

29
2er



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

DESARROLLO DE UN PROCESO PARA ESTABILIZAR UN RESIDUO INDUSTRIAL RICO EN CROMO HEXAVALENTE

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A :

ARCADIO GARCIA GOMEZ



MEXICO, D. F.

EXAMENES
FACULTAD DE QUÍMICA

1999

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

2-92/14



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.

SIN

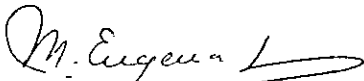
PAGINACION

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE	Prof. Margarita Eugenia Gutiérrez Ruiz
VOCAL	Prof. José Antonio Ortíz Ramírez
SECRETARIO	Prof. Adela Castillejos Salazar
1er. SUPLENTE	Prof. José Luz González Chávez
2ºSUPLENTE	Prof. Silvia Elena Castillo Blum

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio de Análisis del Ambiente
Instituto de Geografía, UNAM



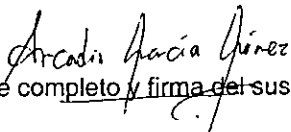
Nombre completo y firma del asesor del tema:

M. en C. Margarita Eugenia Gutiérrez Ruiz

Nombre completo y firma del supervisor técnico:



I.Q. Miguel Angel Ramirez Peralta



Nombre completo y firma del sustentante:

Arcadio García Gómez

DEDICATORIA

A Doña Consuelo, Doña Ana María, Don Ricardo y Don Arcadio

A Doña Mirza y Don Arcadio

A Gonzalo y Eduardo

AGRADECIMIENTOS

- A todos y cada uno de mis amigos, quienes convirtieron los días universitarios en auténticas maravillas.
- A los profesores cuyas enseñanzas contribuyeron a mi formación.
- A todo el equipo del Laboratorio de Análisis Físicos y Químicos del Ambiente del Instituto de Geografía, por su amistad y todo el apoyo otorgado para la realización de este trabajo. A la M. en C. Margarita Gutiérrez, por haberme incluido en un proyecto de gran importancia para el laboratorio.
- Al personal del laboratorio y de la planta de QCM cuya colaboración fue decisiva para la conclusión de este trabajo, muy especialmente a los Ing. Luisa Yamamoto y Francisco García.
- Al Ing. Miguel Angel Ramírez Peralta y al personal de Perry Ingenieros, por su amistad y amable asesoría.
- Al Dr. Karl Bertram Nagel, y a la Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit, por la beca y el excelente apoyo recibidos para la realización de este proyecto.
- Al Ing. Rufino Lozano Santacruz, por su invaluable ayuda para la obtención de información de espectrofotometría y fluorescencia de Rayos X.
- Al Ing. Ricardo Peralta Fabi y al personal del Laboratorio de Ingeniería Aeroespacial del Instituto de Ingeniería, por su apoyo para la obtención de imágenes de microscopía electrónica de barrido.
- A la Ing. Adela Castillejos, al Dr. José Antonio Ortiz y al Dr. José Luz González, por sus valiosas recomendaciones.
- Al Ing. Marcelo Herrera, por su apoyo para la conclusión de este trabajo.
- A Flor y a la familia, por su incondicional apoyo y amistad.
- Al Sahara F.C., sus seguidores y amigos.

Resumen Ejecutivo

Durante 22 años, una planta productora de cromato de sodio generó 300,000 toneladas de un desecho sólido que contiene cromo hexavalente por arriba del nivel permisible (5.0 mg/L en relación 1:20 sólido:extractante ($\text{pH}=4.93\pm 0.05$), según la Norma Oficial Mexicana ECOL 052/93). El material se depositó en un confinamiento a cielo abierto que es considerado como una fuente potencial de contaminación para los cuerpos de agua de la región [3]. Por lo tanto, para resolver la problemática en forma definitiva se planeó estabilizar el material usando una tecnología de reducción desarrollada en 1991 por Gutiérrez y cols. [4, 22]. Debido a las diferencias en los procesos de producción, los residuos presentaron diferencias importantes en su composición por lo que fue necesario adaptar la tecnología original. En este trabajo se presentan los resultados de la caracterización del material y los experimentos realizados para determinar los parámetros del proceso de estabilización, así como una descripción general de la planta piloto utilizada.

En la fase de caracterización del material se tomaron 23 muestras del depósito de residuo y se les midieron pH y conductividad eléctrica. Se prepararon 5 muestras compuestas, que fueron caracterizadas mediante fluorescencia y difracción de Rayos X, espectrofotometría de absorción atómica (elementos totales y solubles), análisis de carbonatos totales y de cloruros, carbonatos y bicarbonatos solubles y microscopía electrónica de barrido. Se probaron en el laboratorio 12 procesos de estabilización, seleccionando el más eficiente, y se realizaron las pruebas para determinar los parámetros de operación de la planta piloto, buscando utilizar las instalaciones existentes en la planta para la producción de cromatos que actualmente están en desuso.

El procedimiento determinado en el laboratorio consiste básicamente en el molido a 200 mesh, adición de agua en relación 1:10 (sólido:agua), adición de ácido sulfúrico hasta un intervalo de pH de 2-3 y agitación durante 10 minutos. Posteriormente se adiciona el agente reductor (sulfato ferroso) en una cantidad acorde a la concentración de cromatos; la cantidad de hierro que se requiere para reducir al cromo hexavalente oscila entre 0.425 y 0.93 moles por kg de residuo. El proceso implica una etapa de filtración después de la reducción (sin precipitación) y la recirculación del licor ácido al reactor, con lo que disminuye el consumo de ácido y agua. Adicionalmente, se evita el uso de cal para precipitar los metales presentes en la solución ácida, con lo cual se reduce el volumen original de los residuos. Finalmente se presentan los resultados de los análisis CRETIB efectuados en el material estabilizado.

Para operar el proceso a nivel piloto se hicieron las modificaciones necesarias a algunos equipos de la planta de producción de cromatos (reactor agitado, filtro, tanques para agua y ácido), y los resultados obtenidos hasta ahora permiten cumplir con la legislación vigente.

La tecnología desarrollada constituye una solución definitiva para residuos sólidos ya que convierte el cromo hexavalente a sus formas termodinámicas más estables. Esta alternativa es la primera en su tipo a nivel mundial y sustituye las formas tradicionales de manejo: confinamientos y relleno de los tajos de las minas agotadas de cromita (materia prima para la obtención de cromo hexavalente), siendo que ambos métodos representan un alto nivel de riesgo para el ambiente y conforman pasivos ecológicos que heredarán las futuras generaciones.

Desarrollo de un proceso para estabilizar un residuo industrial rico en cromo hexavalente

Arcadio García Gómez

Agradecimientos
Índice
Listado de tablas
Listado de figuras
Glosario

Resumen ejecutivo

Introducción

1. Marco teórico

1.1 Antecedentes

- 1.1.1. Proceso de obtención de cromato de sodio
- 1.1.2. Fundamentos de la estabilización
- 1.1.3. Otros procesos de estabilización
- 1.1.4. Problemas ambientales asociados al cromo (VI)
Efectos del cromo en suelos y plantas
Efectos del cromo en humanos
Otros efectos del cromo
- 1.1.5. Legislación

1.2 Metodología de trabajo

- Investigación bibliográfica y planeación del proyecto
- Muestreo y recolección de información del proceso generador del residuo
- Caracterización de las muestras de residuo
- Determinación de los parámetros básicos de estabilización
- Desarrollo, evaluación y selección del tratamiento
- Determinación de las principales características de la planta piloto requerida

2. Etapa experimental (nivel laboratorio)

2.1. Caracterización del residuo

- 2.1.1 Muestreo y preparación de las muestras
- 2.1.2 Análisis preliminares (para clasificar el material)
- 2.1.3 Análisis complementarios
Preparación y tratamiento de las muestras compuestas
Análisis cualitativos: Difracción de rayos X
Análisis semicuantitativos: Fluorescencia de rayos X

Análisis cualitativos: Fotografías con microscopio electrónico de barrido

Análisis cuantitativos: Determinación de pH y conductividad eléctrica

Análisis cuantitativos: Determinación de aniones

Análisis cuantitativos: Determinación de elementos totales

Análisis cuantitativos: Determinación de elementos solubles

Determinación de la "Capacidad oxidante"

2.2. Discusión de resultados de la caracterización

2.3. Parámetros básicos del proceso de estabilización

2.3.1. Preparación y análisis de muestras tipo A y tipo B

2.3.2. Estequiometría de las reacciones

2.3.3. Determinación de las condiciones para solubilizar al Cr^{VI} presente en el residuo

2.3.4. Curvas de la reacción de reducción del cromo hexavalente

2.3.5. Determinación del pH requerido para llevar a cabo la reducción del cromo hexavalente

2.3.6. Determinación de la cantidad de hierro (II) requerida para reducir el cromo hexavalente del residuo

2.3.7. Determinación de la cantidad de cal necesaria para precipitar a las sales solubles

2.4. Discusión de resultados de los parámetros del proceso

2.5. Análisis de procesos para estabilizar el residuo

2.5.1. Lavado con agua sin molienda (LASM)

2.5.2. Lavado con agua y ataque ácido, sin molienda (LAAASM)

2.5.3. Lavado con agua (LA)

2.5.4. Lavado con agua y ataque ácido (LAAA)

2.5.5. Filtración después de la reducción (FDR)

2.5.6. Filtración después de la precipitación (FDP)

2.5.7. Recirculación de ácido (RA)

2.5.8. Recirculación de sólido lavado (RSL)

2.5.9. Precipitación por saturación de la solución (PSS)

2.5.10. Separación gravimétrica (SG)

2.5.11. Separación magnética (SM)

2.5.12. Flotación con agentes espumantes (FAE)

2.6. Discusión de resultados de la determinación del proceso para la estabilización del residuo

3. Planta piloto

3.1. Principales características de la planta piloto

3.1.1. Generalidades

Capacidad

Especificación del producto

Localización de la planta

- Especificaciones de materias primas
- Características de los efluentes generados
- 3.1.2. Diagrama de bloques
- 3.1.3. Diagrama de flujo de proceso
- 3.1.4. Criterios de escalamiento

3.2. Descripción del proceso de estabilización del residuo

- 3.2.1. Generalidades
- 3.2.2. Etapas del proceso
 - Molienda
 - Disolución y ataque ácido
 - Reducción química
 - Filtración
 - Precipitación
 - Recirculación (o purga de líquido)
 - Confinamiento del material o fabricación de bloques

3.3. Diagrama de tubería e instrumentación (DTI) y planos de distribución de áreas de proceso y equipos

- 3.3.1. Diagrama de tubería e instrumentación
- 3.3.2. *Layout* de la planta piloto
- 3.3.3. Plano de localización de equipo

3.4. Filosofías básicas de operación

- 3.4.1. Variables de operación y control analítico del proceso
- 3.4.2. Secuencia de operaciones

3.5. Hojas de seguridad de los materiales involucrados en el proceso

- Ácido sulfúrico
- Sulfato heptahidratado de hierro (II)
- Bióxido de azufre
- Bióxido de carbono
- Notas con respecto a las hojas de seguridad

4. Conclusiones y recomendaciones

Bibliografía

Apéndice 1. Métodos y técnicas experimentales

- A1.1. Determinación del pH y la conductividad
 - Selección y preparación de muestras
 - Técnicas y métodos experimentales
- A1.2. Fotografías con microscopio electrónico
 - Selección y preparación de muestras
 - Técnicas y métodos experimentales

A1.3. Difracción de rayos X

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.4. Fluorescencia de rayos X

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.5. Determinación de cloruros, carbonatos y bicarbonatos solubles

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.6. Determinación de carbonatos totales

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.7. Determinación de elementos totales

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.8. Determinación de elementos solubles

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.9. Determinación de la capacidad oxidante

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.10. Determinación de las condiciones para solubilizar al cromo hexavalente presente en el residuo

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.11. Curvas de la reacción de reducción del cromo hexavalente

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.12. Determinación del pH requerido para la reducción del Cr^{VI}

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.13. Determinación de la cantidad de hierro requerida para reducir al cromo del residuo

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

A1.14. Determinación del aumento de volumen debido a la adición de cal y/o sosa

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

Apéndice 2: CRET: Procedimientos y resultados

Selección y preparación de muestras

Técnicas y métodos experimentales

Características de los residuos peligrosos

Apéndice 3: Resultados de las lecturas del flamómetro y del espectrofotómetro de absorción atómica

Cromo
Aluminio
Calcio
Hierro
Magnesio
Sodio
Mercurio
Plomo
Bario
Cadmio

Apéndice 4: Difracción y fluorescencia de rayos X

- 4.1. Resultados de los análisis de difracción de rayos X
- 4.2. Resultados de los análisis de fluorescencia de rayos X

Apéndice 5: Costos de materias primas

Listado de tablas

Tabla 1.1. Composición de 6 lotes de cromita (valores promediados).

Tabla 2.1. Puntos de muestreo, muestras extraídas y profundidad de las excavaciones.

Tabla 2.2. Clasificación de las muestras en 5 subgrupos con base en los valores de pH y conductividad eléctrica.

Tabla 2.3. Conformación de las muestras compuestas.

Tabla 2.4. Composición del residuo sin tratar.

Tabla 2.5. Resultados de los análisis de fluorescencia de rayos X del residuo sin tratar.

Tabla 2.6. Valores de pH de soluciones 1:5 residuo:agua y 1:5 residuo:solución 0.1 M de CaCl_2 y conductividad eléctrica de soluciones 1:5 residuo:agua desionizada

Tabla 2.7. Concentración en peso de los principales aniones presentes en el residuo sin tratar.

Tabla 2.8. Concentración en peso de los componentes mayores del residuo sin tratar.

Tabla 2.9. Concentración en peso de los elementos solubles presentes en el residuo sin tratar.

Tabla 2.10. Resultados de los experimentos efectuados para calcular la “capacidad oxidante”.

Tabla 2.11. Características generales de las muestras de residuo tipo A y tipo B.

Tabla 2.12. Principales aniones presentes en las muestras de residuo tipo A y tipo B.

Tabla 2.13. Porcentaje en peso de los elementos mayores presentes en las muestras tipo A y tipo B.

Tabla 2.14. Porcentaje en peso de los principales elementos solubles presentes en las muestras tipo A y tipo B.

Tabla 2.15. *Capacidad oxidante* del residuo sin tratar.

Tabla 2.16. Reactivos involucrados en la reacción de reducción con Fe^{2+} (moles / kg de residuo).

Tabla 2.17. Reactivos involucrados en la reacción de precipitación con cal y SO_4^{2-} (moles / kg de residuo).

Tabla 2.18. Masa teórica de los reactivos necesarios para la estabilización del residuo (g / kg de residuo).

