

67  
24.



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTITLAN**

**METODOS DE SEPARACION PARA EL ANALISIS  
QUIMICO Y EL DESARROLLO TECNOLOGICO.  
" TRATAMIENTO DE RESIDUOS ACIDOS DE  
CROMO, GENERADOS EN EL LABORATORIO  
DOCENTE DE QUIMICA ANALITICA DE  
F. E. S. - CUAUTITLAN "**

**EL INFORME DE SERVICIO  
SOCIAL / TITULACION  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
QUIMICA FARMACEUTICA BIOLOGA  
P R E S E N T A :  
MARTHA ELBA SALGADO COLUNGA**

**ASESORA DE TESIS: Q. F. B. ELIA GRANADOS ENRIQUEZ**

**CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MEX.**

**1997**

**TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN  
UNIDAD DE LA ADMINISTRACIÓN ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

UNAM  
FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLÁN



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

DR. JAIME KELLER TORRES  
DIRECTOR DE LA F.E.S.-CUAUTITLÁN  
P R E S E N T E .

ATN: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos  
Jefe del Departamento de Exámenes  
Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el Informe de Servicio Social: Métodos de Separación para el Análisis Químico y el Desarrollo Tecnológico. "Tratamiento de Residuos Ácidos de Cromo, generados en el laboratorio docente de Química Analítica de F.E.S. - Cuautitlán"

que presenta la presente: Reclia Riba Salgado Colunga  
con número de cuenta: 0436976-3 para obtener el TÍTULO de:  
Química Farmacéutica-Biología.

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXÁMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .  
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPÍRITU"  
Cuautitlán Izcalli, Edo. de Méx. a 29 de Abril de 1997.

PRESIDENTE	<u>G.M. Cecilia González Ibarra</u>	<i>[Firma]</i> <u>29/4/97</u>
VOCAL	<u>G.F.R. Dolia Reyes Jaramillo</u>	<i>[Firma]</i> <u>29/4/97</u>
SECRETARIO	<u>G.F.R. Risa Gracielas Encinas</u>	<i>[Firma]</i> <u>29-4-97</u>
1er. SUPLENTE	<u>G. Sonia Rincón Arco</u>	<i>[Firma]</i> <u>29/04/97</u>
2do. SUPLENTE	<u>J.A. Matludidad Monagas Herrera</u>	<i>[Firma]</i> <u>29/4/97</u>

## *AGRADECIMIENTOS*

*A Dios:*

*Gracias por darme la palabra oportuna, la sonrisa y el pensamiento generoso a través de las personas que aprecio y quiero.*

*Por permitirme demostrar lo útil que puedo llegar a ser, por que no es necesaria otra vida para una transformación, por procurar ser Hoy lo que deseo seguir siendo después de la muerte.*

*Por la comunión que existe entre los dos; que se asiste con la lucha día a día para llegar a ser mejor.*

*Y que me ayudes para mantener el optimismo, la reflexión, la paciencia y la alegría indispensables para vivir.*

*Gracias a ti Señor.*

*A mi Madre:*

*Gracias "Corazón" por ser invaluable en tus enseñanzas que han contribuido a que logremos juntas esta anhelada meta.*

*Por que durante mi existencia has cimentado con tu amor, sin condiciones o límites, esa luz interior que es la fe a uno mismo, para cumplir con cabalidad mis obligaciones.*

*Te ofrezco este humilde reconocimiento a tus desvelos y comprensión, tu primer proyecto de vida..*

*A mi Abuela:(\*)*

*Aunque materialmente ya no estes, estoy convencida que tu espíritu permanece aquí; Gracias por no habernos desamparado en los momentos que más te necesitábamos, donde estés que tengas mucha luz, y espero que esta meta la hagas también tuya; ya que fuiste el primer vértice de la pirámide de mi vida..*

*A la U.N.A.M.:*

*Por que a través de ti logramos la superación que nos conlleva al TRJUNFO.*

*A mis Profesoras(es):*

*Por enseñarme cosas útiles y provechosas, que hasta el día de hoy me han ayudado para crecer; observando en todos sin excepción la entrega a su profesión, sin considerar muchas veces el tiempo, cansancio o penas, construyendo bases sólidas en todos nosotros para el bien.*

*A la Q.F.B. Elia Granados:*

*Gracias, por permitirme ser un miembro más de su equipo, por considerar siempre al alumno, por estar dispuesta a escuchar, sin pensar, que no dejan de ser importantes los problemas de los demás y sobre todo por estar dispuesta a ayudar, todas estas cualidades la hacen ser una valiosa persona para los que la rodean.*

*A los profesores de la F.E.S.-CUAUTITLÁN:*

*Q.M. Cecilia González I., Q. Sonia Rincón A., Q.F.B. Delia Reyes, Q.F.B. José de Jesús Pérez, I.Q. Francisco García, I.Q. Enrique Ocaña y pl. Q. Fernando Nonato; la disposición, apoyo y sabias aportaciones para el mejoramiento de mi trabajo. Así como la motivación que me brindaron.*

*Agradezco también a los Q.F.B.'s: Patricia Campos, Maricela Noé, René Damian al Q.B.P. Antonio Sánchez; a los Pfi Susana Mendoza, Víctor M. Zendejas y a la M.V.Z. Mercedes Salgado, su valiosa amistad y apoyo durante la carrera.*

*A la Sección de Química Analítica:*

*Por todas las facilidades brindadas para la realización de esta tesis.*

## ÍNDICE

CS	INTRODUCCIÓN	1
CS	OBJETIVOS	
	Objetivo general	2
	Objetivos particulares.	2
	Objetivo social.	3
	Objetivo académico.	3
CS I.	LEGISLACIÓN AMBIENTAL EN MÉXICO.	
	I.I. Antecedentes.	4
	I.II. Reglamentos.	6
	I.III. Normas Oficiales Mexicanas.	8
	I.IV. Aplicación de los reglamentos y Normas al Laboratorio de Docencia de Química Analítica.	10
	I.IV.I. NOM -052-ECOL-93.	13
	I.IV.II. NOM -054-ECOL-93.	17
	I.IV.III. NOM-PA-CCA-031-93.	26
	I.IV.IV. NOM-001-ECOL-96.	29
CS II.	REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA DE CROMO.	
	II.I. Generalidades.	32
	II.II. Importancia biológica.	34
	II.III. Efectos tóxicos.	37
CS III.	ESPECTROFOTOMETRÍA.	
	III.I. Antecedentes.	38
	III.II. Ley de la fotometría.	43

<b>CS IV. JUSTIFICACIÓN TEÓRICA DEL TRATAMIENTO REALIZADO A LOS DESECHOS DE Cr(VI) DE LAS PRÁCTICAS DOCENTES DE QUÍMICA ANALÍTICA.</b>	<b>45</b>
<b>CS V. PARTE EXPERIMENTAL.</b>	
<b>V.I. Equipo.</b>	<b>48</b>
<b>V.II. Reactivos.</b>	<b>48</b>
<b>V.III. Soluciones.</b>	<b>49</b>
<b>V.IV. PROCEDIMIENTO.</b>	
<b>V.IV.I. Descripción del desarrollo experimental de las prácticas donde existe Cromo (VI) como parte, de la composición matricial de desecho.</b>	<b>50</b>
<b>V.IV.I.I Oxido reducción, complejos, precipitación y acidez para Análisis II Q.F.B.</b>	<b>50</b>
<b>V.IV.I.II. Práctica convencional de Electroquímica. Cuantificación de plomo (II) con Cromato mediante una curva de valoración amperométrica, para Análisis III Q.F.B.</b>	<b>51</b>
<b>V.IV.I.III. Práctica Tradicional para Análisis IV IQ.</b>	<b>52</b>
<b>V.IV.II. Tratamiento de los Residuos de Cromo(VI), generados en las prácticas de Química Analítica.</b>	<b>52</b>
<b>CS VI. DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ÓPTIMAS PARA EL TRATAMIENTO DE LOS RESIDUOS DE CROMO (VI) EN LAS PRÁCTICAS DOCENTES DE QUÍMICA ANALÍTICA.</b>	
<b>VI.I. Porcentaje y volumen de etanol.</b>	<b>55</b>
<b>VI.II. Tiempo de reposo para la reducción de Cr(VI) A Cr(III).</b>	<b>60</b>
<b>VI.III. Determinación de la cantidad de carbonato de sodio para la recuperación de Cr(III) como precipitado.</b>	<b>62</b>

CS VII.	PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN.	
	VII.I. Longitud de onda óptima.	64
CS VIII.	ESTUDIO ESTADÍSTICO DE CONFIABILIDAD DEL MÉTODO DE CUANTIFICACIÓN.	
	VIII.I. Especificidad del sistema.	65
	VIII.II. Linealidad del sistema.	69
	VIII.III. Repetibilidad.	73
	VIII.IV. Limite de detección.	74
	VIII.V. Limite de cuantificación.	75
	VIII.VI. Reproducibilidad.	78
CS IX.	DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE CROMO HEXAVALENTE EN MUESTRAS DE ESTUDIO.	
	IX.I. Aguas con residuos de Cr(VI) sin tratamiento.	80
	IX.II. Aguas con residuos tratados.	82
	IX.II.I. Residuos tratados por diferentes analistas.	85
	IX.II.III. Residuos tratados con alcohol comercial.	87
	IX.II.IV. Determinación de Cromo e Hierro por Absorción Atómica.	89
CS X.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.	95
CS XI.	EVALUACIÓN ECONÓMICA.	98
CS XII.	COMENTARIOS.	101
CS	CONCLUSIONES.	102
CS	ANEXO.	104
CS XIII.	REFERENCIAS.	107

## ABREVIATURAS

<i>NOM-ECOL.</i>	<i>Norma Ecológica.</i>
<i>CRETIB</i>	<i>Corrosivo, Reactivo, Explosivo, Tóxico, Inflamable y Biológico -Infeccioso.</i>
<i>Cr (VI)</i>	<i>Cromo hexavalente.</i>
<i>Cr (III)</i>	<i>Cromo trivalente</i>
<i>%RSD (C.V.)</i>	<i>Por ciento de Desviación Relativa o Coeficiente de Variación.</i>
<i>A.A.</i>	<i>Absorción Atómica.</i>
<i>VIS / UV</i>	<i>Visible / Ultravioleta.</i>
<i>A-I</i>	<i>Análisis I para Q.F.B.</i>
<i>A-III</i>	<i>Análisis III para Q.F.B.</i>
<i>A-IV</i>	<i>Análisis IV para ING. Q.</i>
$\lambda$	<i>Longitud de onda.</i>
<i>nm</i>	<i>nanometro.</i>
<i>ppm</i>	<i>partes por millón.</i>
$\mu\text{g}$	<i>microgramo.</i>
<i>L</i>	<i>litro.</i>

## *INTRODUCCIÓN.*

La contaminación es la degradación del ambiente producida por los desechos humanos. Actualmente el planeta sufre grandes problemas de esta índole, cuya solución requiere de considerables esfuerzos por parte de las autoridades y de los habitantes. Las principales formas de contaminación son la atmosférica, el agua, el ruido, la acumulación de residuos; estos últimos abarcan desde el nivel industrial hasta los producidos en el hogar.

A nivel local, existen emisiones de sustancias nocivas que pueden controlarse en los centros de trabajo o en los sitios en donde se generan, antes de que se dispersen ocasionando mayores daños. Cada sustancia requiere precauciones especiales, de acuerdo con su peligrosidad.

La protección del medio ambiente debe tomarse como un quehacer diario de los profesionales implicados en este campo. Actualmente existen normas jurídicas encargadas del control ambiental en los cuales se establecen, el manejo, control y valores límites en que los reactivos no ocasionen efectos dañinos, o que estos sean lo menos posible.

En el presente trabajo se trata de mostrar una de las posibles técnicas de tratamiento para los residuos de Cromo (VI) que se obtienen en docencia de la Sección de Química Analítica de la F.E.S.-Cuautitlán-U.N.A.M., como una forma de apoyo al cuidado del medio ambiente que lleva actualmente nuestra Universidad.

## *OBJETIVOS*

### **OBJETIVO GENERAL**

- Establecer un método analítico económico para el tratamiento y disposición de los residuos de Cromo (VI) en las prácticas docentes de la Sección de Química Analítica de F.E.S.- Cuautitlán.

### **OBJETIVOS PARTICULARES**

- Cuantificar el Cromo (VI) residual en diversas muestras: desecho directo, y tratado.
- Evaluar estadísticamente la técnica de tratamiento empleada para la reducción del Cromo (VI).
- Realizar un estudio de costos para la adopción del método de tratamiento en la disminución de Cromo (VI), para su posterior implementación en las prácticas docentes.

**OBJETIVO SOCIAL**

- Proponer prácticas que estén en función de la Norma Oficial vigente de contaminación ambiental, utilizando como ejemplo partes del procedimiento implementado en el tratamiento de residuos de Cromo (VI), con el fin de crear conciencia de protección ambiental en la población estudiantil que toman las asignaturas correspondientes a Química Analítica.

**OBJETIVO ACADÉMICO**

- Implementar un procedimiento para el tratamiento químico de residuos de Cromo (originados en las prácticas de docencia de Química Analítica) para incluirlo como procedimiento didáctico en el laboratorio.

## *I. LEGISLACIÓN AMBIENTAL EN MÉXICO*

### **I.1. Antecedentes**

El conocimiento de una legislación ambiental se tiene contemplada desde 1917 en la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos en el tercer párrafo del artículo 27, que concede un sustento legal a la protección de los recursos naturales<sup>1</sup>, a partir de éste, se expidieron diversas disposiciones jurídicas como son: Ley de Aguas Nacionales, Ley General de Salud, Ley general de Asentamientos Humanos por mencionar algunos reglamentos.

En 1940 se promulga un "Reglamento para establecimientos industriales o comerciales molestos, insalubres o peligrosos" el cual reglamentaba como requisito, tratar en forma adecuada a las sustancias desprendidas en forma de polvos y gases, que provinieran de industrias, comercios o establecimientos insalubres antes de ser eliminados al exterior<sup>2</sup>.

Así llegamos al año de 1971, cuando el Gobierno Federal, elaboró una reglamentación para controlar y prevenir la contaminación ambiental. De las principales medidas promulgadas, en este año es la Ley Federal para Prevención y Controlar la Contaminación Ambiental<sup>3</sup>. Dicho ordenamiento es el primer instrumento jurídico en México, promulgado para la prevención y control de los contaminantes y sus causas.

En él se considera la prevención y control de la contaminación del aire, de las aguas, suelos, así como sanciones que contemplan la aplicación de multas de diverso monto, y la posible clausura temporal o definitiva de la fuente contaminante.

Durante 1973 se crea el Código Sanitario de los Estados Unidos Mexicanos<sup>4</sup> así también el Reglamento para la Prevención y Control de la Contaminación de las Aguas, el primero contempla el saneamiento del ambiente como materia de salubridad general, el segundo se refiere al establecimiento de las medidas básicas para la contaminación del agua, sobre el control de sólidos sedimentables, grasa, aceites, materia flotante, temperatura y pH dentro de los parámetros establecidos.

Esta claro que la contaminación es un problema complejo que todavía en nuestros días sigue presentando modificaciones y evoluciones de los reglamentos que pretenden la evaluación del problema. Atendiendo al criterio anterior se establece la Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente (LGEEPA)<sup>5</sup> su función es la de determinar los criterios para la descentralización ambiental al definir los mecanismos seguidos por los 3 niveles de gobierno. Se diferencia de otras legislaciones ambientales de nivel internacional por requerir estudios de impacto ambiental, a proyectos públicos y privados; así como del posible riesgo de las actividades ocupacionales e instalaciones que se empleen.

Este nuevo ordenamiento permite a los estados y municipios prevenir y controlar la contaminación ambiental, participando en la contaminación de aguas, zonas de reserva de interés estatal o municipal y establecer sistemas de

evaluación de impacto ambiental en las materias que no sean de jurisdicción federal.

### **1.11 Reglamentos.**

La LGEEPA cuenta con 6 títulos que actualmente es el marco de protección ambiental en México, y es sustentada por 7 reglamentos jurídicos que se han promulgado (Tabla 1.2.1), así como por 79 Normas Oficiales Mexicanas correspondientes (Tabla 1.2.2). Cada título considera lo siguiente:

**PRIMERO:** Disposiciones generales.

**SEGUNDO:** Áreas naturales del territorio nacional que podrán ser materia de protección como reservas ecológicas.

**TERCERO:** Regulaciones sobre el aprovechamiento racional de los elementos naturales referentes a los efectos de la exploración y explotación de los recursos no renovables en el equilibrio ecológico.

