

## Tratamiento de residuos inorgánicos

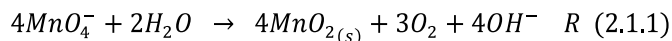
### *Inorganic waste treatment*

#### 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  $\text{KMnO}_4$  son inestables, (Harris, 2006), *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	
<p>Comburentes</p> 	<p>Sustancias o preparados que en contacto con otras sustancias especialmente las inflamables, producen una reacción fuertemente exotérmica.</p>
<p>Explosivos</p> 	<p>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.</p>
<p>Extremadamente inflamables</p>	<p>Sustancias con puntos de ignición muy bajos y gases que a condiciones de temperatura y presión específica son inflamables.</p>
<p>Fácilmente inflamables</p> 	<p>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.</p>
<p>Inflamables</p>	<p>Sustancias y preparados cuyos puntos de ignición sean bajos.</p>

<b>Propiedades Toxicológicas</b>	
<p><i>Toxicidad:</i> La propiedad que tiene una sustancia, elemento o compuesto, de causar daños en la salud humana o la muerte de un organismo vivo.</p> <p><i>Toxicidad aguda:</i> 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.</p> <p><i>Toxicidad crónica:</i> 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.</p>	
<p>Muy tóxico</p> 	<p>Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea en muy pequeña cantidad pueden provocar efectos agudos, crónicos o la muerte.</p>
<p>Tóxico</p>	<p>Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea en pequeña cantidad pueden provocar efectos agudos, crónicos o la muerte.</p>
<p>Nocivo</p>	<p>Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden provocar efectos agudos, crónicos o la muerte.</p>
<p>Irritante</p>	<p>Sustancias que en contacto breve prolongado con la piel o las mucosas generan una reacción inflamatoria.</p>
<p>Sensibilizante</p> 	<p>Sustancias o preparados que por inhalación, ingestión o penetración cutánea pueden provocar sensibilidad parcial o crónica.</p>

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

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

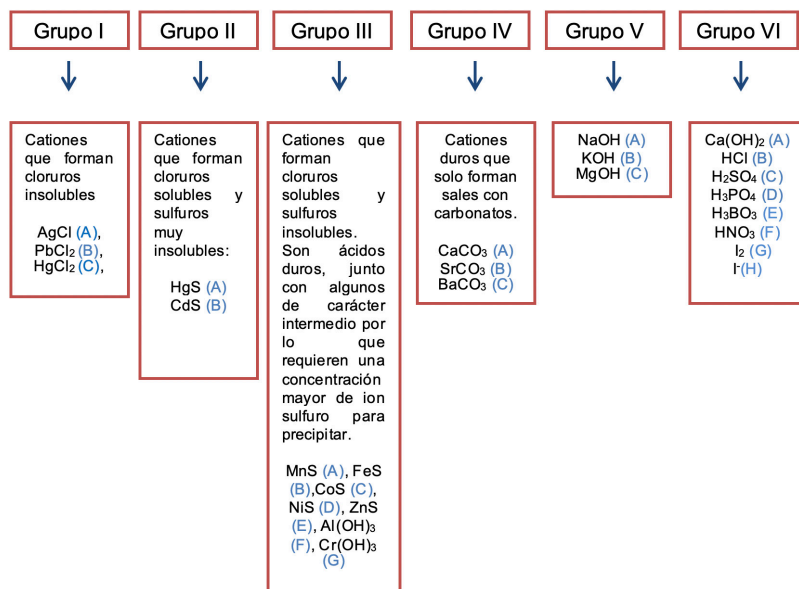
Con base en las practicas planteadas en el capítulo 1, se ha diseñado un esquema de tratamiento y cuantificación de residuos a partir de los reactivos y productos obtenidos, Tabla 2.1.2.

