:** elaboración propia.

A 1 mL de la solución de níquel (II) agregar gota a gota solución de hidróxido de amonio y observar el precipitado. Escribir la reacción. Adicionar más hidróxido de amonio hasta que disuelva el precipitado, Figura 1.9.8.



Figura 1.9.8. Reacción níquel (II) e hidróxido de amonio en exceso. **Fuente:** elaboración propia.

Prueba para el cobre

A una muestra de la solución de cobre (II) adicionar hidróxido de amonio gota a gota. Observar y escribir la reacción.

Prueba para el cromo (III)

Adicione a 1 mL de la solución de cromo (III) gota a gota de hidróxido de amonio. Escribir la reacción.

Síntesis de trans-
$$K$$
 [$Cr(C,O_4)$, (H,O) ,]· $3H$, O

En un vaso de precipitados de 50 mL, disolver 1 g (3.4x10⁻³ mol) de dicromato de potasio con la mínima cantidad de agua caliente. Depositar 3 g (3.3X10⁻² mol) de ácido oxálico en otro vaso de precipitados de 250 mL y disolver también en la mínima cantidad de agua calentada hasta ebullición. Con una pipeta Pasteur añadir gota a gota la disolución de dicromato de potasio a la de ácido oxálico y tapar el vaso con un vidrio de reloj (PRECAUCIÓN: la reacción es violenta). Evaporar la mezcla hasta que quede la mitad del volumen original y déjala reposar 24 horas.

NOTA: En la disolución existen en equilibrio tanto el isómero cis como el trans. Éste último es más insoluble y por lo tanto debe ser el primero en precipitar. Sin embargo, evita inducir la evaporación rápida del disolvente, ya que de lo contrario podría comenzar a precipitar el isómero cis, contaminando de esta manera al compuesto deseado. Al día siguiente filtra el contenido del vaso y lava el precipitado con agua fría y después con etanol.

Síntesis de cis-
$$K[Cr(C_2O_4)_2(H_2O)_2] \cdot 3H_2O$$

Mezclar 1 g (3.4x10⁻³ mol) de dicromato de potasio finamente molido con 3 g (3.3X10⁻² mol) de ácido oxálico en un vaso de precipitados de 50 mL. Agregar una gota de agua dentro del vaso y tápalo con un vidrio de reloj (PRECAUCIÓN: hay desprendimiento de vapor y CO₂). Al final de la reacción se obtiene un líquido viscoso de color violeta. Añadir 5 mL de etanol y agitar hasta que solidifique. Si la solidificación es lenta, decantar la mezcla, desechar el disolvente y repetir el proceso de agitación con una nueva porción de alcohol. Una vez obtenido un producto sólido, filtrar la mezcla y secar al vacío.

Preguntas

Investigar los usos de los agentes quelantes.

¿Cuáles son los agentes quelantes más empleados e importantes?

Tabla 1.9.1. Condiciones de seguridad.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Ácido oxálico		H302 + H312. Nocivo en caso de ingestión o en contacto con la piel. H318. Provoca lesiones ocu- lares graves.	P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P302 + P352 + P312. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar con agua y jabón abundantes. Llamar a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico en caso de malestar. P305 + P351 + P338 + P310 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Enjuagar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar los lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir enjuagando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE TOXI-COLOGÍA/médico.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Alcohol amílico		H226. Líquidos y vapores inflamables. H315. Provoca irritación cutánea. H319. Provoca irritación ocular grave. H332. Nocivo en caso de inhalación. H335. Puede irritar las vías respiratorias.	P210. Mantener alejado de fuentes de calor, chispas, llama abierta o superficies calientes. No fumar. P233. Mantener el recipiente herméticamente cerrado. P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P271. Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado. P280. Llevar guantes/ gafas/ máscara de protección. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ ducharse. P332 + P313. En caso de irritación cutánea: Consultar a un médico. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, producto químico seco o espuma resistente al alcohol para la extinción. P403 + P233. Almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener el recipiente cerrado herméticamente.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Dicromato de potasio		H272. Puede agravar un incendio; comburente. H301. Tóxico en caso de ingestión. H312. Nocivo en contacto con la piel. H314. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. H317. Puede provocar una reacción alérgica en la piel. H330. Mortal en caso de inhalación.	P201. Pedir instrucciones especiales antes del uso. P210. Mantener alejado de fuentes de calor. P220. Mantener o almacenar alejado de la ropa/materiales combustibles. P221. Tomar todas las precauciones necesarias para no mezclar con materias combustibles. P260. No respirar el polvo/ el humo/ el gas/ la niebla/ los vapores/ el aerosol. P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P271. Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado. P272. Las prendas de trabajo contaminadas no podrán sacarse del lugar de trabajo.

Sustancia	Pictogramas	Indicaciones de Peligro	Declaraciones de Prudencia
Dicromato de potasio		H334. Puede provocar síntomas de alergia o asma o dificultades respiratorias en caso de inhalación. H340. Puede provocar defectos genéticos. H350. Puede provocar cáncer. H360. Puede perjudicar la fertilidad o dañar al feto. H372. Perjudica a determinados órganos (Sistema cardiovascular) por exposición prolongada o repetida.	P273. Evitar su liberación al medio ambiente. P280. Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P284 Llevar equipo de protección respiratoria. P303 + P361 + P353. EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitar inmediatamente todas las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua/ducharse. P305 + P351 + P338 + P310. EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando. Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico. P308 + P313. EN CASO DE exposición manifiesta o presunta: Consultar a un médico. P333 + P313 En caso de irritación o erupción cutánea: Consultar a un médico. P501. Eliminar el contenido/ el recipiente en una planta de eliminación de residuos autorizada.

Dimetilglioxima	H228. Sólido inflamable. H301. Tóxico en caso de ingestión.	P210. Mantener alejado de fuentes de calor, chispas, llama abierta o superficies calientes No fumar. P264. Lavarse la piel concienzudamente tras la manipulación. P280 Llevar guantes/ prendas/ gafas/ máscara de protección. P321. Se necesita un tratamiento específico (véase las instrucciones suplementarias de primeros auxilios en esta etiqueta). P330 Enjuagarse la boca. P370 + P378. En caso de incendio: Utilizar arena seca, polvo químico seco o espuma resistente al alcohol para apagarlo.
-----------------	--	---

Fuente: Adaptaciones de las fichas de seguridad suministradas por MERCK. https:// https://www.merckmillipore.com/CO/es

BIBLIOGRAFÍA

- Arroyo, O., García, C., y Xochihua, I. 2010. "Yodo, un elemento esencial antes y después del embarazo". *Revista Del Instituto de Salud Pública de La Universidad Veracruzana*, Vol. 6, pp. 48–55.
- Brown, T., LeMay, E., Bursten, B., y Burdge, J. 2004. *Química, la ciencia central*. México, Pearson Educación.
- Buscarons, F., García, F., & Vallvey, L. 2005. *Análisis inorgánico cualitativo Sistemático*. España: Reverté.
- Chang, R. 2002. *Química General*. México: McGraw-Hill.
- Cotton, F., y Wilkinson, G. 1969. *Química inorgánica avanzada*. México: Limusa Wiley.
- Cotton, F., y Wilkinson, G. 1993. *Química Inorgánica Básica* . México: Limusa Wiley.
- Díaz, Y. 1997. Obtención y estudio estructural de óxidos de manganeso con diferentes contenidos de cationes monovalentes (microforma). Tesis de Doctorado, Universidad de Castilla-La Mancha. España.
- Doria, M., Ibañez, J., y Mainero, R. 2009. *Experimentos de química a microescala para nivel medio superior*, México, Universidad Iberoamericana.
- Ebbing, D., y Gammon, S. 1997. *Química general*. México: Cengage Learning.
- Elvers, B., y Hawkings, S. 1989. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Estados Unidos: VHC.
- Esteban, S. (2010). *La historia del sistema periódico*. Madrid: Universidad Nacional De Educación a Distancia.
- Falcón, K. 2013. Tabla Periódica. Tabla perióica. p. 8. Venezuela.
- García, Diego Juan. (1998). *La industria química y el ingeniero químico*. Madrid: Universidad de Murcia.

- Housecroft, C., y Sharpe, A. 2006. *Química inorgánica*. Madrid: Prentite hall.
- Levenspiel, O. 2004. *Ingeniería de las reacciones químicas*. México: Limusa Wiley.
- Lide, D., Haynes, W. y Bruno, T. 2012. *Handbookof Chemestry and Physics*. EE.UU: CRC.
- McFarland, M., y Dozier, M. (n.d.). *Problemas del agua potable: el hierro y manganeso*.
- Muela, J., García, A., Torres, R., Santiago, P., y Sóriguer, F. 2008. "Efectos de la deficiencia de yodo sobre variables intelectuales en una población infantil", *Revista Anual de Psicología*, Vol. 20, No. 2, pp. 279–284.
- Petrucci, R., y Harwood, W. 1998. *Química general, principios y aplicaciones modernas*. España: Prentice Hall Iberia.
- Quílez, J. 2009. "Análisis de los errores que presentan los libros de texto universitarios de química general al tratar la energía libre de Gibbs", *Enseñanza de La Ciencia*, Vol. 27, pp. 317.
- Rayner, G. 2000. *Química inorgánica descriptiva*. México: Alhambra Mexicana.
- Reid, P., Engel, T., y Hehre, W. 2007. *Introducción a la fisicoquímica: Termodinámica*. México: Pearson.
- Ribas, J. 2000. *Química de coordinación*. Barcelona: Ediciones Omega.
- Rico, F., López, R., & Figueroa, E. 2001. *Daños para la salud por contaminación atmosférica*. México: Universidad Autonoma del Estado de México.
- Ritter, H. 1956. Introducción a la química. España: Reverté.
- Rodgers, G. 1995. Química inorgánica, Introducción a la química de coordinación. Madrid.

- Weaver, Gabriela, Kotz, John y Treichel, Paul. 2005. *Química y reactividad química*. México: Thomson.
- Wells, A. 1978. Química inorgánica estructural. Barcelona: Reverte.
- Whitten, K., Davis, R., Peck, M., & Stanley, G. (2013). *Chemistry* (9th ed.).
- Zayas, R., & Cabrera, U. 2006. "Los tóxicos ambientales y su impacto en la salud de los niños", *Revista Cubana de Pediatria*, Vol. 79, No. 2.
- Zoski, C. 2007. Handbook of Electrochemestry. EE.UU: Elsevier.

Tratamiento de residuos inorgánicos

Inorganic waste treatment

2.1. Conceptualización sobre residuos

Residuo químico peligroso: "Compuesto líquido, gaseoso o sólido que puede estar como un producto químico inusual o fuera de especificación comercial, o puede encontrarse como una mezcla que contiene una sustancia en concentraciones que exceden su correspondiente característica" (Loayza, 2007, p.259). Así mismo, es cualquier compuesto que exhibe las siguientes características

Inflamabilidad Corrosividad Reactividad Toxicidad

Envasado de residuos químicos: Se deben considerar diferentes factores como: cantidad, volumen y estado de agregación. Deben ser debidamente rotulados de forma estándar para la posterior clasificación (código de clasificación, nombre completo del compuesto o mezclas, dependencia que lo ha generado, fecha de inicio y final del envasado). Para residuos de manganeso y de hierro se deben considerar reacciones fotoquímicas de óxido-reducción. Las sales y óxidos de manganeso se deben almacenar en una botella de vidrio de color oscuro, debido a que las disoluciones acuosas de KMnO₄ son inestables, (Harris, 2006), *R* (2.1.1):

$$4MnO_4^- + 2H_2O \rightarrow 4MnO_{2(s)} + 3O_2 + 4OH^- R$$
 (2.1.1)

Los pictogramas y factores de riesgo más importantes se consideran en la siguiente tabla:

Tabla 2.1.1 Clasificación de la peligrosidad de reactivos de acuerdo a propiedades fisicoquímicas, toxicológicas, efectos a la salud, impacto ambiental.

Propiedades Fisicoquímicas		
Comburentes	Sustancias o preparados que en contacto con otras sustancias especialmente las inflamables, producen una reacción fuertemente exotérmica.	
Explosivos	Sustancias y preparados sólidos, líquidos o pastosos o gelatinosos que incluso en ausencia del oxígeno del aire, pueden reaccionar de forma exotérmica con rápida formación de gases; en determinadas ocasiones denotan o deflagran en presencia de calor y explotan bajo determinado confinamiento.	
Extremadamente inflamables	Sustancias con puntos de ignición muy bajos y gases que a condiciones de temperatura y presión específica son inflamables.	
Fácilmente inflamables	Sustancias que pueden calentarse e inflamarse en el aire a temperatura ambiente sin aporte de energía o sólidos que pueden inflamarse fácilmente y sigan consumiéndose aún retirada la fuente de inflamación.	
Inflamables	Sustancias y preparados cuyos puntos de ignición sean bajos.	

Propiedades Toxicológicas

Toxicidad: La propiedad que tiene una sustancia, elemento o compuesto, de causar daños en la salud humana o la muerte de un organismo vivo.

Toxicidad aguda: La propiedad de una sustancia, elemento, compuesto, desecho, o factor ambiental, de causar efecto letal u otro efecto nocivo en cuatro (4) días o menos a los organismos utilizados para el bioensayo acuático.

Toxicidad crónica: La propiedad de una sustancia, elemento, compuesto, desecho o factor ambiental, de causar cambios en el apetito, crecimiento, metabolismo, reproducción, movilidad o la muerte o producir mutaciones después de cuatro (4) días a los organismos utilizados por el bioensayo acuático.

Muy tóxico	Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea en muy pequeña cantidad pueden provocar efectos agudos, crónicos o la muerte.
Tóxico	Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea en pequeña cantidad pueden provocar efectos agudos, crónicos o la muerte.
Nocivo	Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden provocar efectos agudos, crónicos o la muerte.
Irritante	Sustancias que en contacto breve prolongado con la piel o las mucosas generan una reacción inflamatoria.
Sensibilizante	Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden provocar sensibilidad parcial o crónica.

Efectos a la salud		
Carcinogénicos	Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden provocar cáncer o aumentar la frecuencia.	
Mutagénicos	Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden provocar alteraciones genéticas o aumentar la frecuencia.	
Tóxicos para la reproducción	Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden provocar alteraciones no genéticas o afectar la reproducción	
Corrosivo	Sustancia que puede dañar o destruir por contacto una superficie, por vías respiratorias y generar daño ocular, pueden ser de carácter irreversible.	
Impacto en el ambiente		
Peligrosos para el ambiente	Sustancias o preparados que pueden presentar peligro para la ambiente inmediato o a futuro.	

Fuente: información obtenida y adaptada Sistema Global Armonizado (SGA) de las Naciones Unidas. Nueva York y Ginebra. 2011. Cuarta Edición.

Con base en las practicas planteadas en el capítulo 1, se ha diseñado un esquema de tratamiento y cuantificación de residuos a partir de los reactivos y productos obtenidos, Tabla 2.1.2.

Tabla 2.1.2. Residuos de prácticas convencionales de química inorgánica.