**CUARTO:** Protección al ambiente, a través de la atmósfera, agua, suelos, actividades consideradas como riesgosas, el manejo de los materiales así como de residuos peligrosos, contaminación por ruido, energía térmica, luminosa, y olores.

**QUINTO:** Participación de la sociedad en las acciones ecológicas y los mecanismos que van desde la celebración de convenios de concentración hasta la presentación de opiniones y propuestas.

**SEXTO:** Control y seguridad, imposición de sanciones, procedimientos y recursos administrativos.

Tabla 1.2.1. Reglamentos vigentes en materia ambiental.

Reglamento para la Protección al Ambiente contra la Contaminación originada por la Emisión del Ruido <sup>6</sup> .
Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en Materia de Impacto Ambiental <sup>7</sup> .
Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente para la Prevención y Control de la Contaminación generada por Vehículos automotores que circulan por el Distrito Federal y los Municipios de su Zona Conurbada <sup>8</sup> .
Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en materia de Residuos Peligrosos <sup>9</sup> .
Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al ambiente para la Prevención y control de la Contaminación Atmosférica <sup>10</sup> .
Reglamento para el Transporte Terrestre de Materiales y Residuos Peligrosos <sup>11</sup> .
Reglamento de la Ley de Aguas Nacionales <sup>12</sup> .

TABLA 1.2.2. Normas Oficiales Mexicanas vigentes en materia ambiental (a Marzo de 1995)

MATERIA	No. de Normas
Descarga de Aguas Residuales	44
Contaminación Atmosférica	20
Residuos Peligrosos	7
Residuos Naturales	4
Ruido	4

TOTAL 79

### I.III. NORMAS OFICIALES MEXICANAS.

Las normas son resoluciones de control ejercidas específicamente en el ámbito administrativo, por prevenir decisiones emitidas por una o varias autoridades de la Administración pública, su observación es de carácter obligatorio. Para la expedición de las normas se requiere de una fundamentación técnico-científico y/o de protección al consumidor y del análisis de costo de estas mismas, en el cual se especifican los beneficios y los costos potenciales que cada norma le proporcionara a la sociedad.

Así mismo, la LGEEPA regula la expedición de Normas Oficiales Mexicanas en las que se establezcan requisitos, especificaciones, condiciones, procedimientos.

parámetros y límites permisibles que deben observarse en el desarrollo de actividades, uso y destino de bienes; que causen o puedan causar desequilibrios a los ecosistemas o al medio en general, y que además permitan uniformar principios, preceptos, políticas y estrategias de conservación y reestructuración de los recursos naturales.

Para regular la gestión de los residuos peligrosos a la fecha (Marzo de 1995), se han expedido siete Normas Oficiales Mexicanas (Tabla 1.3.1)

Tabla 1.3.1. Normas Oficiales Mexicanas para residuos peligrosos.

NOM-052-ECOL-1993	Establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso, por su toxicidad al ambiente.
NOM-053-ECOL-1993	Establece los procedimientos para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.
NOM-054-ECOL-1993	Establece los procedimientos para determinar la incompatibilidad entre dos o más residuos considerados como peligrosos por la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993.
NOM-055-ECOL-1993	Establece los requisitos que deben reunir los sitios destinados al confinamiento controlado de residuos peligrosos, excepto de los radioactivos.
NOM-056-ECOL-1993	Establece los requisitos para el diseño y construcción de las obras complementarias de un confinamiento controlado para residuos peligrosos.
NOM-057-ECOL-1993	Establece los requisitos que deben observarse en el diseño, construcción y operación de celdas de un confinamiento controlado para residuos peligrosos.
NOM-058-ECOL-1993	Establece los requisitos para la operación de un confinamiento controlado de residuos peligrosos.

#### **I.IV. APLICACIÓN DE REGLAMENTOS Y NORMAS AL LABORATORIO DE DOCENCIA DE QUÍMICA ANALÍTICA.**

Los reglamentos que se utilizan son el instrumento para el desarrollo de las disposiciones legales; la generación de residuos en los laboratorios químicos de docencia, aunque en menor escala contribuyen al deterioro ecológico. El reglamento que en este caso atañe por tipo de residuos es el de: Materia de Residuos Peligrosos<sup>9</sup> el cual tiene como finalidad establecer las obligaciones a las que están sujetos los generadores de residuos, también regula el almacenamiento, transporte, recolección, así como los sitios de confinamiento de los mismos y disposición final de estos. Destacando las siguientes atribuciones:

Al generador, le designa la responsabilidad, obligaciones y procedimientos, que tiene que cumplir por generar residuos peligrosos.

Del almacenamiento, establece la responsabilidad de las instituciones que almacenan residuos peligrosos, los trámites que tienen que realizar ante el Instituto Nacional de Ecología (INE), las condiciones mínimas de seguridad y de los programas de capacitación para el manejo.

De la disposición final la que establece, el tratamiento previo que les tienen que dar a los residuos peligrosos previos al confinamiento, programa de capacitación, sistemas de disposición final de los residuos, selección y operación de la confinación de los mismos.

Para lograr esto, a continuación se dan los criterios mínimos de seguridad e impacto ambiental que deben tomarse en cuenta al aplicar sistemas internos de manejo de residuos peligrosos.

a) Identificación de todas las posibles fuentes de generación de residuos peligrosos.

b) Determinar cuáles son factibles de reutilización con el fin de minimizar la cantidad de residuos generados.

c) Identificar cuales son residuos verdaderamente peligrosos.

d) Implementar sistemas de recolección que permitan manejar por separado cada residuo, con el fin de evitar incompatibilidad o contaminación entre ello.

e) Utilizar envases adecuados entre los que se pueden incluir los contenedores donde se manejaron las materias primas, cuidando que haya compatibilidad con el residuo y que estos sean resistentes, para evitar rompimiento o corrosión y que cierren herméticamente para evitar fugas.

f) Etiquetar cada recipiente, indicando el material que contiene, su composición clave CRETIB correspondiente y fecha.

g) En cuanto un envase esté lleno cerrarlo herméticamente, pesarlo, a notar el peso en el envase y en la bitácora de control, posteriormente enviarlo al almacén.

h) Manejar con cuidado los envases para evitar que se dañen o se derrame el residuo.

i) Determinar y adecuar áreas de capacidad suficiente para el almacenamiento de los residuos peligrosos generados.

j) Almacenar los residuos siguiendo las normas de seguridad previamente establecidas para el manejo del residuo peligroso de acuerdo a sus riesgos potenciales.

k) Llevar una bitácora mensual en la que se indique el residuo generado, la cantidad, el área que lo generó, la fecha, el responsable de control, así como el origen y destino de cada residuo.

l) En cuanto se detecten derrames o fugas, es necesario identificar de qué contenedor provienen, envasarlo y marcarlo para su identificación, aislándolo y readecuándolo par evitar mayores fugas.

m) El equipo usado en la recolección y manejo de residuos, tales como palas, cucharones, mangueras, etc. deberán ser exclusivos para cada residuo, por tal razón se deberán marcar para evitar confusión y se consideran por razones obvias como peligrosos dichos utensilios.<sup>13</sup>

Como ya hemos mencionado tratamos de dar una solución a la contaminación que se está generando a nivel de docencia y tratando de apearnos a los reglamentos que en materia de protección ambiental están vigentes, nos referiremos a las Normas Oficiales Mexicanas NOM-052-ECOL-93, NOM-054-ECOL-1993 y NOM-PA-CCA-031-93.

#### **I.IV.I. Norma Oficial Mexicana (NOM-052-ECOL-93)<sup>14</sup>**

El objetivo de esta norma es, establecer las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

Para determinar la peligrosidad o no peligrosidad de los residuos se toma como base el identificar el tipo de residuos generados; así como sus características de peligrosidad CRETIB (Corrosivo, Reactivo, Explosivo, Tóxico, Inflamable y/o Biológico- Infeccioso (se considera la primera inicial de cada una de las características para definir este criterio ).

De acuerdo al criterio de peligrosidad de un residuo se define como:

**CORROSIVIDAD:** Se considera a un residuo peligroso por su corrosividad si presenta cualquiera de las siguientes propiedades:

- En estado líquido o en solución acuosa presenta un pH sobre la escala menor o igual a 2.0, o mayor o igual a 12.5
- En estado líquido o en solución acuosa y a una temperatura de 55°C es capaz de corroer el acero al carbón (SAE 1020), a una velocidad de 6.35 milímetros o más por año.

**REACTIVIDAD:** Un residuo se considera peligroso por su reactividad si presenta cualquiera de las siguientes propiedades:

- Bajo condiciones normales (25°C y 1 atmósfera), se combina o polimeriza violentamente sin detonación.
- En condiciones normales (25°C y 1 atmósfera) cuando se pone en contacto con agua en relación (residuo-agua) de 5:1, 5:3, 5:5 reacciona violentamente formando gases, vapores o humos.

- Bajo condiciones normales cuando se ponen en contacto con soluciones de pH; ácido (HCl 1.0N) y básico (NaOH 1.0N), en relación (residuo-solución) de 5:1, 5:3, 5:5 reacciona violentamente formando vapores o humos.
- Posee en su constitución cianuros o sulfuros que cuando se exponen a condiciones de pH entre 2.0 y 12.5 puede generar gases, vapores tóxicos en cantidades mayores a 250 mg de HCN/kg de residuo o 500mg de H<sub>2</sub>S/kg de residuo.
- Es capaz de producir radicales libres.

**EXPLOSIVIDAD:** Un residuo se considera peligroso por su explosividad si presenta cualquiera de las siguientes propiedades:

- Tiene una constante de explosividad igual o mayor a la del Dinitrobenceno.
- Es capaz de producir una reacción o descomposición detonante o explosiva a 25°C y a 1.03kg/cm<sup>2</sup> de presión.

**TOXICIDAD AL AMBIENTE:** Un residuo se considera peligroso por su toxicidad al ambiente si presenta la siguiente propiedad:

- Al someterse a la prueba de extracción para toxicidad conforme a la Norma Oficial Mexicana NOM-CRP-002-ECOL/1993, el lixiviado de la muestra representativa que contenga cualquiera de los constituyentes listados en concentraciones mayores a los límites señalados.

**INFLAMABILIDAD:** Un residuo se considera peligroso por su inflamabilidad si presenta cualquiera de las siguientes propiedades:

- En solución acuosa contiene más del 24% de alcohol en volumen.
- Es líquido y tiene un punto de inflamación inferior a 60° C.
- No es líquido pero es capaz de provocar fuego por fricción, absorción de humedad o cambios químicos espontáneos (a 25° C y a 1.03Kg/cm<sup>2</sup>).
- Se trata de gases comprimidos inflamables o agentes oxidantes que estimulan la combustión.

**BIOLÓGICO-INFECCIOSAS:** Un residuo con características biológico-infecciosas se considera peligroso si presenta cualquiera de las siguientes propiedades:

- Si el residuo contiene bacterias, virus u otros microorganismos con capacidad de infección.
- Si contiene toxinas producidas por microorganismos que causan efectos nocivos a seres vivos.

La mezcla de un residuo peligroso conforme a esta norma con un residuo no peligroso será considerada residuo peligroso.

Basándonos en los criterios de esta norma hacemos una clasificación de los reactivos utilizados en las prácticas de docencia del laboratorio de Análisis II, III de Q.F.B. y IV de I.Q. de acuerdo a las características anteriormente mencionadas.

Tabla 1.4.1. Clasificación de reactivos utilizados por práctica de las Asignaturas de Análisis II, III de Q.F.B. y IV I.Q. (semestre 96-I y 97-I).

PRÁCTICA	REACTIVO	CLAVE CRETIB
Oxido-reducción, complejos, precipitación y ácidos. (Análisis II Q.F.B.)	Dicromato de potasio Ácido fosfórico Sulfato de férrico y ferroso	( T ) ( T ) ( - )
Cuantificación de plomo (II) con Cromato mediante una curva de valoración amperométrica. (Análisis III Q.F.B.)	Cromato de sodio Nitrato de Plomo Buffer de Acetatos	( T ) ( T ) ( - )
Práctica Tradicional (Análisis IV I.Q.)	Dicromato de sodio Ácido fosfórico Ácido sulfúrico Sulfato ferroso	( T ) ( T ) ( R ) ( - )

#### I.IV.II. NORMA OFICIAL MEXICANA (NOM-054-ECOL-93),<sup>15</sup>

Un punto de vital importancia dentro del manejo de los materiales peligrosos es la caracterización de los mismos, es decir, identificar exactamente su naturaleza con el fin de determinar su peligrosidad; es necesario considerar su nivel de compatibilidad con diversos materiales de naturaleza también peligrosa.

Esta norma establece el procedimiento para determinar la incompatibilidad entre dos o más residuos considerados como peligrosos por la Norma Oficial Mexicana NOM-CRP-052-93.

La Tabla 1.4.2.1. es una guía básica de combinaciones binarias de diversos grupos reactivos y de las consecuencias que se llegan a dar por dichas reacciones como la generación de calor, fuego; gases no inflamables, tóxicos, inflamables, explosiones, polimerización violenta, solubilización de sustancias tóxicas, etc.

La columna de la Tabla se refiere, en primer término a treinta y cuatro grupos de reactividad basados en sus grupos funcionales o clases químicas enumerados del 1 al 34 y posteriormente a siete grupos basados en su reactividad química que están enumerados del 101 al 107.

La hilera o fila en la parte inferior se refiere precisamente a los números de los grupos de reactividad enumerados en la columna antes mencionada, dando como consecuencia la combinación binaria de cada uno de los cuarenta y un grupos con los demás de la lista.

Combinando un grupo de reactividad que se mencione en la columna, con el número de la fila correspondiente al otro material, provee la referencia para

la localización de las consecuencias potenciales de las reacciones peligrosas y de cualquier combinación binaria de grupos de reactividad de residuos.

El resto de los cuadros de la tabla que se encuentran en blanco, indican que la combinación binaria es compatible.

Cualquier código de reactividad en los cuadros indica las reacciones de incompatibilidad potencial, que pueden resultar de la combinación de los grupos de reactividad de los residuos y que por tanto se requiere de tener especial cuidado en los siguientes aspectos:

1.- Durante el almacenamiento se deben disponer juntos materiales que sean compatibles entre sí, es decir cuya combinación accidental no ocasione reacciones peligrosas.

2.- Para materiales peligrosos que sean envasados reutilizados, se requiere que el material envasado anteriormente en dicho contenedor, si no es el mismo, por lo menos sea compatible con el material envasado en la actualidad.

Las consecuencias de reacción potencial predichas por la tabla están basadas en reacciones químicas puras, solamente a temperatura y presión ambiental.

**PROCEDIMIENTO PARA EL EMPLEO DE LA TABLA 1.4.2.1**

A) Para la combinación binaria de cualquiera de los grupos de reactividad, primero buscar el grupo en la columna.

B) Encontrar el número del segundo grupo a combinar en la fila inferior.

C) Encontrar la intersección del cuadro de reacción para los dos grupos de reactividad.

D) Anotar 1 código o códigos de reacción escritos dentro del cuadro e identificar a que consecuencia se refiere.

E) Cuando ningún código haya sido encontrado en el cuadro de reacción, los dos grupos de residuos se consideran compatibles, de lo contrario cualquier código de reacción que se encuentre anotado, implica que los residuos son incompatibles entre sí para ser mezclados o combinados.



En la Tabla 1.4.2.1. de compatibilidad de residuos peligrosos se encuentran escritos los códigos de reactividad que son los que indican que tipo de consecuencia, ya sea primaria o secundaria, contrae dicha combinación.

Los códigos de reactividad y las consecuencias se enumeran a continuación:

<i>Código de Reactividad.</i>	<i>Consecuencia</i>
<i>C</i>	Generación de calor.
<i>F</i>	Fuego.
<i>G</i>	Generación de gases no inflamables o inocuos.
<i>T</i>	Generación de gases tóxicos.
<i>Y</i>	Generación de gases inflamables.
<i>E</i>	Explosión.
<i>P</i>	Polimerización violenta.
<i>S</i>	Solubilización de sustancias tóxicas.
<i>D</i>	Reacción posiblemente peligrosa.