**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) <sub>2</sub> , Ca(OH) <sub>2</sub> , H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , SO <sub>4</sub> <sup>-</sup> .
2	CuCl <sub>2</sub> , HCl, HNO <sub>3</sub> , NaOH, Al.	CuCl <sub>2</sub> (Recristalización sin residuos), AlCl <sub>3</sub>
3	I <sub>2</sub> , KIO <sub>3</sub> , KI, HNO <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , NaClO, H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , KOH, AgNO <sub>3</sub> .	I <sub>2</sub> , KIO <sub>3</sub> , KI.
4	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , HCl, Cu, KNO <sub>3</sub> , FeSO <sub>4</sub> .	HNO <sub>3</sub> , Cu(NO) <sub>3</sub> , CuCl <sub>2</sub> , Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> , [Fe(NO)] <sup>2+</sup>
5	K <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ], K <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ], KSCN, H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , NaOH, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , NH <sub>4</sub> OH, KMnO <sub>4</sub> , NaClO, FeCl <sub>3</sub> , FeSO <sub>4</sub> , NaOH, MnO <sub>2</sub> , KClO <sub>4</sub> , KNO <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .	KMnO <sub>4</sub> , Na <sub>2</sub> FeO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , FeCl <sub>3</sub> , FeCl <sub>2</sub> , Fe <sub>4</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ], Fe <sub>3</sub> [Fe(CN) <sub>6</sub> ], Fe(OH) <sub>3</sub> , FeSCN.
6	CuSO <sub>4</sub> , Cu, Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> , BaCl <sub>2</sub> , HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , NH <sub>4</sub> OH, H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , NaOH.	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , CuSO <sub>4</sub> , Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> , BaSO <sub>4</sub> .
7	Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , AgNO <sub>3</sub> , NiCl <sub>2</sub> , PbNO <sub>3</sub> , HgCl <sub>2</sub> , MgSO <sub>4</sub> , NaI, NaF, NaOH, Na <sub>2</sub> S, SrCl <sub>2</sub> , BaCl <sub>2</sub> , HgCl <sub>2</sub> , HCl, NaOH, H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> , HNO <sub>3</sub> , K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> , NaHPO <sub>4</sub> , NaCl, AgNO <sub>3</sub> , PbSO <sub>4</sub> , ZnCl <sub>2</sub> , AlCl <sub>3</sub> , MgCl <sub>2</sub> , CdCl <sub>2</sub> , Na <sub>2</sub> S, NH <sub>4</sub> OH, NaCl.	Mg(OH) <sub>2</sub> , PbS, HgS, NaNO <sub>3</sub> , AgCl, MgF <sub>2</sub> , NaF, SrF <sub>2</sub> , NiS, Mg(OH) <sub>2</sub> , NaOH, Ba(OH) <sub>2</sub> , AgI, PbS, CdS, Mg(OH) <sub>2</sub> , Al(OH) <sub>3</sub> , PbCrO <sub>4</sub> , AgCl, ZnS, NaOH, H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> , NH <sub>4</sub> OH, NaCl.
8	HCl, NaOH, MgO, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , NaCl.	NaCl, Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , MgO.
9	HCl, NaOH, H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub> , HNO <sub>3</sub> , K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> , NaHPO <sub>4</sub> , NaCl, AgNO <sub>3</sub> , PbSO <sub>4</sub> , ZnCl <sub>2</sub> , AlCl <sub>3</sub> , MgCl <sub>2</sub> , CdCl <sub>2</sub> , Na <sub>2</sub> S, NH <sub>4</sub> OH, NaCl, K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> , H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> , CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> OH.	[Fe(CN) <sub>6</sub> ], [Ni(DMG) <sub>2</sub> ], Al(OH) <sub>3</sub> , [Cu(EDA) <sub>2</sub> ], (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , NiOH, Cu(OH) <sub>2</sub> , Cr(OH) <sub>2</sub> , NH <sub>4</sub> Cl, Na <sub>2</sub> [Zn(OH) <sub>4</sub> ]