- Tabla 2.19. Determinación de las condiciones de solubilización de Cr(VI) en el residuo tipo A.
- Tabla 2.20. Determinación de las condiciones de solubilización de Cr(VI) en el residuo tipo B.
- Tabla 2.21. Resultados del experimento 1 para determinar el pH de reducción. Muestras A y B.
- Tabla 2.22. Resultados del experimento 2 para determinar el pH de reducción. Muestras A y B.
- Tabla 2.23. Resultados del experimento 1 para determinar la cantidad de hierro requerida para la reducción del Cr(VI). Muestras A y B.
- Tabla 2.24. Resultados del experimento 2 para determinar la cantidad de hierro requerida para la reducción del Cr(VI). Muestras A y B.
- Tabla 2.25. Cantidad de cal necesaria para tratar el residuo tipo A (de la parte alta del depósito).
- Tabla 2.26. Cantidad de cal necesaria para tratar el residuo tipo B (de la parte baja del depósito).
- Tabla 2.27. Concentración de cromo hexavalente en extractos CRETIB.
- Tabla 2.28. Composición del residuo molido y lixiviado (8 lavados, 325 mesh).
- Tabla 2.29. Concentración de cromo hexavalente en los lixiviados CRETIB correspondientes al proceso LAAASM.
- Tabla 2.30. Composición del residuo molido y lixiviado (9 lavados, 325 mesh).
- Tabla 2.31. Concentración de cromo hexavalente en los lixiviados CRETIB correspondientes al proceso LA (200 mesh).
- Tabla 2.32. Composición del residuo tratado (8 lavados, 325 mesh).
- Tabla 2.33. Concentración de cromo hexavalente (ppm) en las soluciones de sólido tratado con el proceso LAAA.
- Tabla 2.34. Composición de una muestra de sólido tratado con el proceso LAAA (10 lavados, 325 mesh, ataque ácido).
- Tabla 2.35. Composición del sólido resultante del primer filtrado del proceso FDR (325 mesh)
- Tabla 2.36. Composición del sólido resultante del segundo filtrado del proceso FDR (325 mesh)
- Tabla 2.37. Variaciones en la relación entre el volumen del residuo y el volumen del material estabilizado.
- Tabla 2.38. Composición del sólido resultante del primer filtrado del proceso FDP (325 mesh).

Tabla 2.39. Composición del residuo del depósito después de aplicar el proceso RA (325 mesh).

Tabla 2.40. Composición del residuo después de aplicar el proceso RSL (8 lavados, 325 mesh).

Tabla 2.41. Composición del sólido resultante del filtrado del proceso PSS (325 mesh).

Tabla 2.42. Composición del sólido resultante de la precipitación con cal (proceso SG, 325 mesh).

Tabla 2.43. Composición del sólido pesado (proceso SG, 325 mesh).

Tabla 2.44. Composición del sólido resultante de la precipitación con cal (proceso SM, 325 mesh).

Tabla 2.45. Composición del sólido pesado (proceso SM, 325 mesh).

Tabla 2.46. Resumen de datos de los procesos que involucran lavados.

Tabla 2.47. Concentración de cromo hexavalente en los extractos CRETIB obtenidos con los materiales resultantes de aplicar cada uno de los 12 procesos de tratamiento propuestos.

Tabla 2.48. Criterios de selección para el proceso óptimo de estabilización.

Tabla 2.49. Comparación de los procesos de estabilización que cumplen con la legislación vigente considerando los criterios de selección definidos en la tabla 2.48.

Tabla A2.1. Concentración máxima permitida en el extracto PECT para componentes inorgánicos.

Tabla A3.1. Condiciones de operación del espectrofotómetro Varian SpectrAA 10 Plus en las lecturas correspondientes a elementos no detectados.

Tabla A4.1. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 1.

Tabla A4.2. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 2.

Tabla A4.3. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 3.

Tabla A4.4. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 4.

Tabla A4.5. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 5.

Tabla A4.6. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales resultantes del proceso LASM (sección 2.5.1), después de 8 lavados y molienda a 325 mesh.

Tabla A4.7. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del material resultante de la aplicación del proceso LAAASM (sección 2.5.2), después de 9 lavados y molienda a 325 mesh.

Tabla A4.8. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del material resultante de la aplicación del proceso LA (sección 2.5.3), después de 8 lavados y molienda a 325 mesh.

Tabla A4.9. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del material resultante de la aplicación del proceso LAAA (sección 2.5.4), después de 10 lavados, molienda a 325 mesh y con un ataque ácido como parte del proceso.

Tabla A4.10. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido resultante de aplicar el primer filtrado correspondiente al proceso FDR (polvo molido a 325 mesh).

Tabla A4.11. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido resultante de aplicar el segundo filtrado correspondiente al proceso FDR (analizado en la sección 2.5.5). El polvo se molió a 325 mesh.

Tabla A4.12. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido resultante de aplicar el primer filtrado del proceso FDP (sección 2.5.6), con polvo molido a 325 mesh.

Tabla A4.13. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido resultante (molido a 325 mesh) de aplicar el proceso RA (sección 2.5.7).

Tabla A4.14. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido resultante de aplicar el proceso RSL (sección 2.5.8). Se realizaron 8 lavados y el polvo se molió a 325 mesh.

Tabla A4.15. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido resultante (molido a 325 mesh) de aplicar el filtrado correspondiente al proceso PSS (sección 2.5.9).

Tabla A4.16. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido resultante de aplicar la precipitación con cal correspondiente al proceso SG (sección 2.5.10).

Tabla A4.17. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido pesado (molido a 325 mesh) que resulta de aplicar el proceso SG (sección 2.5.10).

Tabla A4.18. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido resultante de aplicar la precipitación con cal correspondiente al proceso SM (sección 2.5.11).

Tabla A4.19. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del sólido pesado (molido a 325 mesh) que resulta de aplicar el proceso SM (sección 2.5.11).

Tabla A4.20. Resultados de los análisis de fluorescencia de rayos X; la concentración de algunos elementos se expresa en sus formas oxidadas porque así lo reporta el software empleado para interpretar los resultados.

Tabla A5.1. Costos de las materias primas involucradas en los procesos analizados.

Listado de figuras

Figura 1.1. Diagrama de bloques del proceso de obtención de cromato de sodio

Figura 2.1. Mapa del depósito y ubicación de los puntos de muestreo.

Figura 2.2. Fotografía del residuo con un aumento de 100 μm (10 kv, X47).

Figura 2.3. Fotografía del residuo con un aumento de 1000 μm (10 kv, X30).

Figura 2.4. Seguimiento de la reacción de reducción del material A

Figura 2.5. Seguimiento de la reacción de reducción del material B

Figura 2.6. Diagrama de bloques del proceso LASM (lavado con agua, sin molienda).

Figura 2.7. Diagrama de bloques del proceso LAAASM (lavado con agua seguido de un ataque ácido sin molienda).

Figura 2.8. Diagrama de bloques del proceso LA (lavado con agua, incluyendo una etapa de molienda).

Figura 2.9. Diagrama de bloques del proceso LAAA (lavado con agua y ataque ácido).

Figura 2.10. Diagrama de bloques del proceso FDR (filtración después de la reducción).

Figura 2.11. Diagrama de bloques del proceso FDP (filtración después de la precipitación).

Figura 2.12. Diagrama de bloques del proceso RA (recirculación de ácido).

Figura 2.13. Diagrama de bloques del proceso RSL (recirculación de sólido lavado).

Figura 2.14. Diagrama de bloques del proceso PSS (precipitación por saturación de la solución).

Figura 2.15. Diagrama de bloques del proceso SG (separación gravimétrica).

Figura 2.16. Diagrama de bloques del proceso SM (separación magnética).

Figura 2.17. Diagrama de bloques del proceso FAE (flotación con agentes espumantes).

Figura 3.1. Diagrama de bloques (simplificado) del proceso de estabilización seleccionado

Figura 3.2. Diagrama de flujo de proceso (D.F.P.)

Figura 3.3. Diagrama y componentes del sistema de molienda (Q - 01 en el D.F.P.).

Figura 3.4. Diagrama de tubería e instrumentación.

Figura 3.5. *Layout* de las instalaciones destinadas a realizar las pruebas piloto.

Figura 3.6. Arreglo de equipo en la planta piloto.

Glosario

Batch: tipo de proceso industrial que opera por lotes.

Capacidad oxidante: medida de los oxidantes presentes en una muestra de residuo. Se cuantifica mediante una reacción en medio ácido con una solución cuantitativa de sulfato ferroso heptahidratado.

CRETIB: Siglas con que se designa la secuencia de pruebas que miden la corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad e inflamabilidad de los residuos. Para realizar las mediciones se utilizan los procedimientos descritos en la NOM - ECOL - 053/1993.

Estabilización: Proceso mediante el cual se transforma un residuo a formas sólidas e insolubles con baja energía de formación.

Extracto CRETIB: Líquido obtenido de la extracción que se realiza durante la prueba de peligrosidad de un residuo, de acuerdo con la NOM - ECOL - 053/1993.

Layout: Distribución de los equipos de proceso en una planta industrial.

Mesh: unidad empleada para medir el tamaño de partícula.

Muestra compuesta: muestra representativa formada con la combinación de muestras individuales que provienen del depósito de residuo.

Muestra tipo: muestra formada con la combinación de muestras compuestas.

ND: no detectado; la concentración del analito es inferior al límite de detección.

NOM: Acrónimo de Norma Oficial Mexicana

Núm.: número.

ppm: partes por millón (unidad de concentración equivalente a mg/L).

w/w: relación en peso entre 2 materiales.

Introducción

Durante 22 años una empresa mexicana operó un proceso para producir de cromato de sodio basado en la oxidación de cromita a temperatura elevada, generando 320,000 toneladas de residuos tóxicos. A partir de 1993 la operación de producción de cromatos fue suspendida y desde entonces se importan de EUA para producir diversas sales de cromo trivalente.

Los desechos acumulados son de dos tipos, uno de aspecto terroso que contiene cromatos, sílice y minerales de calcio, hierro y otros metales, y otro que contiene alúmina y cromatos (Fig. 1.1). Los desechos fueron colocados a cielo abierto en los patios de la compañía y debido al peligro que representan se han realizado diversos intentos para resolver la problemática. Se probó estabilizarlos mediante la adición de cemento, pero no se logró inmovilizar al cromato, además, los costos asociados al proceso eran muy altos. Posteriormente, se construyeron un par de plataformas de concreto que fueron recubiertas con una película de polietileno y sobre ellas se colocaron las 320,000 toneladas de residuos. Con el fin de disminuir los efectos del viento y la lluvia sobre el material, encima del residuo de aspecto terroso (300,000 toneladas) se colocó una capa de tepetate de 5 cm de espesor y se cubrió con polietileno a una porción del depósito donde se acumuló el residuo de alúmina y cromatos (20,000 toneladas) Las plataformas construidas cuentan con un sistema de drenaje para recolectar los lixiviados y enviarlos a una planta de tratamiento de aguas.

A pesar de los esfuerzos que se han realizado, el confinamiento actual no cumple con la normatividad internacional para disponer residuos que contienen sales tóxicas y oxidantes, como es el caso de los cromatos [11]. El material contiene una cantidad de cromo hexavalente mayor a la permitida por la legislación vigente en materia de residuos tóxicos (5.0 mg/L en relación 1:20 sólido:extractante ($\text{pH}=4.93\pm 0.05$)), de acuerdo con la Norma Oficial Mexicana NOM-ECOL 052/93 [35].

Las normas internacionales para la construcción de un confinamiento que recibe sales oxidantes como son los cromatos, son muy estrictas. Por lo tanto, los costos de construcción y operación del confinamiento que requeriría esta empresa son muy altos y además, se debe considerar que es necesario contar con recursos humanos muy especializados.

La población no acepta fácilmente la construcción de confinamientos cerca de sus hogares, ya que los considera un peligro potencial para la salud. Los directivos de la empresa, después de analizar las diversas alternativas, consideraron más recomendable buscar la estabilización de los residuos y de ser posible, su reuso. De esta manera se asegura que estos residuos se conviertan en un material inocuo para el ambiente, y pueden brindar algún beneficio.

Con el fin de obtener la información necesaria para desarrollar el proceso que permita estabilizar el residuo en un periodo no mayor a una década, se realizó el presente estudio, enfocado a cumplir 3 objetivos primarios:

1. Caracterizar el material residual
2. Implementar una tecnología para estabilizar el residuo

3. Generar la información necesaria para diseñar, construir y operar una planta piloto que pueda ser escalada a una planta industrial con capacidad para tratar las 300,000 toneladas del residuo terroso en un periodo de 10 años.

En este trabajo se evaluó la metodología de reducción con hierro desarrollada para resolver el problema de contaminación generado por los residuos de la planta de Cromatos de México, S.A. de C.V. en Tultitlán, Estado de México [21, 23, 25], y se propusieron otras alternativas de estabilización. Se presenta una descripción de cada uno de los procesos analizados, así como sus principales ventajas y desventajas; al final se desglosan y estudian las características y etapas del proceso seleccionado, y se analiza la posibilidad de utilizar bióxido de azufre como agente reductor.

1. Marco Teórico

1.1. Antecedentes

1.1.1. Proceso de obtención de cromato de sodio

Existen distintos métodos para obtener cromato de sodio, y tanto la composición como la cantidad de los materiales residuales generados dependen de las etapas y equipos de que conste el proceso utilizado. Se estudiaron las etapas del proceso que generó el residuo tóxico con el fin de determinar los materiales que pueden estar presentes en el residuo [11, 23]:

1. Secado de la cromita.
2. Molido de cromita a 74 micras (200 mesh).
3. Molido del carbonato de sodio (Na_2CO_3).
4. Mezclado de cromita , carbonato de sodio, cal y residuo .
5. Calcinación de la mezcla en presencia de aire para obtener cromato. La temperatura del horno rotatorio oscila entre 1100 y 1200°C y el tiempo de residencia es de 4 horas. Si los combustibles empleados en los hornos de calcinación contienen azufre, el producto tendrá sulfato de sodio como impureza, y muy probablemente será amorfo, en virtud de lo cual será difícil de separar [44]. La cal se adiciona con el fin de aumentar la velocidad de calcinado y para convertir la alúmina y la sílice del material a aluminatos y silicatos insolubles, sin embargo, vuelve lento el lixiviado. La reacción que se realiza en el horno y da origen al cromato de sodio se aprecia a continuación:
$$4 \text{FeCr}_2\text{O}_4 + 8 \text{Na}_2\text{CO}_3 + 7 \text{O}_2 \text{ =====> } 2 \text{Fe}_2\text{O}_3 + 8 \text{Na}_2\text{CrO}_4 + 8 \text{CO}_2$$
6. Enfriado de la mezcla en un enfriador giratorio, para obtener una temperatura aproximada de 600°C.
7. Separación del cromato en cajas lixiviadoras de falso fondo sobre las cuales se coloca el sólido obtenido y se bombea agua que solubiliza al cromato. Se obtiene una solución casi saturada de cromato de sodio que contiene aproximadamente 500 g/L de cromato (Na_2CrO_4), y aluminato (NaAlO_2) de sodio. El valor del pH en este punto es cercano a 13.
8. Después de la extracción se genera un residuo que se recircula íntegramente a un secador, de donde pasa a un molino que lo tritura a 74 micras (200 mesh), y de allí se integra nuevamente al proceso a través del mezclador mencionado en el punto 4. Una vez que el residuo recorrió por primera vez el proceso, se extrae del mismo y se envía al depósito de primer paso, para posteriormente alimentarlo de nuevo (mezclado con cromita, cal y carbonato). Cuando el residuo recorrió el proceso por segunda ocasión se envía al depósito de residuo de segundo paso, donde se almacena; en el depósito principal existen 300,000 toneladas de este material.