No. de práctica	Reactivos	Residuo
1	Na, K, Mg, Ca, P, S.	NaOH, KOH, Mg(OH) ₂ , Ca(OH) ₂ , H ₃ PO ₄ , H ₂ PO ₄ ⁻ , HPO ₄ ² -, PO ₄ ³ -, H ₂ SO ₄ , SO ₄ ⁻ .
2	CuCl ₂ , HCl, HNO ₃ , NaOH, Al.	CuCl ₂ (Recristalización sin residuos), AlCl ₃
3	I ₂ , KIO ₃ , KI, HNO ₃ , Na ₂ S ₂ O ₅ NaClO, H ₂ O ₂ , H ₂ SO ₄ , KOH, AgNO ₃ .	I _{2,} KIO ₃ , KI.
4	H ₂ SO ₄ , HCl, Cu, KNO ₃ , FeSO ₄ .	$\begin{array}{ccc} HNO_3, & Cu(NO)_3, & CuCl_2, \\ Fe_2(SO_4)_3, & [Fe(NO)]^{2^+} \end{array}$
5	K ₄ [Fe(CN) ₆], K ₃ [Fe(CN) ₆], KSCN, H ₂ O ₂ , NaOH H ₂ SO ₄ , NH ₄ OH, KMnO ₄ , NaClO, FeCl ₃ , FeSO ₄ , NaOH, MnO ₂ , KClO ₄ , KNO ₃ , H ₂ SO ₄ .	KMnO ₄ , Na ₂ FeO ₄ ⁻ , FeCl ₃ , FeCl ₂ , Fe ₄ [Fe(CN) ₆], Fe ₃ [Fe(CN) ₆], Fe(OH) ₃ , FeSCN.
6	CuSO ₄ , Cu, Na ₂ CO ₃ , BaCl ₂ , HCl, H ₂ SO ₄ , NH ₄ OH, H ₂ O ₂ , NaOH.	Na ₂ SO ₄ , CuSO ₄ , Na ₂ SO ₃ , BaSO ₄ .
7	Li ₂ SO ₄ , AgNO ₃ , NiCl ₂ , PbNO ₃ , HgCl ₂ , MgSO ₄ , NaI, NaF, NaOH, Na ₂ S, SrCl ₂ , BaCl ₂ , HgCl ₂ , HCl, NaOH, H ₃ PO ₄ , H ₃ BO ₃ , HNO ₃ , K ₂ CrO ₄ , NaHPO ₄ , NaCl, AgNO ₃ , PbSO ₄ , ZnCl ₂ , AlCl ₃ , MgCl ₂ , CdCl ₂ , Na ₂ S, NH ₄ OH, NaCl.	Mg(OH) ₂ , PbS, HgS, NaNO ₃ , AgCl, MgF ₂ , NaF, SrF ₂ , NiS, Mg(OH) ₂ , NaOH, Ba(OH) ₂ , AgI, PbS, CdS, Mg(OH) ₂ , Al(OH) ₃ , PbCrO ₄ , AgCl, ZnS, NaOH, H ₃ PO ₄ , H ₃ BO ₃ , NH ₄ OH, NaCl.
8	HCl, NaOH, MgO, H ₂ SO ₄ , NaCl.	NaCl, Na ₂ SO ₄ , MgO
9	HCl, NaOH, H ₃ PO ₄ , H ₃ BO ₃ , HNO ₃ , K ₂ CrO ₄ , NaHPO ₄ , NaCl, AgNO ₃ , PbSO ₄ , ZnCl ₂ , AlCl ₃ , MgCl ₂ , CdCl ₂ , Na ₂ S, NH ₄ OH, NaCl, K ₂ Cr ₂ O ₇ , H ₂ C ₂ O ₄ , CH ₃ CH ₂ OH.	[Fe(CN) ₆], [Ni(DMG) ₂], Al(OH) ₃ , [Cu(EDA) ₂], (NH ₄) ₂ SO ₄ , NiOH, Cu(OH) ₂ , Cr(OH) ₂ , NH ₄ Cl, Na ₂ [Zn(OH) ₄]

Fuente: elaboración propia.

Los residuos inorgánicos serán clasificados en seis grupos, cationes del grupo I, II, III, IV, V con base en el criterio de dureza expuesto por Pearson y grupo VI ácidos y bases inorgánicos libres de metales pesados (Rodgers, 1995) (Huheey y Séller, 1997), Figura. 2.1.1.

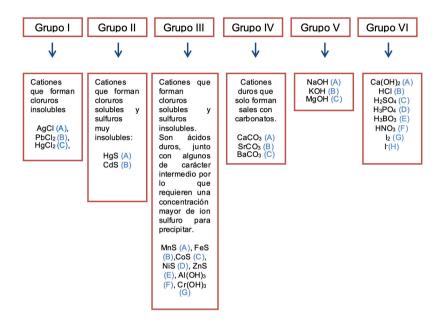


Figura. 2.1.1. Diagrama de la clasificación de cationes de acuerdo a los parámetros duro- blando.

Fuente: elaboración propia.

El tratamiento de residuos generados en un laboratorio puede tener características muy diferentes y producirse en cantidades variables, los aspectos que inciden directamente en la elección del tratamiento son los siguientes: volumen del residuo, periodicidad de generación, facilidad para neutralización, posibilidad de recuperación y reciclado o reutilización.

Dentro de los procedimientos de tratamiento de residuos se encuentra la precipitación, método utilizado para recuperar metales tóxicos de aguas residuales. Los precipitados pueden formarse utilizando compuestos que contengan carbonatos, sulfuros, cloruros, hidróxidos y sulfatos. Los precipitados resultantes pueden concentrarse y almacenarse en recipientes para ser reutilizados.

2.2. Métodos convencionales para determinar iones metálicos

2.2.1. Espectrofotometría

La espectrofotometría es el conjunto de diversas técnicas que utilizan la luz para medir concentraciones químicas, en las cuales se mide la cantidad de energía radiante que puede absorber o transmitir el sistema a determinada longitud de onda (λ) .

Es conveniente establecer conceptos frente a las propiedades de la luz, ya que éstas técnicas emplean los fenómenos ópticos en sus determinaciones. La luz se describe tanto en términos de partículas como de ondas. Las ondas de la luz poseen un campo magnético y un campo eléctrico, perpendiculares entre sí. La longitud de onda es la distancia existente entre las crestas de dos ondas, denotada por la letra griega landa, λ. La frecuencia, ν, es el número de oscilaciones completas de una onda en un segundo, siendo sus unidades el inverso de los segundos, s⁻¹. Una oscilación por segundo también se llama hercio (Hz), Fig. 2.2. La relación entre frecuencia y longitud de onda está dada por la siguiente formula (Harris, 2006), Ecuación (2.1).

$$v\lambda = c$$
 (2.1)

Donde c es la constante de la velocidad de la luz (2.998x108 m/s)

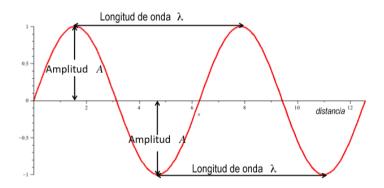


Figura 2.2.1 Descripción del movimiento ondulatorio.

Fuente: Adaptación. Skoog (2015). Fundamentos de química analítica.

Movimiento ondulatorio.

Desde el punto de vista de energía, es conveniente concebir la luz como partículas llamadas fotones, donde cada fotón transporta energía; se presenta en la Ecuación (2.2)

$$E = hv \qquad (2.2)$$

Donde h es la constante de Planck (6.626x10⁻³⁴ J/s)

Como se muestra en la Figura. 2.2.2, el espectro electromagnético abarca una enorme gama de longitudes de onda y frecuencias. De hecho, el intervalo es tan grande que se requiere una escala logarítmica. Se ilustran también de modo cualitativo las regiones espectrales principales. Las divisiones se basan en los métodos usados para generar y detectar las distintas clases de radiación. La región del espectro visible para el ojo humano es pequeña comparada con otras regiones espectrales (Skoog, Haller y Crouch, 2008).

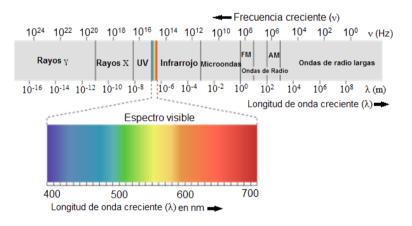


Figura 2.2.2. Espectro electromagnético.

Fuente: adaptación de la imagen J Luque, "Espectro Electromagnético Y Espectro Radioeléctrico," ACTA, 2012.

La teoría ondulatoria de la luz explica los fenómenos ópticos como la refracción, reflexión y difracción. La Ley de Lambert-Beer considera que la cantidad de luz absorbida por un cuerpo depende de la concentración en la solución. Si un rayo de luz atraviesa una celda vacía translúcida inicial, la cantidad de luz no absorbida es mayor que en una situación en donde se coloca una segunda celda con una solución determinada, ya que en este último caso las ondas electromagnéticas chocan contra un

mayor número de átomos o/y moléculas y son absorbidas por estos (Walton y Reyes, 1983). La absorbancia está expresada en la Ecuación (2.3):

$$A = \varepsilon bc \ Ec.(2.2.3)$$

Donde,

A = Absorbancia

 ε = Coeficiente de extinción molar en unidades de L/(mol x cm) (propiedad inherente de la sustancia y depende de la longitud de onda a la cual se estima la absorbancia

b = la longitud del paso de luz (equivale al ancho de la celda)

c = Concentración molar del analito

La absorbancia se relaciona con el porcentaje de transmitancia de la solución a una longitud de onda, de acuerdo con la Ecuación (2.4).

$$A = 2 - Log_{10}\%T$$
 Ec (2.2.4)

Donde,

A = absorbancia de la solución a una longitud de onda específica % T = porcentaje de transmitancia de la solución a la longitud de onda específica

La absorbancia puede medirse con un espectrofotómetro de luz ultravioleta/visible. Experimentalmente se demuestra que a medida que el color de la solución es más intenso el % T disminuye y la absorbancia aumenta. Para poder determinar la concentración de una especie mediante esta técnica, se necesita preparar una curva de calibración con soluciones a concentraciones conocidas. La muestra que contiene el analito debe presentar una absorbancia entre el valor máximo y el valor mínimo de concentración en la curva de calibración (Day y 1989).

2.2.2. Espectrofotometría de absorción atómica

La solución de la muestra se aspira y se introduce en una llama; el elemento en la muestra se convierte en vapor atómico. De esta manera, la llama contiene átomos del elemento; algunos son excitados térmicamente por la temperatura de la llama, pero casi todos permanecen en estado fundamental. Estos átomos en estado fundamental pueden absorber radiación de determinada longitud de onda producida en una fuente especial que contenga a ese mismo elemento. Las longitudes de

onda de la radiación emitida por la fuente son las mismas que absorben los átomos en la llama. La absorción obedece la ley de Beer, en donde la absorbancia es directamente proporcional a la longitud de trayectoria en la llama y a la concentración de vapor atómico en ésta. La concentración del vapor atómico es directamente proporcional a la concentración del analito en la solución que se aspira y nebuliza (Christian, 2009).

2.2.3. Gravimetría

La gravimetría es una de las pocas técnicas absolutas de análisis que existe, por lo que es extremadamente importante. Se basa en provocar la separación de un componente mediante una precipitación. Esta operación de precipitación requiere el cumplimiento de las siguientes condiciones: La precipitación debe ser cuantitativa, sólo debe precipitar el componente deseado (selectividad) y el producto final debe tener una fórmula molecular definida. Los métodos gravimétricos se dividen en dos: precipitación y volatilización.

Precipitación: El precipitado obtenido se pesa en una balanza, luego de someterlo a una filtración, lavado, y tratamiento térmico adecuado. La composición está relacionada con la cantidad del constituyente de interés en la muestra.

Volatilización: El compuesto a analizar, o sus productos derivados, se volatilizan a una temperatura adecuada, se pesa el residuo y se determina el compuesto por diferencia de peso.

Los reactivos utilizados para favorecer la precipitación se conocen como agentes precipitadores, los cuales se clasifican en:

- a. Específicos: Reaccionan con una sola especie química.
- b. **Selectivos:** Reaccionan con un número limitado de especies químicas.

Para que la técnica sea útil es necesario que el precipitado a formar sea insoluble en el medio en el cual se produce, para que este sea filtrado y se estime su composición. La clasificación de las partículas de precipitado varía de acuerdo a la naturaleza del precipitado y a las condiciones de trabajo, las cuales varían con base en la solubilidad del precipitado en el medio, la temperatura de trabajo, la concentración de los reactivos precipitantes, y la velocidad con la cual se mezclan los reactivos.

Estos precipitados pueden ser coloidales o cristalinos; los precipitados coloidales son los menos deseados para trabajar, ya que el tamaño es de un orden de micrómetros (µm), no sedimentan y no es fácil el proceso de filtrado; mientras que los precipitados cristalinos son aquellos que manejan un orden de milímetros (mm); estos sedimentan fácilmente.

A continuación, en la Tabla 2.3, se describen los agentes precipitantes convencionalmente usados, selectivos y homogéneos.

Tabla 2.2.3. Reactivos más comunes, generadores de precipitación homogénea (Riaño, 2007).

Reactivo	Agente precipitante	Reacción de generación	Analitos
Urea	OH-	$CO(NH_2)_2 + 3H_2O$ $\rightarrow CO_2 \uparrow + 2NH_4OH$	Al, Ga, Th, Bi, Fe, Sn
Trimetilfosfato	PO ₄ ² -	$(CH_3O)_3PO + 3H_2O$ $\rightarrow 3CH_3OH + H_3PO_4$	Zr, Hf
Oxalato de etilo	$C_2O_4^{2-}$	$(C_2H_5)C_2O_4 + 2H_2O$ $\rightarrow 2C_2H_5OH + H_2C_2O_4$	Mg, Zn, Ca
Dimetilsulfato	SO ₄ ²⁻	$(CH_3)SO_4 + 2H_2O$ $\rightarrow 2CH_3OH + 2H^{2+} + SO_4^{2-}$	Ba, Ca, Sr, Pb
Ácido tricloroacético	CO ₃ ²⁻	$Cl_3CCOOH + 2OH^-$ $\rightarrow CHCl_3 + CO_3^{2-} + H_2O$	Ka, Ba, Ra
Tioacetamida	H_2S	$CH_3CSNH_2 + 2H_2O$ $\rightarrow CH_3COO^- + H_2S + NH_4^-$	Sb, Mo, Cu, Cd
Biacetilo + Hidroxilamina	DMG*	$CH_3COCOCH_3 + 2H_2NOH$ $\rightarrow DMG + 2H_2O$	Ni → pH básico Pd → pH ácido
8-Acetoxiquinolina	HOQ**	$CH_3COOQ + H_2O$ $\rightarrow CH_3COOH + HOQ$	Al, U, Mg, Zn

^{*}Dimetil glioxima. ** Hidroxiquinoleina.

Fuente: Información suministrada en la presentación: "Química Analítica I, Análisis Gravimétrico". Universidad nacional del litoral, Argentina.

Posterior a la precipitación, en sistemas inorgánicos se lleva a cabo la calcinación. Esto involucra reacciones de descomposición térmica que conllevan a estabilización de componentes ácidos y básicos. La basicidad de los óxidos alcalinos aumenta al descender en el grupo de la Tabla Periódica, en el caso carbonatos y sulfatos su estabilidad aumenta en el mismo orden. Sin embargo, otras reacciones ácido- base como combinación o desplazamiento también pueden ocurrir a elevadas temperaturas (Laitinen, 1982).