Por ejemplo, si dentro de un cuadro de combinación de grupos de reactividad, aparecen tres letras (C, F y E) la primera letra denota la causa inicial o consecuencia primaria peligrosa de una reacción binaria, la cuál es en este caso la generación de calor. La segunda y la tercera letras indican el resultado de consecuencias secundarias de producción de fuego y explosión primaria. En algunos casos la tercera letra del código se refiere para consecuencias terciarias

resultantes, tales como la formación de un gas tóxico de un fuego causado por la excesiva generación de calor.

Sin embargo, las posiciones relativas de las letras de los códigos de reacción múltiple dentro del cuadro, no pretenden dar la secuencia de los sucesos o consecuencias, sino más bien carecen de significancia.

A partir de la Tabla 1.4.2.1 se presenta la combinación binaria que pueden presentar los reactivos empleados en las prácticas de docencia de la Sección. Lo cual se muestra en las siguientes Tablas 1.4.2.2., 1.4.2.3.

Tabla 1.4.2.2. Reactividad de las sustancias empleadas en las prácticas de Química Analítica.

Práctica	Reactivo	Reactividad nombre del grupo
Oxido-reducción, complejos, precipitación y acidez (Análisis II Q. F. B.)	Dicromato de potasio	Metales y compuestos de metales tóxicos
	Ácido fosfórico	Ácido mineral no oxidante
	Sulfato ferroso y férrico	-----
Cuantificación de plomo (II) con Cromato mediante una curva de valoración amperométrica (Análisis III Q. F. B.)	Cromato de sodio	Metales y compuestos de metales tóxicos
	Nitrato de plomo	Metales y compuestos de metales tóxicos
	Ácido acético	Ácidos orgánicos
	Acetato de sodio	-----
Práctica Tradicional (Análisis IV I. Q.)	Dicromato de potasio	Metales y compuestos de metales tóxicos
	Ácido sulfúrico	Ácido mineral oxidante
	Ácido fosfórico	Ácido mineral no oxidante
	Sulfato ferroso	-----

Tabla 1.4.2.3. Incompatibilidad de reactivos

No.	Reactividad nombre del grupo.			
1	Ácidos minerales no oxidantes	1		
2	Ácidos minerales oxidantes.		2	
3	Ácidos orgánicos		G,C	3
24	Metales y compuestos de metales tóxicos	S	S	S

**G** Generación de gases no inflamables o inocuos.

**C** Generación de calor.

**S** Solubilización de sustancias tóxicas.

#### I.V.III. NORMA OFICIAL MEXICANA (NOM-PA-CCA-031-93).<sup>15</sup>

Esta norma se refiere a los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales provenientes de la industria, actividades agroindustriales, de servicios y el tratamiento de aguas residuales a los sistemas de drenaje y alcantarillado urbano o municipal.

Su campo de aplicación es para las descargas de aguas residuales de los sistemas de drenaje y alcantarillado urbano o municipal, provenientes de la industria, actividades agroindustriales, de servicios de reparación y

mantenimiento automotriz, gasolineras, tintorerías, revelado de fotografía y el tratamiento de aguas residuales.

Al mismo tiempo la norma da una definición de cada una de estas aguas, en particular nos interesa las aguas provenientes del sistema de alcantarillado, que dice:

"El conjunto de dispositivos y tuberías instalados con el propósito de recolectar, conducir y depositar en un lugar determinado las aguas residuales que se generan o se captan en una superficie donde hay una zona industrial, población o comunidad en general".

Las aguas residuales que se refieran a esta norma de acuerdo a las actividades anteriormente mencionadas, deben cumplir con las especificaciones que se establecen en la Tabla 1.4.3.1.

Tabla 1.4.3.1. Parámetros regulados por la NOM-PA-CCA-031-93

PARÁMETROS	LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES	
	Promedio diario	Instantáneo
Temperatura (°C)		40°C (313°K)
pH (unidades de pH)	6 a 9	6 a 9
Sólidos sedimentables (mL/L)	5	10
Grasas y aceites (mg/L)	70	140
Conductividad eléctrica (micromhos / cm)	10,000	15,000
Aluminio (mg/L)	10	20
Arsénico (mg/L)	2	4
Cadmio (mg/L)	0.5	1.0
Cianuros (mg/L)	1.0	2.0
Cobre (mg/L)	5	10
Cromo hexavalente (mg/L)	0.5	1.0
Cromo total (mg/L)	2.5	5.0
Flúor (mg/L)	30	60
Mercurio (mg/L)	0.01	0.02
Níquel (mg/L)	4	8
Plata (mg/L)	1.0	2.0
Plomo (mg/L)	1.0	2.0
Zinc (mg/L)	6	12
Fenoles (mg/L)	5	10
Sustancias activas al azul de metileno (mg/L)	30	60

Las especificaciones que se consideran de la Tabla 1.4.3. para el estudio de tratamiento realizado a los desechos a las prácticas de docencia de Química Analítica que se refieren a las especies de Cromo y pH de las mismas.

**I.IV.IV. NOM-001-ECOL-1996.<sup>16</sup>**

Al iniciarse el año se dieron nuevos lineamientos en materia ambiental, resultando tres nuevas Normas, la NOM-001- ECOL- 96, establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales vertidas a aguas y bienes nacionales. Tiene como objeto proteger su calidad y posibilitar su uso. Dicha norma no se aplica a las descargas de aguas provenientes de drenajes pluviales independientes.

Su marco de referencia es a partir de las siguientes normas: NMX-AA 003-008, 026, 0028, 029, 034, 042, 046, 051, 057, 058, 060, 064, 066, 078, y 099

La concentración de metales pesados y cianuros para las descargas de aguas residuales a aguas y bienes nacionales, no debe exceder el valor indicado como límite máximo permisible reportado en la siguiente Tabla 1.4.4.1. El rango de pH es de 5 a 10 unidades.

Tabla 1.4.4.1 Límites Máximos permisibles para metales pesados y cianuros.

PARÁMETROS (*) mg/L excepto cuando no se especifique	RÍOS						EMBALSES NATURALES Y ARTIFICIALES			
	Uso en riego agrícola (A)		Uso público urbano (B)		Protección de vida acuática (C)		Uso en riego agrícola (B)		Uso público urbano (B)	
	P.M.	P.D.	P.M.	P.D.	P.M.	P.D.	P.M.	P.D.	P.M.	P.D.
Arsénico	0.2	0.4	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.4	0.1	0.2
Cadmio	0.2	0.4	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.4	0.1	0.2
Cianuro	2.0	3.0	1.0	2.0	1.0	2.0	2.0	3.0	1.0	2.0
Cobre	4.0	6.0	4.0	6.0	4.0	6.0	4.0	6.0	4	6.0
Cromo	1	1.5	0.5	1.0	0.5	1.0	1	1.5	0.5	1.0
Mercurio	0.01	0.02	0.005	0.01	0.005	0.01	0.01	0.02	0.005	0.01
Níquel	2	4	2	4	2	4	2	4	2	4
Plomo	0.5	1	0.2	0.4	0.2	0.4	0.5	1	0.2	0.4
Zinc	10	20	10	20	10	20	.10	20	10	20

(\*) Medidos de manera total P.D.= Promedio Diario P.M.= Promedio Mensual N.A.=No es aplicable

(A), (B) y (C): Tipo de cuerpo receptor según la Ley Federal de Desechos.

Las descargas municipales tendrán como límite las fechas de cumplimiento establecidas en la Tabla 1.4.4.2. el cumplimiento es gradual y progresivo, conforme a los rangos de población. El número de habitantes corresponde al determinado en el XI Censo Nacional de Población y Vivienda, correspondiente a 1990 publicado por el Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática.

Tabla.1.4.4.2. Fechas de cumplimiento para las Normas.

DESCARGAS MUNICIPALES	
FECHA DE CUMPLIMIENTO A PARTIR DE:	RANGO DE POBLACIÓN
1 de enero de 2000	mayor de 50,000 habitantes
1 de enero de 2005	de 20,001 a 50,000 habitantes
1 de enero de 2010	de 2,501 a 20,000 habitantes

Considerando los valores de esta Norma, podemos decir que nuestros resultados se encuentran aceptables, para los residuos de Cromo.

Se menciona esta Norma, para posibles estudios a largo plazo.

## II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA DE CROMO.

### II.1. GENERALIDADES.

El cromo es un metal blanco, brillante, duro pero frágil. Se disuelve fácilmente en el HCl, con menos facilidad en  $H_2SO_4$ , y es insoluble en el  $HNO_3$ .<sup>17</sup>

El cromo es un metal que se encuentra en la naturaleza, está distribuido por toda la corteza terrestre, se utiliza en diversas actividades industriales, principalmente en Metalurgia, Galvanoplastia, en la producción de pigmentos, en el curtido del cuero, como anticorrosivo en radiadores, en pinturas, cementos y en la Química. Puede presentarse en la forma iónica con valencia, +2,+3,y +6. Las más importantes en cuanto a sus efectos sobre la salud humana, son la trivalente (+3), forma esencial para el metabolismo humano y la hexavalente (+6) que es tóxica.

La vía más propicia para el ingreso de cromo al organismo es la respiratoria, el 50% del cromo inhalado es absorbido dependiendo del tamaño de partícula, de la solubilidad y de la forma química. En el caso de los compuestos hexavalentes estos son más fácilmente absorbidos que los trivalentes, aunque en la sangre se biotransforman a trivalentes. Por vía digestiva la absorción es ineficaz ya que no se alcanza más del 6% de lo ingerido.

Los alimentos constituyen, para el hombre la fuente ambiental de cromo natural más importante. La presencia del cromo es muy variable con intervalos entre 20 y 600 $\mu\text{g}/\text{kg}$ .<sup>18</sup> Principalmente se ha encontrado este elemento en verduras, frutas y cereales dentro de límites de 20-150 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ; en recientes artículos se describe el hallazgo del cromo en plantas productoras de miel<sup>19</sup>; en bebidas<sup>20</sup> (como vino, chocolate y jugos vegetales), así también como en leches y sus derivados<sup>21,22</sup> en los cuales se tienen valores inferiores de 0.1-4  $\mu\text{g}/\text{L}$ , ya que la administración de este elemento es de 10-40 $\mu\text{g}/\text{día}$  o de 0.05 a 0.2  $\text{mg}/\text{día}$ .<sup>23</sup>

A nivel cotidiano se encuentra el cromo en accesorios de cocina, aparatos dentales y ortopédicos que presenten aleaciones con otros elementos<sup>24</sup>. El cromo se le encuentra asociado en la mayoría de las ocasiones con el Níquel para la fabricación de los objetos anteriormente mencionados.<sup>25</sup>

## II. IMPORTANCIA BIOLÓGICA.

El cromo (VI) absorbido pasa a la corriente sanguínea, se distribuye por varios órganos, principalmente el sistema retículo endoplásmico en donde se reduce a cromo (III).<sup>26</sup>

La presencia de compuestos orgánicos de cromo en el organismo humano parece tener un papel importante en numerosas reacciones enzimáticas relacionadas con la actividad tromboplástica y con la actividad de la  $\beta$ -glucuronidasa.<sup>18</sup>

Del cromo (III) se requiere aproximadamente 1  $\mu$ g diario para mantener el metabolismo de la glucosa y de los lípidos. El primer metabolismo es por la unión a la niacina formando el factor de tolerancia a la Glucosa y se encuentra en grandes concentraciones en los ácidos ribonucleicos.<sup>26</sup>

Una hipótesis que explica la acción del cromo en el organismo, es que esté actúa como cofactor de la insulina para aumentar no sólo la utilización de la glucosa sino también en el transporte de aminoácidos hacia el interior de las células de los órganos: corazón, hígado y diafragma. También se observa aumento significativo del nivel plasmático de lipoproteínas de alta densidad (HDL) y una disminución de las de baja densidad (LDL)<sup>23</sup>.

Otros órganos en los que se encuentra distribuido el cromo son el bazo y los huesos, las concentraciones detectadas en estos tejidos dependerá del tipo de compuestos y del tiempo de exposición.<sup>18</sup>

Otra posible función que tiene el cromo, es su capacidad de formar complejos estables con macromoléculas, tales como ácido ascórbico, cisteína, glutatión, la formación de estos complejos no presenta toxicidad ni genotoxicidad<sup>27</sup>.

Por último se encontró que las formas iónicas (III) y (VI) de este elemento, en pequeñas cantidades presentan interacción con los grupos fosfóricos de las moléculas DNA y con la mezcla de enlaces de cada hebra, formándose complejos Cr-DNA, que evitan la transición de B a A de la doble hélice.<sup>28</sup>

Otro daño reportado por la forma iónica Cr (VI), es que efectúa una competencia con el Hierro para unirse a la apo-transferrina; dependiendo del pH (a pH ácidos se observa menos favorecida la unión a la apo-transferrina) lo que influye en el metabolismo del Hierro (transporte) y con los parámetros relacionados, dependiendo de la cantidad de cromo que se encuentre en el medio.<sup>29</sup>

En el caso de pacientes diabéticos se ha encontrado, que en la sangre de estos; esta presente el cromo en concentraciones bajas considerándose en la mayor parte de ellos como un factor desencadenante para la ceguera y las cataratas; sin embargo no se ha estudiado a profundidad.<sup>30</sup>

En un estudio a 66 pacientes que presentaron trastorno renal crónico se encontró que la concentración del cromo en suero es menor que en personas normales, y en las hemodiálisis realizadas a estos, este elemento decreció.<sup>31</sup>

El diagnóstico de cromo, se realiza por medio de fluidos biológicos como sangre completa, suero, orina y muestras de cabello, los parámetros que se evalúan son: proteínas totales, albúmina urinaria, glucosa, lípidos, hematocrito y hemoglobina. Otras posibles muestras de diagnóstico son fluido sinovial y semen.<sup>31,32,33.</sup>

### II.III. EFECTOS TÓXICOS.

La dosis letal del cromo soluble, como puede ser cromato de potasio, dicromato de potasio o el ácido crómico, es de aproximadamente 5g. El límite de exposición al polvo metálico y a las sales de cromo de valencia 2 ó 3 es de 0.5 mg/m<sup>3</sup>. Los compuestos más solubles e insolubles de valencia 6 tienen un límite de exposición de 0.05 mg/m<sup>3</sup>, e incluyen al ácido crómico, cromatos, dicromatos, cromato de zinc y cromito mineral.

La presencia de altas concentraciones de las formas trivalentes y hexavalentes de cromo en el ambiente, durante el trabajo es dañina para la salud, ya que causan problemas de carácter local, tales como dermatitis irritativa y alérgica, corrosión del tabique nasal y de carácter general, destacan el asma bronquial, el cáncer del pulmón y daño renal.<sup>34</sup>

### *III. ESPECTROFOTOMETRÍA*

#### **III.1. Antecedentes.**

Históricamente, el termino Espectroscopia se refería a una rama de la ciencia en la que la luz o radiación visible, se descomponía en sus longitudes de onda componentes, originándose así espectros, que se usaban para estudios teóricos de la estructura de la materia o para análisis cualitativos y cuantitativos. Sin embargo, con el paso del tiempo, el significado de espectroscopia se amplió para incluir la utilización de no sólo la luz sino también otros tipos de radiación electromagnética.<sup>35</sup>

Los métodos espectrofotométricos, son aplicables a la determinación exacta de cantidades de constituyentes mucho menores que con los métodos gravimétricos o volumétricos, por tanto, muy adecuado para el análisis de trazas.

Con frecuencia es un método no destructivo de la muestra, lo que puede ser importante cuando el constituyente es muy valiosos, como sucede con ciertas sustancias bioquímicas.<sup>36</sup>

A continuación se hace un breve repaso de las propiedades fundamentales de la radiación electromagnética y de sus mecanismos de interacción con la materia que se aplican a los métodos espectrofotométricos.

La radiación electromagnética, es una clase de energía que se transmite por el espacio a enormes velocidades. Adoptando muchas formas, siendo fácilmente reconocibles la luz y el calor radiante. Otras manifestaciones menos evidentes son la radiación  $\beta$  de rayos X, ultravioleta , de microondas y de radiofrecuencias.