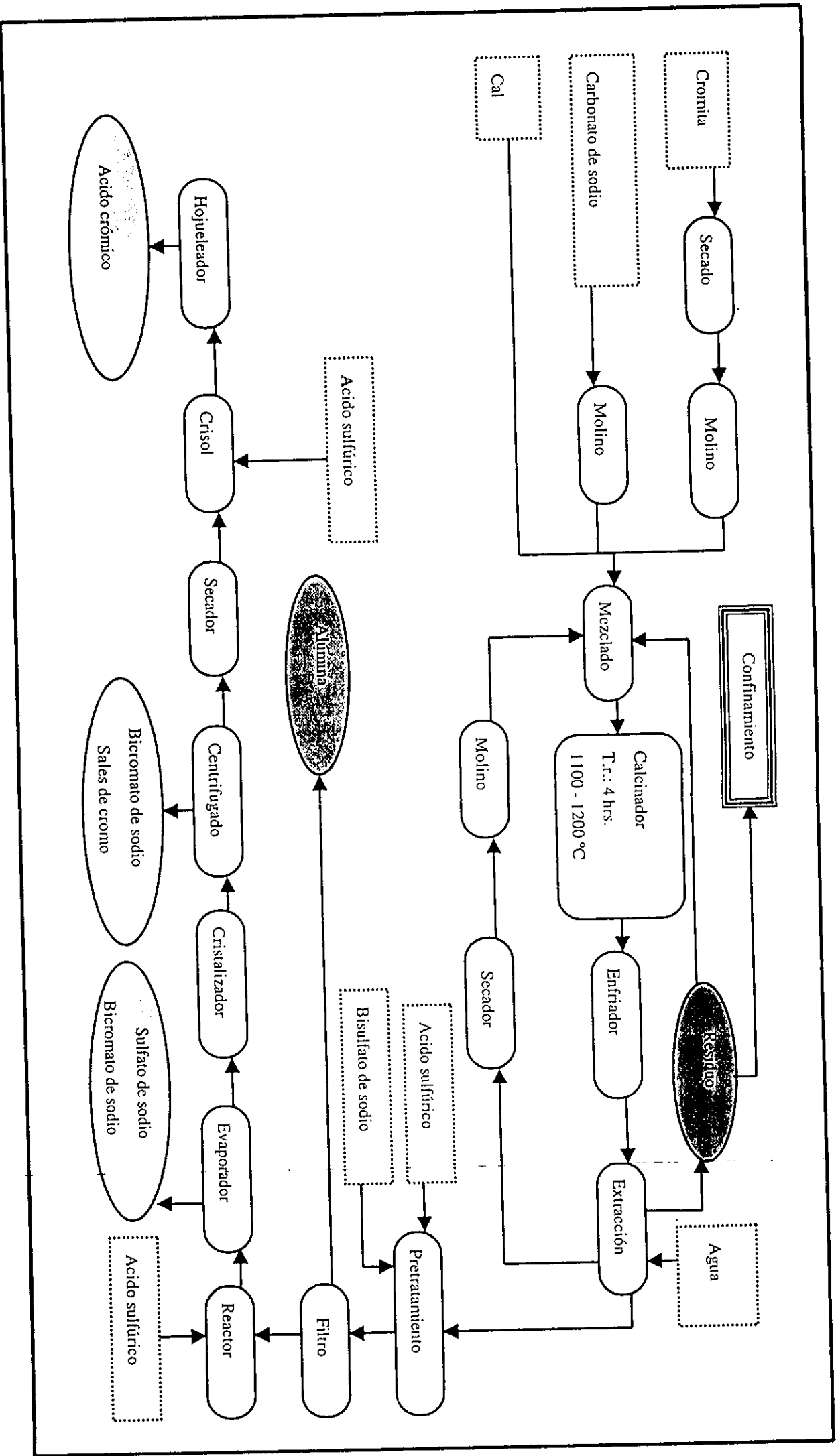


Figura 1.1. Diagrama de bloques del proceso de obtención de cromato de sodio.

9. El efluente se envía a un tanque en donde se adiciona ácido sulfúrico hasta obtener una solución con un pH de 8, gracias a lo cual precipita la alúmina contaminada con cromato, confinada en un depósito aledaño al depósito principal.

10. El efluente hidrolizado se envía a un filtro rotatorio (con decalite como ayuda filtrante) del cual se extrae la alúmina en forma sólida, la cual se envía a almacenamiento. Se generaron 6 toneladas/día de este residuo, que también contiene sílice y vanadio.

11. El fluido proveniente del filtro se envía a un reactor donde se le adiciona ácido sulfúrico hasta $\text{pH} \cong 4$.

12. Se evapora una fracción del líquido proveniente del reactor; se obtiene una solución muy concentrada de dicromato de sodio que se somete a procesos de cristalización, centrifugación y secado. Las aguas residuales del proceso de evaporación se envían a las secciones de sulfato de sodio y de dicromato de potasio, mientras que las aguas que salen de la centrifuga se envían a la sección de sales de cromo y de dicromato de sodio (aguas madres).

13. El sólido que se extrae de la centrifuga se envía al secador, y de allí a un crisol, donde se adiciona nuevamente ácido sulfúrico hasta obtener un pH menor a 1. El flujo de salida del crisol se divide en dos partes. Una de ellas se envía a un hojueleador y de ahí a la sección de ácido crómico, y la otra (bisulfato de sodio) se recircula al proceso.

Las materias primas que se emplearon para la elaboración del cromato de sodio eran cromita, carbonato de sodio (con impurezas de sulfato de sodio [0.01% w/w] y cloruro de sodio [0.40% w/w]), y cal (con impurezas de sílice [entre 0.13 y 1.67% w/w]).

Parámetro	% w/w (promedio)
Humedad	2.15
Cr_2O_3	46.14
Hierro	20.51
Al_2O_3	15.64
Vanadio	0.20
Manganeso	0.16
MgO	9.55
SiO_2	1.58

Tabla 1.1. Composición de 6 lotes de cromita (valores promediados)

Como se aprecia en la tabla 1.1, la cromita contiene impurezas entre las que se encuentran la sílice, el vanadio y el manganeso. Se reportan los porcentajes en peso de los componentes mayores de la cromita; calculados promediando los datos de los análisis practicados en el laboratorio de la empresa a 6 lotes de cromita que se utilizaron durante el último periodo que operó la planta (entre febrero de 1984 y marzo de 1993). Para hacer las determinaciones de humedad se utilizó una balanza para determinar humedad, y para el resto de los análisis se emplearon métodos gravimétricos convencionales.

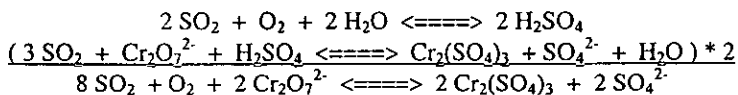
1.1.2. Fundamentos de la estabilización

El cromo en su forma hexavalente es oxidante y sus sales son muy solubles por lo que presentan problemas de manejo y dan origen a problemas ambientales; en su forma trivalente, el cromo es poco soluble (depende del pH) y sus sales son menos tóxicas, por lo que no está sujeto a controles ambientales, a diferencia de la forma hexavalente.

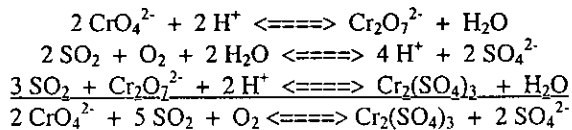
Para reducir el cromo hexavalente a la forma trivalente existe una amplia variedad de opciones entre las que destacan la reducción con hierro (II) y con bióxido de azufre (SO₂); después de la reducción, es necesario precipitar las sales solubles, mediante incrementos en la basicidad de la solución (hasta alcanzar un pH de 8.5), obteniéndose un lodo y un efluente líquido. Los reactivos más usados para lograr la precipitación son la sosa (hidróxido de sodio) y la cal (hidróxido de calcio). El proceso de precipitación presenta como inconveniente principal un incremento en el volumen de sólidos. Existen alternativas para evitar el uso de cal o sosa, como son la precipitación por saturación de la solución, o una purga de la misma antes de que comience la precipitación. Otros reductores son el sulfito y el metabisulfito de sodio (presenta complicaciones en su manejo, principalmente por su desagradable olor y su alta corrosividad) [38].

Considerando los datos reportados por Gutiérrez et al. [4, 15, 24] para un residuo similar, se determinó comenzar por estudiar la reducción con hierro (II) y la precipitación con cal, que resultó ser el método más viable para estabilizar el material de Tultitlán, Estado de México [22]. Se evaluó la factibilidad de realizar cambios en el proceso con el fin de disminuir los costos asociados al tratamiento del residuo. También se analizó la posibilidad de separar el material en distintas fases con el fin de reducir únicamente las fracciones que no cumplan con las normas establecidas.

Las reacciones involucradas en los procesos más comunes de reducción de cromo hexavalente se presentan a continuación; las reacciones que ocurren cuando se emplea bióxido de azufre son las siguientes:

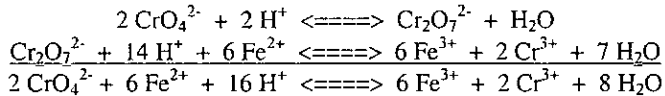


En el caso de que el bióxido de azufre se emplee no sólo como reductor, sino también como acidulante, el consumo por mol de cromo se incrementa en un 25% (si el SO₂ se emplea únicamente como reductor, se requieren 4 moles para obtener una mol de Cr³⁺, y si se emplea como acidulante y reductor, se requieren 5 moles para obtener una mol de Cr³⁺):

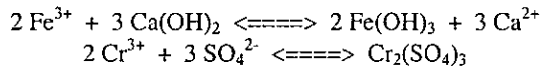


Como se puede apreciar, el oxígeno atmosférico reacciona con el SO₂, dando lugar a la formación de ácido sulfúrico lo cual reduce el pH de la solución y facilita, por ende, la disolución del cromo hexavalente que pudiera haber quedado en el residuo.

En caso de que se decida emplear hierro (II) para reducir el cromo (VI) contenido en el residuo, se requiere que se lleven a cabo las siguientes reacciones:



La precipitación de las sales solubles se lleva a cabo cuando ocurren las siguientes reacciones:



1.1.3. Otros procesos de estabilización

Existen otros procesos de tratamiento [1, 10, 20, 39], cuya complejidad los hace parecer caros y/o poco eficientes, o que están enfocados a resolver problemas de contaminación de aguas, pero también es conveniente analizarlos y determinar si constituyen una opción viable para solucionar los problemas inherentes a las 300,000 toneladas de material residual que se encuentran a la intemperie:

- Intercambio iónico (para aguas)
- Recuperación evaporativa (para aguas)
- Osmosis inversa (para aguas)
- Extracción (para aguas)
- Adsorción con carbón activado (para aguas)
- Concentración por congelamiento (para aguas)
- Precipitación directa con bario, plata o plomo (depende de un pH elevado)
- Reducción electroquímica (depende de un pH elevado)
- Reducción en condiciones alcalinas (requiere energía para realizarse)
- Reducción mediante bacterias (requiere energía para realizarse)

1.1.4. Problemas ambientales asociados al cromo (VI)

Efectos del cromo en suelos y plantas [18, 19, 22]

El cromo no es un elemento esencial para las plantas, aunque en pequeñas concentraciones parece ser benéfico. Las concentraciones encontradas en tejidos vegetales oscilan entre 0.01 y 1 ppm, y los niveles en los alimentos de origen vegetal están en el intervalo de 0.05 a 0.1 ppm. La toxicidad se presenta cuando hay un exceso de cromo disponible, lo que depende de algunas características del suelo que determinan la concentración en la solución del mismo, que es de donde las raíces de las plantas absorben los nutrientes.

Cuando el suelo se contamina con cromo (VI) la posibilidad de que las plantas se vean afectadas aumenta considerablemente, pues en ese estado de oxidación, el cromo forma compuestos solubles muy oxidantes. Si el suelo es rico en materia orgánica y el pH es bajo, los materiales presentes se transformarán en compuestos insolubles (de cromo (III) generalmente), pero en el caso de que el suelo sea básico y pobre en sustancias reductoras, el cromo estará libre y su disponibilidad queda determinada por fenómenos de intercambio aniónico del suelo. Cabe mencionar que el cromo hexavalente es reducido en la superficie de las raíces y acumulado en formas trivalentes. Si el cromo se encuentra en la atmósfera, se producen absorciones foliares directas.

Los mecanismos de toxicidad dentro de las plantas son generalmente iguales a los que se presentan en los demás seres vivos, y se pueden explicar por 3 mecanismos:

- ◆ Bloqueos de los grupos funcionales esenciales de las biomoléculas
- ◆ Desplazamientos del ion metálico esencial de las biomoléculas
- ◆ Modificaciones en la conformación activa de la biomolécula

Efectos del cromo en humanos [15, 19, 22]

El cromo se encuentra presente en todos los órganos vitales de recién nacidos y de adultos, siendo los tejidos pulmonares de los adultos donde existe una mayor concentración. Con el paso del tiempo, los pulmones acumulan partículas de cromo provenientes del aire inhalado por el individuo. No obstante, en todos los demás órganos, la concentración de cromo disminuye conforme aumenta la edad. Tanto los pulmones como el tracto gastrointestinal absorben al cromo hexavalente en un grado mayor que al cromo trivalente, y la orina es el principal medio a través del cual son expulsados los excedentes. Es importante mencionar que hasta el momento no se ha podido demostrar cuales son los compuestos hexavalentes de mayor actividad.

El cromo trivalente tiene un papel esencial en el hombre y los animales, y su presencia es muy importante en el metabolismo de la insulina pues es el regulador de tolerancia a la glucosa. El requerimiento diario para la dieta humana no ha sido cuantificado, pero sí está comprobado que la alimentación representa la mayor fuente de cromo para el ser humano. Nunca se han reportado efectos adversos como resultado de la ingestión de cromo trivalente a través de los alimentos.

Los efectos crónicos y agudos del cromo son principalmente causados por los compuestos hexavalentes, que son muy tóxicos para los seres humanos. Hasta el momento no existen muchas conclusiones con respecto a la toxicidad del cromo di y trivalente. Los efectos más notorios del cromo son algunas dermatitis y reacciones alérgicas, además de úlceras en la piel y en las membranas mucosas, perforación del tabique nasal, reacciones asmáticas y carcinomas bronquiales.