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 Sélter, 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

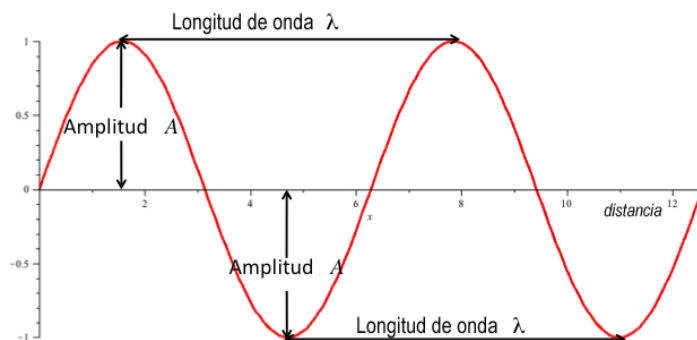
### 2.2.1. Espectrofotometría

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 ( $\lambda$ ).

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 lambda,  $\lambda$ . La frecuencia,  $\nu$ , 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 fórmula (Harris, 2006), Ecuación (2.1).

$$\nu\lambda = c \quad (2.1)$$

Donde  $c$  es la constante de la velocidad de la luz ( $2.998 \times 10^8$  m/s)



**Figura 2.2.1** Descripción del movimiento ondulatorio.

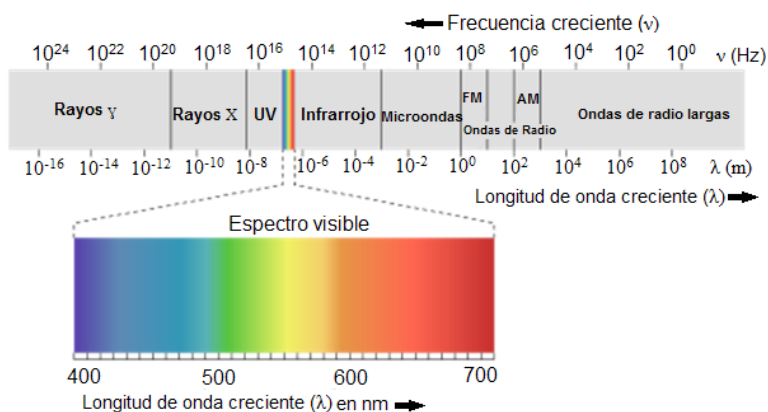
**Fuente:** Adaptación. Skoog (2015). Fundamentos de química analítica. Movimiento ondulatorio.

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)

$$E = h\nu \quad (2.2)$$

Donde h es la constante de Planck ( $6.626 \times 10^{-34}$  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):

$$A = \epsilon bc \quad \text{Ec. (2.2.3)}$$

Donde,

**A** = Absorbancia

**$\epsilon$**  = 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).

$$A = 2 - \text{Log}_{10} \%T \quad \text{Ec (2.2.4)}$$

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 ( $\mu\text{m}$ ), 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).