Descomposición de carbonatos, R(2.2.1):

$$MCO_3 + Calor \rightarrow MO + CO_2$$
 R (2.2.1)

Descomposición de los sulfatos, R(2.2.2):

$$MSO_4 + Calor \rightarrow MO + SO_3 \quad R (2.2.2)$$

Descomposición de los hidróxidos, R (2.2.3):

$$M(OH)_2 + calor \rightarrow MO + H_2O \quad R (2.2.3)$$

Descomposición de sulfuros, R(2.2.4):

$$MS_2 + calor \rightarrow MS + 0.5S_2 R (2.2.4)$$

Los iones sulfuro necesitan un proceso de incineración calentando hasta obtener ácidos sulfurosos y sulfatos que se descomponen por el calor. La calcinación puede efectuarse completamente sin añadir carbón, sólo se necesita elevar gradualmente la temperatura para descomponer los sulfatos (Sohn y Wadsworth, 1986). Para sulfuro de plomo y óxido de plomo no se debe añadir carbón, porque se forma el sub-sulfuro de plomo altamente fundible, haciéndolos inseparables de la galena de calcinación.

Tabla 2.2.4. Temperatura de Calcinación de diferentes sulfatos.

Sulfatos	Temperatura (°C)	Productos de calcinación
C4CO	825 -850	2 CdO·CdSO₄
CdSO ₄	890	CdO
CuSO ₄	650-670	CuO·CuSO ₄
Cu5O4	710	CuO

Sulfatos	Temperatura (°C)	Productos de calcinación
FeSO ₄	650	Fe ₂ O ₃
Hago	450-500	HgO·HgSO ₄
HgSO ₄	>500	2 HgO·HgSO ₄
		PbO·PbSO ₄
DI. CO	640-700	2 PbO·PbSO ₄
PbSO ₄		4 PbO·PbSO ₄
	960	PbO
ZnSO ₄	700-720	ZnO·ZnSO ₄
ZIISO ₄	780	ZnO
Ag ₂ SO ₄	800-900	Ag
Na ₂ SO ₄	1200	No descompone

Fuente: Descomposición térmica de bicarbonato de sodio: Diagrama tipo Ellingham. Química Nova (Souza y Lakatos, 2003).

En los carbonatos, los parámetros que influyen la precipitación son los siguientes: contenido en dióxido de carbono (CO_2); potencial de hidrógeno (pH), un valor bajo de pH favorece la disolución de $CaCO_3$ y un valor alto de pH favorece la precipitación de $CaCO_3$. A continuación, el diagrama de Ellingham permite relacionar el valor de ΔG° con respecto a la temperatura para diferentes especies de carbonatos, Figura. 2.2.4.

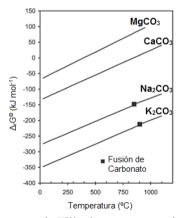


Figura 2.2.4. Diagrama de Ellingham para especies de carbonatos. Fuente: Fuente: Descomposición térmica de bicarbonato de sodio: Diagrama tipo Ellingham. Química Nova (Souza y Lakatos, 2003).

2.3. Tratamiento de residuos grupo I

2.3.1. Residuo de plata (Rotulado IA)

Riesgos para la salud.

La peligrosidad del ion plata (I) es relativamente baja, depende del volumen y de la concentración. La *argiria*, una enfermedad producida por la exposición prolongada de plata en forma de sales, o del metal reducido; está caracterizada por la coloración de la piel y algunos órganos del paciente generando en los tegumentos una coloración gris azulada denominada cerulodermia. Entre las complicaciones que puede provocar la *argiria*, se encuentran: daños renales, neurológicos, fatiga crónica, etc. La *argiria* es una enfermedad irreversible, una vez que se deposita esa gran cantidad de plata en el organismo no se elimina, en el paciente persiste una coloración grisácea. La plata en dosis de 50-500 mg en relación a 1 Kg de peso del organismo, constituye la dosis tóxica letal en humanos (Hruza y Avram, 2013) (Anónimo, 1990) (Astuto et al., 2014).

En el medio ambiente la bioacumulación de plata en el suelo es bastante baja, incluso si el suelo se modifica con lodos de aguas residuales que contienen plata. Las plantas cultivadas en relaves de minas de plata tienen plata principalmente en los sistemas radiculares. En los sistemas marinos y de agua dulce, los factores de bioconcentración más elevados (FBC) se observaron en algas (> 105), probablemente debido a la adsorción de la plata disuelta (fracción <0,45 µm) a la superficie celular. En carnívoros (por ejemplo, peces), el FBC también fue inferior en un orden de magnitud sin indicación de biomagnificación. La toxicidad de la plata ocurre principalmente en la fase acuosa y depende de la concentración de iones activos Ag+ libres. Por consiguiente, muchos procesos y características del agua reducen la toxicidad de la plata al detener la formación de Ag⁺ libre. La solubilidad de un compuesto de plata, y la presencia de agentes complejantes (por ejemplo, tiosulfato o cloruro), carbono orgánico disuelto y iones competidores son importantes. En el suelo, los lodos de depuración y los sedimentos, en los que predomina el sulfuro de plata, la toxicidad de la plata, incluso a altas concentraciones totales, es muy baja. El complejo de tiosulfato de plata altamente soluble tiene baja toxicidad, que se puede atribuir a la plata complejada por tiosulfato. El nitrato de plata es uno de los compuestos de plata más tóxicos. Las pruebas crónicas acuáticas, las pruebas a largo plazo y las pruebas que incluyen las etapas de vida sensibles muestran umbrales de toxicidad más bajos ($\sim 1 \mu g Ag + / L$).

Los organismos vistos como los más sensibles a la plata son los pequeños invertebrados acuáticos, particularmente las fases embrionarias y larvales (Ratte, 1999).

Determinación de iones plata (I)

Método gravimétrico

Acidular con ácido nítrico al 1% la disolución de plata (I) y calentar hasta ebullición en campana de extracción, evitar el contacto con vapores de NO_2 y NO. Agregar 5 mL de ácido clorhídrico 0.2 N agitando constantemente. Reposar el precipitado durante diez minutos evitando la exposición a la luz y agregar gota a gota ácido clorhídrico 0.2 N, hasta obtener precipitación completa, (K_{ps} = 1.8 x 10^{-10}).

Resguardar de la exposición a la luz el precipitado durante 20 minutos. Filtrar la solución con equipo de filtración al vacío. Secar el precipitado en una estufa a 150° C durante una hora, enfriar en un desecador y pesar estimando la cantidad estequiométrica de iones plata (I) en las disoluciones

Método fotométrico por absorción atómica

Tomar 250 mL de la muestra, adicionar una cantidad de patrón de 25 ppm de plata (preparado a partir de 2 mL de un patrón estándar de 1000 ppm de plata, añadiendo 1 mL de HNO₃ 65%, llevado a un aforo de 20 mL y diluido a 25 ppm) con el objetivo de fortificar la muestra, luego añadir 2.5 mL de HNO₃ 65%. Posteriormente, tomar 25 mL de muestra fortificada, para realizar la digestión ácida de la muestra, calentando suavemente en plancha hasta unos 10-15 mL. Finalmente aforar a 100 mL con 1 mL de HNO₃ al 65% y almacenar en recipientes para la determinación de plata en el equipo de absorción atómica. Construyendo una curva de calibración, con cinco patrones de diferente concentración a partir de la solución madre anteriormente preparada y reposada (Vinasco, 2013).

Tratamiento de plata (I)

Los residuos de ion plata (I) se encuentran en la especie AgCl, precipitado insoluble en disolución acuosa con un valor de K_{ps} = 1.8 x

10⁻¹⁰. La determinación de la cantidad de iones plata en la disolución requiere de diferentes metodologías analíticas y espectroscópicas. Cuando una disolución ligeramente ácida que contiene trazas de Ag (I) en presencia de azul de tionina y gran exceso de iones bromuro se agita con un disolvente orgánico, como metilisobutil-cetona o ciciohexanona, la fase orgánica se colorea intensamente de azul debido a la extracción del par iónico (AzT*, AgBr^") indicando la forma monoprotonada del colorante. Posteriormente una alícuota de la fase orgánica es medida a 665 nm frente a un ensayo en blanco preparado de forma similar (Calero, López y Hernández, 1986). Con base en el valor de los equivalentes de ion plata presentes en la determinación anterior, se adiciona cloruro de sodio NaCl en una relación estequiométrica 1:1 al residuo de plata, recuperando el metal en la especie AgCl, de acuerdo con siguiente reacción, *R* (2.3.1):

$$Ag_{(ac)}^{+} + Cl_{(ac)}^{-}$$
 R (2.3.1)

2.3.2. Residuo de plomo. (Rotulado IB)

Riesgos para la salud.

El plomo es un metal pesado de color plateado con tono azulado, se obtiene principalmente de la galena donde se encuentra en forma de sulfuro de plomo. Las valencias químicas son Pb²⁺ y Pb⁴⁺. Es resistente a los ataques de ácido sulfúrico y clorhídrico, pero se disuelve con lentitud en ácido nítrico. El plomo forma sales, óxidos y compuestos organometálicos. Industrialmente, sus compuestos más importantes son los óxidos de plomo (II) y tetraetilo de plomo. El cuerpo humano contiene aproximadamente 120 mg de plomo. Alrededor del 10-20 % del plomo es absorbido por los intestinos. Los síntomas de la exposición al plomo incluyen cólicos, pigmentación de la piel y parálisis. Generalmente los efectos del envenenamiento por plomo son neurológicos o teratógenos. El plomo se acumula en los tejidos, la toxicidad del plomo tiene lugar cuando los iones plomo reaccionan con grupos tiol-R-SH en las proteínas y éstas quedan activadas reaccionando posteriormente con otros iones metálicos o sistemas orgánicos. El plomo es uno de los elementos más tóxicos que se conocen, produciendo en los humanos una enfermedad conocida como saturnismo, plumbosis o plombemia. Cuando el plomo entra en el organismo, las enzimas que metabolizan los aminoácidos azufrados lo transforman en sulfuro de plomo. El mecanismo de acción es complejo; hay una alteración en el calcio presente en el organismo reemplazándolo, activando la proteinquinasa C y uniéndose eficientemente con calmodulina. Esta alteración genera consecuencias en la neurotransmisión y en el tono vascular lo que explica en parte la hipertensión y la neurotoxicidad (Valdivia, 2005).

El saturnismo genera anemia, debido a que el plomo en la sangre bloquea la síntesis de hemoglobina y altera el transporte de oxígeno a la sangre y hacia los demás órganos del cuerpo. Se cree que estas reacciones son provocadas tras la sustitución de los metales como el calcio, el hierro y el zinc, por plomo dentro de las enzimas; las diferencias en las propiedades químicas provocan que no cumplan debidamente las funciones enzimáticas

El plomo se encuentra en diferentes clases de combustibles lo cual da lugar a un ciclo no natural de este metal. En los motores de los vehículos el combustible es quemado, lo cual genera compuestos de plomo que son liberados a través del tubo de emisiones, como lo son: cloruros, bromuros y óxidos. Las partículas grandes precipitan en el suelo o en la superficie del agua y las pequeñas partículas viajan largas distancias a través del aire y permanecen en la atmósfera y parte de este plomo cae de nuevo sobre la superficie terrestre cuando llueve. Con base en la Norma Técnica Colombiana NTC 813, GTC 2 la concentración de plomo permitido en agua potable es de 0.01 mg/L, parámetro seriamente afectado por la corrosión de las tuberías en los sistemas de transporte de fluidos a nivel industrial y la corrosión de pinturas que contienen plomo³.

Con base en el desarrollo de las prácticas de los laboratorios, la especie que predomina de plomo es PbS. En ese sentido, es necesario verificar el pH de la disolución con un valor de pH ideal entre dos y cuatro. De lo contrario, adicionar HNO₃ 0.1N hasta obtener el intervalo correcto. Posteriormente para favorecer la precipitación del sólido PbS saturar la solución con Na₂S o tioacetamida. Al obtener un sólido amarillo, filtrar al vacío, secar a temperatura ambiente y llevar a la mufla a 400°C por 24 h., almacenar y etiquetar como PbS.

Documento en estudio – Anulación o Reorientación. Norma Técnica Colombiana NTC 813 (Segunda actualización).

Determinación de iones plomo (II) Método gravimétrico

Medir 20 mL de solución que contiene el ion Pb en un vaso de precipitados, adicionar 2 mL de H₂SO₄ concentrado y evaporar a baño maría; posteriormente calentar el vaso sobre una plancha de calentamiento con la finalidad de desprender los vapores. Dejar enfriar y disolver con 40 mL de agua, mezclar y dejar enfriar durante una hora. Filtrar el precipitado y realizar lavados con alcohol puro. Secar el precipitado y pesar como PbSO₄(Vogel, 1960).

Método fotométrico

Adicionar al precipitado una mezcla de H₂SO₄- HNO₃, ajustando el valor de pH a 4. A 5mL de solución reactivo 1-pirrolidin-ditiocarbamato amónico, adicionar 5 mL de cloroformo y agitar mecánicamente por cinco minutos. Separar las fases, utilizando un embudo de separación. Inyectar 20 μL del extracto clorofórmico en el horno de grafito de atomización electrotérmico mediante microjeringa. Aplicar los ciclos de secado, calcinación y limpieza del horno en las condiciones indicadas, en la tabla 2.3.2.1.

Tabla 2.3.1. Ciclos de secado, calcinación y limpieza en residuos de plomo.

ETAPA DEL PROCESO	TEMPERATURA (°C)	TIEMPO (s)
Ciclo de secado	140	60
Ciclo de calcinación	600	20
Atomización	2100	7
Ciclo de limpieza	2400	5

Fuente: elaboración propia.

Tratamiento de residuos de plomo:

Adicionar ácido nítrico al precipitado de sulfuro de plomo (II) (K_{ps} =8 x 10⁻²⁸). Realizar la reacción de desplazamiento a sulfato de plomo (II) (K_{ps} =1.6 X 10⁻⁸), *R* (2.3.2.1):

$$2PbS_{(s)} + 2\,NO_3^- + \,4H^+ + O_{2\,(g)} \to \,Pb^{2+} + \,S_{(s)} + PbSO_{4\,(s)} + 2NO_{(g)} + \,2H_2O_{(l)} \ \ \, R\,(2.3.2.1)$$

Disolver el precipitado de sulfato de plomo (II) con agua destilada. Filtrar el precipitado con azufre producto de la reacción anterior. Recolectarlo y rotularlo como PbS (Zárate, 2007).

2.3.3. Residuo de iones mercurio (II). (Rotulado IC)

Riesgos para la salud.

La manipulación inadecuada de mercurio genera efectos sobre la salud de los animales y los seres humanos al ser un metal pesado y neurotóxico. Se encuentra en numerosos productos de uso hospitalario como termómetros, dilatadores esofágicos, tubos de nutrición, baterías, lámparas fluorescentes, termostatos, etc. Su forma de absorción más frecuente es por inhalación, aunque también es posible por vía digestiva y dérmica. El mercurio es emitido a la atmósfera en forma de vapor elemental (HgO), en donde se transforma a una forma soluble, probablemente Hg²+ y de donde se retorna a la tierra con el agua de lluvia en una concentración de 2x10-9 g/L. El mercurio inorgánico se absorbe mucho más fácil por vía gastrointestinal pero aun así solo alcanza un 7% frente a un 95% el metilmercurio y otros compuestos organomercuriales. Estas formas orgánicas también poseen una fácil absorción por vía pulmonar por su alta toxicidad. A nivel cutáneo los compuestos organomercuriales presentan una elevada absorción (Bello y Urbáez, 2012).

Determinación de los iones mercurio (II)

Método fotométrico por Absorción Atómica-Vapor frío.