La presencia de cromo (VI) en humanos se ha asociado con una gran cantidad de problemas, especialmente del aparato respiratorio, como se aprecia en los datos que a continuación se reportan:

- ◆ Cuando la concentración de cromo (VI) en el aire es mayor de 0.05 mg/m^3 , y existe una exposición crónica, se aprecian daños en los tejidos nasales.
- ◆ Si la concentración de cromo (VI) en la atmósfera alcanza 0.01 mg/m^3 , aparecen irritaciones en nariz y garganta.
- ◆ Niveles superiores a 4 mg/m^3 de cromo (III) en la atmósfera producen aumentos en la incidencia de bronquitis
- ◆ Una gran cantidad de obreros expuestos a niveles de entre 0.5 y 1.5 mg/m^3 de cromo (VI), por periodos de 6 a 9 años presentaron cáncer del sistema respiratorio.

También se han reportado daños debidos al cromo en el hígado y los riñones, así como en el sistema cardiovascular y el tracto gastrointestinal.

Otros efectos del cromo

El cemento tipo Portland es susceptible de ser atacado por el cromo, pues en el proceso de hidratación de dos de sus compuestos principales se genera hidróxido de calcio, el cual no influye en la resistencia mecánica del material y es fácilmente lixiviable por movimientos de humedad dentro de la microestructura del concreto. El mencionado proceso de lixiviación disminuye la alcalinidad y el pH cambia de 13 hasta 5.5, con lo cual se incrementa considerablemente la capacidad oxidante del cromo, por lo que su ataque al material se torna más severo [44].

Además, la protección a la corrosión que ofrecía el concreto se minimiza, por lo que el acero de refuerzo se oxida y genera expansiones que aceleran el proceso de destrucción de los cementos.

1.1.5. Legislación

La Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL/93 establece las características de los residuos peligrosos y el listado de los mismos, así como los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente. De acuerdo con esta norma, los residuos de la producción de pigmentos de cromo y sus derivados constituyen un residuo peligroso [35].

La Norma Oficial Mexicana NOM-053-ECOL/93 establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente (PECT). Esta norma también establece que la concentración de cromo hexavalente no debe ser superior a 5.0 mg/L en el extracto ácido (el pH es determinado en función de las características del sólido) que resulta de aplicar el procedimiento de extracción antes mencionado [36].

La Norma Oficial Mexicana NOM-NMX-AA4401981 define la metodología para realizar análisis de aguas y determinar la concentración de cromo hexavalente en el lixiviado obtenido después de seguir el procedimiento PECT [34].

En la realización del presente trabajo se consultaron las normas mencionadas y se emplearon los métodos analíticos y de extracción que en ellas se recomienda aplicar para trabajar con el residuo generado. De acuerdo con los análisis efectuados, la cantidad de cromo hexavalente contenida en

el material sobrepasa la permitida, en virtud de lo cual se requiere tratar el material con el fin de que resulte inocuo y sea factible emplearlo para fabricar ladrillos, o en su defecto, almacenarlo.

La información asentada en las normas oficiales mencionadas es similar a la establecida por otras normas ambientales internacionales. En la sección 40 del Code of Federal Regulations de los E.U.A. se establecen los límites máximos permisibles, el procedimiento para realizar la prueba PECT y la metodología para realizar análisis de aguas y determinar la concentración de cromo hexavalente en muestras líquidas; los valores límite y los procedimientos son prácticamente iguales a los nacionales.

1.2. Metodología de trabajo

En esta sección se describe la metodología que se siguió para llevar a cabo el presente estudio. La primera fase del proyecto (enfocada a seleccionar un proceso para estabilizar el material) se dividió en 6 secciones:

1. Investigación bibliográfica y planeación
2. Muestreo y recolección de información del proceso generador del residuo
3. Caracterización de las muestras de residuo
4. Determinación de los parámetros básicos de estabilización
5. Desarrollo, evaluación y selección del tratamiento
6. Determinación de las principales características de la planta piloto requerida

A continuación se explica cada una de las etapas.

Investigación bibliográfica y planeación del proyecto

En la primera etapa se revisó la base de datos (hasta 1997) del Chemical Abstract Service (CAS) con el fin de detectar los avances tecnológicos más recientes en materia de procesos de tratamiento de materiales con alto contenido de cromo hexavalente. También se revisaron los libros que abordan el tema con el fin de integrar un acervo de información teórica relacionada con el problema, a partir del cual se planearon los experimentos realizados y se analizaron los resultados obtenidos.

Una vez que se revisó la información recabada, se diseñó el plan de trabajo, así como las etapas subsecuentes del proyecto, el tiempo estimado para ello y los datos requeridos para estabilizar el residuo.

Muestreo y recolección de información del proceso generador del residuo

Con el fin de contar con información referente al proceso y a los subproductos generados durante la operación, se diseñó un cuestionario que fue respondido por personal de la empresa, brindando información con respecto a cada una de las etapas del proceso de producción de cromatos, así como las características de los residuos generados, los movimientos de que fueron objeto y los equipos disponibles para integrar una planta piloto.

Posteriormente se tomaron 23 muestras a una profundidad superior a 40 cm (suficientes para contar con material de la capa superficial del depósito), y se efectuaron pruebas (pH y conductividad eléctrica) para determinar similitudes y diferencias entre ellas. La información obtenida permitió dividir el depósito en 5 secciones con conductividad y pH similares (considerando la cantidad de residuo almacenado en el depósito (300,000 toneladas), sería muy complejo, caro e ineficiente [15] hacer pruebas para cada muestra).

A las muestras representativas se les aplicaron pruebas que indicaron las cantidades de reactivos que se necesitan para estabilizar el residuo, sin pretender que los valores obtenidos sean aplicables a la totalidad del material (antes de realizar cualquier prueba en la planta piloto, al lote de residuo que se vaya a someter al proceso elegido se le deberán practicar algunos análisis sencillos (que se determinarán en la etapa experimental del presente trabajo), con el fin de determinar las cantidades de reactivos que se deberán adicionar para lograr la estabilización del material).

Caracterización de las muestras de residuo

Con el fin de diseñar o adaptar algún proceso para estabilizar el residuo, se requirió caracterizar las 5 muestras compuestas, pues la composición no es uniforme. Se efectuaron digestiones y se emplearon varias técnicas analíticas: fluorescencia y difracción de rayos X, espectrofotometría de absorción atómica (elementos totales y solubles), titulaciones potenciométricas (análisis de carbonatos totales y de cloruros, carbonatos y bicarbonatos solubles), y microscopía electrónica de barrido.

Al analizar los resultados de las pruebas aplicadas a las 5 muestras compuestas del residuo, se puede apreciar que de acuerdo al contenido de cromo soluble y total se observan dos zonas: una rica en cromo, con pH y conductividad altas (muestras 1 y 2), y otra pobre en cromo, con pH y conductividad bajas (muestras 3, 4 y 5). Se decidió conjuntar al material en 2 muestras tipo, que en lo sucesivo se denominarán Tipo A (representativa de la región alta, conformada por partes iguales de las muestras 1 y 2) y Tipo B (representativa de la región baja, conformada por partes iguales de las muestras 3, 4 y 5).

Determinación de los parámetros básicos de estabilización

Una vez caracterizado el material, se realizaron las pruebas requeridas para determinar los parámetros de operación para la planta piloto, simulando y comparando las condiciones que se podrían tener en las instalaciones que están siendo adaptadas para este fin:

- ◆ Condiciones que aumentan la eficiencia en la disolución del cromo hexavalente (tamaño de partícula, relación sólido:líquido y tiempo de agitación)
- ◆ Cantidad de ácido necesaria para alcanzar el pH en el que se lleva a cabo la reacción de reducción
- ◆ Cantidad de Fe^{2+} y de hierro metálico requeridas para lograr la reducción del cromo hexavalente
- ◆ Cantidad de cal necesaria para precipitar a las sales disueltas
- ◆ Cantidad de cromo disuelto a distintos valores de pH

Desarrollo, evaluación y selección del tratamiento

Con el fin de eliminar los riesgos derivados del depósito de 300,000 toneladas, se decidió aplicar el proceso desarrollado en la década de 1980 por investigadores de la Facultad de Química y del Instituto de Geografía de la UNAM (consistente en reducir el cromo (VI) a cromo (III) con hierro (II) en presencia de ácido sulfúrico y posteriormente precipitar los iones disueltos con la adición de hidróxido de calcio), en virtud de que existe información suficiente para operarlo y tratar un material similar al que se planeó estabilizar cuando se desarrolló el proceso mencionado [4, 14, 23, 25].

Sin embargo, cuando se comenzaron a realizar pruebas para adaptar el proceso desarrollado, los resultados no fueron satisfactorios desde un punto de vista técnico, pues el material implicaba problemas de manejo. A pesar de que los dos residuos mencionados tuvieron origen en la misma materia prima (cromita sudafricana) y provienen de procesos similares, sus características son distintas, por lo que se tuvo que diseñar un nuevo proceso de estabilización.

Se probaron distintas opciones para estabilizar el residuo, algunas de las cuales resultaron ineficientes para eliminar el cromo hexavalente, o implicaron aumentos en el volumen del material (hasta 2.6 veces) o requirieron el uso de hasta 9 m³ por tonelada de residuo. Finalmente, se decidió emplear una opción que no incluye un proceso de precipitación. Con base en los resultados obtenidos, y en las ventajas que se detectaron en cada uno de los 12 procesos que se analizaron, se propusieron una serie de mejoras que se integraron al proceso final.

Determinación de las principales características de la planta piloto requerida

En esta sección se definieron las etapas de que consta el proceso de estabilización, así como los equipos en que se recomienda realizar cada una de ellas. Se incluyen los diagramas de flujo, las principales características de las materias primas que se emplearon en el laboratorio, así como los criterios de operación de la planta. La planta piloto debe tener capacidad suficiente para estabilizar al menos una tonelada de residuos al día, aprovechando preferentemente los equipos con que ya cuenta la empresa generadora; se espera que brinde información precisa de los siguientes aspectos:

- Parámetros que se deben controlar y la manera en que esto debe hacerse
- Criterios para el escalamiento (diseño y construcción de una planta de mayor escala)
- Comportamiento del residuo en equipos similares a los que se emplean industrialmente para este tipo de procesos
- Eficiencias y rendimientos que se pueden esperar de cada una de las etapas involucradas en el proceso

Una vez que opere la planta piloto, se deberán realizar análisis a los productos y subproductos obtenidos, para determinar la calidad de los mismos y su posible aceptación para fabricar algún producto útil, por ejemplo tabiques o ladrillos (ya sean convencionales o semirrefractarios), lo cual transformaría al cromo (III) en formas mucho más estables debido a la aplicación de altas temperaturas para la cocción de los bloques [19].

2. Etapa experimental (nivel laboratorio)

2.1. Caracterización del residuo

2.1.1. Muestreo y preparación de las muestras

Selección de los puntos de muestreo

Se tomaron 23 muestras en 20 puntos localizados en la parte superficial y en la base del depósito. Las muestras se tomaron a juicio, sin pretender que fueran representativas de la totalidad del material (las variables que se calculen a partir de las muestras empleadas para el presente estudio servirán únicamente como valores de referencia para comenzar a operar la planta piloto). A cada lote de material que se vaya a tratar se le deberán practicar algunos análisis, y a partir de la información obtenida se determinarán las variables de operación. En la figura 2.1 se aprecia un croquis del depósito de residuo y se indican los puntos en que se tomaron las muestras.

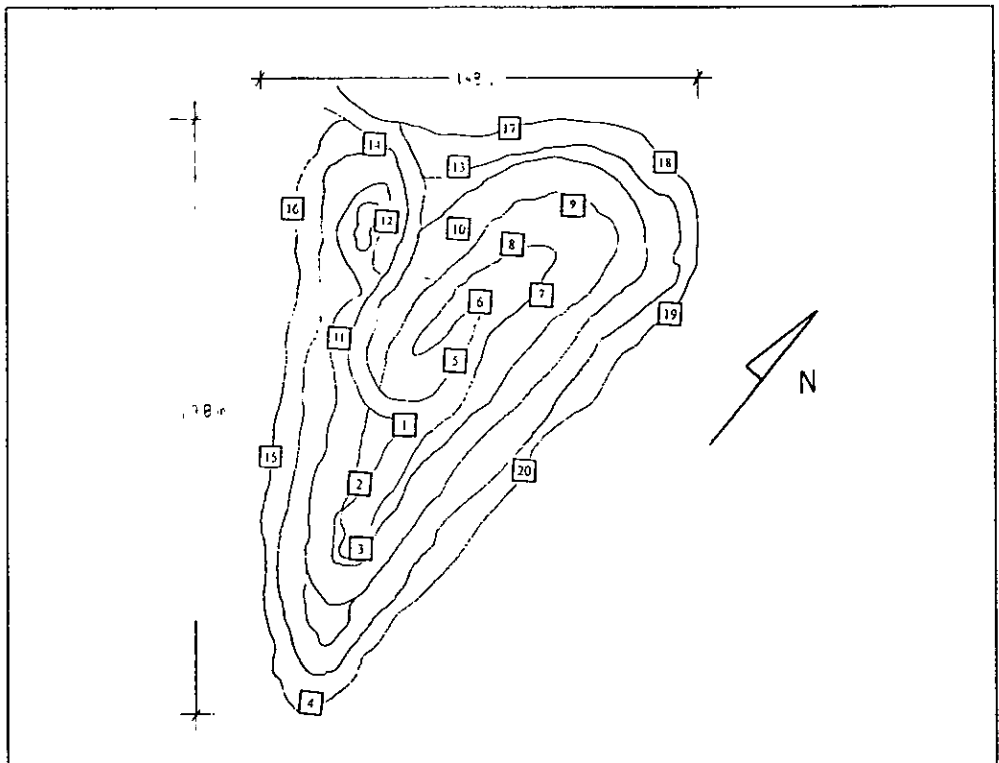


Figura 2.1. Mapa del depósito y ubicación de los puntos de muestreo.

Toma de muestras

En todos los puntos de muestreo se retiró la capa superficial de tepetate, se hicieron pequeñas excavaciones de aproximadamente 40 cm de profundidad y se tomaron muestras del material. En 3 de los 20 puntos de muestreo (4, 15 y 16) se tomaron muestras a profundidades mayores a 1.6 m con una excavadora mecánica. En cada punto se recogieron aproximadamente 500 g de material, que se almacenaron en bolsas de polietileno de alta densidad. En la tabla 2.1 se indica la profundidad de cada una de las excavaciones realizadas en los puntos de muestreo y las muestras que corresponden a dicho punto.

Punto de muestreo	Muestras	Profundidad
1	1	40 cm
2	2	40 cm
3	3	40 cm
4	4 y 4'	40 y 160 cm
5	5	40 cm
6	6	40 cm
7	7	40 cm
8	8	40 cm
9	9	40 cm
10	10	40 cm
11	11	40 cm
12	12	40 cm
13	13	40 cm
14	14	40 cm
15	15 y 15'	40 y 180 cm
16	16 y 16'	40 y 170 cm
17	17	40 cm
18	18	40 cm
19	19	40 cm
20	20	40 cm

Tabla 2.1. Puntos de muestreo, muestras extraídas y profundidad de las excavaciones.