Las propiedades de la radiación electromagnética se describen con un modelo clásico de onda sinusoidal, que utiliza parámetros como longitud de onda, frecuencia, velocidad y amplitud. La radiación electromagnética no necesita de un medio para transmitirse, se propaga fácilmente a través del vacío.<sup>35</sup>

Las ondas electromagnéticas se transmiten por medio de un campo magnético variable, perpendicular a él, se encuentra un campo eléctrico variable.<sup>37</sup>

Ambos campos oscilan perpendicularmente a la direcci3n de la propagaci3n de la onda, como se muestra en la Fig. 3.1.

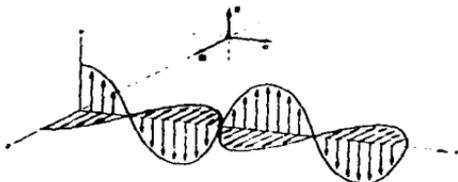


Fig. 3.1. Teor3a electromagn3tica de la luz.

Por tanto, una onda de luz no tendr3a que depender de la vibraci3n de la materia. Podr3a propagarse por la oscilaci3n de campos transversales.

Actualmente el intervalo de frecuencias del espectro electromagn3tico es muy grande; la longitud de onda ( $\lambda$ ) de la radiaci3n electromagn3tica est3 relacionada con su frecuencia ( $\nu$ ) por la ecuaci3n general:

$$\nu = c/\lambda \qquad c = \nu \lambda$$

Donde  $c$  es la velocidad de la luz ( $3 \times 10^8$  m/s ).

La longitud de onda, es la distancia en línea recta medida a lo largo de la línea de propagación, entre dos puntos que están en dos ondas adyacentes.

La frecuencia, es el número de ondas que pasan por un punto fijo en la unidad de tiempo.<sup>34</sup>

El modelo ondulatorio falla al intentar de explicar los fenómenos asociados con la absorción o la emisión de la energía radiante. Para comprender estos procesos, hay que recurrir a un modelo corpuscular en el que la radiación electromagnética se contempla como un flujo de partículas discretas o paquetes ondulatorios de energía denominados *fotoes*, en los que la energía de un fotón es proporcional a la frecuencia de la radiación.<sup>35</sup>

Planck explicó tal fenómeno relacionando la frecuencia de la radiación con la energía a través de una constante de proporcionalidad conocida como "Constante de Max Planck".

El valor numérico de esta constante es  $h=6.63 \times 10^{-27}$  erg . seg

La expresión de un cuanto es:

$$E = h\nu = hc/\lambda$$

Donde  $E$  = energía del fotón (ergios)  
 $\nu$  = frecuencia del fotón (ciclos /seg)  
 $h$  = factor de proporcionalidad llamado constante de Planck.

Este doble punto de vista de la radiación como partícula y como onda no es mutuamente excluyente, sino complementario.<sup>38,35</sup>

Cuando la radiación electromagnética viaja a través de un medio que contiene átomos, moléculas o iones, puede suceder varias cosas:

- 1) La intensidad de la energía emergente es idéntica a la intensidad de la energía incidente,
- 2) Puede haber reflexión, refracción y/o dispersión;
- 3) Puede haber absorción.

Como resultado de la absorción, las especies en solución se activan desde su menor nivel de energía (estado basal) a estados de mayor energía (estado excitado)<sup>39</sup>. Este salto de energía desde un nivel a otro se conoce como transición y el componente energético que participa en el proceso de absorción se especifica como transiciones de rotación, de vibración y electrónicas.<sup>40,41</sup>

Los datos más útiles que es posible obtener, del espectro de absorción, son la longitud de onda de máxima absorción y la absorbancia. Dicha información, sirve para identificar un compuesto, estableciendo la presencia o ausencia de grupos funcionales y sus posiciones relativas en la molécula.<sup>42</sup>

### III.II. LEY DE LA FOTOMETRIA.

Las determinaciones espectrofotométricas se basan en la medición de la relación entre el poder de radiación de la luz que penetra en una muestra y de la que emerge de la misma<sup>43</sup>. La determinación cuantitativa se basa en dos leyes fundamentales. La primera ley es atribuida a Bouguer (1629), que dice: la intensidad de la luz absorbida en un medio es independiente de la intensidad de la luz incidente y que cada capa sucesiva del medio absorbe una fracción igual a la luz incidente.

La segunda ley corresponde a Beer (1852), él introduce el concepto de número de entidades absorbentes (concentración).<sup>44</sup>

La combinación de ambas leyes ha llegado a conocer en nuestros días como ley de Beer, quizás porque la dependencia de la concentración es la que se aplica más en el análisis químico.<sup>45</sup>

La ecuación que describe a la ley de la absorción de la luz es la siguiente:

$$A = \log (1/T) = \log (100/\%T) = abc$$

Donde

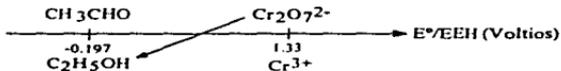
- A= es la absorbancia
- a= es el coeficiente de absortividad molar, este varia con la longitud de onda de la radiación empleada.
- b= es el trayecto de la celda (conocido como paso óptico, expresado en centímetros).
- C= concentración.

*IV. JUSTIFICACIÓN TEÓRICA DEL TRATAMIENTO REALIZADO A LOS DESECHOS DE CROMO (VI) DE LAS PRÁCTICAS DOCENTES DE QUÍMICA ANALÍTICA.*

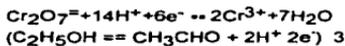
En las prácticas que se realizan en la Sección de Química Analítica, los desechos presentan en su composición matricial a las especies de hierro [Fe(II) y Fe(III)], cromo [Cr(VI) y Cr(III)], fosfatos, acetatos; las cuales están en medios ácidos, con la adición del etanol se realiza una reducción para la especie de cromo hexavalente la cual es de interés para el estudio, simultáneamente, el etanol se oxida a acetaldehído, dicha reacción se lleva a cabo en las reacciones de oxidación de alcoholes, empleando en el reactivo de Jones,<sup>46</sup> el alcohol con su correspondiente aldehído son eliminados por calentamiento.

La reducción va acompañada de un cambio de color ya que las soluciones son amarillo-verdosas (debido a la presencia de ambas especies de cromo; la hexavalente y la trivalente), al verde total (aquí se debe al cromo trivalente).

Se propone la reacción de reducción que se lleva a cabo de acuerdo a la escala de potenciales normales.<sup>47</sup>



La ecuación balanceada es la siguiente:



La especie de cromo trivalente presente es  $\text{Cr}(\text{OH})_3 \downarrow$  al considerar un pCr igual a 1.7 en el sistema y con un pH de 5.3.

La adición del carbonato de sodio es para la recuperación del cromo (III) como hidróxido en forma de precipitado, dado que el carbonato da un pH ligeramente alcalino, el hidróxido crómico presenta un comportamiento anfotérico, ya que no precipita en soluciones muy ácidas, además hay la posibilidad de redisolverse en presencia de bases fuertes( como el hidróxido de sodio o potasio) en exceso.<sup>48</sup> De esta manera a pH entre 5.3 a 7 es posible precipitar el hidróxido de cromo.

Lo cual se visualiza en el Diagrama de Zonas de Predominio para las especies de Cromo (III). Anexo 1 (Diagramas A, B)

Este tipo de separaciones se usa más en análisis cualitativo que en el análisis cuantitativo.

*PARTE*  
*EXPERIMENTAL*

**En este apartado se describe la preparación de las soluciones necesarias para la experimentación así como la metodología seguida para la minimización de la toxicidad de residuos que presentan cromo hexavalente en las prácticas docentes de la Sección durante los periodos 96-I al 97-I. Mostrando énfasis en la obtención de las condiciones óptimas de tratamiento y de la elaboración de la curva estándar de calibración para el cromo (VI).**

**La cuantificación de Cr(VI), se llevo a cabo en los residuos que directamente se desecharon, al finalizar las prácticas y a estos mismos después del tratamiento ( reducción de cromo hexavalente a cromo trivalente), cabe destacar que las primeras muestras sólo fueron por Espectrofotometría Vis/ UV y en cambio las segundas fueron por ambas metodologías Vis/ UV y Absorción Atómica.**

## V. PARTE EXPERIMENTAL.

### V.I. MATERIAL Y EQUIPO.

- Espectrofotómetro Beckman DU-65 UV/Visible.
- Celdas para Espectrofotómetro de 1 cm de longitud de paso óptico (Becman).
- Espectrofotómetro Varian SpectrA A-800.
- pHmetro modelo 12 escala expandida (Corning).
- Electrodo combinado para pH (Corning).
- Equipo de vidrio el necesario en especial embudos gravimétricos vasos de precipitados de 100 mL y pipetas volumétricas de 20, 5, 4, 3, 2, 1 mL.
- Papel Whatman # 42.
- Parrilla y agitador magnético (Thermolyne).
- Termómetro.
- Soporte universal.

### V.II. REACTIVOS.

- Dicromato de potasio (Monterrey) R.A.
- Cromato de sodio (Baker) R.A.
- Ácido Clorhídrico (Merck) R. A.
- Ácido Fosfórico (Merck) R. A.
- Ácido Sulfúrico (Baker) R. A.
- Ácido Nítrico (Monterrey) R.A.
- Alcohol Etilico (Aldrich) G. R.
- Alcohol comercial (Morelos).
- Carbonato de sodio anhidro (Baker) R.A.
- Agua destilada y desionizada.

**V.III. SOLUCIONES.**

Dicromato de potasio: solución acuosa 200 mg/L; 8mg/L que se utilizaron como estándares para la preparación de las curvas de calibración.

Ácido clorhídrico 1:1: para las curvas de calibración.

Alcohol etílico grado reactivo a diferentes porcentajes 50%, 70%, 80% y 90%.

Alcohol etílico comercial (Morelos) sin dilución.

En la preparación de las soluciones se empleo agua destilada y desionizada.

#### V.IV. PROCEDIMIENTO.

V.IV.I. DESCRIPCIÓN DEL DESARROLLO EXPERIMENTAL DE LAS PRÁCTICAS DONDE EXISTE CROMO (VI) COMO PARTE DE LA COMPOSICIÓN MATRICIAL DE DESECHO.

V.IV.I.I. Oxido-reducción, complejación, precipitación y acidez.  
(Análisis II para Q.F.B.).<sup>49</sup>

##### II. Valoración B<sup>2+</sup>

1.-Se pesó aproximadamente 1.0g de la muestra problema (formada por sulfato férrico y ferroso), se disolvió en poca cantidad de agua destilada, agregando 2.0 mL de ácido fosfórico al 85%, y se llevó a un volumen de 25 mL con agua destilada.

2.-Se calibró el potenciómetro adecuadamente. (Apéndice I Diagrama C)

3.-Se valoró el sistema con la solución de Dicromato de potasio. Anotando las medidas de potencial por cada volumen agregado de valorante y se trazó la curva  $E=f(\text{mL Cr}_2\text{O}_7)$ .

Al repetir nuevamente la parte experimental, de acuerdo al formato de la práctica es con la finalidad de obtener una matriz de residuos de Cromo de la cual, se conocerán las concentraciones teóricas de las especies involucradas y condiciones químicas de las mismas ( etiquetándola adecuadamente ).

**V.IV.I.II. Práctica convencional de Electroquímica. Cuantificación de plomo (II) con  $\text{CrO}_4^{2-}$  mediante una curva de valoración amperométrica (Análisis III Q.F.B.) .<sup>50</sup>**

1.-Se agregó 20 mL de electrolito soporte (buffer acetatos), en ambos lados de la celda H del polarógrafo.

2.-Se trazó el polarograma (curva de intensidad contra potencial) del electrolito soporte previamente se burbujeó la solución con  $\text{N}_2$ , en un intervalo de potencial de +0.3 a -2.7 volts, a velocidades de carta y potencial lento.

3.-Se agregó a la celda H del polarógrafo 250  $\mu\text{L}$  de solución problema (Plomo), burbujear por 3 min. con  $\text{N}_2$  y se trazo el polarograma a estas condiciones.

4.-Nuevamente se agregó a la celda 50  $\mu\text{L}$  de la solución valorante de cromato, se burbujea 3 min con  $\text{N}_2$ , se trazo el polarograma correspondiente.

5.-Al analizar los polarogramas se selecciono el % del intervalo de potencial óptimo.

6.-Una vez fijado el % del intervalo del potencial, se midió la intensidad de corriente a este potencial.

7.-Se realizaron 10 adiciones más de 50  $\mu$ L de la solución de cromato, burbujé por 3 min con  $N_2$  después de cada una y se tomaron las lecturas respectivas de intensidad al potencial seleccionado previamente.

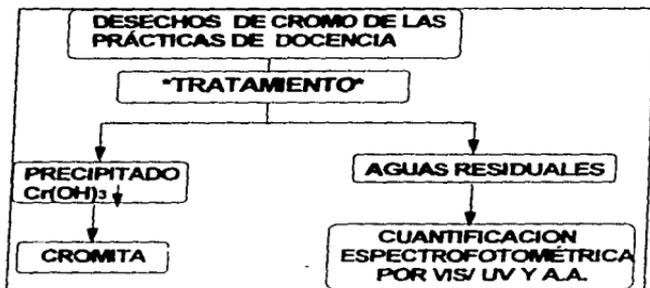
#### V.IV.I.III. Práctica Tradicional (Análisis VI de I.Q.)<sup>51</sup>

1.-Se preparó una solución de hierro [Fe(II)], de concentración 0.1N, se agregó 2 mL de ácido fosfórico al 85%. La solución se titulo con Dicromato de potasio de concentración 0.1N usando electrodos de calomel y platino.

2.-Se realiza el paso anterior, pero sustituyendo el ácido fosfórico por ácido sulfúrico, titulándose nuevamente con Dicromato de potasio.

#### V.IV.II TRATAMIENTO DE LOS RESIDUOS DE CROMO (VI) GENERADOS EN LAS PRÁCTICAS DOCENTES DE QUÍMICA ANALÍTICA.

El tratamiento que reciben las sales metálicas de cromo, consiste en transformar el Cr (VI) a Cr(III) con una especie reductora, para posteriormente precipitarlo como  $Cr(OH)_3 \downarrow$  con una base y separarlo, la cuantificación es realizada por espectrofotometría visible/ ultravioleta. A continuación se presenta el siguiente diagrama de tratamiento.



Descripción del tratamiento.



El ion Cr (VI) forma especies que dependen del valor del pH del medio. A valores inferiores a 1 la especie principal es el ácido crómico ( $H_2CrO_4$ ). A valores comprendidos entre 2 y 6 aproximadamente, existe un equilibrio entre el ion cromato ácido ( $HCrO_4^-$ ) y el ion dicromato ( $Cr_2O_7^{2-}$ ) de color naranja.<sup>55</sup>

Después de realizar una revisión bibliográfica de las técnicas de reducción de Cr (VI) a Cr (III) se emplearon reductores como el bisulfito de sodio ( $\text{NaHSO}_3$ ),<sup>52</sup> etanol ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ),<sup>53</sup> formaldehído ( $\text{HCHO}$ ), sulfato ferroso ( $\text{FeSO}_4$ ),<sup>54</sup> se decidió optar por la propuesta de Araneo, considerando que es una técnica sencilla, además de contar con los reactivos y principalmente que el residuo está en medio ácido, lo cual favorece el tratamiento. A continuación se menciona dicho tratamiento:

"La especie de cromo hexavalente es mantenida en medio ácido con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y tratada con etanol, haciéndose ebulir hasta la transformación completa de Cr (VI) (amarilla) a la sal de Cr (III) (verde), se añade carbonato de sodio en cantidad suficiente para precipitar el hidróxido de cromo, se centrifuga y el líquido obtenido queda prácticamente sin cromo." El cual es cuantificado en Cr (VI).<sup>17</sup>

*VI. DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES ÓPTIMAS  
PARA EL TRATAMIENTO DE LOS RESIDUOS DE  
CROMO (VI) EN LAS PRÁCTICAS DOCENTES DE  
QUÍMICA ANALÍTICA.*

Al tratar de reproducir la metodología propuesta por Araneo nos encontramos con la dificultad de que no presenta tiempos de reacción y cantidades de los reactivos adicionados, adecuados para hacer cuantitativa la separación.

Por lo cuál se diseñaron varios experimentos anexos para establecer las condiciones óptimas del tratamiento.