A un residuo de mercurio aproximadamente 50 mL, agregar 200 mL de agua en un winkler, proceder a realizar la digestión de la muestra agregando 2 mL de HNO₃ concentrado y 4 mL de H₂SO₄ concentrado. Posteriormente agregar 15 mL de solución KMnO₄ 0.05 g/mL, calentar en baño maría a temperatura de 90 °C durante 2 horas y dejar enfriar añadiendo 4 mL de solución de cloruro de hidroxilamina.

Agregar los 200 mL de solución acidificada a un vial del generador de vapor frío para la determinación por absorción atómica y agregar 10 mL de solución de cloruro estañoso (20 g de cloruro estañoso puro en 20 mL de ácido clorhídrico concentrado, aforando esta hasta 200 mL). En estas condiciones, la muestra puede ser determinada por absorción atómica acoplada con el sistema de vapor frío (Rivera y Valencia, 2013).

Condiciones del método por AA

Construir una curva de calibración en el intervalo de concentraciones requeridas. De acuerdo a las especificaciones del equipo, estimar la absorción del plomo a 217 o 283.3 nm⁴.

Método gravimétrico

La precipitación del mercurio como sulfuro de mercurio HgS es un método exacto, en ausencia de cobre, cadmio, estaño, zinc y talio. No debe haber oxidantes como ácido nítrico, cloro, cloruro férrico, etc

Tomar aproximadamente 100 mL de la muestra que contiene mercurio y agregar 10 mL de ácido clorhídrico diluido 0.1 N. Saturar la solución con ácido sulfhídrico, purificado por lavado, dejar sedimentar el precipitado y realizar una filtración suave, lavar el precipitado con agua fría, secar en una estufa ente 105-110 °C, llevar a la mufla a 400 °C por 24 h, pesar la muestra como HgS (Vogel, Año).

El color del precipitado de sulfuro de mercurio es negro, tan pronto como la solución está saturada del ácido sulfhídrico, si considera la presencia de azufre con coloraciones amarillas propias del elemento, lavar el precipitado con agua caliente, alcohol, disulfuro de carbono o alcohol-éter antes de secar.

Tratamiento de residuos de mercurio

Dentro de los residuos que deben ser tratados con mayor cuidado se encuentran el mercurio y sus derivados. Es recomendable aspirar el mercurio con una bomba de vacío en caso de derrames. Para inertizar cualquier zona contaminada por mercurio, se debe formar una amalgama mediante la aplicación de una pasta formada por polvo de cobre e hidrosulfato potásico mezclados con agua. La formación de la mezcla debe llevarse a cabo en recipientes de cristal, porcelana o plástico, nunca aluminio. Para conformar la pasta usar únicamente espátulas de madera. Si el vertido es una disolución, recogerlo con material adsorbente tipo sepiolita y depositarlo en un recipiente bien cerrado, el cual debe tratarse como residuo especial. Se debe evitar por todos los medios posibles, que el vertido alcance los desagües (Smocovich, 2000).

Condiciones son estipuladas en el Boletin Oficial de Estado, referencia: BOE -A- 1991-20734.

El mercurio también puede ser adsorbido sobre carbón activado obtenido a partir de furfural. El carbono se prepara por polimerización de furfural después de la carbonización y activación del material polimérico obtenido con vapor de agua a 800° C. La capacidad de adsorción del carbono es de 174 mg / g y aumenta con el incremento del pH. El proceso final de desorción se realiza con agua caliente, con un porcentaje de recuperación del 6% (Yardim et al., 2003).

2.4. Tratamiento de residuos grupo II

2.4.1. Residuos de cadmio (II). (Rotulado IIA)

Riesgos para la salud

El cadmio no se encuentra libre en la naturaleza, sino en su forma de greenockita (sulfuro de cadmio). Su capacidad de absorber neutrones, en especial el isótopo 113, es usada en barras de control y recubrimiento de reactores nucleares. La absorción gastrointestinal del cadmio ingerido es aproximadamente de un 2 a un 6% en condiciones normales. En elevadas concentraciones el cadmio ha sido relacionado con: diarrea, vómito severo, fractura de huesos, daño en el sistema nervioso central, daño al sistema inmune y desórdenes psicológicos. Este metal se puede absorber en cantidades significativas vía pulmonar entre el 20 y el 50 % y como consecuencia de la inhalación de humo de tabaco o por la exposición profesional al polvo de cadmio atmosférico. La intoxicación crónica puede manifestarse como lesiones renales, proteinuria y anemia. La corteza renal es el órgano que sufre la exposición prolongada. El nivel crítico está estimado en 200 µg Cd/g de peso. Para mantener la concentración en la corteza renal por debajo de este nivel, incluso después de toda una vida de exposición, la concentración media de cadmio en el aire no debe superar 0.01 mg Cd/m³ (Gunnar).

Determinación de los iones cadmio (II)

Método gravimétrico

El ácido quinaldínico o su sal de sodio, precipita cuantitativamente al cadmio en soluciones de ácido acético o neutras. El precipitado se filtra por un crisol de Gooch y se seca a 125° C. Se puede efectuar una determinación en 90 minutos.

La solución de cadmio debe ser neutra o ligeramente ácida en ácido acético. Calentar la solución hasta ebullición, luego retirar del calor y añadir el reactivo precipitante (una solución acuosa de ácido quinaldínico o su sal de sodio al 3.3%), gota a gota y con agitación fuerte, hasta un ligero exceso. Luego, neutralizar cuidadosamente con una solución de amoniaco diluido, dejar en reposo para permitir que el precipitado sedimente. Dejar enfriar la solución, lavar el precipitado por decantación con agua fría y filtrar por medio de un crisol, previamente pesado; lavar nuevamente con agua fría y secar a 125° C en una estufa. La masa se estima como quinaldinato de cadmio [Cd (C10H6O2N)2] (Vogel, año).

Método de fotométrico por absorción atómica

Las limitaciones para la absorción atómica de llama en cuanto a la determinación de cadmio, son las altas concentraciones de silicato y materia orgánica. Tanto a lectura directa como lectura por digestión ácida del cadmio, la longitud de onda es de 228.8 nm, con un límite de detección de 0.03 ppm a 2 ppm.

Se realizan soluciones estándar para la curva de calibración de 0.5, 1.0 y 1.5 ppm. Los estándares para la curva de calibración en A.A. se preparan con agua acidulada, no se digieren. Las curvas se hacen con tres estándares de alta media y baja concentración hasta cubrir el rango de linealidad (IDEAM, 2004).

a. Procedimiento sin digestión:

Preparar una solución intermedia de 10,0 mg/L a partir de la solución intermedia de 100,0 mg/L, tome 10 mL de esta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada. Prepare un estandar de 1.5 mg/L a partir de la solución intermedia de 10.0 mg/L, tome 15 mL de esta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada. Prepare un estandar de 1.0 mg/L a partir de la solución intermedia de 10.0 mg/L, tome 10 mL de esta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada. Preparar un estándar de 0.50 mg/L a partir del estándar de 10 mg/L, tome 5 mL de esta solución y lleve a volumen en un balón aforado de 100 mL, con agua acidulada.

b. Procedimiento con digestión:

Preparar dos erlenmeyer de 125 mL marcados con blanco, dos con estándar de cadmio y los necesarios para las muestras con duplicados requeridos. Agitar vigorosamente la muestra para homogenizarla.

"Con probeta de 50 mL se toma una alicuota de 50 mL de agua desionizada para el blanco; 50 mL del estándar de control de 1 mg/L y 50 mL de muestras incluyendo duplicados. Entre cada toma de alícuota se enjuaga la probeta dos veces con agua desionizada y por último con agua acidulada. Adicionar a cada erlenmeyer 5 mL de HNO₃ bajo en metales + 1 mL de peróxido de hidrógeno al 30% y agitar suavemente. Iniciar el proceso de digestión con calentamiento suave aproximadamente dos horas y media hasta que quede un residuo cercano a los 5 mL. Dejar enfriar y enjuagar las paredes de los erlenmeyer con agua acidulada. Preparar los embudos de polipropileno con el papel filtro en los soportes correspondientes de manera que el vástago quede dentro de los balones aforados de 50 mL de boca ancha. Transferir cuantitativamente el producto de la digestión de los erlenmeyer a los balones correspondientes, realizando varios enjuagues. Completar a volumen con agua acidulada. Agitar los balones para homogenizar la solución y se transferir a los frascos de polipropileno, previamente identificados con el código de la muestra o el estándar. En este momento se puede proceder a la lectura en el espectrofotómetro. En caso de que la lectura no se vaya a realizar inmediatamente, es necesario almacenar los frascos en el cuarto frio".

Las condiciones instrumentales para la lectura de cadmio utilizando como atomizador llama acetileno-aire implica las siguientes condiciones: corriente de lámpara 10 mA, longitud de onda: 228.8 nm, paso de luz: 0.5 mm, flujo de aire: 13.50 L/min, flujo de acetileno: 2 L/min (INEN, 2013).

Tratamiento de residuos de cadmio:

El residuo obtenido de las prácticas es una disolución de CdS. Los sulfuros de cationes del grupo II son precipitados por adición de una solución de tioaceamida diluida en solución ácida, ya que el metal es más activo que el hidrógeno (E₀= -0.4 V). En algunas ocasiones se agrega hidrocloruro de hidracina para reducir los iones oxidantes que catalizan la reacción de hidrólisis de tioacetamida a sulfuro de hidrógeno. El residuo sólido se filtra al vacío y se seca a temperatura

ambiente. Posteriormente, se calienta en la mufla hasta 500 °C para eliminar toda la materia orgánica presente. Así mismo, el ion cadmio (II) puede formar un compuesto de coordinación con el ion cianuro, *R* (24.1)

$$[Cd(NH_3)_4]^{2+} + 4CN^- + 4H_2O \rightarrow [Cd(CN)_4]^{2-} + 4NH_4OH R (2.3.2.2)$$

El tetraciano de cadmio(II) es descompuesto calentándolo en presencia de tioaceamida, lo cual permite la síntesis de CdS, *R* (2.42)

$$[Cd(CN)_4]^{2-} + H_2S \rightarrow CdS + 2 HCN + 2CN R (2.4.3)$$

Cabe resaltar que los iones sulfuro están condicionados al pH, los elementos cuyos hidróxidos poseen producto de solubilidad especialmente pequeño, con sulfuro amónico no precipitan como sulfuros, sino que existen hidróxidos. Los sulfuros con baja solubilidad, precipitan asimismo mediante reducida concentración de iones sulfuro, que existe en una solución sulfhídrica acidulada (Hullavarad y Karulkar, 2008) (Bakbak, Incarvito, Rheingold y Rabinovich, 2002).

El CdS es uno de los semiconductores binarios de los grupo II al VI de mayor interés. Es de color amarillo, con peso molecular de 144.17 g/mol y PF. 1750 °C. Es insoluble en agua y soluble en ácido clorhídrico diluido. Presenta dos formas cristalinas en los sistemas hexagonal y cúbico, con anchos de brecha de 2.53 y 2.58 eV. El cadmio como CdS se puede reutilizar en fotoconductores, pigmentos, componentes electrónicos y células solares (Chandra y Jha, 2015).

2.5. Tratamiento de residuos grupo (III)

2.5.1. Residuo de iones magnesio (Rotulado IIIB)

Riesgos para la salud.

El magnesio como macroelemento interviene en procesos bioquímicos y fisiológicos. Está involucrado en la síntesis de compuestos ricos en energía, como transportadores de electrones, enzimas y proteínas. Regula el ciclo celular, interviene en la coordinación del metabolismo, estabiliza la membrana plasmática al ser un agente estabilizador celular y subcelular y favorece a la integridad de mitocondrias, lisosomas, polisomas, cromosomas, ADN y ARN. Equilibra el sistema

nervioso central e interviene en la transmisión del impulso nervioso; es cardioprotector, antihipóxico, antiisquémico, vasodilatador, antitrombótico; junto al sodio facilita el control renal. La concentración de magnesio extracelular está estrechamente regulada por la extensión de la absorción intestinal y la excreción renal. En los últimos años, la divulgación genética de errores innatos de manipulación de magnesio ha revelado varias proteínas nuevas junto con moléculas ya conocidas inesperadamente involucradas en el transporte de magnesio renal epitelial, así como su relación con defectos combinados de absorción hipomagnesemia primaria o hipocalcemia secundaria. El magnesio se encuentra en: la levadura de cerveza, frutos secos, cereales, cacao, frijoles, verduras de hojas verdes, maíz, nueces, almendra, maní y harina de soya (Konrad, Schlingmann y Gudermann, 2004) (Doldán, 2006).

Método gravimétrico

A la solución de magnesio, neutra o ligeramente ácida acidificar con 5 mL de ácido clorhídrico concentrado y diluir hasta 150 mL; añadir unas gotas del indicador rojo de metilo a la solución en frío, y después 10 mL de fosfato diamónico preparado recientemente (25 g de fosfato de amonio (NH₄)₂HPO₄, disuelto en 100 mL de agua). Añadir lentamente una solución de amoniaco concentrado, mientras se agita la solución hasta el viraje del indicador a color amarillo; el reactivo debe evitar el contacto con las paredes del vaso de precipitados, para la cual puede utilizar un agitador, ya que el fosfato diamónico forma un precipitado cristalino muy adherente. Continuar agitando durante 5 minutos, agregando eventualmente solución de amoniaco gota a gota, para mantener la solución en el viraje amarillo; finalmente, añadir un exceso de 5 mL de amoniaco concentrado. Dejar la solución en un lugar frío entre 4 y 24 horas.

El precipitado se pesa como fosfato amónico magnésico hexahidratado (MgNH₄PO₄ . 6 H₂O), filtrando en un crisol, lavado previamente con alcohol y éter. Se lava el filtrado con pequeñas porciones de solución de amoniaco 1:9 (1.5 M aproximadamente); continuar el lavado con tres porciones de 10 mL de etanol al 95%, dejar secar después de cada lavado; finalmente lavar con cinco porciones de 5 mL de éter anhidro, secar nuevamente en cada lavada. Luego dejar al aire durante diez minutos, frotar las paredes del crisol con una espátula limpia y seca, y nuevamente dejar por 20 minutos en un desecador. Estimar la masa de magnesio estequiométrica como MgNH₄PO₄ .6 H₂O (Vogel, 1960). Si el residuo se encuentra como MgCl₂ o MgSO₄ precipitar con NaOH (precipitado blanco), con NH₃ (precipitado blanco, pero la

precipitación no es completa), con NH₄Cl y después con NH₃ (no hay precipitado), con Na₂CO₃ (precipitado blanco de hidroxicarbonato), con NH₄Cl + (NH₄)₂CO₃ el cual se hierve brevemente (no hay precipitación a diferencia de calcio, estroncio y bario lo cual muestra un reactivo selectivo de precipitación para magnesio).

Método fotométrico por absorción atómica

Al residuo obtenido adicionar ácido nítrico en relación al 65%, filtrar y aforar hasta 250 mL con agua desionizada. En la determinación por absorción atómica se utiliza atomización con llama aire-acetileno en relación estequiométrica, detectando a la longitud de onda de 285.2 nm. Así mismo, es recomendable realizar corrección de fondo de arco de deuterio (Andrew, Lenores y Arnold, 1995) (Araújo, Costa, Lima y Reis, 1998).