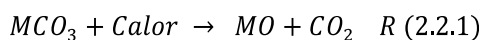
Reactivo	Agente precipitante	Reacción de generación	Analitos
Urea	$\text{OH}^-$	$\text{CO}(\text{NH}_2)_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ $\rightarrow \text{CO}_2 \uparrow + 2\text{NH}_4\text{OH}$	Al, Ga, Th, Bi, Fe, Sn
Trimetilfosfato	$\text{PO}_4^{2-}$	$(\text{CH}_3\text{O})_3\text{PO} + 3\text{H}_2\text{O}$ $\rightarrow 3\text{CH}_3\text{OH} + \text{H}_3\text{PO}_4$	Zr, Hf
Oxalato de etilo	$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ $\rightarrow 2\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	Mg, Zn, Ca
Dimetilsulfato	$\text{SO}_4^{2-}$	$(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ $\rightarrow 2\text{CH}_3\text{OH} + 2\text{H}^+ + \text{SO}_4^{2-}$	Ba, Ca, Sr, Pb
Ácido tricloroacético	$\text{CO}_3^{2-}$	$\text{Cl}_3\text{CCOOH} + 2\text{OH}^-$ $\rightarrow \text{CHCl}_3 + \text{CO}_3^{2-} + \text{H}_2\text{O}$	Ka, Ba, Ra
Tioacetamida	$\text{H}_2\text{S}$	$\text{CH}_3\text{CSNH}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ $\rightarrow \text{CH}_3\text{COO}^- + \text{H}_2\text{S} + \text{NH}_4^+$	Sb, Mo, Cu, Cd
Biacetilo + Hidroxilamina	DMG*	$\text{CH}_3\text{COCOCH}_3 + 2\text{H}_2\text{NOH}$ $\rightarrow \text{DMG} + 2\text{H}_2\text{O}$	Ni $\rightarrow$ pH básico Pd $\rightarrow$ pH ácido
8-Acetoxiquinolina	HOQ**	$\text{CH}_3\text{COOQ} + \text{H}_2\text{O}$ $\rightarrow \text{CH}_3\text{COOH} + \text{HOQ}$	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)*:



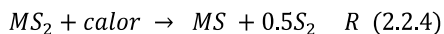
Descomposición de los sulfatos, *R (2.2.2)*:



Descomposición de los hidróxidos, *R (2.2.3)*:



Descomposición de sulfuros, *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.

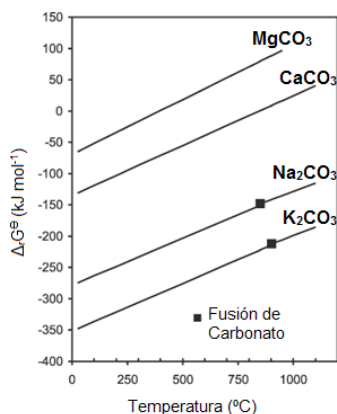
**Tabla 2.2.4.** Temperatura de Calcinación de diferentes sulfatos.

Sulfatos	Temperatura (°C)	Productos de calcinación
CdSO <sub>4</sub>	825 -850	2 CdO·CdSO <sub>4</sub>
	890	CdO
CuSO <sub>4</sub>	650-670	CuO·CuSO <sub>4</sub>
	710	CuO

Sulfatos	Temperatura (°C)	Productos de calcinación
FeSO <sub>4</sub>	650	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
HgSO <sub>4</sub>	450-500	HgO·HgSO <sub>4</sub>
	>500	2 HgO·HgSO <sub>4</sub>
PbSO <sub>4</sub>	640-700	PbO·PbSO <sub>4</sub>
		2 PbO·PbSO <sub>4</sub>
		4 PbO·PbSO <sub>4</sub>
	960	PbO
ZnSO <sub>4</sub>	700-720	ZnO·ZnSO <sub>4</sub>
	780	ZnO
Ag <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	800-900	Ag
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	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<sub>2</sub>); potencial de hidrógeno (pH), un valor bajo de pH favorece la disolución de CaCO<sub>3</sub> y un valor alto de pH favorece la precipitación de CaCO<sub>3</sub>. 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:** 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  $< 0,45 \mu\text{m}$ ) 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  $\text{Ag}^+$  libres. Por consiguiente, muchos procesos y características del agua reducen la toxicidad de la plata al detener la formación de  $\text{Ag}^+$  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 ( $\sim 1 \mu\text{g Ag}^+ / \text{L}$ ).

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  $\text{NO}_2$  y  $\text{NO}$ . 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, ( $K_{ps} = 1.8 \times 10^{-10}$ ).

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  $150^\circ \text{C}$  durante una hora, enfriar en un desecador y pesar estimando la cantidad estequiométrica de iones plata (I) en las disoluciones.