**VI.I. PORCENTAJE Y VOLUMEN DE ETANOL.**

Se prepararon diferentes porcentajes de alcohol etílico (GR) siendo: 50,70,80,90 %, al mismo tiempo que se variaba el volumen (1-4 mL) de cada solución de etanol, adicionándose a muestras de 20 mL de residuos de cromo hexavalente dejándose que reaccionaran (por tiempos de cero, 1 y 3 horas) para llevar a cabo la reducción; inmediatamente se continuó con el tratamiento seleccionado (posteriormente se continuó con la recuperación del precipitado). Se tomaron lecturas de absorbancia para cada caso y se extrapolaron estos valores en la Curva de Calibración de Dicromato.

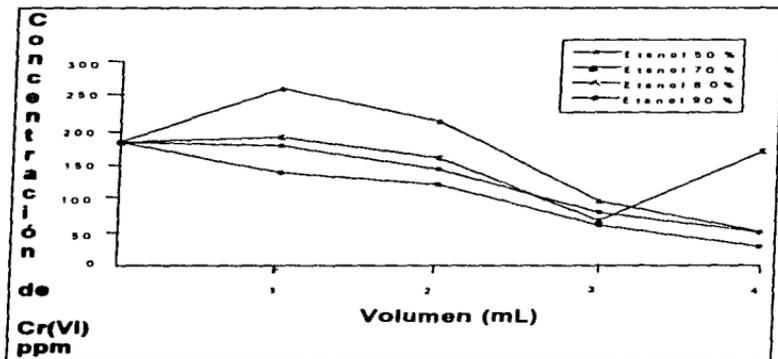


Fig. 6.1.1. Selección del porcentaje y volumen de etanol para la reducción de Cr(III) en condiciones iniciales.

Como se observa para este gráfico el porcentaje y volumen de alcohol con el cual se obtiene una disminución de la concentración de Cr (VI) y de costos es el de 90% con 3 mL, quedando alrededor de 50 ppm después del tratamiento.

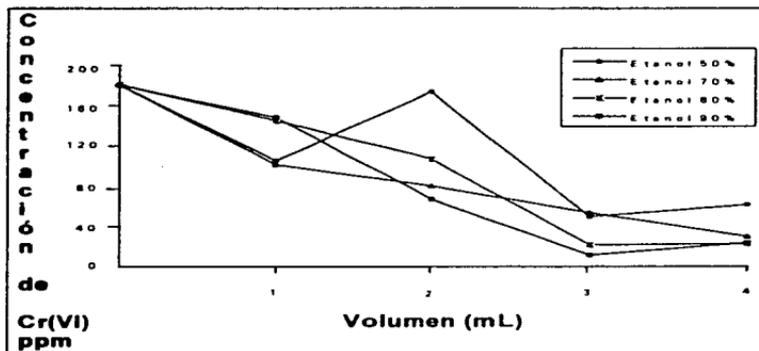


Fig. 6.1.2. Selección del porcentaje y volumen de etanol para la la reducción de Cr(VI) a Cr(III) durante 1 hora.

En este gráfico se observa que con un porcentaje de etanol al 80 y 90, y conservando el volumen de 3 mL para ambos casos se consigue a una concentración menor del 20 ppm en cromo hexavalente presente.

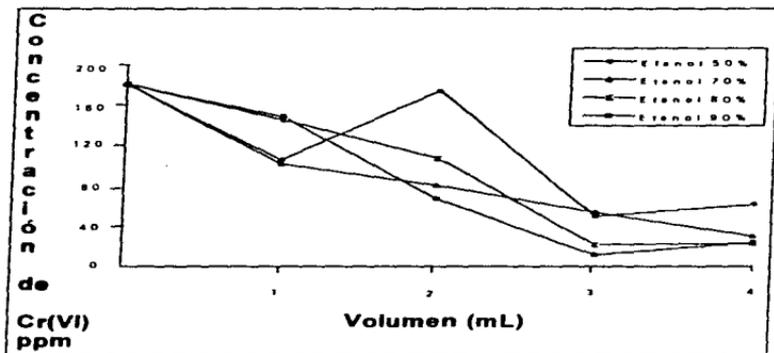


Fig. 6.1.2. Selección del porcentaje y volumen de etanol para la reducción de  $\text{Cr(VI)}$  a  $\text{Cr(III)}$  durante 1 hora.

En este gráfico se observa que con un porcentaje de etanol al 80 y 90, y conservando el volumen de 3 mL para ambos casos se consigue a una concentración menor del 20 ppm en cromo hexavalente presente.

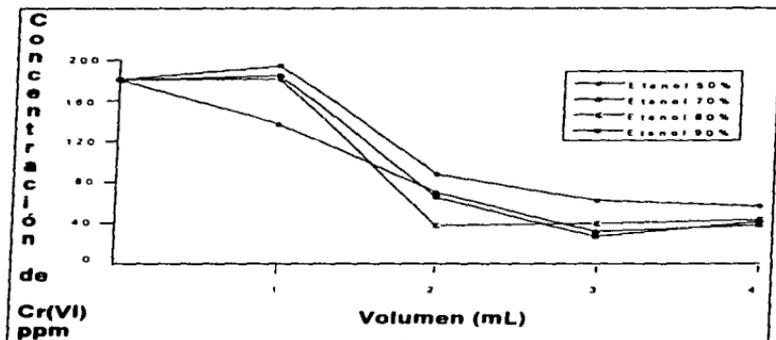


Fig. 6.1.3. Selección de porcentaje y volumen de etanol para la reducción de Cr(VI) a Cr(III) durante 3 horas.

Por último, para este gráfico se aprecia que los porcentajes de 80 y 90 de etanol, también con un volumen de 3 mL presentan una disminución de la concentración de Cr(VI) quedando aproximadamente 40 ppm presentes en las muestras tratadas.

**VI.II. TIEMPO DE REPOSO PARA LA REDUCCIÓN DE Cr (VI) A Cr(III).**

A partir de los resultados presentados en las Fig. 6.1.1., 6.1.2., 6.1.3. en los que se establece el porcentaje de 90% con un volumen de 3 mL de etanol, se observó en general que hay una disminución del contenido de Cr(VI) presente en las aguas después del tratamiento, pero también hay variaciones en las concentraciones de este elemento dependiendo del tiempo de reposo que se dejan en contacto los residuos con el agente reductor (etanol), por lo que se propone un nuevo experimento para determinar la mínima concentración de Cr(VI). Se realizó un estudio cinético para mejorar de esta manera las condiciones de tratamiento.

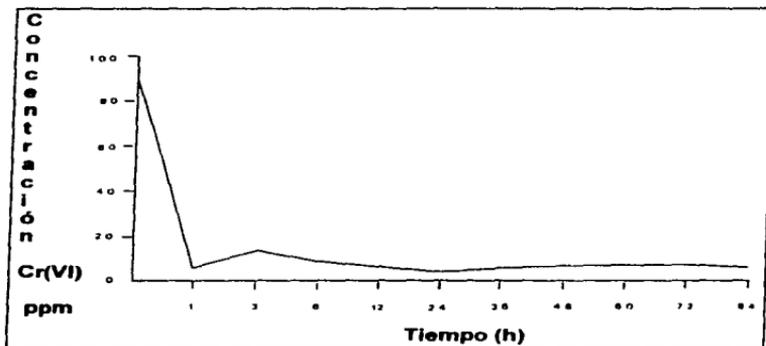


Fig. 6.2.1. Estudio cinético de la reducción de Cr(VI) a Cr(III) con 3 mL de Etanol al 90%.

En esta experimentación se aprecia que a partir de las 36 h se disminuye y mantiene constante la concentración de Cr(VI) en las aguas residuales que quedan después del tratamiento.

### VI.III. DETERMINACIÓN DE LA CANTIDAD DE CARBONATO DE SODIO PARA LA RECUPERACIÓN Cr (III) COMO PRECIPITADO.

La determinación de la cantidad de carbonato de sodio no se llevó a cabo experimentalmente, esta fue a partir del cálculo estequiométrico (indirecto) considerando que el carbonato disuelto sufre una hidrólisis, con la formación de iones  $\text{OH}^-$ , así pues es posible calcular las moles de hidróxido que son generados por el carbonato (en medio acuoso).

A continuación se presentan los equilibrios que nos llevan a considerar la cantidad de carbonato que se requiere:

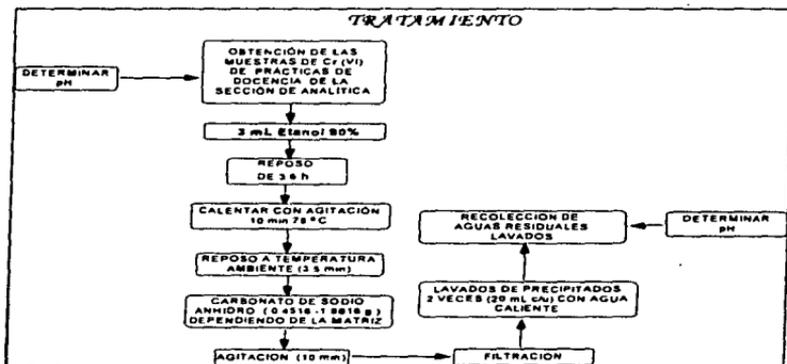


En este último equilibrio es donde el carbonato disuelto sufre la hidrólisis, con la formación de los iones  $\text{OH}^-$ , como anteriormente se mencionó.

Se realizaron los cálculos correspondientes dependiendo de cada muestra de residuos y se contempló un exceso de 10 veces (0.4516-1.8816g ) para asegurar que sea cuantitativa la reacción de precipitación del Cr(III)

Después de haber determinado las condiciones experimentales de tratamiento de los residuos de Cr (VI) a Cr (III) la metodología se optimizó y queda resumida de la siguiente manera. ( Fig. 6.3.1.)

Fig. 6.3.1. Tratamiento general.



Este tratamiento se realizó también con un alcohol comercial (Morelos).

## VII. PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN DE DICROMATO DE POTASIO.

### VII.1. DETERMINACIÓN DE LA LONGITUD DE ONDA.

Se preparó un estándar de Dicromato de potasio de 200 ppm aproximadamente, a partir de éste se procedió a preparar la curva de calibración de 4.039 a 40.398 ppm para la determinación del contenido de Cromo (VI). Para seleccionar la longitud de onda de estudio, se hizo mediante el espectro de absorción de Dicromato utilizando la concentración más elevada de la Curva de Calibración, contra el blanco reactivo, el cual se prepara de manera semejante a los sistemas de la curva, sin presentar la especie de estudio. (Fig. 7.1.)

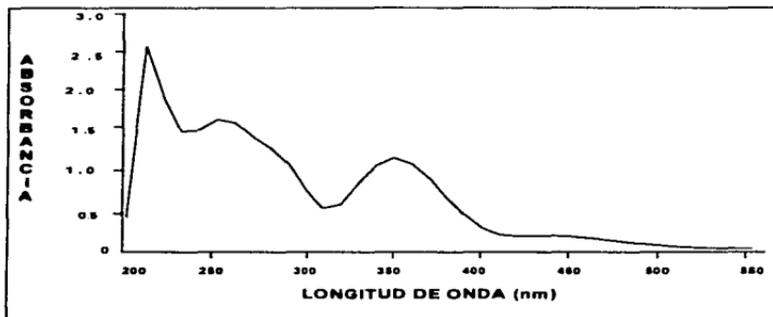


Fig. 7.1. Espectro de absorción de Dicromato de potasio [Cr (VI)] para la selección de la longitud de onda (350 nm).

### *VIII. ESTUDIO ESTADÍSTICO DE LA CONFIABILIDAD DEL MÉTODO DE CUANTIFICACIÓN.*

Los parámetros estudiados para verificar la confiabilidad de los resultados en la curva de calibración son:

- Especificidad del sistema.
- Repetibilidad.
- Linealidad del sistema.
- Limite de detección.
- Limite de cuantificación.
- Reproducibilidad.

#### **VIII.I. ESPECIFICIDAD DEL SISTEMA**

Es un término que indica la respuesta obtenida después de un ensayo, que se debe exclusivamente a la sustancia de interés en presencia de compuestos de potencial interferencia tales como impurezas.

Esta prueba se lleva a cabo comparando resultados de el análisis de muestras que no contengan la sustancia de interés, pero sí , los demás componentes ( a lo que se llamará Placebo).<sup>56,57</sup>

Para esta prueba se preparó un placebo el cual contuvo: etanol al 90%, carbonato de sodio, ácido fosfórico, todos estos reactivos están presentes durante el tratamiento de reducción de los residuos de cromo hexavalente. Posteriormente se realizó un barrido de este placebo Fig. 8.1.1. con el que se pudo demostrar si interfiere éste en la selección de la longitud de onda de trabajo (350 nm) que se observa en la Fig.7.1.

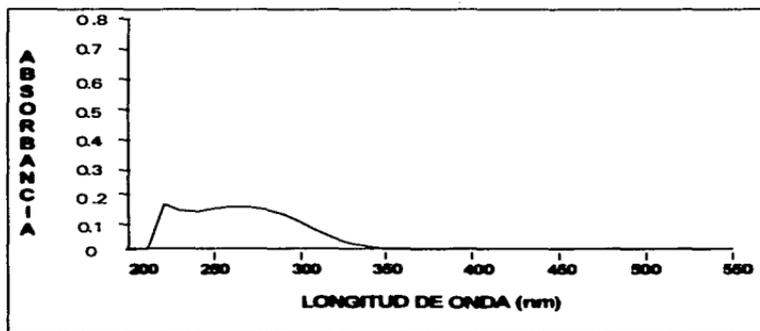


Fig. 8.1.1. Espectro de absorción del Placebo.

A continuación en la Fig. 8.1.2 se muestra el barrido de un segundo placebo el cuál contiene hierro ya que en los residuos iniciales esta presente y comprobar si este influye en la selección de onda de trabajo.

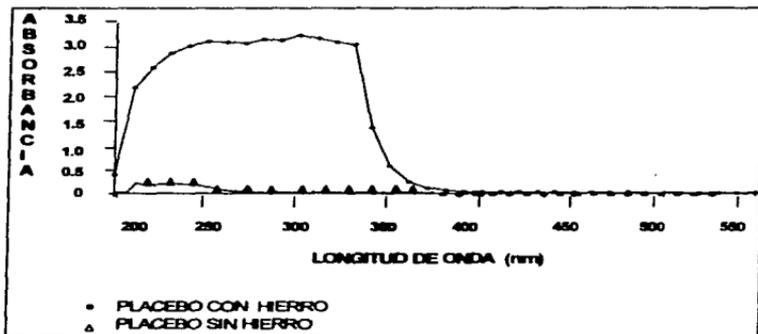


Fig. 8.1.2. Espectros de absorción para el ensayo de especificidad de placebos.

Como se aprecia en los espectros anteriores el hierro si presenta respuesta a la longitud de onda de trabajo (350 nm) pero muy disminuida, por lo que es considerado este último placebo para la preparación de la Curva de Calibración de Dicromato.

En la siguiente Fig. 8.1.3. se presentan, los espectros del alcohol comercial (natural y destilado) comparados con el alcohol grado reactivo.

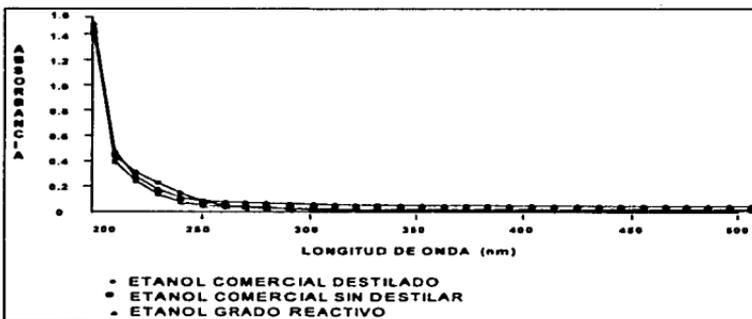


Fig. 8.1.3. Espectros de absorción de los alcoholes empleados.

Como se observa en la figura anterior, ninguno de estos influye en la longitud de onda de trabajo (350 nm) seleccionada para la lectura de las muestras de tratamiento de Cr(VI).