Tratamiento de residuos de magnesio

Las reacciones realizadas con el metal magnesio involucran formación de hidróxidos en disolución. En ese caso, el tratamiento del residuo implica la neutralización con un ácido fuerte. Cabe resaltar que las sales de magnesio se diferencian claramente de las sales de metales alcalinotérreos superiores, lo cual es debido a su radio más pequeño. En soluciones con hidróxido, el anión OH de fácil polarización, queda tan deformado por el ion magnesio 2⁺, que el enlace pierde considerablemente su carácter iónico. La aparición de un enlace no ionógeno entre el ion magnesio y el ion hidróxilo se manifiesta en la solución, (2.3.2.3), razón por la cual las soluciones de sales de magnesio serán ligeramente ácidas, con un pKa de 11.5 para [Mg(H₂O)n]²⁺.

$$[Mg(H_2O)n]^{2^+} \;\; \rightleftarrows \;\; [Mg(H_2O)_{n\text{-}1}OH]^+ + H^+$$

2.5.2. Residuo de cobalto. (Rotulado IIIC)

Riesgos para la salud.

El cobalto es esencial para el organismo y para el metabolismo celular, es un componente básico de la vitamina B12. Es hipoglicemiante al activar la combustión de los azúcares y favorecer la fijación de la glucosa en los tejidos, es también un importante vasodilatador y regulador de la presión arterial e interviene en la formación de mielina,

favorece igualmente la absorción intestinal del hierro, ayuda a la tiroides en la absorción del yodo, interviene en la síntesis proteica, regula el sistema nervioso, es antiespasmódico, antianémico y previene la osteoartritis. Si una persona respira aire que contiene partículas de polvo de cobalto, estas permanecen en los pulmones y pasan a la sangre en determinadas cantidades, dependiendo de su solubilidad. El cobalto es un oligoelemento esencial tanto en procariotas como en eucariotas. Sin embargo, ocurre con menos frecuencia en las metaloproteínas que en otros metales de transición. Esta baja aparición parece ser debido a la baja abundancia del metal en la naturaleza, así como su competencia con el hierro, cuyas funciones biológicamente críticas incluyen la respiración y la fotosíntesis. Se encuentra disponible en ciertos alimentos como: carnes, hígado, pescado, levadura de cerveza, germen de trigo, cereales integrales, cáscara de arroz, nueces, avellanas, sésamo, leche, ostras, higo, ajo, rábano, lentejas, alubias, col blanca, remolacha, cebolla, ginseng y alfalfa (Okamoto y Eltis, 2011) (Cheng, Poduska, Morton Finan, 2011).

Determinación de los iones cobalto

Método gravimétrico para el cobalto

La solución no debe contener más de 0.1 g de cobalto en 250 mL, el pH debe ser de ser de 4.5 y no debe haber altas concentraciones de acetato de sodio o de sales de amonio. Es necesario calentar a ebullición el residuo, agregar durante agitación 15-20 mL de solución de antranilato de sodio al 3% y continuar la ebullición durante 5 min. Dejar en reposo entre 10-15 min, filtrar la solución; lavar la solución con antranilato de sodio al 0.15 % y después con alcohol; finalmente secar a 105 - 110°C, hasta consistencia en peso. Expresar el % de cobalto como [Co($C_7H_6O_2$)] (Vogel, 1960).

Determinación fotométrica por absorción atómica

Disolución del compuesto del ligante (TTHA)

Pesar 3.961 g del ácido TTHA (ácido Trietilenotetraaminohexaacetico), en un vaso de precipitados y añadir 50 mL de agua destilada. La suspensión se mantiene en agitación añadiendo 2.23 g de NaHCO₃. Esta cantidad de bicarbonato es la necesaria para neutralizar los tres hidrógenos ácidos del TTHA, cuya sal es completamente soluble.

Cuando finalice el desprendimiento de dióxido de carbono la disolución debe quedar translúcida. Posteriormente, diluir y enrasar a un volumen de 200 mL con agua destilada y conservar en un envase de polietileno.

Procedimiento para la determinación de cobalto

Añadir 1.25 mL de TTHA, 2.5 mL de solución reguladora de acetatoacético con pH 4.7 y disolución de H₂O₂ al 15% (cantidad suficiente para que su concentración aproximada final sea del 3 %) a las soluciones de cobalto (II) con concentración máxima de 4x10⁻³ M. Calentar las muestras en el termostato de agua a 80°C durante 10 minutos. A continuación, enfriar ligeramente y llevar a 10 mL con agua destilada en matraz aforado. La absorbancia de las muestras así preparadas se mide a 544 nm utilizando agua como blanco.

Si el cobalto se encuentra acompañado por otros iones que formen complejos con el TTHA, es preciso añadir suficiente cantidad de éste para asegurar la total complejación de las especies presentes. En el caso de que la muestra contenga cromo (III), hierro (III) o grandes concentraciones de cobre (II) y níquel(II), la medida de la absorbancia a 544 nm se lleva a cabo utilizando como referencia una alícuota del problema, que ha sido sometida al mismo tratamiento (adición de TTHA y calentamiento), pero en ausencia del oxidante (Hernández, Sánchez y López).

Tratamiento de residuos de cobalto

Una serie de compuestos de cobalto (II) se obtiene mediante la experimentación de sales de cobalto (II) con cloruro de amonio y alcohol amílico. Inicialmente se elimina el mayor porcentaje de agua, calentando la disolución hasta 100° C. Posteriormente se adiciona una solución saturada de tiocianato de sodio 0.1 M hasta obtener una coloración rojo magenta. El compuesto estabilizado es tiocianato de cobalto (II), el cual es soluble en disolución acuosa. Este residuo es etiquetado y se deja en cristalización por cuatro semanas. Posterior a este tiempo, se filtran los cristales y se neutraliza el desecho con ácidos o bases de acuerdo al pH (Khan, Bouet, Tanveer y Ahmed, 1999).

2.5.3. Residuo de iones hierro. (Rotulado IIIB)

Riesgos para la salud

El hierro es un elemento abundante en la tierra y es un componente biológicamente esencial de cada organismo vivo. Sin embargo, a pesar de su abundancia geológica, el hierro es a menudo un limitante del crecimiento en el medio ambiente. Esta aparente paradoja se debe al hecho de que en contacto con el oxígeno el hierro forma óxidos, que son altamente insolubles, y por lo tanto no está fácilmente disponible para la absorción por los organismos. En respuesta, diversos mecanismos celulares han evolucionado para capturar hierro del medio ambiente en formas biológicamente útiles. Muchos de los mecanismos encontrados en los organismos inferiores, tienen equivalentes análogos en organismos superiores, incluyendo seres humanos. En el cuerpo humano, el hierro existe principalmente en formas complejas unidas a la proteína (hemoproteína) como compuestos hemo (hemoglobina o mioglobina), enzimas hemo o compuestos no hemo (enzimas flavinahierro, transferencias y ferritina). El cuerpo necesita hierro para la síntesis de sus proteínas de transporte de oxígeno, en particular la hemoglobina y la mioglobina, y para la formación de enzimas heme y otras enzimas que contienen hierro que intervienen en la transferencia de electrones y las reducciones de oxidación. Casi dos tercios del cuerpo de hierro se encuentra en la hemoglobina presente en los eritrocitos circulantes, el 25% está contenido en un almacén de hierro fácilmente movilizable, y el 15% restante está unido a la mioglobina en el tejido muscular y en una variedad de enzimas involucradas en el metabolismo oxidativo y muchas otras funciones celulares (Abbaspour, Hurrell y Kelishadi, 2014).

Durante la digestión, el hierro liberado de los alimentos puede existir como ion en el tubo digestivo y participar en la generación de radicales libres. De los 13-18 mg de hierro ingeridos al día, sólo 1 mg es absorbido, lo que ocasiona que alrededor de 15 mg del metal puedan seguir su camino por el lumen intestinal, tanto delgado como grueso y ejercer un efecto pro-oxidante sobre las células de la mucosa (Carrier et al., 2002). El exceso de hierro en el tracto digestivo en pacientes con la enfermedad de Crohn aumenta los síntomas como: diarrea, dolor abdominal y nauseas, lo que correlaciona con disminución significativa en plasma de cisteína y glutatión reducido (Oldenburg et al., 2001) (Aghdassi et al., 2003).

Determinación de los iones hierro

Método gravimétrico

El hierro se precipita en forma de óxido hidratado Fe₂O₃.x(H₂O). Como reactivo precipitante se utiliza el NH₄OH diluido 1:1. Como medio de filtración se emplea papel gravimétrico (o de cenizas conocidas), procurando efectuar una separación previa por decantación. Como líquido de lavado se emplea una disolución de NH₄NO₃. La calcinación se hará a temperaturas comprendidas entre 800° y 1000° C, obteniendo como producto final Fe₂O₃ (Ospina, García y Martínez, 2010). Las reacciones implicadas son, *R* (2.3.7.1) y *R* (2.3.7.2):

$$Fe(H_2O)_6^{3^+} + 3NH_3 \leftrightarrow Fe(H_2O)_3(OH)_3 \downarrow + 3NH_4^+ R (2.3.7.1)$$

 $Fe(H_2O)_3(OH)_3 \downarrow \leftrightarrow Fe_2O_3 \downarrow +9H_2O R (2.3.7.2)$

La concentración de hierro en la muestra se determina a partir de la masa de Fe₂O₃ originada y de la relación estequiométrica entre Fe y Fe₂O₃, a partir del siguiente factor gravimétrico, R (2.3.7.1).

$$2Fe \rightarrow Fe_2O_3 \qquad R (2.3.7.1)$$

$$\frac{moles \, \mathcal{E}}{2} = moles \, \mathcal{E}_2O_3$$

$$(masa)_{F} = (masa)_{F_{2}O_{3}} \frac{2(P_{H})_{F}}{(P_{mol})_{F_{3}O_{3}}} = (masa)_{F_{2}O_{3}} \times (factor\ gravim\'etrio\)$$

Sin embargo, dado que las sales de hierro son altamente inestables a la oxidación, se suele preparar una sal divalente como (NH₄)₂Fe(SO₄)₂ • 6H₂O. Son completamente estables en el estado divalente en los complejos de penetración. Así, por ejemplo, el cianoferrato (II) es fuertemente complejo, por lo que no presenta las reacciones de hierro (II).

Método fotométrico

Se preparan las siguientes soluciones: Solución estándar de Fe(NH₄)₂(SO₄)₂ (0.0100 mg/mL), solución de hidrocloruro de hidroxilamina (5.0 g de H₂NOH·HCl en 50 mL de agua destilada),

solución de 1,10-fenantrolina (0.250 g en 250 mL) y solución de acetato de sodio, (1.2 M, 250 mL). Posteriormente se construye la curva de calibración a 508 nm de la siguiente forma: transferir 25 mL de la solución estándar de hierro (II) a un matraz volumétrico de 100 mL. A otro matraz volumétrico de 100 mL, añadir 25 mL de agua destilada. A ambos matraces añadir: 1 mL de solución de hidroxilamina, 10 mL de solución de acetato de sodio, y 10 mL de solución 1,10-fenantrolina. Dejar reposar las mezclas por cinco minutos, luego aforar con agua destilada a 100 mL. Medir la absorbancia de la solución estándar y la de la solución del blanco con respecto a agua destilada a 508 nm. Realizar disoluciones de patrones de acuerdo al requerimiento.

Tratamiento de residuos de hierro

Dentro de los residuos obtenidos de este metal existen diferentes especies que coexisten tales como: Fe(OH)₂, Fe(OH)₃, FeS, K₄[Fe(CN)₆], K₃[Fe(CN)₀]. Es necesario reconocer su comportamiento en disolución. Fe(OH)₂ es un sólido blanco, generalmente algo verdoso, el cual pasa rápidamente a Fe(OH), en disolución. FeS húmedo se deja en contacto con el aire y se transforma rápidamente en sulfato básico de hierro (III). Los compuestos de hierro (III) presentan una acidez medianamente fuerte (pKa= 2.2). Estos son débiles agentes oxidantes, igual que el aluminio, el hierro (III) forma alumbres con metales monovalentes, como es el caso de FeNH₄(SO₄)₂•12 H₂O. El hierro (III) tiene preferencia por los ligantes oxigenados, generalmente no forma aminocomplejos en solución acuosa. Sin embargo, son estables las sales de cloruro y cianuro. Los compuestos polihidroxilados impiden la precipitación de Fe(OH), por acción del amoniaco, los iones fluoruro y fosfato decoloran las soluciones amarillas de hierro(III) y forman complejos incoloros, que no poseen acción oxidante. La recomendación es precipitar el hierro con iones sulfuro dado su carácter polarizable, por lo tanto, se adiciona al residuo 2% de HCl 6M con respecto a la cantidad de residuo, posteriormente se agita y se adiciona 1% de una solución de HNO₃ 6M al precipitado formado anteriormente y finalmente se adiciona 5% de una solución de sulfuro de sodio al 5% con respecto al volumen del residuo, se filtra y se obtiene el compuesto FeS.

2.5.4. Residuo de manganeso (Rotulado IIIA)

Riesgos para la salud

Es uno de los metales de transición, se encuentra entre cromo y hierro. Tiene propiedades en común con ambos metales. Presenta diferentes estados de oxidación tales como: Mn²⁺, Mn⁴⁺, Mn⁶⁺ y Mn⁷⁺. Todos los compuestos con estados de oxidación mayor a 2+, son intensamente coloridos.

Es uno de los elementos traza tóxicos de tipo esencial, lo cual significa que no solo es necesario para la supervivencia, sino que es tóxico en elevadas concentraciones. Los efectos del manganeso mayormente ocurren en el tracto respiratorio y el cerebro. Los síntomas por envenenamiento con manganeso son: alucinaciones, olvidos y daños en los nervios. El exceso de manganeso está asociado a Parkinson, Alzheimer, esclerosis lateral amiotrópica, enfermedad del prión, embolia de pulmones y bronquitis.

Los compuestos de manganeso existen de forma natural en el medio ambiente, pero se elevan las concentraciones por actividades industriales y quema de productos fósiles. Para algunos animales una pequeña dosis puede ser letal. El manganeso puede causar problemas en los pulmones e hígado; disminución de la presión sanguínea, fallos en el desarrollo de fetos de animales y daños cerebrales. El manganeso es requerido en el crecimiento, desarrollo y homeóstasis celular (Bowman, Kwakye y Herrero, 2011).

En las plantas los iones de manganeso son transportados hacia las hojas después de ser absorbidos en el suelo. La ausencia de manganeso impide la hidrólisis del agua, ya que es importante su papel como mediador redox en diferentes procesos de transferencia de electrones.

Determinación de los iones manganeso

Método gravimétrico

El método gravimétrico que casi únicamente se emplea para la determinación de manganeso es el de la precipitación como fosfato de amonio y manganeso monohidratado, MnNH₄PO₄.H₂O, en solución ligeramente amoniacal.

Tomar 200 mL del residuo, debe estar la solución ligeramente ácida y no debe contener ningún otro catión, a excepción de cationes alcalinos. Llevar la solución a casi neutralidad, con solución diluida de amoniaco; agregar 20 g de cloruro de amonio y 2 g de fosfato diamónico (NH₄)₂HPO₄. Si se forma un precipitado en esta etapa, disolver añadiendo gotas de ácido clorhídrico (1:3). Calentar la solución hasta casi ebullición (90-95 °C) y añadir una solución diluida de hidróxido de amonio (1:3) gota a gota mientras se agita, hasta una formación de precipitado; suspender la adición de amoniaco y continuar con el calentamiento y agitación hasta la formación de un precipitado cristalino, este será el fosfato de amino y manganeso monohidratado; continuar la adición de gotas de la solución de hidróxido de amonio hasta que no se genere más precipitado.