La altura de los puntos de muestreo 1 a 3 y 5 a 11 (con respecto al piso del depósito de residuo) osciló entre 19 y 23 metros; para las muestras 4 y 12 a 20, la altura a la que fueron tomadas osciló entre 1 y 8 metros.

2.1.2. Análisis preliminares (para clasificar el material)

Para preparar muestras compuestas representativas del depósito, se midieron el pH y la conductividad eléctrica (medida indirecta de la cantidad de sales) de suspensiones de las 23 muestras. Las mediciones de pH y conductividad se realizaron en suspensiones preparadas con agua y en suspensiones preparadas con una solución de cloruro de calcio (disminuye interacciones que pueden alterar las mediciones [37]). Los resultados se reportan en la tabla 2.2.

Puntos	Conductividad eléctrica (μ mhos)	pH con CaCl ₂	pH
1	5.875	11.32	11.91
2	5.913	11.62	11.98
3	5.994	11.50	11.83
11	5.421	11.43	12.21
Promedio	5.801	11.47	11.98
5	7.855	11.58	11.99
6	7.345	11.82	12.41
7	8.032	11.62	12.11
8	9.851	11.24	12.05
9	8.098	11.30	12.46
10	9.561	11.48	12.19
Promedio	8.457	11.51	12.20
12	1.986	10.80	11.97
13	1.832	11.19	11.69
14	1.957	11.50	12.04
17	1.849	10.98	11.23
Promedio	1.906	11.12	11.73
4p1	2.895	11.18	11.28
4p2	3.158	11.39	11.54
15p1	2.657	11.29	12.27
15p2	3.005	11.27	12.31
16p1	2.705	11.18	11.44
16p2	2.884	11.15	11.99
Promedio	2.884	11.24	11.81
18	2.143	11.21	11.83
19	2.280	10.26	11.31
20	2.307	10.97	11.50
Promedio	2.243	10.81	11.55

Tabla 2.2. Clasificación de las muestras en 5 subgrupos con base en sus valores de pH y conductividad eléctrica.

Los métodos y técnicas que se emplearon para preparar las suspensiones y para medir el pH y la conductividad eléctrica se describen en el Apéndice 1.

2.1.3. Análisis complementarios

Preparación y tratamiento de las muestras compuestas

De acuerdo con los resultados obtenidos, se decidió distribuir el material en 5 muestras representativas de las distintas zonas del depósito, con el fin de determinar las principales características del material ubicado en cada una de dichas áreas y poder contar con datos

representativos de las 5 zonas en que se dividió el depósito, y no de 23 puntos aislados. Durante la operación del proceso planeado será necesario mezclar porciones del material que son muy distintas (como se puede apreciar a simple vista, por la variedad de sus colores y texturas), a pesar de que en el depósito se encuentren a poca distancia.

En la tabla 2.3 se indica qué muestras se utilizaron para conformar cada una de las 5 muestras compuestas, y de que porción de la montaña provienen. Para integrar las muestras mencionadas se emplearon las 23 muestras recolectadas (fueron extraídas a una profundidad de 40 cm o más, y no han sido tan afectadas por factores climatológicos como la lluvia y el viento a diferencia del material que se encuentra en la parte superior del depósito).

Núm. de muestra compuesta	Región	Muestras
1	Alta	1, 2, 3, 11
2	Alta	5, 6, 7, 8, 9, 10
3	Baja	12, 13, 14, 17
4	Baja	4, 4', 15, 15', 16, 16'
5	Baja	18, 19, 20

Tabla 2.3. Conformación de las muestras compuestas

Antes de integrar las 5 muestras compuestas, todo el material recolectado se pasó por un tamiz del núm. 8 con el fin de retirar el tepetate y algunas aglomeraciones de material que por su tamaño no eran aptas para los experimentos planeados (de esta manera se aseguró que todo el material analizado fuera polvo residual del proceso de obtención de cromato de sodio). Después de eliminar las aglomeraciones de material, las 23 muestras se pusieron a secar al aire con el fin de equilibrar su contenido de humedad con el del ambiente. El material tamizado y equilibrado con la humedad del ambiente se colocó en nuevas bolsas de polietileno, donde se almacenó durante el desarrollo de la etapa experimental.

Análisis cualitativos: Difracción de rayos X

Con la intención de obtener información de los principales componentes del residuo, se decidió hacer análisis de rayos X. La interpretación de los espectros muestra que la composición de las 5 muestras del depósito es muy similar (desde un punto de vista cualitativo); los picos característicos que aparecen en los 5 difractogramas corresponden a los materiales listados en la tabla 2.4.

Material	Fórmula
Cromato de sodio	Na_2CrO_4
Brownmillerita	$4 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$
Illita	$1.3(\text{K}, \text{Na})_2\text{O} \cdot 0.6(\text{Mg}, \text{Fe})\text{O} \cdot 3.3(\text{Fe}, \text{Al})_2\text{O}_3 \cdot 16(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Calcita	CaCO_3
Sulfato de magnesio	MgSO_4
Cuarzo	SiO_2
Cromita	$\text{FeO}(\text{Cr}, \text{Al})_2\text{O}_3$

Tabla 2.4. Composición del residuo sin tratar.

Debido a las variaciones en las intensidades de los picos detectados, sabemos que las 5 muestras analizadas difieren en cuanto a su composición, como lo demuestran los resultados obtenidos en los análisis de fluorescencia de rayos X. Los métodos y técnicas empleados se reportan en el Apéndice 1, y los resultados directos se reportan en el Apéndice 4.

Análisis semicuantitativos: Fluorescencia de rayos X

Los análisis de fluorescencia de rayos X brindan información semicuantitativa que debe ser complementada con resultados de otras técnicas, como la difracción de rayos X, la espectrofotometría de absorción atómica y titulaciones redox. Los métodos y técnicas empleados se reportan en el Apéndice 1.

Muestra	Si	Ca	Fe	Al	Mg	Cr	S	Na
1	3.78	32.98	12.86	4.33	4.30	5.39	0.76	1.67
2	3.61	32.61	12.55	4.50	4.38	5.23	0.72	1.78
3	3.03	29.93	12.22	5.05	4.24	2.01	0.96	1.51
4	3.34	30.19	12.06	4.98	4.19	1.74	0.95	1.40
5	3.32	30.60	12.33	4.87	4.14	2.24	0.94	1.73

Tabla 2.5. Resultados de los análisis de fluorescencia de rayos X del residuo sin tratar.

Se detectaron óxidos de otros elementos (titanio, manganeso, vanadio y potasio) en cantidades menores a 0.3%, y algunos otros óxidos (de zinc, cobalto, cobre, cloro y estroncio) en cantidades inferiores a 0.1%. El software empleado para la interpretación de los resultados expresa los componentes de la matriz en sus formas oxidadas, como se aprecia en el Apéndice 4.

Análisis cualitativos: Fotografías con microscopio electrónico de barrido

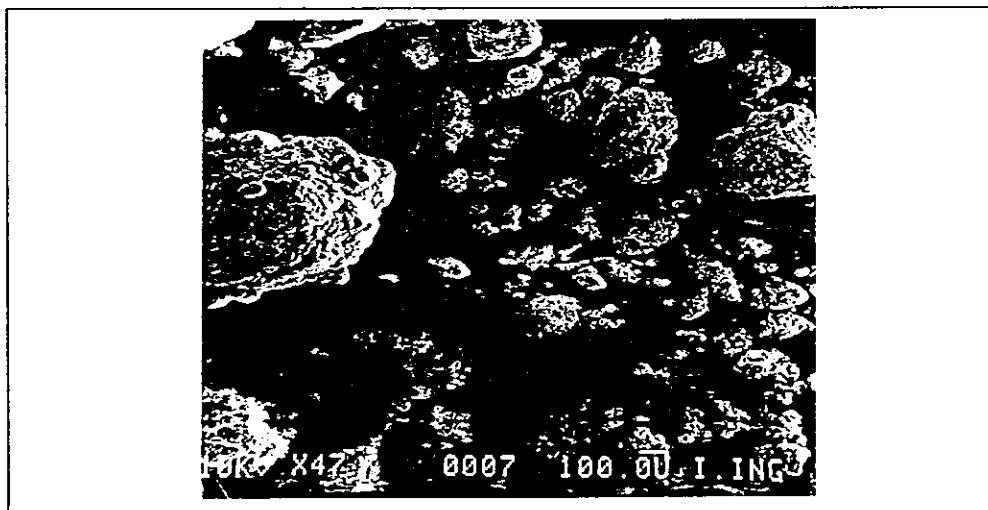


Figura 2.2. Fotografía del residuo con un aumento de 100 µm (10 kv, X47).

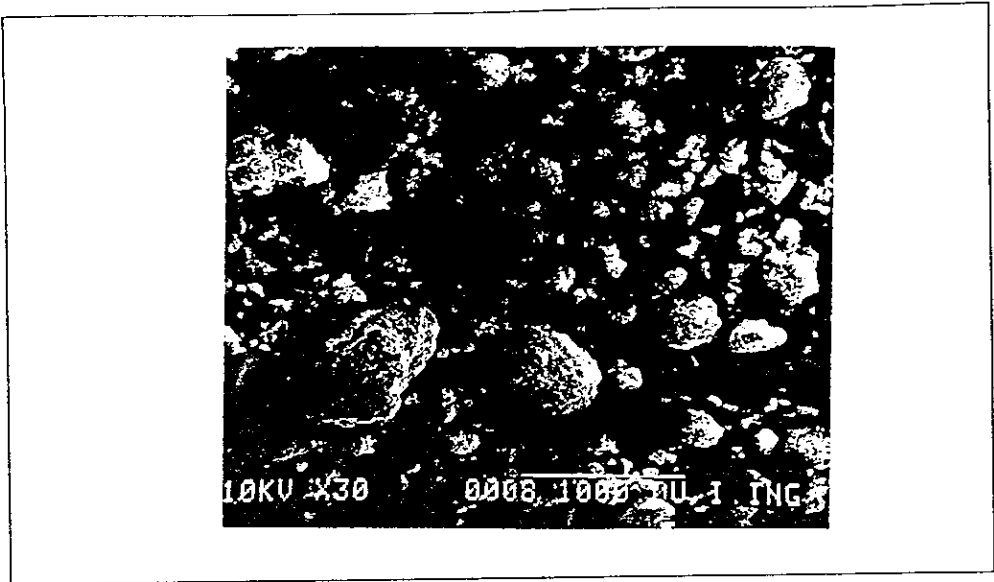


Figura 2.3. Fotografía del residuo con un aumento de 1000 μm (10 kv, X47).

Los detalles de los métodos y técnicas empleados para tomar las fotografías se describen en el Apéndice 1.

Análisis cuantitativos: Determinación de pH y conductividad eléctrica

Se realizaron mediciones del pH y de la conductividad eléctrica para contar con los fundamentos necesarios para analizar el comportamiento del residuo y planear los procesos de estabilización.

Muestra	pH CaCl_2	pH Agua	Conductividad eléctrica (μmhos)
Blanco	6.17	6.88	0.035
1	11.85	12.27	5.658
2	11.27	12.38	8.341
3	11.30	11.48	1.694
4	11.15	11.73	2.996
5	10.95	11.82	2.533

Tabla 2.6. Valores de pH de soluciones 1:5 residuo:agua y 1:5 residuo:solución 0.1 M de CaCl_2 y conductividad eléctrica de soluciones 1:5 residuo:agua desionizada.

Los detalles de las técnicas y métodos experimentales que se emplearon para determinar los parámetros reportados en la tabla 2.6 se encuentran en el Apéndice 1. Todos los análisis se realizaron por duplicado (para 2 muestras representativas de cada una de las 5 regiones del depósito), y se reporta el promedio de los valores obtenidos.

Análisis cuantitativos: Determinación de aniones

Todos los análisis se realizaron por duplicado (para 2 muestras representativas de cada una de las 5 regiones del depósito), y se reporta el promedio de los valores obtenidos. Los métodos y técnicas empleados para la determinación de aniones se reportan en el Apéndice 1.

Muestra	Cloruros solubles (% w/w)	Carbonatos solubles (% w/w)	Bicarbonatos solubles (% w/w)	Carbonatos totales (% w/w)
Blanco	ND	ND	ND	ND
1	0.18	1.18	0.63	11.38
2	0.11	1.01	0.69	14.82
3	0.07	1.12	0.36	18.26
4	0.10	1.46	0.07	15.16
5	0.04	0.43	0.22	13.90

Tabla 2.7. Concentración en peso de los principales aniones presentes en el residuo sin tratar.

Análisis cuantitativos: Determinación de elementos totales

Elemento	Muestra				
	1	2	3	4	5
Aluminio	7.52 ± 0.21	7.47 ± 0.15	7.96 ± 0.23	8.20 ± 0.35	7.65 ± 0.45
Calcio	35.74 ± 0.24	32.51 ± 0.16	32.57 ± 0.12	38.99 ± 0.40	38.55 ± 0.51
Cromo	4.43 ± 0.02	4.35 ± 0.04	1.66 ± 0.01	1.62 ± 0.01	1.87 ± 0.02
Hierro	14.25 ± 0.07	14.76 ± 0.09	13.84 ± 0.04	14.51 ± 0.14	15.54 ± 0.24
Magnesio	8.11 ± 0.03	5.90 ± 0.03	3.76 ± 0.02	2.22 ± 0.02	4.37 ± 0.04
Manganeso	0.053 ± 0.005	0.052 ± 0.006	0.057 ± 0.006	0.058 ± 0.011	0.055 ± 0.016
Silicio	3.98 ± 0.03	4.18 ± 0.03	3.46 ± 0.02	3.84 ± 0.04	3.75 ± 0.04
Sodio	2.37 ± 0.14	2.30 ± 0.11	2.41 ± 0.11	2.45 ± 0.17	2.38 ± 0.25

Tabla 2.8. Concentración en peso (% w/w) de los componentes mayores del residuo sin tratar.

Todos los análisis se realizaron por duplicado (para 2 muestras representativas de cada una de las 5 regiones del depósito), y se reporta el promedio de los valores obtenidos. También se realizaron análisis para cuantificar las cantidades presentes de arsénico, bario, cadmio, níquel, mercurio, plata, plomo y selenio, pero en todos los casos las lecturas dan valores de cero. Los métodos y técnicas empleados se reportan en el Apéndice 1, y los resultados en el Apéndice 3.

Análisis cuantitativos: Determinación de elementos solubles

La determinación de elementos solubles se realizó con el fin de determinar los elementos que se pueden concentrar o eliminar con un proceso posterior a la disolución del residuo en agua. Todos los análisis se realizaron por duplicado (para 2 muestras representativas de cada una de las 5 regiones del depósito), y se reporta el promedio de los valores obtenidos. Los métodos y técnicas

empleados para obtener los resultados reportados en las tablas 2.8 y 2.9 se encuentran en el Apéndice 1. Los resultados y el análisis estadístico correspondiente se reportan en el Apéndice 3.