### VIII.II. LINEARIDAD DEL SISTEMA.

La linealidad se define como la capacidad de un sistema o método analítico para asegurar que los resultados que pueden ser obtenidos directamente o por medio de una transformación matemática bien definida son proporcionales a la concentración de la sustancia dentro de un intervalo determinado.<sup>56,57</sup>

El tratamiento matemático es normalmente un cálculo de la regresión lineal por el método de mínimos de los resultados de respuesta vs. concentración.<sup>57</sup>

La curva de calibración para el Dicromato de potasio se elabora empleando ocho concentraciones en un intervalo de 4.039 a 40.398 ppm, leyéndose cada punto por triplicado.(cinco días diferentes cada punto). La Tabla 8.2.1 muestra los valores de absorbancia obtenidos para cada concentración.

Tabla 8.2.1. Valores de absorbancia obtenidos para la Curva de Calibración de Dicromato.

Concentración mg/L	ABSORBANCIA				
	1	2	3	4	5
4.039	0.112	0.117	0.116	0.111	0.110
12.119	0.346	0.363	0.356	0.344	0.335
16.159	0.469	0.497	0.485	0.478	0.458
32.318	0.945	0.966	0.974	0.949	0.899
40.398	1.193	1.213	1.192	1.198	1.161

Lecturas contra blanco reactivo;  $\lambda = 350$  nm, cada columna representa la absorbancia determinada por día.

Se determinó también el coeficiente de variación, correspondiente a cada media, este parámetro resultó en todos los casos ser menor al límite establecido para métodos espectrofotométricos (C.V.  $\leq 3.0\%$ ). En la Tabla 8.2.2. se presentan los resultados del coeficiente de variación para la curva de calibración de Dicromato.

Tabla 8.2.2. Valores promedio de absorbancia para la elaboración de la curva de calibración de Dicromato de potasio.

Concentración (mg/L)	Absorbancia Promedio	C.V. (%)
4.039	0.1132	2.7473
12.119	0.3488	3.1221
16.159	0.4774	3.1210
32.318	0.9466	3.0847
40.398	1.191	1.5869

La Fig. 8.2.1 nos muestra la relación de absorbancia en función de la concentración de Dicromato de potasio, así como la curva de regresión lineal obtenida, en la Tabla 8.2.2. se presentan los datos estadísticos de dicha curva.

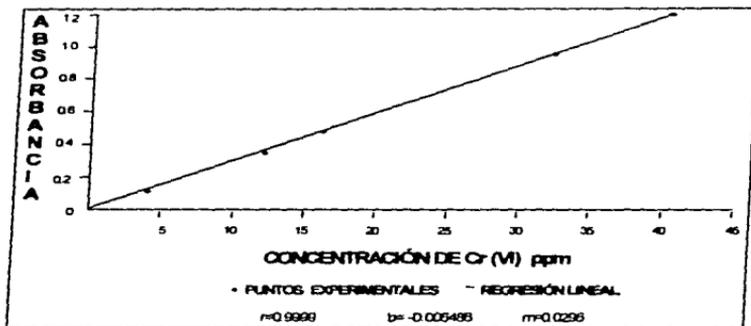


Fig.8.2.1. Curva de Calibración para Dicromato de potasio [Cr (VI)]

Tabla. 8.2.3 Datos estadísticos de la curva de regresión lineal para la curva de calibración.

DATOS	VALOR
Pendiente	0.0296
LIIC	0.0291
LSIC	0.0300
Intercepto	-0.0065
LIIC	-0.0183
LSIC	0.0053
Coefficiente de Correlación (r)	0.9999
Coefficiente de Determinación (r <sup>2</sup> )	0.9999

LIIC (límite inferior del intervalo de confianza)

LSIC (límite superior del intervalo de confianza)

Los valores de correlación y regresión indican que existe una relación estadísticamente entre las concentraciones y sus respectivas absorbancias, dicha relación (absorbancia-concentración) se aproxima a una función del tipo  $y=mx+b$ , donde la ordenada al origen es estadísticamente igual a cero en el intervalo de concentraciones trabajadas.

**VIII.III. REPETIBILIDAD.**

Se define como la precisión de un método analítico expresada como la concordancia obtenida entre determinaciones independientes realizadas bajo las mismas condiciones (analista, tiempo, aparato, laboratorio, e. t. c.)<sup>57</sup>

Con los valores obtenidos de absorbancia se realizó el análisis de varianza correspondiente, los resultados de este se muestran en la Tabla de ANADEV (Tabla.8.3.1.), la cual permite establecer que si existen diferencias significativas entre las determinaciones realizadas, y por lo tanto los datos no presentan repetibilidad entre días.

Tabla 8.3.1. Análisis de varianza para la curva de calibración de Dicromato.

Fuente de Variación	g. l.	S.C.	M.C.	F calculada
Día	4	3.92	9.79E-1	
Concentración	4	4.30E-3	1.07E-3	8.87
Error	16	1.94E-3	1.21E-4	
Total	24	3.9252		

$$F_{0.95,4,16} = 3.01$$

**VIII.IV. LIMITE DE DETECCIÓN (L.D.)**

Es la mínima concentración de una sustancia en una muestra la cuál puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada, bajo las condiciones de operación establecidas.<sup>57</sup>

También se define como la concentración mínima de analito que puede ser detectada por un instrumento, por arriba del nivel de ruido con un nivel de confianza del 99%.<sup>58</sup>

El L.D. se calcula con la siguiente fórmula:

$$LD=3 \frac{\text{Desviación estándar}}{\text{Media}} \times \text{Concentración}$$

$$LD=3 \frac{0.00057735}{0.4774} \times 16.159 = 0.019542$$

**VIII.V. LIMITE DE CUANTIFICACIÓN.***Procedimiento A.*

Se define como la menor concentración de una sustancia en una muestra que puede ser determinada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas.<sup>57</sup>

Otra definición establece como concentración de analito que produce una absorbancia de 0.0044 ó la concentración de analito suficiente para absorber el 1% de la radiación incidente.<sup>58</sup>

El Límite de cuantificación puede ser calculada a partir de un punto de la curva de calibración en la porción lineal, utilizando la siguiente ecuación:

$$\text{L.C.} = \frac{\text{Concentración estándar}}{\text{A estándar}} \times 0.0044$$

$$\text{L.C.} = \frac{16.159}{0.4774} \times 0.0044 = 0.1489$$

**Procedimiento B.**

Experimentalmente se realizó preparando una curva de calibración a partir de un estándar aproximadamente de 8 063 mg/L., para obtener concentraciones de 0.322-2.258 mg/L.

Se prepararon todos estos estándares por triplicado dos días diferentes. las lecturas también fueron por triplicado para cada estándar obteniéndose los valores siguientes:

Tabla.8.5.2.1. Valores de absorbancia para la segunda curva de calibración de Dicromato.

PRIMER DIA				
Concentración (mg/L)	A1	A2	A3	Absorbancia Promedio
0.322	0.004	0.004	0.004	0.0040
0.645	0.017	0.016	0.017	0.0166
0.967	0.023	0.024	0.025	0.0240
1.612	0.043	0.044	0.044	0.0436
2.258	0.067	0.068	0.069	0.0680

Continuación de la Tabla 8.5.2.1.

SEGUNDO DÍA				
Concentración (mg/L)	A1	A2	A3	Absorbancia Promedio
0.322	0.001	0.002	0.001	0.0013
0.645	0.013	0.013	0.014	0.0133
0.967	0.024	0.025	0.024	0.0243
1.612	0.042	0.042	0.043	0.0423
2.258	0.063	0.064	0.06	0.0623

Tabla 8.5.2.2. Valores promedio de absorbancia para la Curva de Calibración de Dicromato.

Concentración (mg/L)	Primer Día	Día	Segundo Día	Día
	Absorbancia promedio	C.V.(%)	Absorbancia promedio	C.V.(%)
0.322	0.0040	0	0.0013	43.301
0.645	0.0166	3.4641	0.0133	4.330
0.967	0.0240	4.1666	0.0243	2.373
1.612	0.0436	1.3222	0.0423	1.364
2.258	0.0680	1.4705	0.0623	3.339

**VIII.VI. REPRODUCIBILIDAD.**

Esta se define como la precisión de un método analítico expresada como la concordancia entre determinaciones independientes realizadas bajo condiciones diferentes (diferentes analistas, en diferentes días, en el mismo y/o en diferentes laboratorios, utilizando el mismo y/o diferentes equipos. e.t.c.)<sup>57</sup>

Por otro analista se preparó la curva de calibración de Dicromato, comprendiendo las concentraciones de 8.305 a 41.528 mg/L; a continuación se presentan los resultados de la curva de calibración (Tabla 8.6.1.), el gráfico de la misma (Fig.8.6.1.) y el estudio estadístico (Tabla 8.6.2.)

Tabla. 8.6.1. Valores de absorbancia obtenidos para la Curva de calibración de Dicromato por diferente analista.

Concentración mg/L	ABSORBANCIA			Absorbancia promedio	C.V.(%)
	A1	A2	A3		
8.305	0.194	0.194	0.194	0.194	0
16.611	0.426	0.426	0.428	0.4267	0.2706
33.222	0.804	0.805	0.804	0.8043	0.0717
41.528	1.024	1.026	1.027	1.0256	0.1489

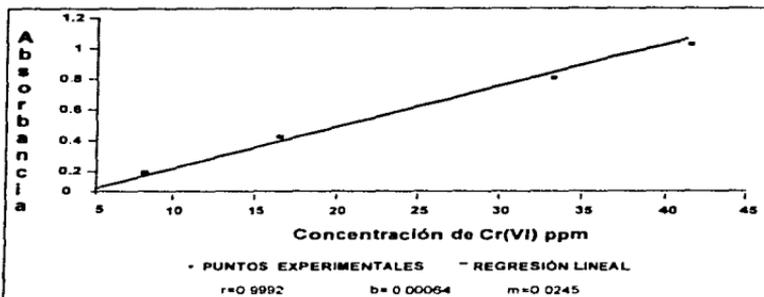


Fig. 8.6.1. Curva de calibración para Dicromato de potasio por diferente analista.

Tabla 8.6.2. Datos estadísticos de la curva de regresión lineal.

DATOS	VALOR
Pendiente	0.02455
LIIC	0.02169
LSIC	0.02744
Intercepto	0.00064
LIIC	-0.08054
LSIC	0.08138
Coefficiente de Correlación (r)	0.99926
Coefficiente de Determinación (r <sup>2</sup> )	0.9985

LIIC (Límite inferior del intervalo de confianza).

LSIC (Límite superior del intervalo de confianza).

**Tabla 8.6.3. Análisis de varianza para la curva de calibración de Dicromato.**

Fuente de Variación	g.l.	S.C.	M.C.	F calculada
Día	3	1.251	0.417	
Concentración	2	3.17 E-06	1.58 E-06	1.965
Error	6	4.83 E-06	8.06 E-07	
Total	11	1.2515		

$$F_{0.95,3,6} = 4.76$$

A partir de los valores obtenidos de la Tabla 8.6.3 se establece que no existen diferencias significativas entre las determinaciones realizadas, por lo tanto estos datos presentan repetibilidad.

## *XI. DETERMINACIÓN DE CROMO HEXAVALENTE EN DIFERENTES MUESTRAS DE ESTUDIO.*

### **IX.1. AGUAS CON RESIDUOS DE Cr(VI) SIN TRATAMIENTO.**

La determinación del contenido de Cr(VI), se realizó en dos tipos de muestras: recolección directa de los residuos después de realizadas las prácticas correspondientes y posteriores al tratamiento de reducción de Cr(VI). La determinación de Cr(VI) presente en los residuos directos fue por triplicado durante cinco días, efectuando una dilución previa, obteniéndose los siguientes resultados.

(Tabla 9.1.1)

Tabla 9.1.1. Valores promedio y contenido de Cr(VI) en aguas con desecho directo.

Análisis II Absorbancia	C.V.(%)	Contenido en Cr (VI) ppm	Análisis III Absorbancia	C.V.(%)	Contenido en Cr (VI) ppm
0.155	2.235	545.113	0.139	0.719	491.063
0.202	1.999	703.883	0.184	0.543	643.078
0.239	3.187	828.873	0.215	0.269	747.799
0.332	0.301	1143.036	0.236	0.244	818.739
0.254	0820	879.545	0.215	0.269	747.799

Continuación Tabla 9.1.1.

Análisis IV Absorbancia	C.V.(%)	Contenido en Cr (VI) ppm
1.062	0.249	360.905
1.102	0.188	374.417
1.065	0.094	361.918
1.038	0.147	352.797
1.013	0.317	344.352

Se extrapolaron las absorbancias en la curva de calibración de Dicromato para conocer el contenido de Cr(VI) en residuo directo sin tratamiento.

El tratamiento estadístico de los resultados anteriores es el siguiente:

**Tabla. 9.1.2. Parámetros estadísticos de las aguas con residuos sin tratamiento.**

Parámetros Estadísticos	Análisis II	Análisis III	Análisis IV
Media ( $\bar{x}$ )	820.09 ppm	689.696 ppm	358.877 ppm
Des. Std.( $\sigma$ )	221.936	127.507	11.211
C.V.(%)	27.062	18.487	3.124
Limite de confianza	820.09 $\pm$ 277.908	689.696 $\pm$ 159.664	358.877 $\pm$ 14.039

LIIC (Limite inferior del intervalo de confianza).

LSIC (Limite superior del intervalo de confianza).

#### **IX.II.I. AGUAS CON RESIDUOS TRATADOS.**

Una vez establecidas las condiciones de trabajo para la metodología de tratamiento del cromo hexavalente, se procedió a repetir cinco veces cada ensayo por dos días, las aguas recuperadas de estos son leídas ( por triplicado ) a las mismas condiciones de trabajo establecidas para la curva de calibración de Dicromato. Los resultados del promedio de las absorbancias para cada tipo de análisis son extrapolados en la curva de calibración de Dicromato Fig. 9.2.1. para conocer el contenido de cromo hexavalente presente todavía en este tipo de aguas

**Tabla 9.2.1.**

Tabla 9.2.1. Valores de absorbancia promedio y contenido de Cr(VI) obtenidos para los ensayos después del tratamiento.

	Tipo de muestras					
	Análisis II absorbancia	C.V.(%)	Concentración ppm	Análisis III absorbancia	C.V. (%)	Concentración ppm
Primer día	0.277	0	9.572	0.913	0	310.571
	0.318	0	10.957	0.967	0.059	328.812
	0.301	0.192	10.383	0.942	0.106	320.368
	0.296	0	10.214	0.957	0.060	325.435
	0.308	0.325	10.619	1.008	0.099	342.663
Segundo día	0.377	0.153	12.950	0.959	0.241	326.110
	0.413	0.139	14.166	0.940	0.269	319.692
	0.386	0	13.254	1.01	0.198	343.339
	0.460	0.435	15.754	0.960	0.06	326.448
	0.355	0.162	12.207	1.018	0.113	346.041

Continuación Tabla 9.2.1.

	Tipo de muestras		
	Análisis IV absorbancia	C.V. (%)	Concentración (ppm)
Primer día	0.082	1.872	2.985
	0.039	2.564	1.532
	0.069	0.842	2.546
	0.063	0.912	2.343
	0.082	0	2.985
Segundo día	0.119	0.484	4.235
	0.061	0	2.276
	0.088	0.654	3.188
	0.150	1.021	5.282
	0.098	0.587	3.525

n=5 para cada muestra y día.

Realizando el tratamiento estadístico a las aguas de residuos después del tratamiento en contenido de Cromo hexavalente dan los siguientes resultados. (Tabla 9.2.2)

Tabla 9.2.2. Parámetros estadísticos para las aguas de residuo después del tratamiento.

Parámetros Estadísticos	Análisis II		Análisis III		Análisis IV	
	1o. día	2do. día	1o. día	2do. día	1o. día	2do. día
Media (x)	10.349 ppm	13.666 ppm	325.569 ppm	332.326 ppm	2.478 ppm	3.701 ppm
Des. Std. (σ)	0.516	1.362	11.776	11.642	0.598	1.130
C.V.(%)	4.987	9.966	3.617	3.503	24.144	30.537
Limite de confianza	10.349 ± 0.6463	13.666 ± 1.7055	325.569 ± 14.7461	332.326 ± 14.5787	2.478 ± 0.7491	3.701 ± 1.4152
pH	inicial 1.083	final 2.559	inicial 5.106	final 10.187	inicial 0.316	final 2.970

n=5 para cada muestra y día

**IX.II.II. RESIDUOS TRATADOS POR DIFERENTES ANALISTAS.**

Considerando la definición del apartado VIII.VI., se realizó también la reproducibilidad del método de tratamiento para los residuos de cromo hexavalente.