Dejar la solución en reposo a temperatura ambiente (o mejor a 0°C) durante dos horas. Filtrar con papel filtro cuantitativo y lavar el precipitado con una solución fría de nitrato de amonio al 1%. Secar a 100-105°C. Pesar como MnNH₄PO₄.H₂O (Vogel, 1960).

Método fotométrico

Preparar la muestra, la cual solo debe tener contenido con manganeso. Llevar una muestra con 100 mL del residuo, a un vaso de precipitados de 250 mL en una cabina extractora, el cual se deben añadir 25 mL de ácido nítrico diluido (1:3), cubrir el vaso con un vidrio reloi. Hervir lentamente hasta que se reduzca la solución a su tercera parte de la cantidad original, retirar del calor y luego agregar 0.5 g de persulfato de amonio, hervir suavemente por diez minutos; si se forma un color violeta de permanganato de potasio o un precipitado oscuro de dióxido de manganeso, agregar 0.5 g de sulfato de sodio para reducir los compuestos, luego hervir de tres a cinco minutos más, diluir con unos 25 mL de agua destilada y añadir 5 mL de ácido fosfórico concentrado, y unos 0.2 gramos de peryodato de potasio para asegurar la oxidación completa de manganeso; calentar a ebullición hasta la aparición de un color violeta persistente. Enfriar la solución y transferirla cuantitativamente a un matraz aforado de 100 mL, diluir hasta el enrase con agua destilada y agitar para homogenizar. Para preparar el blanco fotométrico, tomar 25 mL de la disolución anterior en un vaso de precipitados de 100 mL, añadir varias gotas de ácido clorhídrico concentrado en la cabina extractora, calentar si es necesario para reducir el permanganato y decolorar la solución, la cual debe ser incolora. Preparar una muestra madre de 250 mL que contenga 100 ppm en Mn (utilizando una cantidad de permanganato de potasio), para esto realizar el cálculo para obtener el valor necesario de permanganato. A partir de esta preparación, realizar soluciones patrón de distintas concentraciones: 2.5, 5.0, 10.0, 15.0 y 20.0 ppm en Mn. Realizar el procedimiento de lectura en el espectrofotómetro UV-Vis a una longitud de onda de 526 nm, luego de conocer la absorbancia de las distintas concentraciones, obtener la absorbancia de la muestra problema.

Para que el valor de absorbancia sea apropiado, se sugiere que: tanto las soluciones patrón, como la muestra problema deben encontrarse entre 0.15 y 0.8 de absorbancia; si la muestra problema está por encima de este intervalo, realizar una disolución apropiada, por ejemplo: 1 mL de la muestra en un matraz de 25 mL (1/25), conforme sea requerido por el estudiante para obtener el intervalo permitido.

Realizar una curva de calibración de concentración-absorbancia utilizando los valores de absorbancia obtenidos de las soluciones patrón; obtener la concentración de manganeso de la muestra problema a partir de esta curva (tener en cuenta el factor de dilución de la muestra si fue requerido) (Castro, 2014).

Tratamiento de residuos de manganeso

El manganeso al estabilizar diferentes estados de oxidación es difícil de separar y tratar cada especie por separado. Por tal razón, el objetivo es garantizar la oxidación completa al estado Mn⁷⁺ (permanganato). El ion permanganato MnO₄⁻ es un agente oxidante fuerte, pero dismuta fácilmente formando óxido de manganeso (IV). Si el pH es alto, el manganeso al igual que la mayor parte de los metales, forma hidróxidos insolubles, en los cuales el metal presenta el estado de oxidación más bajo. Si el pH es ácido se favorece la formación del ion permanganato. El potencial redox está mediado por la cantidad de hidrogeniones, por ende, seleccionar un buen agente oxidante es indispensable para garantizar la formación de Mn⁷⁺.

A continuación, se relaciona el potencial redox del manganeso con el ácido sulfúrico ya que es el medio en el cual se llevan a cabo las prácticas de laboratorio.

 $MnO_4^- + e^- \leftrightarrow MnO_4^{2-}$ +0.56 $MnO_4^- + 4H^+ + 2e^- \leftrightarrow MnO_2 + 2H_2O$ +2.26 $MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- \leftrightarrow Mn^{2+} + 4H_2O$ +1.51 $MnO_2 + 4H^+ + e^- \leftrightarrow Mn^{3+} + 2H_2O$ +0.95 $Mn^{2+} + e^- \leftrightarrow Mn$ -0.20

Tabla 2.5.4.1. Reacciones del Manganeso.

$$SO_{3} + H_{2}O \leftrightarrow H_{2}SO_{4(ac)}$$

$$H_{2}SO_{4(ac)} + H_{2}O_{(l)}$$

$$\leftrightarrow H_{2}SO_{4(ac)}^{-} + H_{3}O_{(ac)}^{+}$$

$$HSO_{4(ac)}^{-} + H_{2}O_{(l)}$$

$$\leftrightarrow SO_{4(ac)}^{2-} + H_{3}O_{(ac)}^{+}$$

Fuente: elaboración propia.

En una disolución con diferentes especies de manganeso, al adicionar ácido sulfúrico 0.1 N ocurre la oxidación completa, ya que el potencial de semicelda de la siguiente reacción, es menor que los potenciales involucrados en las reducciones químicas de las diferentes especies de manganeso esperadas:

$$SO_4^{2-}/SO_2$$
 (ac) $E^{\circ} = -0.93$

2.5.5. Residuo de cobre (Rotulado IIID)

Riesgos para la salud.

El cobre es un elemento traza esencial para el organismo y el mantenimiento de la salud. Es un mineral que se encuentra presente en todos los tejidos del cuerpo humano. Generalmente, se encuentra formando parte de enzimas y es importante, además, para el equilibrio de otros minerales como el zinc y el molibdeno. Desempeña por otra parte, importantes funciones en el organismo, entre las que destacan un papel esencial como protector frente el estrés oxidativo, presentando

un rol antioxidante esencial a través de diferentes enzimas, ayudando a neutralizar radicales libres producidos durante los principales procesos metabólicos; además tiene una importante función inmunológica, influye sobre la expresión de numerosos genes y sobre la absorción del hierro; promueve también la formación de hemoglobina y glóbulos rojos; además es considerable su importancia a nivel cardiovascular, manteniendo la integridad del corazón y regulando el metabolismo del colesterol. A través de los alimentos y mediante el consumo de una dieta equilibrada, se pueden aportar unos 2 mg/día. Según la OMS, la recomendación correspondería a 11,4 mg/día. El cobre forma parte de varias enzimas del sistema aminooxidasa, cuya actividad se incrementa cuando existe un aumento de la síntesis y deposición del tejido conectivo, como la fibrosis hepática, insuficiencia cardiaca congestiva, hipertiroidismo, crecimiento y senectud. Este elemento juega un papel fundamental en la mineralización, en la integridad del tejido conectivo del corazón y todo el sistema vascular (Desai y Kaler, 2008) (Prohaska, 2008).

Una deficiencia en cobre puede causar una serie de afecciones como anemia, hipercolesterolemia, alteraciones óseas, reducción de glóbulos rojos, mala cicatrización de heridas, cirrosis hepática, raquitismo, etc. Por otro lado, se puede observar toxicidad por exceso de consumo de cobre, dando lugar a la aparición de vómito negro o con sangre, sangre en orina, diarrea, dolor de cabeza, pérdida del apetito, calambres abdominales, etc.

Existen dos enfermedades asociadas con la concentración de cobre en el organismo. En la enfermedad genética de Menkes existe un defecto en el transporte de cobre por la placenta y una alteración en la absorción intestinal de aproximadamente 17000 ppm. Se pueden encontrar concentraciones altas de cobre en el suelo porque el polvo proveniente de algunas industrias se deposita en el suelo, o porque residuos industriales se depositan en el suelo. Otra fuente común de cobre en el suelo es la dispersión de lodo proveniente del tratamiento de agua residual. Este cobre permanece adherido fuertemente a la capa superficial de la corteza terrestre. Los casos más graves por intoxicación por cobre producen taquicardia, ictericia, hipertensión, anemia hemolítica, uremia y muerte.

Todos los compuestos de cobre deben de tratarse con la denominación de tóxicos. Ingerir una cantidad de 30 g de sulfato de cobre es potencialmente letal en los humanos. El cobre en estado de oxidación cero es combustible y su inhalación puede provocar tos, dolor de

cabeza, mareos, etc., por lo que se recomienda el uso de guantes, gafas, mascarillas. Reacciona con oxidantes fuertes tales como cloratos, bromatos y yoduros, originando peligro de explosión. La OMS en la calidad de agua potable recomienda un nivel máximo de 2 mg/L (Kozlowski et al., 2009).

Determinación de los iones Cobre (II)

Método gravimétrico

En un vaso de precipitados de 250 mL, tomar una alícuota de 10 mL de la solución de cobre y disolver en 30 mL de agua; añadir unas gotas de ácido clorhídrico diluido y de 2 a 3 mL de ácido sulfúrico diluido. Diluir la solución en frío con agua hasta unos 150 mL, calentar a ebullición y añadir por titulación, una solución al 10% de tiocianato de amonio, hasta un ligero exceso. El precipitado de tiocianato de cobre (I) debe ser blanco; la solución debe quedar incolora y tener olor a dióxido de azufre. Dejar en reposo durante varias horas o hasta que sedimente en su totalidad. Usando un papel filtro pesado con anterioridad, se deja pasar la solución y se recolecta el precipitado; lavar el precipitado veces con una solución fría de tiocianato de amonio (1mL solución al 10% en 100 mL de agua). Lavar nuevamente con alcohol al 20% para eliminar el exceso de tiocianato. Secar el precipitado a 110 °C hasta consistencia de peso, valorar como Cu(SCN).

Determinación fotométrica

En matraces aforados de 25 mL, se adicionan 2.5 mL de 2CBTSC (carboxibenzaldehid, 8 x 10⁻³ M) disueltos en DMF, 10 mL de disolución reguladora a pH 8.2 (se pesan 6.183 g de ácido bórico y se disuelven en 50 mL de una disolución de hidróxido de sodio 1 N, se afora la mezcla a 500 mL) a los diferentes patrones y muestra cuyo contenido de ion Cobre(II) no debe ser mayor de 20 μg·mL⁻¹. Las absorbancias se miden a 346 nm como longitud de onda, antes de veinte minutos de aforar las muestras. Como recomendación, utilice un blanco con las especies diferentes de cobre (II) (López, Martínez y Amador, 1999).

Tratamiento de residuos de cobre

Inicialmente se determina el pH de la solución que conforma los residuos de cobre (II). Los residuos ácidos provienen de la práctica de ciclo del cobre, en donde el procedimiento es óptimo ya que se obtiene como producto CuCl₂ a partir de este mismo reactivo. En éste caso, es necesario colectar los residuos y dejar en cristalización por cuatro semanas, a temperatura ambiente, en un recipiente destapado. Por otro lado, si los residuos de cobre provienen de prácticas en donde se ha obtenido sulfato de cobre, es necesario bajar el pH a 2.0 por medio de una solución de H₂SO₄ 0.1 N, concentrar la solución por evaporación y cristalizar el producto como CuSO₄ por cuatro semanas, a temperatura ambiente, en un recipiente destapado.

2.5.6. Residuo de zinc (Rotulado IIIE)

Riesgos para la salud.

El zinc es uno de los oligoelementos esenciales y, como tal, un miembro de uno de los principales subgrupos de micronutrientes que han alcanzado tal prominencia en la nutrición y salud. El zinc como elemento es importante por su capacidad excepcional de participar en sistemas intercambiables, flexibilidad en la geometría de coordinación y propiedades redox. Zn es un componente esencial para más de 1000 proteínas, incluyendo el cobre/Zn superóxido dismutasa (SOD), así como en los dedos de zinc. El cuerpo contiene 1.5 a 2.5 g de zinc. El metal se encuentra prácticamente en la totalidad de las células, pero existe con mayor abundancia en determinados tejidos animales. La función de Zn implica una amplia gama de procesos biológicos, incluyendo la proliferación celular, la función inmune y la defensa contra los radicales libres. Además, el Zn parece regular los procesos fisiológicos clave, tales como la respuesta celular al estrés oxidativo, la reparación del ADN, la regulación del ciclo celular y la apoptosis. Varios estudios han demostrado una correlación entre el aumento de la apoptosis y la deficiencia de Zn en varios tipos de células, tales como células hepáticas humanas y células endoteliales vasculares, así como en los testículos de rata. El hecho de que el Zn desempeña un papel importante en la determinación y regulación de la apoptosis en células de mamíferos está bien establecido (Prasa, 2009).

La deficiencia de zinc da lugar al hipogonadismo, disfunción inmune y deterioro cognitivo que afecta cerca de 2000 millones de sujetos en el

mundo en etapa de desarrollo. Las respuestas terapéuticas beneficiosas de suplementos de zinc han controlado síntomas en enfermedades como: hepatitis C crónica, shigelosis, lepra, leishmaniasis y resfriado común. El suplemento de zinc es eficaz en la prevención de la ceguera en un 25% de ancianos con de degeneración macular relacionada con la edad. El suplemento de zinc en los ancianos disminuye el estrés oxidativo y disminuye la generación de citoquinas inflamatorias.

El músculo esquelético y el hueso combinado contienen el 90 % del zinc total del organismo. En el músculo, el encéfalo, los pulmones y el corazón las concentraciones son relativamente estables y no responden a las variaciones del contenido del metal en la dieta. En otros tejidos como el hueso, los testículos, el pelo y la sangre, la concentración tiende a reflejar la ingesta dietética del mismo. La ubicua distribución del zinc en las células, junto al hecho de que es el oligoelemento intracelular más abundante, indica que sus funciones son muy básicas. Estas distintas funciones catalíticas, estructurales y de regulación definen el papel biológico que desempeña el zinc. El zinc desempeña funciones estructurales mediante las metaloproteínas por ejemplo la enzima citosólica superóxido dismutasa CuZn, en esta el cobre asume función catalítica mientras que el zinc ejerce las estructurales; el Zn se une a un complejo tetraédrico con cuatro cisteínas tomando una disposición estructural que se ha dado en llamar dedos de zinc de suma importancia, pues se han localizado en muchos receptores de membrana (Tapiero y Tew, 2003).

Determinación de los iones zinc

Método gravimétrico

El factor gravimétrico de especies de zinc debe favorecerse en función de la precipitación. A una solución de zinc se adiciona gota a gota de una solución de NaNH₄PO₄ 0.1 N hasta obtener precipitación blanca que corresponde con ZnNH₄PO₄ (Glick y Malmström, 2006).

Determinación fotométrica

La determinación se lleva a cabo por espectrofotometría de absorción atómica. Los parámetros instrumentales son los siguientes: flujo de gas: 1.8 L/min, altura del quemador: 6mm, tipo de llama: aire/acetileno, corriente de lámpara de zinc: 10mA, longitud de onda del zinc: 213.9 nm. El procedimiento implica homogenizar la muestra preservada,

tomando una alícuota de 50 mL y aforando a un volumen de 100 mL. Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado y perlas de ebullición para realizar una digestión ácida y eliminar interferentes orgánicos; evaporar hasta un volumen mínimo, 20 o 15 mL de solución aproximadamente. Dejar enfriar la muestra y almacenar para posterior lectura bajo las siguientes condiciones del equipo (Ghaedi, Shokrollahi, Niknam, Niknam, y Skylark, 2009).