Elemento	Muestra				
	1	2	3	4	5
Aluminio	0.073 ± 0.010	0.101 ± 0.016	0.061 ± 0.009	0.069 ± 0.011	0.079 ± 0.010
Calcio	1.504 ± 0.095	1.545 ± 0.079	1.655 ± 0.109	1.829 ± 0.110	1.285 ± 0.057
Cromo	0.457 ± 0.031	0.519 ± 0.028	0.218 ± 0.013	0.178 ± 0.009	0.232 ± 0.010
Hierro	0.008 ± 0.005	0.008 ± 0.004	0.009 ± 0.003	0.010 ± 0.005	0.011 ± 0.006
Magnesio	0.167 ± 0.001	0.172 ± 0.001	0.185 ± 0.001	0.206 ± 0.001	0.139 ± 0.001
Manganeso	0.005 ± 0.001	0.007 ± 0.001	0.004 ± 0.001	0.005 ± 0.001	0.006 ± 0.001
Silicio	ND	ND	ND	ND	ND
Sodio	2.370 ± 0.259	2.321 ± 0.295	2.392 ± 0.288	2.443 ± 0.298	2.344 ± 0.235

Tabla 2.9 Concentración en peso (% w/w) de los principales elementos solubles presentes en el residuo sin tratar.

También se realizaron análisis para cuantificar las cantidades presentes de mercurio, bario, arsénico y cadmio, pero en todos los casos las lecturas dan valores de cero.

Determinación de la "Capacidad oxidante"

La capacidad oxidante es una medida de la cantidad de reactivos que se requieren para reducir al cromo hexavalente y a todos los demás oxidantes que se encuentran presentes en la matriz analizada. Todos los análisis se realizaron por duplicado (para 2 muestras representativas de cada una de las 5 regiones del depósito), y se reporta el promedio de los valores obtenidos.

Muestra	Capacidad oxidante (como % peso de Cr ₂ O ₇)	Capacidad oxidante (como % peso de Cr ₆₊)
Blanco	0.00	0.00
1	3.28	1.56
2	3.41	1.61
3	1.27	0.62
4	1.18	0.53
5	1.39	0.67

Tabla 2.10. Resultados de los experimentos para calcular la "capacidad oxidante".

2.2. Discusión de resultados de la caracterización

Las 23 muestras se tomaron con la intención de obtener información representativa de la capa superior del depósito de residuo, y a pesar de que se trata de muestras tomadas a una profundidad mínima de 40 cm, la lluvia, el viento, el tiempo que el residuo lleva almacenado y los movimientos que ha sufrido provocan que dichas muestras nos brinden un estimado inexacto de las características del polvo que se encuentra en la parte interna del depósito [15]. Los valores obtenidos no corresponden a la totalidad del material, aunque si representan la capa superficial;

cuando se desee tener información de las características del material ubicado en una determinada sección del depósito deberán realizarse la misma serie de pruebas que se realizaron en esta porción del estudio. Antes de aplicar cualquier proceso de tratamiento será necesario evaluar la cantidad de cromo presente (se recomienda determinar la "capacidad oxidante").

El pH de las soluciones es básico debido a la presencia de carbonatos y otros aniones en el residuo; los carbonatos y los aniones provienen de adiciones excesivas o de ineficiencias en la reacción que transforma la cromita a cromato de sodio en presencia de cal y de carbonato de sodio. Las mediciones de conductividad eléctrica demuestran (en la mayoría de los casos), que el residuo contiene sales solubles (de sodio, magnesio y calcio principalmente, de acuerdo con los análisis de elementos solubles). Existe una cantidad de carbonatos insolubles (entre 10 y 17% w/w, según la muestra de que se trate), superior a la cantidad de carbonatos solubles.

Gracias a la información obtenida en los análisis de pH y conductividad eléctrica fue posible dividir el depósito en 5 zonas, y una parte de cada una de las muestras recolectadas se empleó para integrar las muestras compuestas, representativas de las 5 secciones en que se dividió el depósito. La reducción del número de muestras a analizar (de 23 a 5) facilitó los trabajos de caracterización del material y disminuyó los costos inherentes a los análisis requeridos.

Los materiales que se pueden identificar mediante difracción de rayos X son los mismos en todas las muestras del residuo, aunque en proporciones distintas. Cabe señalar que la matriz es bastante compleja (debido a que ha estado expuesta a la intemperie por periodos de tiempo considerables y a que ha sido movida en al menos 2 ocasiones), lo cual impide identificar a la totalidad de las substancias presentes, pues la mayoría de los picos que aparecen son muy pequeños y se confunden fácilmente, por encontrarse en una región del difractograma en la que no se puede distinguir un material de otro cuando las señales tienen una intensidad baja y similar. La difracción de rayos X permitió determinar cualitativamente los principales compuestos presentes en el residuo así como los estados de oxidación de los elementos que constituyen el material.

Los análisis de fluorescencia de rayos X nos reportan de manera semicuantitativa cuales son los elementos que se encuentran en mayor concentración en la matriz; las determinaciones permitieron identificar los elementos cuyas concentraciones era importante conocer cuantitativamente (mediante espectrofotometría de absorción atómica y flamometría). Los elementos que se encuentran en mayores cantidades son: calcio, hierro, aluminio, silicio, magnesio, cromo, azufre, sodio y manganeso. El calcio, como ya se mencionó, proviene de la cal que no reaccionó en el calcinador y se encuentra como carbonato de calcio (de acuerdo con el análisis de difracción de rayos X), el hierro corresponde principalmente a la cromita, al igual que el aluminio y el manganeso. El silicio es una impureza de la cal y la cromita empleadas en el proceso de obtención de cromato de sodio, y se encuentra como SiO_2 (el % w/w de sílice que contenía la cal introducida al proceso en 1992 varió entre 0.13 y 1.67%; el contenido de sílice en la cromita osciló entre 0.64 y 2.65 %w/w). El cromo trivalente proviene de la cromita y el hexavalente de la ineficiencia del proceso de lixiviación. Los compuestos de azufre identificados tienen su origen en el combustible empleado para el calentamiento de los hornos [44]. El magnesio contenido en el residuo proviene de la cromita, y su contenido varió entre 7.58 y 16.76% w/w, siendo la mayoría de los valores cercanos a 9% w/w).

Al comparar los resultados obtenidos en los análisis de fluorescencia de rayos X (tabla 2.5) con los correspondientes a la determinación de elementos totales (reportados en la tabla 2.8 y obtenidos con espectrofotometría de absorción atómica y flamometría), en las concentraciones de aluminio, hierro y magnesio se observan diferencias cuantitativas dignas de ser mencionadas. El origen de estas diferencias está en el estándar que se usó para calibrar el aparato empleado para las determinaciones de fluorescencia de rayos X en virtud de que los datos contenidos en el software para interpretación de resultados son apropiados para analizar minerales, pero no para residuos industriales, lo que provoca errores cuando se estudian muestras cuyas composiciones y características no son similares a las del estándar.

Un componente muy importante del residuo y que le confiere algunas de sus características básicas son los carbonatos (principalmente de calcio). La cantidad presente oscila entre 11.4 y 18.3% w/w, y el resto de los aniones son principalmente sulfatos (de magnesio) y cromatos (de sodio). De acuerdo con los análisis de difracción de rayos X, la mayoría de los metales se encuentran combinados con oxígeno formando óxidos que a su vez forman parte de espinelas.

De acuerdo con los análisis de elementos totales, en la parte alta del depósito (muestras 1, 1', 2 y 2'), la cantidad de cromo total es mayor que la encontrada en la parte baja, representada por las otras muestras. De lo anterior se puede concluir que en el período de tiempo que el residuo ha estado depositado, el cromo ha migrado hacia la parte superficial del depósito, al menos en la capa superficial.

También se realizaron análisis por espectrofotometría de absorción atómica para cuantificar las cantidades presentes de arsénico, bario, cadmio, mercurio, níquel, plata, plomo y selenio, pero en todos los casos las lecturas dan valores de cero, en virtud de lo cual el residuo es peligroso por su toxicidad al ambiente, pero únicamente por su contenido de cromo hexavalente [35]. Al pH en que se encuentran las disoluciones preparadas (entre 9 y 12), el cromo trivalente es menos soluble que el cromo hexavalente [31]; se aprecia que la cantidad de cromo soluble es superior en la parte alta del depósito (con respecto a la de la parte baja).

Los principales elementos que están presentes en el residuo son el calcio (en forma de carbonatos e hidróxidos), el hierro (en forma de cromita y otras espinelas), el aluminio (como alúmina) y el magnesio (como sulfato). Además, de acuerdo con los análisis de rayos X, también existe silicio (en forma de SiO_2). La suma de los porcentajes en peso de los elementos cuantificados oscila entre 67 y 76%, correspondiendo la parte más importante al calcio y al hierro.

La capacidad oxidante es una medida indirecta del Cr^{VI} que está presente en el residuo y a partir de los valores obtenidos se pueden calcular (con base en la estequiometría de las reacciones involucradas), las cantidades que se requieren de reductor para pasar el cromo de su forma hexavalente a su forma trivalente. La capacidad oxidante es un parámetro que se deberá medir a cualquier muestra antes de estabilizarla, ya sea que se trate de la planta piloto o de una planta de mayor escala; es muy importante conocerla pues las cantidades de cromo hexavalente presentan variaciones importantes (como lo demuestran los resultados obtenidos para las muestras compuestas), que sólo pueden ser determinadas titulando a una muestra del residuo con un reductor, como el sulfato heptahidratado de hierro.

2.3. Parámetros básicos del proceso de estabilización

2.3.1. Preparación y análisis de muestras tipo A y tipo B

Los resultados de las pruebas aplicadas a las 5 muestras compuestas demuestran que existen 2 regiones de acuerdo al contenido de cromo soluble y total: una rica en cromo (muestras 1 y 2), y otra pobre en cromo, con pH y conductividad eléctrica menores a las de la otra zona (muestras 3, 4 y 5). Las muestras 1 y 2 corresponden a la parte alta del depósito, mientras que las muestras restantes provienen de la parte baja. En virtud de las características detectadas se decidió conjuntar al material en 2 muestras compuestas, que en lo sucesivo se denominarán tipo A (representativa de la región alta del depósito, conformada por partes iguales de las muestras compuestas 1 y 2) y tipo B (representativa de la región baja del depósito, conformada por partes iguales de las muestras compuestas 3, 4 y 5). A las muestras tipo A y tipo B se les realizaron análisis similares a los practicados a las muestras compuestas 1 a 5. Los análisis permitieron determinar sus características generales, sus principales componentes (elementos totales y solubles) y su capacidad oxidante; los resultados aparecen en las tablas 2.11 a 2.15. Para realizar las pruebas se emplearon los mismos métodos y técnicas que se utilizaron para las determinaciones practicadas a las muestras compuestas 1 a 5 (reportados en el Apéndice 1).

Muestra	pH CaCl ₂	pH Agua	Conductividad eléctrica (μ mhos)
Blanco	6.31	6.81	0.049
A	11.62	12.08	7.065
B	11.17	11.53	1.832

Tabla 2.11. Características generales de las muestras de residuo sin tratar tipo A y tipo B.

Muestra	Cloruros solubles (% w/w)	Carbonatos solubles (% w/w)	Bicarbonatos solubles (% w/w)	Carbonatos totales (% w/w)
Blanco	ND	ND	ND	ND
A	0.16	1.11	0.71	12.33
B	0.09	1.31	0.24	12.07

Tabla 2.12. Principales aniones presentes en las muestras de residuo sin tratar (tipo A y B).

Elemento	Muestra	
	A	B
Aluminio	7.49 \pm 0.18	7.93 \pm 0.34
Calcio	34.12 \pm 0.20	36.70 \pm 0.33
Cromo	4.39 \pm 0.03	1.71 \pm 0.01
Hierro	14.50 \pm 0.08	14.63 \pm 0.14
Magnesio	7.00 \pm 0.03	3.45 \pm 0.02
Silicio	4.07 \pm 0.02	3.68 \pm 0.03
Sodio	2.34 \pm 0.12	2.42 \pm 0.18

Tabla 2.13. Porcentaje en peso de los elementos mayores presentes en las muestras de residuo sin tratar (tipo A y B).

Elemento	Muestra	
	A	B
Aluminio	0.087 ± 0.012	0.070 ± 0.010
Calcio	1.524 ± 0.086	1.589 ± 0.089
Cromo	0.488 ± 0.029	0.209 ± 0.010
Hierro	0.008 ± 0.004	0.010 ± 0.004
Magnesio	0.169 ± 0.001	0.176 ± 0.001
Silicio	ND	ND
Sodio	2.345 ± 0.269	2.392 ± 0.266

Tabla 2.14. Porcentaje en peso (% w/w) de los principales elementos solubles presentes en las muestras residuo sin tratar (tipo A y B).

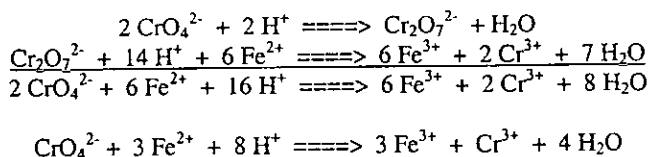
Muestra	Capacidad oxidante (como % peso de Cr ₂ O ₇ ²⁻)	Capacidad oxidante (como % peso de Cr ⁶⁺)
Blanco	0.00	0.00
A	3.35	1.48
B	1.23	0.69

Tabla 2.15. "Capacidad oxidante" del residuo sin tratar.

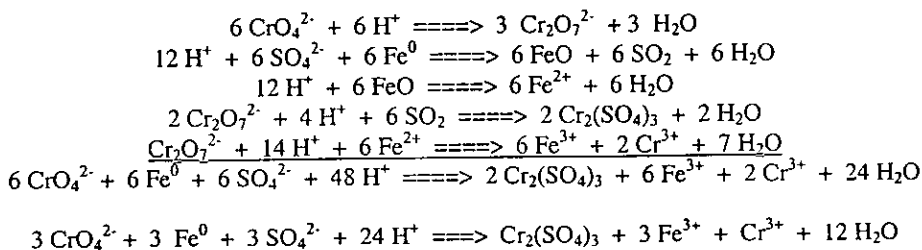
La capacidad oxidante es una medida de la cantidad de reactivos que se requieren para reducir al cromo hexavalente y a todos los demás oxidantes que se encuentran presentes en la matriz.