Para ésta evaluación los residuos analizados fueron de Análisis II y IV tratados con alcohol grado reactivo, las determinaciones que se hicieron fueron por cuatro veces y las absorbancias medidas por triplicado en el espectrofotómetro Vis/UV durante un día. En las siguientes tablas se presentan los valores promedio de las absorbancias leídas así como de los parámetros estadísticos de estos ensayos. (Tabla 9.2.2.1. y 9.2.2.2 respectivamente).

**Tabla 9.2.2.1. Valores promedio de absorbancias para las aguas después del Tratamiento con distinto analista.**

	Absorbancia Promedio	C.V. (%)	Concentración ppm
Análisis II	0.278	0.207	11.2968
	0.193	0.793	7.8375
	0.268	0.373	10.8898
	0.161	0.359	6.5351
Análisis IV	0.071	2.141	2.8723
	0.065	0.884	2.6281
	0.051	4.903	2.0583
	0.071	0	2.8723

n=4 para cada muestra.

**Tabla 9.2.2.2. Parámetros estadísticos para las aguas tratadas por diferente analista.**

Parámetros estadísticos	Análisis II	Análisis IV
Media ( $\bar{x}$ )	9.1398 ppm	2.6078 ppm
Des. Std. ( $\sigma$ )	2.3234	0.3839
C.V. (%)	25.4215	14.7232
Limite de confianza	9.1398 $\pm$ 3.7176	2.6078 $\pm$ 0.6143

Continuamos con la presentación de los resultados por diferentes analistas.(Tabla 9.2.2.3.)

**Tabla 9.2.2.3. Comparación de resultados en el tratamiento de Cr(VI) por diferentes analistas en distinto día.**

Analistas	Parámetros estadísticos	Análisis II	Análisis IV
Primero	Contenido promedio Cr(VI) ppm	10.349	2.478
	Limite de Confianza	10.349 $\pm$ 0.6463	2.478 $\pm$ 0.749
Segundo	Contenido promedio Cr(VI) ppm	9.139	2.607
	Limite de confianza	9.139 $\pm$ 3.717	2.607 $\pm$ 0.614

**IX.II.III. RESIDUOS TRATADOS CON ALCOHOL COMERCIAL.**

Como se mencionó, el tratamiento se realizó también con alcohol comercial para la disminución en el costo de reactivos, se realizaron cuatro veces por dos días el tratamiento de los residuos de Análisis II y IV.

Las lecturas de absorbancia de las aguas de tratamiento para determinar el Cr(VI) todavía presente fueron por triplicado, se presenta en la siguiente

Tabla 9.2.3.1. solo las absorbancias promedio.

Tabla 9.2.3.1. Valores de absorbancia promedio para residuos de Cr(VI) empleando alcohol comercial

	Tipo de muestras					
	Análisis II absorbancia	C.V. (%)	Concentración ppm	Análisis IV absorbancia	C.V. (%)	Concentración ppm
primer día	0.291	0.198	10.045	0.203	0.284	7.073
	0.340	0.778	11.701	0.164	0.353	5.755
	0.438	0.228	15.011	0.111	0	3.965
	0.436	0.349	14.943	0.196	0.294	6.836
segundo día	0.495	0.202	16.936	0.047	3.685	1.803
	0.496	1.713	16.970	0.002	50	0.283
	0.442	0	15.146	0.049	4.283	1.870
	0.356	0.281	12.241	0.057	1.005	2.140

n=4 para cada muestra y día.

**Tabla 9.2.3.2. Parámetros estadísticos para los residuos tratados con alcohol comercial.**

Parámetros Estadísticos	Análisis II		Análisis IV	
	1o. día	2do. día	1o. día	2do. día
Media (x)	12.925 ppm	15.323 ppm	5.907 ppm	1.524 ppm
Des. Std.(σ)	2.642	2.224	1.416	0.840
C.V.(%)	19.065	14.517	23.974	55.122
Limite de confianza	12.925 ± 3.943	15.323 ± 3.559	5.907 ± 2.266	1.524 ± 1.344
pH	inicial 1.036	final 2.589	inicial 0.24	final 2.939

Se compararon las medias de las concentraciones para cada análisis con alcohol comercial y reactivo analítico, lo cual es mostrado en la siguiente Tabla 9.2.3.3.

**Tabla 9.2.3.3. Comparación de medias de concentración para las aguas después del tratamiento empleando los diferentes tipos de alcohol.**

Tipo de reactivo	Parámetros estadísticos	Análisis II		Análisis IV	
		1o. día	2do. día	1o. día	2do. día
Alcohol etílico grado reactivo	Media (x)	10.349 ppm	13.666 ppm	2.478 ppm	3.701 ppm
	Limite de confianza	10.349 ± 0.646	13.666 ± 1.705	2.478 ± 0.749	3.701 ± 1.415
Alcohol etílico comercial	Media (x)	12.925 ppm	15.323 ppm	5.907 ppm	1.524 ppm
	Limite de confianza	12.925 ± 3.943	15.323 ± 3.559	5.907 ± 2.266	1.524 ± 1.344

**IX.II.IV. CUANTIFICACIÓN DE CROMO TOTAL POR ABSORCIÓN ATÓMICA.**

Se analizaron las mismas muestras por absorción atómica, con la finalidad de determinar el cromo total y por diferencia conocer que cantidad de cromo trivalente que hay en las aguas después del tratamiento. A continuación se presentan los resultados para este tipo de análisis, los elementos que se determinaron fueron cromo e hierro. Antes de ser analizadas se les realizó una digestión previa para eliminar posibles interferencias orgánicas.

Previo a la digestión se recolectaron todas las aguas de tratamiento de cada Análisis para tener un pool de estas, posteriormente se tomaron 25 mL de los residuos de cada Análisis y se agregó 5 mL de  $\text{HNO}_3$ , a cada uno, se varió temperatura y presión por 15 min. en total, una vez concluida la digestión se dejaron las muestras a temperatura ambiente para posteriormente aforar a 50 mL con agua desionizada. En la siguiente Tabla 9.2.4.1. se muestran las condiciones de trabajo para la digestión.

Tabla 9.2.4.1 Condiciones de trabajo para la digestión de las aguas después del tratamiento.

Temperatura inicial	Presión lb/in <sup>2</sup>	Poder de corriente (Watts)	Tiempo de digestión (min)	Temperatura Limite	Presión Limite
0	50	400	5	200	150
0	85	375	5	200	150
0	115	350	5	200	150

Posterior a la digestión se preparó la curva de calibración para cada elemento, considerando para cada curva tres concentraciones de 5 a 15 mg/L, esto fue a partir de un estándar de 1000 mg/L del cual se realizaron las diluciones respectivas para las curvas.

El programa utilizado proporciona directamente la media de las absorbancias, el por ciento de la desviación relativa (o coeficiente de variación C.V.), así como la concentración en ppm. En la siguiente Tabla.9.2.4.2 se presentan los resultados de los estándares y de las muestra de trabajo para Cromo total, así como el gráfico de la curva de calibración (Fig 9.2.4.1.).

Tabla 9.2.4.2. Determinación de Cromo total en estándares y aguas después del tratamiento y digeridas.

Muestra	Absorbancia Promedio	% RSD	Concentración mg/L
Blanco	-0.001	14.0	0.000
Estándar 1	0.167	0.5	5.0
Estándar 2	0.323	0.5	10.0
Estándar 3	0.467	0.6	15.0
Análisis II	0.015	0.6	0.441
Análisis III	2.027	0.2	66.933
Análisis IV	0.215	0.9	6.513
Análisis II EtOH comercial	0.019	1.5	0.565
Análisis IV EtOH comercial	0.061	3.5	1.792

$\lambda=357.9$  nm Tipo de flama  $N_2O/$  Acetileno.

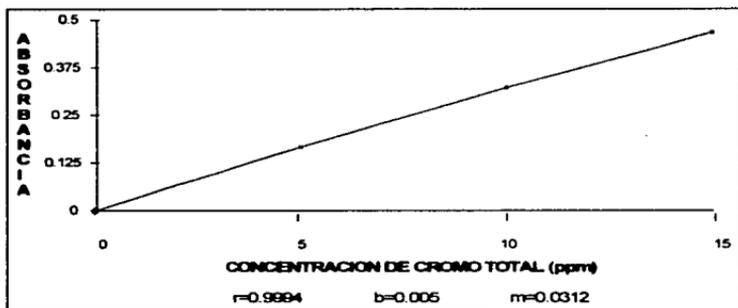


Fig. 9.2.4.1. Curva de calibración para Cromo Total por Absorción Atómica.

De la misma forma que se determinó cromo, se cuantifico hierro total el cual puede ser la interferencia en espectrofotometría visible/UV, debido a que se no considero, durante la experimentación ya que a pH más ácidos el hierro se precipita más fácilmente que el cromo (III), en base lo anterior se debe tomar en cuenta la cantidad de hierro que esta presente en las matrices iniciales.

A continuación se presentan los resultados de los estándares y de las muestras para el hierro total y el gráfico de la curva de calibración por absorción atómica Tabla 9.2.4.3. y Fig. 9.2.4.2. respectivamente.

Tabla 9.2.4.3. Determinación de Hierro total en estándares y aguas después del tratamiento y digeridas.

Muestra	Absorbancia Promedio	% RSD	Concentración mg/L
Blanco	-0.001	28.226	0.000
Estándar 1	0.265	2.1	5.0
Estándar 2	0.495	0.4	10.0
Estándar 3	0.697	0.8	15.0
Análisis II	0.0131	1.6	0.2307
Análisis III	0.0386	0.3	0.682
Análisis IV	0.689	1.0	14.782
Análisis II EtOH comercial	0.0157	3.8	0.277
Análisis IV EtOH comercial	0.025	1.9	0.4401

$\lambda=248.3$  nm Tipo de flama Aire/ Acetileno.

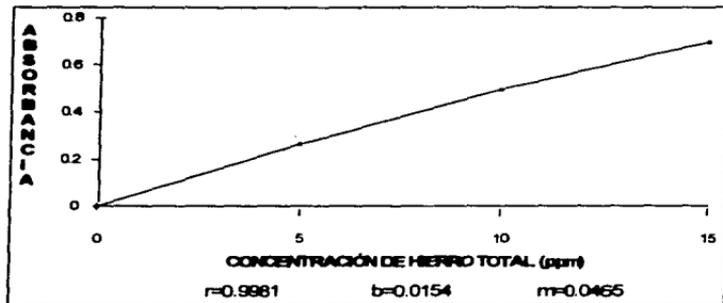


Fig. 9.2.4.2. Curva de calibración para Hierro total por Absorción Atómica.

## X. RESULTADOS.

Tabla 10.1. Comparación de los resultados con respecto a la Norma Ecológica vigente.

### ESPECTROFOTOMETRIA

VISIBLE / U.V.								
Parámetros Estadísticos	Residuos Directos			Residuos Tratados				
	Análisis II	Análisis III	Análisis IV	Análisis II		Análisis III	Análisis IV	
				G.R.	comercial	G.R.	G.R.	comercial
Contenido promedio (ppm)	820.09	689.696	358.877	10.349	15.323	332.326	2.478	5.907
C.V.(%)	27.062	18.487	3.124	4.987	14.517	3.503	24.144	23.974
Límite de Confianza	820.09 ± 277.908	689.696 ± 159.664	358.87 ± 14.039	10.349 ± 0.646	15.323 ± 3.559	332.326 ± 14.578	2.478 ± 0.749	5.907 ± 2.266

Continuación de la Tabla 10.1

ABSORCIÓN ATÓMICA					
Residuos Tratados y Dependos (Cromo total)					
Parámetros Estadísticos	Análisis II		Análisis III	Análisis IV	
	G.R.	comercial	G.R.	G.R.	comercial
Contenido promedio (ppm)	0.441	0.565	66.933	6.513	1.792
C.V.(%)	0.6	1.5	0.2	0.9	3.5
Límite de Confianza	--	--	--	--	--

NOM-PA-CCA-031

Parámetros	Límites Máximos Permisibles	
	Promedio diario	Instantáneo
Cromo hexavalente (mg/L)	0.5	1.0
Cromo total (mg/L)	2.5	5.0

### *X.I. DISCUSIÓN.*

Una vez obtenidos los resultados de los diferentes tipos de aguas: con desecho directo y después del tratamiento y al compararlos entre ellos, apreciamos que para el primer tipo de muestras, es necesaria una metodología de tratamiento, ya que al referirlos a los valores que establece la NOM-PA-CCA-031-93 con respecto al Cromo total y hexavalente, se observa que se encuentran por arriba de estos, corroborando así el empleo de la metodología de la reducción para Cr (VI).

Con respecto a los valores obtenidos para las aguas después del tratamiento y al contrastarlos con el valor instantáneo de la Norma, resultan estar todavía por arriba de dichos valores, pero en el supuesto caso que fueran arrojados al drenaje, sufrirían posiblemente una dilución quedando por debajo del valor reportado por la Norma, cumpliéndose así una de las metas propuestas para este trabajo, siendo esta la reducción de la contaminación de residuos peligrosos a nivel de docencia.

Por último se esperaría que los valores obtenidos por Absorción Atómica fuerán más altos que los de Vis/UV, pero en este caso, no fue así por lo que consideramos que es necesario un estudio por más tiempo para hacerlo más confiable, aunque este sirvió como referencia para conocer las condiciones de contaminación por ambas metodologías.

### *XI. EVALUACIÓN ECONÓMICA.*

Para realizar la evaluación económica del tratamiento a los residuos de cromo hexavalente se tomaron en consideración las siguientes puntos: Gastos directos, salarios y gastos indirectos.

Los primeros contemplan los gastos hechos por el material y reactivos, en cuanto a los salarios, implican el gasto que se tiene por el técnico que lleve a cabo el tratamiento, por último los gastos indirectos son los que no se pueden cuantificar, como ejemplo la cristalería, desgaste del equipo, electricidad, etc., esto es un 50% del los gastos directos.

#### **GASTOS DIRECTOS**

Reactivos y materiales	Unidad	Precio	Consumo			Importe		
			A-II	A-III	A-IV	A-II	A-III	A-IV
Etanol G.R. (mL)	100 mL	188.01	30	30	30	50.4	50.4	50.4
Carbonato de sodio anhidro	500 g	160.5	4.6g	18.5g	17.7g	1.5	5.94	5.68
Papel Whatman # 42	100 piezas	195.0	10 pzas.	10 pzas.	10 pzas.	19.5	19.5	19.5
<b>TOTAL</b>						<b>71.4</b>	<b>75.8</b>	<b>75.6</b>

**SALARIOS**

El tratamiento realizado por un técnico que perciba 16.66 pesos la hora, asciende a 33.33 pesos por tratamiento de residuos, considerando 2 horas posteriores a la reducción del Cromo hexavalente.

**GASTOS INDIRECTOS**

Se consideran como gastos indirectos al uso del equipo . El costo es de 35.7 pesos. El costo total para el tratamiento a los residuos de cromo hexavalente generados en las prácticas de docencia de los laboratorios de Análisis es:

Gastos directos	71.4 ( a 75.8 )
Salarios	33.33
Gastos indirectos	35.7

**TOTAL \$ 140.43 ( a 144.83 )**

Esta cotización por tratamiento se puede ver notoriamente disminuida al considerar que se puede prescindir de un técnico, ya que otra de las metas que se tienen contempladas es que se implemente esta metodología en docencia como una de las posibles alternativa de tratamiento a residuos peligrosos.

Por último un gasto más que se modificaría es el de emplear otro tipo de alcohol, en lugar de alcohol G.R. (HPLC) se optaría por utilizar un alcohol comercial, el cual tiene un valor de N\$ 5.00 (250 mL) con lo que el costo por tratamiento sería de N\$ 17.3 a 20.5; obteniéndose todavía con este un reactivo químicamente puro para su reutilización en prácticas posteriores.

## *XII. COMENTARIOS.*

\* Debe de ampliarse el estudio con Absorción Atómica, debido a que se presentan interferencias, que posiblemente disminuyen la respuesta de la concentración total de cromo, resultando menor a la obtenida por Espectrofotometría Vis./UV [Cromo (VI)] posiblemente por la interferencia del hierro, por lo que no se pudo hacer una comparación confiable de ambos métodos.

\* El límite de cuantificación (L.C.) no se logró obtener debido a que no se llegó a la concentración mínima ya que en todos los estándares preparados había proporcionalidad.