Tratamiento de residuos de zinc

Con base en los residuos obtenidos de diferentes prácticas se puede tratar el residuo de dos formas: la primera, estabilizar el hidróxido de zinc y la segunda, estabilizando el ZnS. En el primer caso, el Zn(OH)₂ puede ser utilizado en posteriores prácticas de ácidos y bases de Pearson. En el segundo caso, el ZnS puede ser utilizado como semiconductor. Para favorecer la precipitación del hidróxido del metal es necesario obtener [Zn(OH)₄]²⁻. Si se neutraliza un acuácido, se disocian más moléculas de agua combinadas en forma compleja, precipitando finalmente el hidróxido metálico insoluble como un gel muy hidratado. Por lo tanto, es necesario aumentar el pH de la solución de zinc, estabilizando los siguientes compuestos de forma sucesiva: $[Zn(H_2O)_4]^{2+} \rightarrow [Zn(OH)(H_2O)_3] \rightarrow$ $[Zn(OH)_2(H_2O)_2] \rightarrow [Zn(OH)_3(H_2O)]^2 \rightarrow [Zn(OH)_4]^2$. El procedimiento implica tomar 10 mL del residuo y adicionar NaOH 0.1 N gota a gota agitando. La solución inicialmente se mantiene transparente, porque se forma el ion Zn(OH)⁺. Al continuar la adición de hidróxido sódico 0.1 N se precipitará el Zn(OH)₂. Finalmente se aumenta la concentración de la base a 2 N favoreciendo la precipitación de [Zn(OH)₄]².

En el caso de ZnS, el ion zinc forma numerosos precipitados insolubles. De estos el sulfuro es menos soluble. Al precipitar en solución alcalina, el ZnS queda en solución ligeramente coloidal o por lo menos precipita de forma viscosa difícil de filtrar. Al adicionar iones NH₄⁺ se pueden flocular las soluciones coloidales. Es conveniente precipitar el ZnS en soluciones reguladas alrededor de pH= 2.5. Por lo tanto, es necesario tomar 10 mL del residuo, adicionar tioacetamida al 2% hasta precipitación, asistiendo con una solución de HCl 0.1 N hasta pH 2.5; finalmente filtrar y secar a 110 °C en estufa. Después calcinar la muestra a 500 °C para eliminación de materia orgánica

2.5.7. Residuo de aluminio (Rotulado IIIF)

Riesgos para la salud

El aluminio es el metal más ampliamente distribuido en el medio ambiente y se utiliza ampliamente en la vida cotidiana moderna. El aluminio ingresa al cuerpo del medio ambiente, la dieta y la medicación. Sin embargo, no existe un papel fisiológico conocido para el aluminio dentro del cuerpo y, por lo tanto, este metal puede producir efectos fisiológicos adversos. El impacto del aluminio en los tejidos neurales es importante, así como en los tejidos extraneurales. Altos niveles de aluminio conllevan a neuropatologías incluyendo cambios estructurales, bioquímicos y neurocomportamentales. El impacto del aluminio en el sistema musculoesquelético, sistema respiratorio, sistema cardiovascular, sistema hepatobiliar, sistema endocrino, sistema urinario y sistema reproductivo es importante. El aluminio es un elemento de gran importancia comercial y su uso supera la de todos los metales excepto el hierro. Su aislamiento es a partir de minerales de aluminosilicatos ampliamente disponibles, la bauxita y la criolita son las principales menas en el proceso de extracción. El aluminio se acumula en las plantas y causa problemas de salud para quienes las consumen. Concentraciones altas en fuentes hídricas disminuye el número de peces y anfibios debido a las reacciones de los iones aluminio con las proteínas en las branquias de los peces y las ranas. Las consecuencias para las aves que consumen peces contaminados son el adelgazamiento del cascarón y polluelos de bajo peso. El aluminio reacciona con fosfatos, lo cual disminuye la concentración normal en medios acuíferos (Nayak, 2002).

Determinación de iones de aluminio

Método gravimétrico

Se precipita el aluminio como hidróxido de aluminio, con solución de amoníaco, en presencia de cloruro de amonio. El precipitado gelatinoso se lava, se transforma en oxido por calcinación y se pesa Al₂O₃. Se toman 100 mL de muestra y se pasa a un vaso de precipitados de 500 mL, provisto de un vidrio reloj y una varilla agitadora, disolver en 200 mL de agua, agregar 5 g de cloruro de amonio y unas gotas de indicador rojo de metilo. Calentar a ebullición, agregar gota a gota una solución diluida de amoníaco concentrado, hasta que el color de la solución vire a amarillo nítido. Hervir la solución durante uno a dos minutos y

filtrar con papel cuantitativo; lavar el precipitado con solución caliente de nitrato o cloruro de amonio 2%, que se neutraliza previamente con solución de amoniaco al rojo de metilo. Colorar el papel filtro con el precipitado en un crisol, secar, carbonizar y calcinar durante 10-15 min, con mechero a alta temperatura, se deja enfriar el crisol en un desecador y se pesa. Calcinar a peso constante y calcular el porcentaje de aluminio en la muestra analizada. El factor para pasar de Al₂O₃ a Al es 0.52913.

Método fotométrico

La determinación en muestras de agua se realiza a partir de la coloración con eriocromocianina-R ($C_{23}H_{15}Na_3O_9S$). Cuando el colorante se encuentra a pH 2.5 aproximadamente, es capaz de formar un complejo con el aluminio, el cual es estable a pH cercano a siete y para esto, se estabiliza con una solución reguladora de acetato de amonio. Esto da una coloración rojo-violeta, la cual se utiliza para la detección del metal y presenta un máximo de absorbancia a 535 nm. Para la determinación del aluminio, la solución ácida del colorante (pH 2.5) se añade la muestra previamente acidificada con HCl a igual pH, y elevar inmediatamente el pH hasta 6.5 por adición de la solución reguladora de acetato de amonio, la formación del color tarda alrededor de los diez minutos, resultando el tiempo óptimo para la medida. Elaborar curvas patrón con una muestra de concentración conocida de aluminio, desde 1 hasta 5 ppm de Aluminio (Searle, Daly y Bureau, 1977) (Gonzáles y Hernández, n.d.)

Tratamiento de residuos de aluminio

Un compuesto estable e insoluble en disolución acuosa es el hidróxido de aluminio. Para favorecer la formación de Al(OH)₃ se utiliza hidróxido de sodio 0.1 N, el cual se adiciona a la solución residuo de Al³⁺ hasta saturación. El precipitado blanco insoluble es filtrado al vacío y etiquetado para posteriores prácticas del laboratorio.

2.6. Tratamiento residuos grupo V

2.6.1. Residuo de potasio (Rotulado VB).

Riesgos para la salud

Los canales iónicos tienen fundamentalmente dos componentes que los caracterizan: la permeabilidad y el mecanismo de apertura y cierre; según estos dos componentes, los canales de potasio dependientes de voltaje (Kv) son aquellos que controlan el flujo de iones potasio a través de la membrana, y su mecanismo de acción se basa en la sensibilidad a la diferencia de potencial a ambos lados de ésta. En una célula en reposo, la concentración intracelular de K⁺ es mucho mayor a la exterior (155mM frente a 4mM en células musculares) lo que facilita la salida del catión K⁺ a favor de su gradiente de concentración. generando así una corriente de salida. Debido a que la membrana no es permeable a los aniones citoplasmáticos, esta difusión al exterior provoca una electropositividad externa frente a una electronegatividad interna. El cambio de potencial generado es suficiente para bloquear la difusión neta al exterior pese al gradiente de concentración existente. El potasio se encuentra en abundancia en frutas y verduras no cocinadas, especialmente en la corteza, cáscara y tallo de las plantas comestibles. La pérdida mínima de potasio al día puede ser del orden de 240 mg. Estas cantidades pueden parecer insignificantes, pero si los niveles de potasio disminuyen, las consecuencias son serias. El desequilibrio de la relación Na/K en el organismo desencadena problemas como cáncer, síntoma de fatiga crónica, dolor de cabeza, hipertensión, calambres musculares. desórdenes neurológicos, problemas respiratorios, baja estatura y alteraciones de la movilidad espermática (Aqvis y Luzhkov, 1999) (Mackninon, 2003).

Determinación de los iones potasio

Método gravimétrico

Evaporar la solución a sequedad a baño maría, en un crisol, colocar en un triángulo o una plancha de temperatura regulable. Agregar gota a gota ácido sulfúrico concentrado sobre la tapa del crisol y evaporar nuevamente a sequedad bajo campana, hasta que finalice el desprendimiento de vapores. Repetir dos veces en cantidades pequeñas, para descomponer el pirosulfato formado, calentar hasta obtener una

coloración rojo borgoña durante 15 minutos. Dejar enfriar en un desecador durante 25 minutos y pesar inmediatamente. Repetir la calcinación hasta peso constante. Estimar potasio como K_2SO_4 .

Método fotométrico

Los parámetros instrumentales para determinación de potasio utilizando absorción atómica son los siguientes: longitud de onda 766.5 nm, ancho de banda 0.5 nm, tipo de llama aire/acetileno, intervalo flujo de combustible 1.1 a 1.3 L/min y curvas de calibración de 0 a 0.8 ppm de K. En la preparación de las muestras considerar lo siguiente: preparar un volumen de muestra aproximadamente 50-100 mL en un erlenmeyer, añadir 5 mL de HNO₃ concentrado y perlas de ebullición para realizar una digestión ácida de la muestra. Evaporar hasta 1/5 parte del volumen original evitando la resequedad total; terminada la digestión, dejar enfriar la muestra a temperatura ambiente y lavar con un poco de agua destilada las paredes del erlenmeyer. Llevar la solución a un matraz de 100 mL y aforar con agua. Luego analizar la muestra por absorción atómica (Noël, Carl, Vastel y Guérin, 2008) (Gomez, 2011).

Tratamiento de residuos de potasio

Los residuos de potasio que provienen de diferentes laboratorios se encuentran en disolución como KOH. En este caso, serán neutralizados con las disoluciones ácidas obtenidas de la práctica "Reactividad de no metales frente a oxígeno y agua". Los ácidos mono y di sustituidos de fósforo y azufre son adecuados para neutralizar soluciones básicas. Es importante considerar que las sales de potasio, al contrario de las correspondientes sales sódicas, están exentas de agua de cristalización, su baja solubilidad permite la reducción de propiedades higroscópicas. En caso de recuperar el potasio como sal metálica y no recurrir a la neutralización lo ideal es estabilizar la sal de perclorato. Se adiciona al residuo una solución al 2% de ácido perclórico al 70% con respecto a la solución de potasio, obteniendo un precipitado filtrable y recuperable. Es importante mencionar que el sistema Cl-/ClO₄ posee un potencial redox menor que los sistemas Cl-/ClO₃ y Cl-/ClO⁻, por lo que el hipoclorito y clorato pueden dismutarse en cloruro y perclorato. El potencial correspondiente es 1.34 V, todas las reacciones redox del ión perclorato en solución acuosa están fuertemente inhibidas v son altamente explosivas. Razón por la cual se utiliza una solución de HClO₄ al 70 %, la cual contiene H₃OClO₄.

$$Cl^{-} + 4H_{2}O \rightleftharpoons 8e^{-} + 8H^{+} + ClO_{4}^{-}$$

Bibliografía

- Abbaspour, N.; Hurrell, R. y Kelishadi, R. (2014). Review on iron and its importance for human health. En: *Journal of research in medical sciences: the official journal of Isfahan University of Medical Sciences*, 19(2). pp. 164–174.
- Aghdassi E. et al. (2003). Antioxidant Vitamin Supplementation in Crohn's Disease Decreases Oxidative Stress a Randomized Controlled Trial. In: *The American Journal of Gastroenterology*, Vol. 98, No. 2. pp. 348–53. DOI: 10.1111/j.1572-0241.2003.07226.x
- Andrew, D.; Lenore, S. y Arnold, E. (1995). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. Washington, United States: American Public Health Association
- Araújo, A. N.; Costa, C.; Lima, J. L. & Reisb Boaventura, F. (1998). Sequential injection system in flame atomic absorption spectrometry for the determination of calcium and magnesium in mineral waters. En: *Analytica Chimica Acta*. Vol. 358, No. 2. pp. 111-119.
- Äqvist, J. y Luzhkov, V. (2000). Ion permeation mechanism of the potassium channel. En: *Nature*, Vol. 404, pp. 881-884.
- Astuto, M. et al. (2014). Argiria Generalizada Secundaria a Sulfadiazina de Plata Tópica. En: *Dermatología Argentina*, Vol. 20, No.5. pp. 335–338.
- Bakbak, S.; Incarvito, D.; Rheingold, L. & Rabinovich, D. (2002). Synthesis and Characterization of Novel Mononuclear Cadmium Thiolate Complexes in a Sulfur-Rich Environment. In: *Inorganic Chemestry*, Vol. 41, No. 4, pp. 998-1001.
- Bello González, N. I. y Urbáez, S. (2012). Manejo y disposición final de desechos de mercurio en clínicas odontológicas públicas del estado Monagas. En: *Revista Científica UDO Agrícola* Vol. 12, No. 2, pp. 497-503.
- Bowman, B.; Kwakye Gunnar, F. y Herrero Hernández, E. (2011). Role of manganese in neurodegenerative diseases. En: *Journal of Trace Elements in Medicine and Biology*, Volume 25, No. 4, pp. 191-203.

- Calero, I.; Lopez, I. y Hernández, N. (1986). Determinación Espectrofotométrica de Plata por Extracción de un Par Iónico con Azul de Tionina I. En: *Anales de Ciencia*, Vol. 45. pp. 1-4.
- Carrier, J. et al. (2002). Iron Supplementation Increases Disease Activity and Vitamin E Ameliorates the Effect in Rats with Dextran Sulfate Sodium-Induced Colitis. In: *The Journal of Nutrition*, Vol. 132, No. 10. pp. 3146–50.
- Castro, F. (2014). Manual de prácticas de laboratorio, análisis instrumental I. Cuarta edición. Pereira, Colombia: Universidad Tecnológica de Pereira.
- Chandra, B.; Chandra, V. y Jha, P. (2015). Luminescence of II-VI Semiconductor Nanoparticles. En: *Solid State Phenomena*, Vol. 222, pp. 1–65.
- Cheng, J.; Poduska, B.; Morton, R. A. & Finan, M. (2011). An ABC-Type Cobalt Transport System Is Essential for Growth of Sinorhizobium melilotiat Trace Metal Concentrations. En: *Journal of Bacteriology*, Vol. 193, No. 17, pp. 4405-4416. DOI: 10.1128/JB.05045-11
- Christian, Gary. 2009. Química Analítica. México. McGraw-Hill.
- Day, R. y Underwood, A. (1989). *Química Analítica Cuantitátiva*. D. F., México: Prentice Hall Panamericana.
- Departamento de Salud y Servicios Humanos. (1990). Resumen de Salud Pública: Plata, Dermatology Online Journal. Recuperado de: https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es phs146.pdf
- Desai, V. y Kaler, S. G. (2008). Role of copper in human neurological disorders. En: *The American Journal of Clinical Nutrition*, Vol. 88, Issue 3. pp. 855S–858S. DOI: https://doi.org/10.1093/ajcn/88.3.855S
- Doldán, O. (2006). Transtornos del equilibrio ácido-base. En: *Pediatr*, Vol. 33, No. 1. pp. 32-41.
- Gómez, D. (2011). Validación de la metodología por el método estándar 3111ª-absorcion atómica para el análisis de metales pesados en muestras de aguas y aguas residuales. (Tesis de pregrado). Universidad Tecnológica de Pereira. Pereira, Colombia.