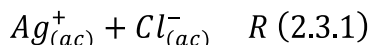
### **Método fotométrico por absorción atómica**

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  $\text{HNO}_3$  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  $\text{HNO}_3$  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  $\text{HNO}_3$  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  $\text{AgCl}$ , precipitado insoluble en disolución acuosa con un valor de  $K_{ps} = 1.8 \times$

$10^{-10}$ . 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 ciclohexanona, la fase orgánica se colorea intensamente de azul debido a la extracción del par iónico ( $AzT^*$ ,  $AgBr^{\wedge}$ ) indicando la forma monoprotónada 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):



### 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  $Pb^{2+}$  y  $Pb^{4+}$ . 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 plomo<sup>3</sup>.

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 HNO<sub>3</sub> 0.1N hasta obtener el intervalo correcto. Posteriormente para favorecer la precipitación del sólido PbS saturar la solución con Na<sub>2</sub>S 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.

---

<sup>3</sup> 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 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 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 PbSO<sub>4</sub> (Vogel, 1960).

### Método fotométrico

Adicionar al precipitado una mezcla de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>- HNO<sub>3</sub>, 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.

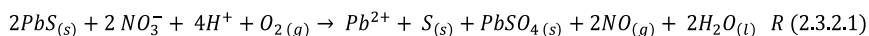
**Tabla 2.3.1.** Ciclos de secado, calcinación y limpieza en residuos de plomo.

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) ( $K_{ps}=8 \times 10^{-28}$ ). Realizar la reacción de desplazamiento a sulfato de plomo (II) ( $K_{ps}=1.6 \times 10^{-8}$ ), 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 ( $\text{HgO}$ ), en donde se transforma a una forma soluble, probablemente  $\text{Hg}^{2+}$  y de donde se retorna a la tierra con el agua de lluvia en una concentración de  $2 \times 10^{-9}$  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  $\text{HNO}_3$  concentrado y 4 mL de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado. Posteriormente agregar 15 mL de solución  $\text{KMnO}_4$  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 nm<sup>4</sup>.

### 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).

<sup>4</sup> Condiciones son estipuladas en el Boletín 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/m<sup>3</sup> (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 amoníaco 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  $[\text{Cd} (\text{C}_{10}\text{H}_6\text{O}_2\text{N})_2]$  (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 estándar 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 estándar 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 alícuota 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  $\text{HNO}_3$  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 frío”.

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 tioacetamida diluida en solución ácida, ya que el metal es más activo que el hidrógeno ( $E_0 = -0.4 \text{ V}$ ). En algunas ocasiones se agrega hidrocloreto 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)*



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



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  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ , disuelto en 100 mL de agua). Añadir lentamente una solución de amoníaco 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 amoníaco gota a gota, para mantener la solución en el viraje amarillo; finalmente, añadir un exceso de 5 mL de amoníaco concentrado. Dejar la solución en un lugar frío entre 4 y 24 horas.

El precipitado se pesa como fosfato amónico magnésico hexahidratado ( $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ), filtrando en un crisol, lavado previamente con alcohol y éter. Se lava el filtrado con pequeñas porciones de solución de amoníaco 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  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  (Vogel, 1960). Si el residuo se encuentra como  $\text{MgCl}_2$  o  $\text{MgSO}_4$  precipitar con NaOH (precipitado blanco), con  $\text{NH}_3$  (precipitado blanco, pero la

precipitación no es completa), con  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y después con  $\text{NH}_3$  (no hay precipitado), con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (precipitado blanco de hidroxicarbonato), con  $\text{NH}_4\text{Cl} + (\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  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  $\text{OH}^-$  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  $[\text{Mg}(\text{H}_2\text{O})_n]^{2+}$ .



### **2.5.2. Residuo de cobalto. (Rotulado IIC)**

#### **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  $[\text{Co}(\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2)]$  (Vogel, 1960).