\* Se sugiere que en los posteriores residuos que se generen de las prácticas de Análisis II y IV para Q.F.B e I.Q respectivamente, se emplee la mitad del volumen de ácido fosfórico ya que este influye en las condiciones de precipitación del hidróxido de cromo recuperado, por no alcanzar el pH de precipitación por el carbonato de sodio (pH=7), necesitándose de este último una mayor cantidad para este fin, lo cual repercute también en el costo de tratamiento ( Ver Diagrama Zonas de Predominio ANEXO I ).

*CONCLUSIONES.*

1.-Se logró cuantificar el Cromo (VI) en las diversas muestras:

A) Desecho directo, el cuál presentó variación en los coeficientes de variación (27, 18.5, 3, para Análisis II, III y IV respectivamente.) debido, posiblemente a los constituyentes de las matrices de las muestras.

B) Residuos Tratados, en los residuos del Análisis IV se aprecia la mejor precisión con respecto a los demás (Análisis II y III) posiblemente a la diferencia en la matriz de cada uno (en especial del volumen de ácido fosfórico).

2.-Es posible con el tratamiento utilizado obtener cromita y sólidos reutilizables y con esto apegarnos a los requerimientos Ambientales.

3.-La técnica de cuantificación resultó ser precisa, y con buena linealidad.

4.-El tratamiento puede considerarse como sencillo y económico ya que para tratar un volumen de 200 mL se requieren \$ 142.60 M/N aproximadamente dependiendo de los constituyentes de la matriz, considerando reactivos salarios y uso del equipo. Este costo puede reducirse unas 3 veces al cambiarse el alcohol etílico G.R. por uno comercial, obteniéndose todavía un residuo químicamente puro y reutilizable.

5.-Este procedimiento de tratamiento puede servir como base para la implementación de prácticas didácticas y a su vez ecológicas, con lo cuál se fomentara una conciencia de protección al ambiente por parte de nuestra Sección.

# *ANEXOS*

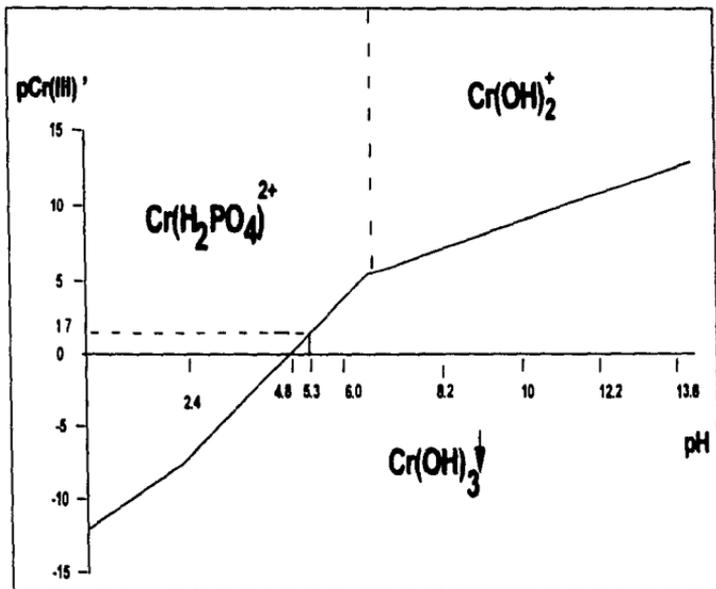


DIAGRAMA A.  $pCr(III)' = f(pH)$  para  $Cr(III)''$  a  $pPO_4' = 0$

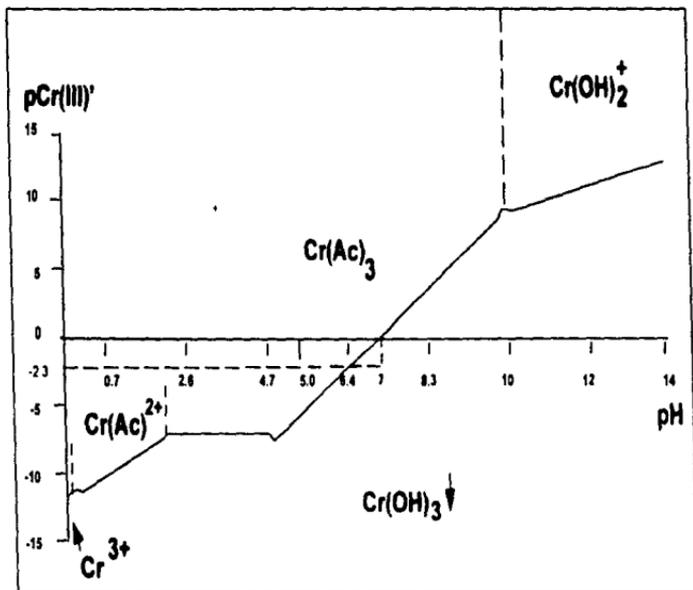


DIAGRAMA B.  $pAc' = f(pH)$  para  $Cr(III)'$  a  $pAc'' = -0.332$

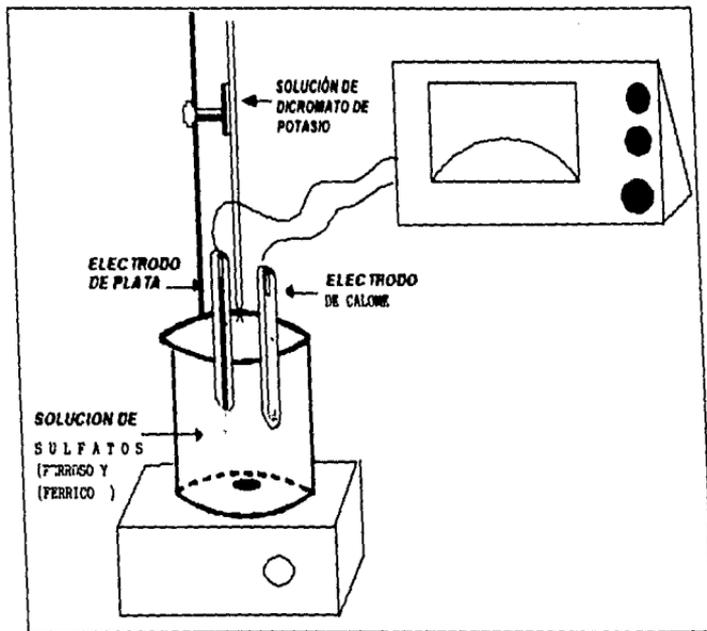


DIAGRAMA C. Valoración potenciométrica de Sulfatos con Dicromato de potasio.

*X.III. REFERENCIAS.*

- 1.- SEDUE/ COLGATE. (1988), " Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente".
- 2.- UNAM-SEDUE.(1992), Memorias del "Primer Curso de Impacto Ambiental" Palacio de Minería.
- 3.- SAHOP. (1971), " Ley Federal para Prevenir y Controlar la Contaminación Ambiental", Diario Oficial de la Federación del 12 de Marzo.
- 4.- SSA. (1973), "Código Sanitario de los Estados Unidos Mexicanos", Diario Oficial de la Federación del 13 de marzo.
- 5.- SEDUE. (1988), "Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente", Diario Oficial de la Federación del 28 de Enero.
- 6.-STPS. (1982), "Reglamento para la Protección al Ambiente contra la Contaminación originada por la emisión del ruido", Diario Oficial de la Federación del 16 de Diciembre.
- 7.- SEDUE. (1988), "Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en materia de Impacto Ambiental", Diario Oficial de la Federación del 7 de Junio.
- 8.- SEDUE. (1988), "Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente para la Prevención y Control de la Contaminación generada por vehículos automotores que circulan por el Distrito Federal y los Municipios de la Zona Conurbada", Diario Oficial de la Federación del 25 de Diciembre.
- 9.- SEDUE. (1988), "Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente en materia de Residuos Peligrosos", Diario Oficial de la Federación del 25 de Diciembre.

- 10.- SEDUE. (1988). "Reglamento de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente para la Prevención y Control de la Contaminación Atmosférica" Diario Oficial de la Federación del 25 de Diciembre.
- 11.- SCT. (1993), "Reglamento para el transporte Terrestre de Materiales y Residuos Peligrosos", Diario Oficial de la Federación del 7 de Abril.
- 12.- SARH. (1994), "Reglamento de la Ley de Aguas Nacionales", Diario Oficial de la Federación del 12 de Enero.
- 13.- Soto V. F., Obaya V. A., Guerrero C. (1996) "Almacenamiento y manipulación de los residuos peligrosos", Soc. Q. de Méx. 40( 5 ):220-229.
- 14.- SEDESOL / INE. (1993), "Normatividad ambiental sobre Residuos Peligrosos" Diario Oficial de la Federación del 22 de Octubre.
- 15.- SEDESOL. (1993), Normas Oficiales Mexicanas, "En Materia de Protección Ambiental", Aguas residuales, Diario Oficial de la Federación 28 Junio.
- 16.- NOM-001-ECOL-1996, Norma Oficial Mexicana "Establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes naturales," Diario Oficial de la Federación; 6 de enero de 1997; México.
- 17.- Araneo A. (1981), "Química Analítica Cualitativa", Mc Graw Hill, Colombia, pp 488-9

- 18.- Galvao Luis A.C; Corey Germán. (1987), "Centro Panamericano de Ecología Humana y Salud", OMS, México, pp 1-4: 13-14
- 19.- Pedersen G.A., Mortensen G.K., Larsen E.H (1994), "Beverages as a source of toxic element intake", *Food-Addit-Contam.*, 1(3), 351-63.
- 20.- Petrovic Z.T., Mandic M. L., Grgic J., Grgic Z. (1994), "Ash chromium leves of some types of honey", *Z- Lebensm-Unters Forsch*, 198(1), 36-9.
- 21.- Cocho-J. A., Cervilla J.R., Rey-Goldar M. L., Fdez. -Lorenzo J.R., Fraga J. M. (1992) "Chromium content in human milk, cow's milk and infant formulas", *Biol- Trace- Elem-Res.*, (32): 105-7
- 22.- Larsen E. H., Rasmussen L. (1991), "Chromium, lead and cadmium in Danish milk products and cheese determined by Zeeman graphite furnace atomic absorption spectrometry after direct injection or pressurized ashing", *Z- Lebensm -Unters-Forsch*; 192 (2): 136-41.
- 23.- Orten James M.; Neuhaus Otto. (1984), "Bioquímica Humana", Decima edición, Edit. Medica Panamericana, Argentina. 750, 754-5
- 24.- Barrett R. D., Bishara S. E., Quinn J. K. (1993), "Biodegradation of orthodontic appliances. Part I. Biodegradation of nickel and chromium in vitro", *Am- J- Orthod- Dentofacial-Orthop*, 103 (1): 8-14
- 25.- Kollmeier H., Seemann J. W., Rothe G., Muller K. M., Wittig P.(1990), "Age, sex, and region adjusted concentrations of chromium and nickel in lung tissue". *Br-J-Ind-Med*, 47 (10): 682-7
- 26.- OPS/OMS.(1988) "Evaluación Epidemiología de riesgos causados por agentes químicos ambientales" Limusa, México.

- 27.- Gulanowski B, Cieslak Golonka M, Szyba K, Urban J.(1994) "In vitro studies on the DNA impairments induced by Cr(III) complexes with cellular reductants", *Biometals*, 7 (2): 177-84
- 28.- Montrei M.M., Shabarchina L I, Pletneva T. V. Ershov IuA. (1993), "IR- spectroscopic study of the interaction of chromium salts with native DNA", *Biofizika*, 38 (4): 636-43.
- 29.- Ani M, Moshtaghie A. A. (1992), "The effect of chromium on parameters related to iron metabolism", *Biol- Trace-Elem- Res.*, 32: 57-64.
- 30.- Pineau A., Guillard O., Risse J. F. (1992), "A study of chromium in human cataractous lenses and whole blood of diabetics, senile, and normal population", *Biol-Trace-Elem-Res.*, 32: 133-8.
- 31.- Malecka J., Grzeszczak W., Zukowska-Szczechowska E. A., Jendryczko A., Baczynski R.(1995), "Concentration of chromium in blood serum of patients with chronic renal failure", *Pol-Arch-Med-Wewn*, 93 (1): 25-31.
- 32.- Berzin' V. I., Zakotjuk L. N.(1994), "The characteristics of the accumulation of metals in the hair of children", *Vrach-Delo* (5-6): 71-3.
- 33.- Nagaya T., Ishikawa N., Hata H., Takahashi A., Yoshida I., Okamoto Y. (1994), "Early renal effects of occupational exposure to low-level hexavalent chromium", *Arch-Toxicol*, 68 (5): 322-4.
- 34.- Dreisbach R.H. (1984) "Manual de Toxicología Clínica: Prevención, Diagnóstico y Tratamiento", Quinta edición, *El Manual Moderno*, México. 209-10
- 35.- Skoog Douglas A, Leary James J. (1994), "Análisis Instrumental", Cuarta edición en español, *Mc Graw Hill*, México, 66-8.

- 36.- Ayres G.(1970),"Análisis Químico Cuantitativo", Segunda edición, Harla, México, 459-479.
- 37.- Tippens Paul E.(1987), "Física conceptos y aplicaciones", Tercera edición en español, Mc Graw Hill, México, 483-7
- 38.- Paredes J.,Huerta L. A.(1975),"Estructura atómica",Segunda Edición, Trillas, México, 33-40.
- 39.- Remington. (1990), "Farmacia",17a. Edición, Médica Panamericana, Vol( 1 ). Buenos Aires, 1103-4
- 40.- Asociación Farmacéutica Politécnica Escuela Nacional de Ciencias Biológicas IPN. (1979), "Curso básico sobre la espectroscopía en la Industria Químico Farmacéutica", México, 1-25.
- 41.- Watty B. M. (1982), "Química Analítica", Alhambra, México, 427-33.
- 42.-Strobel H. A. (1974), "Instrumentación Química", Limusa, México, 179-213.
- 43.- Flaschka H. A., Barnard A. J. "Química Analítica Cuantitativa" CECSA Vol(1) 456-63.
- 44.- Donal J, Pietryk Clyde W. F.(1983), "Química Analítica", Segunda edición, Interamericana, México, 384-9.
- 45.- Ramette W. R. (1983), "Equilibrio y Análisis Químico", Fondo Educativo Interamericano, México. 29-35; 141-161.
- 46.- Strertwieser Andrew, Heathcock Clayton. (1983). "Química Orgánica", Editorial Nueva Interamericana, México, 232-233.
- 47.- Donald V.,Voet J. G.(1990), "Biochemistry", John Wiley & Sons, USA. 417.

- 48.- Joseph-Natha P.(1976), "Métodos Clásicos de Separación", Edicol, S.A., México. 24-25.
- 49.- Granados E., Botello J. C., Ramirez T., Rojas A., Banderas P. (1990), "Manual de práctica de laboratorio de Análisis II para la carrera de Q.F.B.", Sección de Química Analítica de F.E.S.-Cuautitlán.
- 50.- Granados E., Botello J. C., Ramirez T., Rojas A. Vital V. M., Gómez M. (1994), "Manual de práctica de laboratorio de Análisis III para la carrera de Q.F.B.", Sección de Química Analítica de F.E.S.-Cuautitlán.
- 51.- Pérez S. J. J., Nonato F. (1995), "Manual de práctica de laboratorio de Análisis IV para la carrera de I.Q.", Sección de Química Analítica de F.E.S.-Cuautitlán.
- 52.- Harris D.C. (1992), "Análisis Químico Cuantitativo" Iberoamericana, México. 31.
- 53.- Curtman L.V. (1959), "Análisis Químico Cualitativo", Manuel Marín y Cía Editores, España. 379-81.
- 54.- Vogel I. (1984), "Química Analítica Cuantitativa", Edit. Kepeluz, España. 82-3.
- 55.- Ringbom, (1973) "Formación de complejos en Química Analítica", Alhambra. Madrid, 343
- 56.- Paul L. (1991), USP. "Perspectives on Analytical Methods Validation", Pharm. Technol.130-1
- 57.- Comité de Elaboración de Guías Oficiales de Validación. (1986), "Requisitos mínimos para la validación de métodos analíticos", Colegio Nacional de Q.F.B. AC.
- 58.- Varian, (1996) "Manual de Espectrofotometría de Absorción Atómica" México.