- Glick, D. y Malmström, B. G. (2006). Determination of Zinc in Biological Materials. En: *Methods of Biochemical Analysis*, Vol. 3, pp. 327-352.
- Ghaedi, M.; Shokrollahi, A.; Niknam, K.; Niknam, E. & Soylak, M. (2009). Development of efficient method for preconcentration and determination of copper, nickel, zinc and iron ions in environmental samples by combination of cloud point extraction and flame atomic absorption spectrometry. In: *Central European Journal of Chemistry*, Vol. 7 No. 1, pp. 148-150.
- Gonzáles, M. E. y Hernández, C. (1991). Determinación de aluminio en el agua potable de Valencia y localidades cercanas. España: Universidad de Carabobo.
- Gunnar, N. (2001). Metales: propiedades, químicas y toxicidad, productos químicos. En: Organización Internacional del Trabajo (Ed.). *Enciclopedia de salud y seguridad en el trabajo*. (pp. 1-75). Madrid, España: Chantal Dufresne.
- Harris, D. (2006). Análisis Químico Cuantitativo. Madrid, España: Reverté.
- Hernandez, M.; Sanchez, C. y Lopez, C. (1980). Determinación Espectrofotométrica de Cobalto Como TTHA-Co (III). En: *Anales de la Universidad de Murcia (Ciencias)*, Vol. 34. pp. 263-267.
- Huheey, J. y Séller, R. (1997). *Química Inórganica, principios de estructura y reactividad*. D. F., México: Harla.
- Hullavarad, N.; Hullavarad, S. y Karulkar, P. (2008). Cadmium Sulphide (CdS) Nanotechnology: Synthesis and Applications. En: *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 8, No. 7. pp. 3272-3299.
- Hruza, G. y Avram, M. (2013). Laserterapia. Barcelona, España. Elsevier.
- Instituto Ecuatoriano de Normalización–INEN. (2013). Calidad del agua. Determinación de cadmio por espectrometría de absorción atómica. (IDT). Ecuador.
- Instituto de Hidrología Meteorología y Estudios Ambientales-EAM. (2004). Determinación de Metales Pesados Totales con Digestión Ácida y Solubles Lectura Directa por Espectofotometría de

- Absorción Atómica. *En: Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales*. pp. 1–16.
- Khan, M.; Bouet, G.; Tanveer, R. & Ahmed, R. (1999). Stability constants of thiocyanato complexes of cobalt(II), nickel(II) and copper(II) in methanol. In: *J Inorg Biochem*, Vol, 75, No, 2. pp. 79-83.
- Konrad, M.; Schlingmann, P. y Gudermann, T. (2003). Insights into the molecular nature of magnesium homeostasis. En: *American Journal of Physiology-Renal Physiology*, Vol. 286, No. 4, pp. 599-605.
- Kozlowski, et al. (2009). Copper, iron, and zinc ions homeostasis and their role in neurodegenerative disorders (metal uptake, transport, distribution and regulation). In: *Coordination Chemistry Reviews*, Vol. 253, pp. 2665-2685.
- Laitinen, H. y Harris, W. (1982). *Análisis Químico*. Barcelona, España: Reverté.
- Loayza, J. (2007). Gestión integral de residuos químicos peligrosos. En: *Revista de la Sociedad química del Perú*, Vol. 4. pp. 259–60.
- López De Alba, P. L.; López Martínez, L. y Hernández Amador, J. (1999). Determinación espectrofotométrica de cobre en formulaciones médicas, salvado de trigo y aguas potables. En: *Bol. Soc. Chil. Quím.*, Vol. 44, No. 4, pp. 469-477. DOI: http://dx.doi.org/10.4067/S0366-16441999000400011
- Mackninon, R. (2003). Potassium channels. In: *Febs letters*, Vol. 555. pp. 62-65.
- Nayak, P. (2002). Aluminum: Impacts and Disease. In: *Environmental Research*, Vol. 89. pp. 101-115.
- Noël, L.; Carl, M.; Vastela, Ch. & Guérina, T. (2008). Determination of sodium, potassium, calcium and magnesium content in milk products by flame atomic absorption spectrometry (FAAS): A joint ISO/IDF collaborative study. In: *International Dairy Journal*. Vol. 18, pp. 899-904.
- Oldenburg B. et al. (2001). Iron and Inflammatory Bowel Disease. In: *Alimentary Pharmacology and Therapeutics*, Vol. 15, No. 4. pp. 429–38.

- Okamoto, S. y Eltis, L. (2011). The biological occurrence and trafficking of cobalt. En: *Metallomics*, Vol. 3 No. 10, pp. 963-970.
- Ospina, G.; Garcia, J. y Martínez, P. (2010). *Gravimetría y Volumetría, Fundamentación Experimental en Química Analítica*. Colombia: Elizcom.
- Prasa, A. S. (2009). Impact of the Discovery of Human Zinc Deficiency on Health. In: *Journal of the American College of Nutrition*, Vol. 28, pp. 257-265.
- Prohaska, JR. (2008). Role of copper transporters in copper homeostasis, In: *Am J Clin Nutr*, Vol. 88, No. 3. pp. 826-829.
- Ratte, H. (1999). Bioaccumulation and toxicity of silver compounds: A review. In: *Environmental Toxicology and Chemistry*, Vol. 18, No. 1, pp. 89–108.
- Riaño, N. (2007). *Fundamentos de química analítica básica*. Manizales, Colombia: Editorial Universidad de Caldas.
- Rivera Machado, P. y Valencia Herrera, J. S. (2013). Validacion de la metodologia para el análisis de mercurio en agua tratada y cruda, y estandarización del análisis de mercurio en pescados por el método de absorción atómica vapor frio para el laboratorio de análisis de aguas y alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira. (Tesis de pregrado), Universidad Tecnológica de Pereira. Pereira, Colombia.
- Rodgers, G. (1995). *Química Inorgánica, Introducción a la química de coordinación, del estado sólido y descriptiva*. Madrid, España: McGraw-Hill.
- Searle, P. L.; Daly, B. K. y Bureau, S. (1997). The determination of aluminium, iron, manganese and silicon in acid oxalate oil extracts by flame emission and atomic absorption spectrometry. En: *Geoderma*, Vol 19. pp. 1-10.
- Skoog, D.; Haller, F. y Crouch, S. (2008). *Principios de Análisis Instrumental*. D. F., México: Cengace Learning.
- Sohn, H. y Wadsworth, M. (1986). *Cinética de Los Procesos de La Metalurgia Extractiva*. D. F., México: Trillas.

- Souza, A. y Lakatos, V. (2003). Decomposição Térmica Do Bicarbonato de Sódio: Do Processo Solvay Ao Diagrama Tipo Ellingham. En: *Química Nova*, Vol. 26, No. 4. pp. 595–601.
- Smocovich, M. C. (2000). *Emergencias Químicas Provocadas por Mercurio y sus Compuestos. Su Prevención y Control.* (Tesis de Maestría). Universidad Nacional de General San Martín. San Martín, Argentina.
- Tapiero, H. y Tew, K. D. (2003). Review, Trace elements in human physiology and pathology: zinc and metallothioneins. En: *Biomedicine & Pharmacotherapy*, Vol.57. pp. 399-411.
- Vinasco, C. (2011). Documentacion para la determinacion de Ag, As, Cd, Cr, Pb y Hg en aguas residuales, pulpas de frutas y sulfato de aluminio por espectroscopia de absorción atómica en el laboratorio de aguas y alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira. (Tesis de pregrado). Universidad Tecnológica de Pereira. Pereira, Colombia.
- Valdivia, M. (2005). Intoxicación por Plomo. En: *Revista de la Sociedad Peruana de Medicina Internam*, Vol. 18, No.1. pp. 22-27.
- Vogel, A. (1960). Química Analítica Cuantitativa. Argentina: Kapelusz.
- Walton, H. y Reyes, J. (1983). *Análisis Químico e Instrumental Moderno*. Barcelona, España: Reverté.
- Yardim, M.; Budinova T.; Ekinci, E.; Petrov, N.; Razvigorova, M. & Minkova, V. (2003). Removal of mercury (II) from aqueous solution by activated carbon obtained from furfural. In: *Chemosphere*, Vol.52, No. 5. pp 835-841.
- Zárate, R. (2007). Estudio Termodinámico de Lixiviación de un Concentrado de Galena a Elevada Presión y Temperatura con Ácido Nítrico. (Tesis de maestria). Instituto Politecnico Nacional. D. F., México.

Acerca de los autores

About the authors

Yenny Patricia Avila Torres

Tecnólogo Químico (Universidad Tecnológica de Pereira), Químico (Universidad del Ouindío), Maestría y Doctorado en Ciencia e Ingeniería de Materiales (Universidad Nacional Autónoma de México). Ha realizado estancias de investigación en el grupo de Magnetismo Molecular de la Universidad de Barcelona y en el Institute National de Champs Magnetiqués Intenses en Toulouse (Francia). Obtuvo la medalla Alfonso Caso otorgada por la UNAM a la mejor tesis doctoral en ciencia de materiales en 2013. Su línea de investigación es bioinorgánica aplicada al diseño de nuevos materiales, a partir de modelos biológicos de metaloenzimas; como lo son: manganocatalasas, oxidasas y peroxidasas. Ha publicado diferentes artículos y capítulos de libro en revistas indexadas de tipo nacional e internacional sobre temas como: química de materiales, química de coordinación, química ambiental, fotoquímica y magnetismo molecular. Miembro del comité científico de diferentes congresos tales como: congreso latinoamericano de química y congreso colombiano de electroquímica. Actualmente es la directora de la Maestría en Química Industrial desde el año 2019 en la Universidad Santiago de Cali.

Filiación institucional: Universidad Santiago de Cali, Colombia

Orcid: https://orcid.org/0000-0003-1399-7922

Correo: yennytorres@usc.edu.co

John Fernando Guateque

Químico Industrial (Universidad Tecnológica de Pereira), Maestría en Ciencias Químicas (Universidad Tecnológica de Pereira). Ha realizado estancias de investigación en la Universidad de Antioquia desarrollando técnicas analíticas usadas en la desinfección de superficies y degradación de contaminantes emergentes en el grupo de investigación en Remediación ambiental y fotocatálisis.

Joven investigador Colciencias por la Paz 2018 y Docente de ciencias naturales en educación básicas secundaria.

Filiación institucional: Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-1717-669X

Correo: jfguateque@utp.edu.co

Jhon David Pineda Lopera

Tecnólogo Químico y Químico Industrial (Universidad Tecnológica de Pereira). Su línea de investigación es en procesos químicos y tratamiento de residuos logrando apoyar diferentes empresas del Valle del Cauca como Balanceados S.A.

Filiación institucional: Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-3210-9268

Correo: jhonp@utp.edu.co

Pares Evaluadores

Peer Evaluators

Jorge Eduardo Moncayo

Investigador Asociado (I)

Orcid: https://orcid.org/0000-0001-6458-4162

Universidad Antonio Nariño

Marco Alexis Salcedo

Investigador Asociado (I)

Orcid: https://orcid.org/0000-0003-0444-703X Universidad Nacional de Colombia. Sede Palmira

Viviana Taylor Orozco

Investigador Asociado (I)

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-5369-3942 Fundación Universitaria María Cano. Sede Cali

Alexander López Orozco

Orcid: https://orcid.org/0000-0003-0068-6252

Universidad de San Buenaventura

Julián Andrés Zapata Cortés

Investigador Asociado (I)

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-8888-1521

Instituto de Química, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales,

Universidad de Antioquia

William Fredy Palta Velasco

Investigador Junior (IJ)

Orcid: https://orcid.org/ 0000-0003-1888-0416

Universidad de San Buenaventura- Cali

Marco Antonio Chaves García

Orcid: https://orcid.org/0000-0001-7226-4767

Fundación Universitaria María Cano - Sede Medellín

Carolina Sandoval Cuellar

Investigador Senior (IS)

Orcid: https://orcid.org/ 0000-0003-1576-4380

Universidad de Boyacá

Kevin Alexis García

Investigador Asociado (I)

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-8412-9156

Universidad del Valle

Clara Viviana Banguero Camacho

Investigador Junior (IJ)

Orcid: https://Orcid.org/0000-0002-4518-6799

Universidad Libre

Ricardo Tapía

Orcid: https://orcid.org/0000-0003-2750-1828

Evaluador Internacional

Universidad Autónoma del Estado de Morelos, México y Coordinador

Editorial de el Colegio de Morelos, México.

Clara Mercedes Blanco Ospina

Orcid: https://Orcid.org/0000-0002-8640-8175

Unicatólica

Margareth Mejia Genez

Orcid: https://Orcid.org/0000-0002-5142-5813

Instituto De Educación Digital Del Estado De Puebla

Jean Jader Orejarena

Orcid: https://Orcid.org/0000-0003-0401-3143 Universidad Autónoma De Puebla, México

Mauricio Guerrero Caicedo

Orcid: https://Orcid.org/0000-0001-6374-1701

Director Programa De Comunicación Universidad Icesi

Kelly Giovanna Muñoz

Orcid: https://orcid.org/0000-0001-7408-6108

UAM-XOC, México.

Julián Tamayo

Investigador Asociado (I)

Orcid: https://orcid.org/0000-0001-7243-3401 Institución Universitaria Colegios de Colombia

Ana Isabel García Muñoz

Investigador Junior (IJ)

Orcid: https://orcid.org/0000-0003-4455-4534

Universidad de Boyacá

Centro de investigación de la Cultura física (CICFI), de la Escuela

Militar de Cadetes General José María Córdova.

Marcela America Roa

Investigador Asociado (I)

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-1481-211X

Universidad de Boyacá

Jean Jader Orejarena

Orcid: https://orcid.org/0000-0003-0401-3143 Universidad Autónoma de de Puebla, México

Mildred Alexandra Vianchá Pinzón

Investigador Asociado (I)

Orcid: https://orcid.org/0000-0001-9438-8955 Corporación Universitaria Minuto de Dios

Alexander Luna Nieto

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-9297-8043

Fundación Universitaria de Popayán

Jairo Vladimir Llano Franco

Investigador Senior (IS)

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-4018-5412 Universidad Libre de Colombia Seccional Cali

Nelson Contreras Coronel

Investigador Junior (IJ)

Orcid: https://orcid.org/0000-0002-2264-8225

Universidad Tecnológica de Pereira

Distribución y Comercialización / Distribution and Marketing

Universidad Santiago de Cali
Publicaciones / Editorial USC
Bloque 7 - Piso 5
Calle 5 No. 62 - 00
Tel: (57+) (2+) 518 3000
Ext. 323 - 324 - 414

■ editor@usc.edu.co
■ publica@usc.edu.co
Cali, Valle del Cauca
Colombia

Diseño y diagramación Design and layout

Jeimy Daniela Patiño Mejía Universidad Santiago de Cali Tel. 373 45 49 - Ext. 9131 Cel. 313 721 81 87

Este libro fue diagramado utilizando la fuente tipográfica Times new roman bold para títulos en 15 puntos, Times new roman regular en 11 puntos para el cuerpo del texto. Se Terminó de imprimir en noviembre en los talleres de SAMAVA EDICIONES - POPAYÁN COLOMBIA E.U.

Fue publicado por la Facultad Ciencias Básicas de la Universidad Santiago de Cali.