### **Determinación fotométrica por absorción atómica**

#### *Disolución del compuesto del ligante (TTHA)*

Pesar 3.961 g del ácido TTHA (ácido Trietilenotetraaminohexaacético), en un vaso de precipitados y añadir 50 mL de agua destilada. La suspensión se mantiene en agitación añadiendo 2.23 g de  $\text{NaHCO}_3$ . 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 acetato-acético con pH 4.7 y disolución de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 15% (cantidad suficiente para que su concentración aproximada final sea del 3 %) a las soluciones de cobalto (II) con concentración máxima de  $4 \times 10^{-3}$  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**

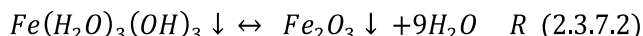
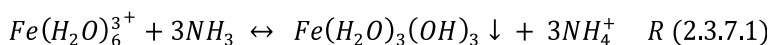
El hierro es un elemento abundante en la tierra y es un componente biológicamente esencial de cada organismo vivo. Sin embargo, a pesar de su abundancia geológica, el hierro es a menudo un limitante del crecimiento en el medio ambiente. Esta aparente paradoja se debe al hecho de que en contacto con el 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 flavina-hierro, 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 náuseas, lo que correlaciona con disminución significativa en plasma de cisteína y glutatión reducido (Oldenburg et al., 2001) (Aghdassi et al., 2003).

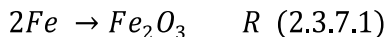
## Determinación de los iones hierro

### Método gravimétrico

El hierro se precipita en forma de óxido hidratado  $Fe_2O_3 \cdot x(H_2O)$ . Como reactivo precipitante se utiliza el  $NH_4OH$  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  $NH_4NO_3$ . La calcinación se hará a temperaturas comprendidas entre  $800^\circ$  y  $1000^\circ$  C, obteniendo como producto final  $Fe_2O_3$  (Ospina, García y Martínez, 2010). Las reacciones implicadas son, R (2.3.7.1) y R (2.3.7.2):



La concentración de hierro en la muestra se determina a partir de la masa de  $Fe_2O_3$  originada y de la relación estequiométrica entre Fe y  $Fe_2O_3$ , a partir del siguiente factor gravimétrico, R (2.3.7.1).



$$\frac{\text{moles } \mathbf{E}}{2} = \text{moles } \mathbf{E}_2O_3$$

$$(\text{masa})_{\mathbf{E}} = (\text{masa})_{\mathbf{E}_2O_3} \frac{2(P_{\mathbf{E}})}{(P_{mol})_{\mathbf{E}_2O_3}} = (\text{masa})_{\mathbf{E}_2O_3} \times (\text{factor gravimétrico})$$

Sin embargo, dado que las sales de hierro son altamente inestables a la oxidación, se suele preparar una sal divalente como  $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ . 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  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$  (0.0100 mg/mL), solución de hidrocloreuro de hidroxilamina (5.0 g de  $H_2NOHHCl$  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:  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{FeS}$ ,  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ ,  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Es necesario reconocer su comportamiento en disolución.  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  es un sólido blanco, generalmente algo verdoso, el cual pasa rápidamente a  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  en disolución.  $\text{FeS}$  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 ( $\text{pK}_a = 2.2$ ). Estos son débiles agentes oxidantes, igual que el aluminio, el hierro (III) forma alumbres con metales monovalentes, como es el caso de  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ . 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  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  por acción del amoníaco, 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  $\text{HCl}$  6M con respecto a la cantidad de residuo, posteriormente se agita y se adiciona 1% de una solución de  $\text{HNO}_3$  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  $\text{FeS}$ .

## **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:  $Mn^{2+}$ ,  $Mn^{4+}$ ,  $Mn^{6+}$  y  $Mn^{7+}$ . 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,  $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$ , 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  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ . 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  $\text{MnNH}_4\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (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 reloj. 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  $Mn^{7+}$  (permanganato). El ion permanganato  $MnO_4^-$  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  $Mn^{7+}$ .