2.3.2. Estequiometría de las reacciones

Para que el cromo hexavalente contenido en el residuo se reduzca, es necesario adicionar un reductor, como hierro divalente o bióxido de azufre. La ecuación que representa la reacción que ocurre si se adiciona Fe²⁺, y la ecuación que resulta de simplificar el primer resultado son:

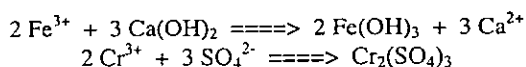


Con hierro metálico, las ecuaciones que representan las reacciones que ocurren son las siguientes:



La diferencia entre las 2 reacciones resultantes radica en la fuente de hierro que se decida utilizar: si se emplea hierro metálico, se requiere 1/3 de la masa de hierro (II) que se requeriría si se empleara Fe^{2+} . En la última ecuación se aprecia que en el caso de que se emplee hierro metálico (Fe^0), la relación molar de cromato:reductor es 1:1, pues se requieren 3 moles de Fe^0 para reducir a 3 moles de cromato (CrO_4^{2-}), mientras que si se utiliza hierro divalente, se necesitarían 9 moles de Fe^{2+} para reducir a las mismas 3 moles de cromato (la relación molar de cromato:reductor es 1:3). Otra razón por la cual es conveniente emplear hierro metálico, es la generación de una menor cantidad de lodos, y por consiguiente se requeriría menos cal para precipitar las sales disueltas [14]. Para esta sección del estudio se emplearon 2 fuentes de hierro: soluciones de $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ y disoluciones de hierro metálico en ácido sulfúrico.

Después de reducir el cromo (VI) a cromo (III), se requiere precipitar las sales que se encuentran en disolución, y para ello es necesario adicionar una base que aumente el pH a un valor de aproximadamente 8.5 (la cantidad de álcali necesaria depende de las sales disueltas y de la cantidad de ácido que se haya adicionado para lograr la reducción del cromo hexavalente). Las ecuaciones que representan las reacciones de precipitación son:



De acuerdo con los resultados reportados en la sección 2.1, en 1 kg del residuo ubicado en la parte alta del depósito hay aproximadamente 14.8 g de cromo hexavalente (de acuerdo con la medición de la "capacidad oxidante"), y el residuo colocado en la parte baja del depósito contiene 6.9 g de cromo hexavalente. En función de lo anterior, estequiométricamente se requieren las cantidades de reactivos reportadas en las tablas 2.16 y 2.17 para tratar 1 kg del residuo mencionado (cantidades expresadas en moles). Posteriormente se reportan los reactivos requeridos en peso.

Material	Moles de CrO_4^{2-}	Moles de Fe^{2+}	Moles de H_2SO_4
A	0.283	0.849	2.265
B	0.131	0.394	1.052

Tabla 2.16. Reactivos involucrados en la reacción de reducción con Fe^{2+} (moles / kg de residuo).

Material	Moles de Fe^{2+}	Moles de $\text{Ca}(\text{OH})_2$	Moles de Cr^{3+}	Moles de SO_4^{2-}
A	0.849	1.273	0.283	0.423
B	0.394	0.592	0.131	0.196

Tabla 2.17. Reactivos involucrados en la reacción de precipitación con cal y SO_4^{2-} (moles / kg de residuo).

De acuerdo con los cálculos efectuados, para estabilizar 1 kg del residuo se requieren las cantidades de reactivos reportadas en la tabla 2.18. Es importante notar que en estos cálculos no se incluyó el ácido necesario para neutralizar a los materiales alcalinos presentes, ni la cal requerida para neutralizar el ácido que se agregue, por lo cual se deben realizar experimentos que indiquen las cantidades reales en que se debe adicionar cada uno de los reactivos.

Material	Hierro (II)	Acido sulfúrico	Cal
A	47.37 g	221.97 g	94.20 g
B	21.98 g	103.09 g	44.41 g

Tabla 2.18. Masa teórica de los reactivos necesarios para estabilizar (g / kg de residuo).

2.3.3. Determinación de las condiciones óptimas para solubilizar el Cr^{VI} presente en el residuo

La reducción del cromo se lleva a cabo en fase acuosa [16], por lo que se requiere tener en disolución al Cr^{VI}. Para encontrar las condiciones en que debe operar la primera fase del proceso de estabilización se llevó a cabo un experimento factorial cuyos resultados se aprecian en la tabla 2.19 (para el material A), y en la tabla 2.20 (para el material tipo B):

Muestra	Malla	Relación	Tiempo de agitación	Cr ^{VI} disuelto (mg) Promedio
A	50	1:3	10 min.	33
A	50	1:3	20 min.	32
A	50	1:3	40 min.	30
A	50	1:5	10 min.	33
A	50	1:5	20 min.	33
A	50	1:5	40 min.	32
A	50	1:10	10 min.	33
A	50	1:10	20 min.	33
A	50	1:10	40 min.	34
A	100	1:3	10 min.	33
A	100	1:3	20 min.	31
A	100	1:3	40 min.	33
A	100	1:5	10 min.	37
A	100	1:5	20 min.	36
A	100	1:5	40 min.	35
A	100	1:10	10 min.	38
A	100	1:10	20 min.	30
A	100	1:10	40 min.	39
A	200	1:3	10 min.	37
A	200	1:3	20 min.	37
A	200	1:3	40 min.	36
A	200	1:5	10 min.	41
A	200	1:5	20 min.	41
A	200	1:5	40 min.	39
A	200	1:10	10 min.	47
A	200	1:10	20 min.	46
A	200	1:10	40 min.	48

Tabla 2.19. Determinación de las condiciones de solubilización para el Cr^{VI} presente en el residuo tipo A.

Muestra	Malla	Relación	Tiempo de agitación	Cr ^{VI+} disuelto (mg) Promedio
B	50	1:3	10 min.	15
B	50	1:3	20 min.	16
B	50	1:3	40 min.	14
B	50	1:5	10 min.	17
B	50	1:5	20 min.	17
B	50	1:5	40 min.	17
B	50	1:10	10 min.	20
B	50	1:10	20 min.	21
B	50	1:10	40 min.	21
B	100	1:3	10 min.	18
B	100	1:3	20 min.	16
B	100	1:3	40 min.	15
B	100	1:5	10 min.	15
B	100	1:5	20 min.	16
B	100	1:5	40 min.	15
B	100	1:10	10 min.	20
B	100	1:10	20 min.	18
B	100	1:10	40 min.	18
B	200	1:3	10 min.	19
B	200	1:3	20 min.	17
B	200	1:3	40 min.	16
B	200	1:5	10 min.	19
B	200	1:5	20 min.	17
B	200	1:5	40 min.	17
B	200	1:10	10 min.	18
B	200	1:10	20 min.	18
B	200	1:10	40 min.	18

Tabla 2.20. Determinación de las condiciones para solubilizar el Cr^{VI+} presente en el residuo tipo B.

Los aspectos que se tomaron en cuenta para realizar el experimento fueron los siguientes:

- 2 Materiales: muestra compuesta de la capa superficial (material A, puntos 1 a 3 y 5 a 11) y muestra compuesta de la base del depósito (material B, puntos 4 y 12 a 20). Ver plano 1.
- 3 Tamaños de partícula: 0.297mm (malla 50), 0.149mm (malla 100) y 0.074mm (malla 200).
- 1 Valor de pH del agua: pH del agua corriente (al mezclar agua con el residuo, el pH de las soluciones resultantes oscila entre 9 y 12)
- 3 Relaciones sólido - líquido: 1:3, 1:5 y 1:10.
- 3 Tiempos de agitación: 10, 20 y 40 min.

El tiempo de agitación que permite disolver a una mayor cantidad de cromo es 40 minutos, (como es de esperarse, a mayor tiempo, mayor cantidad de cromo disuelto), pero en los experimentos subsecuentes se emplearán entre 10 y 20 minutos en virtud de que las diferencias en la cantidad de cromo disuelto no justifican (en la planta piloto) agitar la suspensión por un periodo de 40 minutos o más. El experimento realizado no permite definir un tratamiento óptimo para la muestra B, y como ya se dijo, es una variable que deberá estudiarse en la planta piloto, en virtud de que este experimento puede no haber sido representativo por haber trabajado con 10 g de residuo. Los métodos y técnicas utilizados para determinar los parámetros reportados se encuentran en el Apéndice 1.

Para la muestra A, las condiciones que permiten disolver la mayor cantidad de cromo son:

- Tamaño de partícula: 0.074mm (malla 200).
- Relación sólido - líquido: 1:10.
- Tiempo de agitación: 40 min.

2.3.4. Curvas de la reacción de reducción del cromo hexavalente

Con el fin de analizar las variables involucradas en la reacción de reducción del cromo, se realizó una titulación potenciométrica con distintas soluciones de hierro en ácido sulfúrico diluido y con ácido sulfúrico diluido. Los resultados se aprecian en las figuras 2.3.1 y 2.3.2:

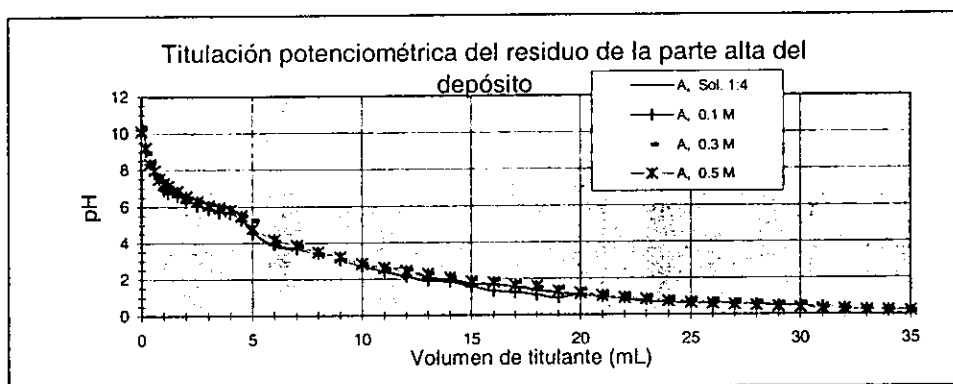


Figura 2.4. Seguimiento de la reacción de reducción del material A

Los cuadros que se encuentran en las gráficas indican la concentración de hierro en las soluciones de agua y ácido sulfúrico 2:5 (en volumen) que se prepararon:

Sol. 2:5	solución formada con dos partes de ácido sulfúrico y 3 de agua (en volumen)
0.1 M	solución 0.1 molar de hierro (II) en la solución 2:5
0.3 M	solución 0.3 molar de hierro (II) en la solución 2:5
0.5 M	solución 0.5 molar de hierro (II) en la solución 2:5

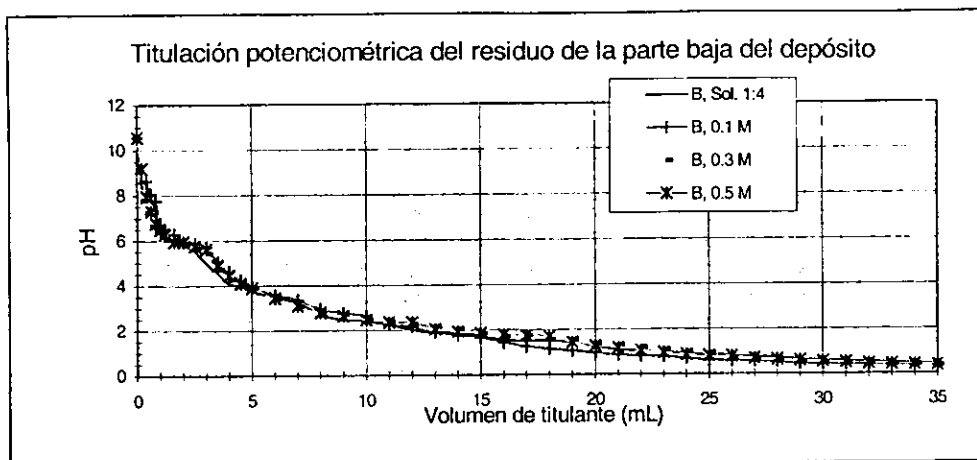


Figura 2.5. Seguimiento de la reacción de reducción del material B

En las gráficas mostradas no se aprecia claramente la reacción de reducción del cromo, que se lleva a cabo a velocidades óptimas en un rango de pH que oscila entre 2 y 3 [4, 11, 16, 22, 38, 39]. A la izquierda de las gráficas se observa un cambio brusco de pendiente provocado por la reacción de neutralización que ocurre entre los carbonatos y el ácido agregado (pH = 6, aproximadamente). Los métodos y técnicas empleados para realizar los experimentos se encuentran en el Apéndice I.

2.3.5. Determinación del pH requerido para llevar a cabo la reducción del cromo hexavalente

Se realizaron 2 experimentos para 4 muestras de cada material.

Volumen de titulante (mL)	Material A		Material B		Color del líquido
	pH	Reducción	pH	Reducción	
0	10.41	No	10.75	No	Amarillo (turbio)
Adición de FeSO ₄	4.27	No	4.39	No	Amarillo intenso
1.75	3.95	Sí	4.22	No	Naranja (turbio)
2.5	3.77	Sí	3.93	No	Naranja (turbio)
4.75	3.68	Sí	3.84	Sí	Naranja (turbio)
5	3.64	Sí	3.71	Sí	Naranja (turbio)
7.5	3.08	Sí	3.36	Sí	Naranja
10	2.54	Sí	2.78	Sí	Amarillo verdoso
12.5	2.46	Sí	2.52	Sí	Amarillo verdoso
15	2.19	Sí	2.15	Sí	Amarillo verdoso
17.5	1.68	Sí	1.61	Sí	Verde bandera
20	1.37	Sí	1.28	Sí	Verde bandera
22.5	1.12	Sí	0.94	Sí	Verde turquesa

Tabla 2.21. Resultados del experimento Núm. 1 para determinar el pH de reducción.

Muestras A y B.

Volumen de titulante (mL)	Material A		Material B		Color del líquido
	pH	Reducción	pH	Reducción	
0	10.59	No	10.69	No	Amarillo (turbio)
2.5	7.69	No	7.57	No	Amarillo intenso
5	7.22	No	7.16	No	Amarillo intenso
7.5	4.39	No	4.31	No	Naranja (turbio)
10	3.88	No	3.80	No	Naranja
12.25	3.63	Sí	3.74	No	Naranja
12.5	3.57	Sí	3.46	Sí	Naranja
15	3.17	Sí	3.29	Sí	Amarillo verdoso
17.5	2.62	Sí	2.72	Sí	Amarillo verdoso
20	2.54	Sí	2.64	Sí	Verde bandera
22.5	2.26	Sí	2.15	Sí	Verde bandera
25	1.75	Sí	1.48	Sí	Verde bandera
27.5	1.43	Sí	1.58	Sí	Verde turquesa

Tabla 2.22. Resultados del experimento Núm. 2 para determinar el pH de reducción. Muestras A y B.

El titulante empleado, (como se indica en el apéndice 1) fue una disolución de 1 parte de ácido sulfúrico en 3 de agua (en volumen). De acuerdo con los resultados observados, el pH de reducción se ubica en un rango de la escala de pH que comienza en 3.95. Los detalles de los métodos y técnicas empleados para obtener los resultados se encuentran en el Apéndice 1.