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.

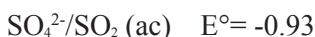
**Tabla 2.5.4.1.** Reacciones del Manganeseo.

$MnO_4^- + e^- \leftrightarrow MnO_4^{2-}$	+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

$SO_3 + H_2O \leftrightarrow H_2SO_{4(ac)}$
$H_2SO_{4(ac)} + H_2O_{(l)} \leftrightarrow H_2SO_4^-_{(ac)} + H_3O^+_{(ac)}$
$HSO_4^-_{(ac)} + H_2O_{(l)} \leftrightarrow SO_4^{2-}_{(ac)} + H_3O^+_{(ac)}$

**Fuente:** elaboración propia.

En una disolución con diferentes especies de manganeseo, 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 manganeseo esperadas:



## 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 cardíaca 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,  $8 \times 10^{-3}$  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  $20 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ . 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  $\text{CuCl}_2$  a partir de este mismo reactivo. En éste caso, es necesario coleccionar 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  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 N, concentrar la solución por evaporación y cristalizar el producto como  $\text{CuSO}_4$  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  $\text{NaNH}_4\text{PO}_4$  0.1 N hasta obtener precipitación blanca que corresponde con  $\text{ZnNH}_4\text{PO}_4$  (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  $\text{Zn(OH)}_2$  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  $[\text{Zn(OH)}_4]^{2-}$ . 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:  $[\text{Zn(H}_2\text{O)}_4]^{2+} \rightarrow [\text{Zn(OH)(H}_2\text{O)}_3] \rightarrow [\text{Zn(OH)}_2(\text{H}_2\text{O)}_2] \rightarrow [\text{Zn(OH)}_3(\text{H}_2\text{O})]^- \rightarrow [\text{Zn(OH)}_4]^{2-}$ . 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  $\text{Zn(OH)}^+$ . Al continuar la adición de hidróxido sódico 0.1 N se precipitará el  $\text{Zn(OH)}_2$ . Finalmente se aumenta la concentración de la base a 2 N favoreciendo la precipitación de  $[\text{Zn(OH)}_4]^{2-}$ .

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  $\text{NH}_4^+$  se pueden flocular las soluciones coloidales. Es conveniente precipitar el ZnS en soluciones reguladas alrededor de  $\text{pH} = 2.5$ . 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  $\text{pH} 2.5$ ; finalmente filtrar y secar a  $110^\circ\text{C}$  en estufa. Después calcinar la muestra a  $500^\circ\text{C}$  para eliminación de materia orgánica



## **2.5.7. Residuo de aluminio (Rotulado III F)**

### **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 óxido por calcinación y se pesa  $Al_2O_3$ . 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  $Al_2O_3$  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) (González 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  $Al^{3+}$  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 piro sulfato 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  $HNO_3$  concentrado y perlas de ebullición para realizar una digestión ácida de la muestra. Evaporar hasta 1/5 parte del volumen original evitando la resequeidad 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  $Cl^-/ClO_4^-$  posee un potencial redox menor que los sistemas  $Cl^-/ClO_3^-$  y  $Cl^-/ClO_2^-$ , 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 y son altamente explosivas. Razón por la cual se utiliza una solución de  $HClO_4$  al 70 %, la cual contiene  $H_3OClO_4$ .



## 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. & Reis 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.
- Åqvist, 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 Chemistry*, 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 meliloti* at 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 Cuantitativa*. 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](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 3111<sup>a</sup>-absorción 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.
- González, 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 Sèller, R. (1997). *Química Inorgánica, 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 Espectrofotometría 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.
- Kozłowski, 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>
- Mackinnon, 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). *Validación de la metodología 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 frío 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: Cengage 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 maestría). Instituto Politecnico Nacional. D. F., México.