2.3.6. Determinación de la cantidad de Fe(II) requerida para reducir al Cr^{VI}

Volumen de titulante (mL)	Material A		Material B	
	pH	Reducción	pH	Reducción
0	10.59	No	10.68	No
Adición de H ₂ SO ₄	2.19	No	2.33	No
5	2.17	No	2.25	No
10	2.17	No	2.15	No
15	2.14	No	2.16	No
20	2.13	No	2.04	No
21.25	2.13	No	2.03	Sí
25	2.09	No	2.01	Sí
30	2.08	No	1.96	Sí
35	2.05	No	1.95	Sí
40	2.01	No	1.91	Sí
45	1.94	No	1.86	Sí
46.50	1.91	Sí	1.83	Sí
50	1.83	Sí	1.77	Sí

Tabla 2.23. Resultados del experimento Núm. 1 para determinar la cantidad de hierro necesaria para reducir al cromo hexavalente del residuo. Muestras A y B.

Al igual que en el caso de los experimentos enfocados a determinar los valores de pH a que se lleva a cabo la reducción del cromo hexavalente, se realizaron 4 repeticiones de los experimentos y se reportan los promedios de los 4 resultados obtenidos, sin embargo, los valores deberán ser verificados en la etapa de pruebas piloto.

Volumen de titulante (mL)	Material A		Material B	
	pH	Reducción	pH	Reducción
0	10.76	No	10.59	No
Adición de H ₂ SO ₄	2.41	No	2.87	No
5	2.26	No	2.38	No
10	2.21	No	2.29	No
15	2.18	No	2.23	No
20	2.15	No	2.17	No
21.75	2.14	No	2.16	Sí
23	2.11	No	2.12	Sí
25	2.07	No	2.09	Sí
30	2.03	No	2.04	Sí
35	2.00	No	1.97	Sí
40	2.00	No	1.90	Sí
43.25	1.95	Sí	1.86	Sí
45	1.91	Sí	1.82	Sí
50	1.84	Sí	1.77	Sí
55	1.78	Sí	1.74	Sí

Tabla 2.24. Resultados del experimento Núm. 2 para determinar la cantidad de hierro necesaria para reducir al cromo hexavalente del residuo. Muestras A y B.

Material A. De las tablas 2.23 y 2.24 podemos concluir que la reacción se completa cuando se han adicionado entre 43.25 y 46.5 mL de la solución 0.2 M de hierro divalente disuelto en H₂O, y ácido sulfúrico; a partir de este dato, se puede calcular la cantidad de hierro metálico que se requiere para completar la reducción del cromo disuelto en una solución del residuo de la parte alta del depósito: entre 0.482 g (0.00865 moles) y 0.518 g (0.0093 moles) de hierro para 10 g de residuo.

Material B. De las tablas 2.23 y 2.24 podemos concluir que la reacción se completa cuando se han adicionado entre 21.25 y 21.75 mL de la solución 0.2 M de hierro divalente disuelto en H₂O, y ácido sulfúrico; a partir de este dato, se puede calcular la cantidad de hierro necesaria para la reducción del cromo disuelto en una solución del residuo de la parte alta del depósito: entre 0.237 g (0.00425 moles) y 0.242 g (0.00435 moles) de hierro para 10 g de residuo.

En caso de que se emplee hierro metálico para llevar a cabo la reducción, es necesario tomar precauciones a la hora de disolver el hierro, pues se generan 2 gases peligrosos: hidrógeno (inflamable) y bióxido de azufre (tóxico). Los detalles de los métodos y técnicas empleados para obtener los resultados se encuentran en el Apéndice 1.

2.3.7. Determinación de la cal requerida para precipitar a las sales solubles

Cal (g)	pH	Cal (g)	pH	Cal (g)	pH	Cal (g)	pH
0.0	1.03	0.0	1.44	0.0	1.97	0.0	1.72
0.5	1.19	0.5	1.96	0.5	2.38	0.5	2.01
1.0	1.42	1.0	2.33	1.0	2.86	1.0	2.27
1.5	1.70	1.5	2.75	1.5	3.04	1.5	2.81
2.0	2.10	2.0	3.13	2.0	3.05	2.0	3.09
2.5	2.43	2.5	3.17	2.5	3.25	2.5	3.14
3.0	2.51	3.0	3.34	3.0	3.81	3.0	3.28
3.5	2.63	3.5	3.86	3.5	4.36	3.5	3.89
4.0	2.74	4.0	4.47	4.0	4.59	4.0	4.30
4.5	3.32	4.5	5.11	4.5	4.74	4.5	4.88
5.0	3.63	5.0	5.85	5.0	5.85	5.0	5.72
5.5	3.82	5.5	6.90	5.5	7.16	5.5	7.05
6.0	4.06	6.0	7.84	6.0	8.45	6.0	8.03
6.5	5.38	6.5	8.73			6.5	8.87
7.0	6.61						
7.5	7.61						
8.0	8.51						

Tabla 2.25. Cal necesaria para neutralizar el residuo de la parte alta del depósito y precipitar a las sales solubles (muestra A)

Cal (g)	pH	Cal (g)	pH	Cal (g)	pH	Cal (g)	pH
0.0	1.00	0.0	1.33	0.0	2.05	0.0	1.73
0.5	1.12	0.5	1.8	0.5	2.27	0.5	2.12
1.0	1.34	1.0	2.21	1.0	2.32	1.0	2.22
1.5	1.65	1.5	2.38	1.5	2.53	1.5	2.31
2.0	1.95	2.0	2.39	2.0	2.83	2.0	2.48
2.5	2.31	2.5	2.45	2.5	3.01	2.5	2.89
3.0	2.43	3.0	2.80	3.0	3.37	3.0	3.05
3.5	2.45	3.5	3.04	3.5	3.65	3.5	3.46
4.0	2.59	4.0	3.50	4.0	4.28	4.0	3.71
4.5	2.91	4.5	3.80	4.5	6.38	4.5	4.34
5.0	3.43	5.0	4.43	5.0	7.12	5.0	6.17
5.5	3.98	5.5	6.50	5.5	8.34	5.5	7.46
6.0	4.76	6.0	7.78	6.0	8.95	6.0	8.11
6.5	6.07	6.5	8.52			6.5	8.79
7.0	6.75						
7.5	7.50						
8.0	8.64						

Tabla 2.26. Cal necesaria para neutralizar el residuo de la parte baja del depósito y precipitar a las sales solubles (muestra B).

Como se puede apreciar en las tablas anteriores, la cantidad de cal que se requiere para neutralizar la solución depende del pH al que se lleve a cabo la reacción, y mientras más alto sea éste, el volumen de cal que se requiere será menor. Independientemente del pH al que se lleve a cabo la reacción, la cal necesaria es muy considerable, pues por cada 10 g de muestra se requieren, al menos, 6 g de cal, en caso de que se desee llevar el pH hasta un valor igual o superior a 8.5. Los métodos y técnicas empleados para obtener los resultados se reportan en el Apéndice 1.

Es importante mencionar que la cal debe adicionarse en forma de lechada, pues de otra manera forma aglomeraciones y/o grumos que no tienen efecto alguno sobre el pH de la solución. La reacción de neutralización requiere de al menos 30 minutos para que se lleve a cabo, y las adiciones de cal deben realizarse paulatinamente, pues de otra manera se forman aglomeraciones que impiden el correcto desarrollo de la reacción. El control de estas variables debe estudiarse cuidadosamente en la planta piloto, pues ambas dependen directamente del tipo y la velocidad de agitación a que se someta el material, así como de la cantidad de agua que se emplee [32].

Cuando la solución ácida entra en contacto la cal con la se desprende gas carbónico por lo que se recomienda tomar las precauciones necesarias para evitar accidentes. La cal presenta las siguientes ventajas:

- Bajo precio
- Logra precipitar a la mayoría de las sales
- El precipitado que genera es apto para la fabricación de ladrillos

2.4. Discusión de los resultados de los parámetros del proceso

Se decidió combinar las muestras compuestas para formar dos muestras (denominadas tipo A y tipo B), que disminuyeran el número de análisis a realizar, y que permitieran diseñar un proceso capaz de estabilizar al material que tenga cromo hexavalente en mayores cantidades (muestra A).

Los resultados de los análisis practicados a las muestras tipo demuestran que no existen diferencias importantes en el contenido de cromo hexavalente entre las muestras compuestas 1, 1', 2 y 2' y la muestra tipo A; de igual manera, no hay diferencias entre la muestra tipo B y las muestras compuestas 3 a 5 y 3' a 5'. Las similitudes mencionadas implican que las muestras tipo son representativas de las muestras con que se conformaron, y por lo tanto son útiles para diseñar el proceso de estabilización.

De acuerdo con las reacciones analizadas en la sección 2.3.2, la cantidad de Fe^{2+} que se requiere es el triple de las moles de hierro que se usarían si se emplea hierro metálico, lo cual implica una menor cantidad de lodos, sin embargo, el proceso de disolución de hierro en ácido sulfúrico implica problemas técnicos (desprendimiento de calor, problemas de manejo de ácido, material inerte no disuelto) [12]; en virtud de lo anterior, se realizaron experimentos con soluciones de sulfato ferroso heptahidratado en agua y de hierro metálico en ácido sulfúrico. Al final de la sección 2.3.2 se incluye una tabla que da cuenta de las cantidades (en peso) de los reactivos requeridos para estabilizar 1 kg de residuo, con la finalidad de compararlas con las cantidades que se obtengan experimentalmente.

Si se emplea hierro metálico, la cinética de la reacción será función del área superficial por lo que se recomienda utilizar partículas muy finas. El empleo de este material provoca una disminución con respecto a la eficiencia teórica de reacción.

Se realizó un experimento factorial con el fin de analizar la manera en que el tiempo de agitación, el tamaño de partícula y la relación sólido:líquido afectan la cantidad de cromo hexavalente que se disuelve. El tiempo de agitación es una variable que no tiene importancia sobre la cantidad de cromo hexavalente que se disolvió, tanto en los experimentos realizados con la muestra A, como en los realizados con la muestra B. Se recomienda analizar el efecto del tiempo de agitación en la planta piloto, en virtud de que en el laboratorio se trabajó con volúmenes de agua inferiores a 110 mL. Para la muestra A, el tamaño de partícula parece ser mucho más importante que para la muestra B (considerando las diferencias que hay entre las mallas 50 y 200), pues la cantidad de cromo que se disuelve se incrementa hasta en un 45.5%.

Para la muestra A, la relación sólido:agua tiene más importancia conforme disminuye el tamaño de partícula, aunque esto no sucede en la muestra B; el incremento en la cantidad de cromo disuelto para la muestra A es de hasta un 29.7%, mientras que para la muestra B no hay cambio (cuando el tamaño de partícula es 200 mesh).

El experimento realizado no permite definir un tratamiento para la muestra B, y como ya se dijo, es una variable que deberá estudiarse en la planta piloto, en virtud de que este experimento puede no haber sido representativo por haber trabajado únicamente con muestras de 10 g del residuo.

En las gráficas mostradas no se aprecia claramente la reacción de reducción del cromo; se nota un cambio de pendiente en el intervalo de pH en que se destruyen los carbonatos y posteriormente se observa una tendencia asintótica que se debe a la destrucción de otros materiales alcalinos que están presentes en la matriz. No se observa el efecto de las distintas concentraciones de reductor (Fe^{2+}), a pesar de que el cromo hexavalente se redujo, pues al adicionar algunas gotas de la solución de 1,5 difenilcarbazida disuelta en acetona no hubo cambios de color (cuando existe cromo hexavalente en disolución, la 1,5 difenilcarbazida forma un compuesto de color morado).

De acuerdo con los resultados observados, la reducción se realiza en un rango de la escala de pH que comienza en 3.95. De acuerdo con la literatura, la reacción da comienzo a un valor de pH de 4.5, pero la cinética es muy lenta. El pH mínimo para que la reacción se complete satisfactoriamente es superior cuando existen sólidos en suspensión. La reacción comienza a un pH de 4.5 y su velocidad aumenta conforme disminuye el pH (hasta llegar a 2.3) [9,16]. Es probable que lo anterior se deba al área superficial de los sólidos. Se recomienda realizar un estudio cinético en la planta piloto con el fin de determinar los factores que determinan la velocidad de reacción.

La reacción de reducción de la muestra tipo A se completa cuando se ha adicionado una cantidad de reductor equivalente a entre 0.482 y 0.518 g de hierro; teóricamente, de acuerdo con los cálculos efectuados en la sección 2.3.2, se necesitan 0.849 moles para estabilizar un kg de residuo, lo que implica que para reducir 10 g se requieren 0.473 g. En virtud de lo anterior, la cantidad de hierro necesaria para la reducción del cromo disuelto en una solución del residuo de la parte alta del depósito excede en un valor que oscila entre 1.9 y 9.5% al requerimiento teórico.

La reacción de reducción de la muestra tipo B se completa cuando se ha adicionado una cantidad de reductor equivalente a entre 0.237 y 0.242 g de hierro; teóricamente, de acuerdo con los cálculos efectuados en la sección 2.3.2, se necesitan 0.394 moles para estabilizar un kg de residuo, lo que implica que para reducir 10 g se requieren 0.219 g. En virtud de lo anterior, la cantidad de hierro necesaria para la reducción del cromo disuelto en una solución del residuo de la parte baja del depósito excede en un valor que oscila entre 8.2 y 10.5% al requerimiento teórico.

La cantidad de cal que se requiere para precipitar al cromo trivalente que se encuentra en solución oscila entre 6 y 8 g cuando se realizan experimentos con 10 g de residuo, tanto para la muestra tipo A como para la muestra tipo B, lo cual nos indica que la cantidad de cal consumida no es función de la cantidad de cromo trivalente que está disuelto, sino que influyen de manera muy importante los demás componentes del residuo. En 5 de los 8 experimentos efectuados (3 para la muestra A y 2 para la muestra B) se observó que la precipitación estaba prácticamente terminada a un pH de entre 5.5 y 6, pero de acuerdo con algunas experiencias anteriores, el pH para lograr una total precipitación de los iones solubles es de 8.5. En virtud de lo anterior, se deben hacer pruebas para cada lote con el fin de determinar el mínimo requerido de cal. Al entrar en contacto la cal con la solución ácida se desprende gas carbónico por lo que se recomienda tomar las precauciones necesarias para evitar accidentes.

La cantidad de cal que se requiere para neutralizar la solución depende del pH a que se lleve a cabo la reacción, y mientras más alto sea éste, el volumen de cal que se requiere es menor, pero depende principalmente de la cantidad de sales que están en solución. Independientemente del pH a que se lleve a cabo la reacción, se requieren, al menos, 6 g de cal por cada 10 g de muestra, lo cual es un consumo excesivo de cal por lo que esta opción de tratamiento no resulta viable desde un punto de vista económico. Además, otro inconveniente que se analizará en la sección 2.5 es el incremento en el volumen del material que produce la adición de cal. Otro problema inherente a la adición de cal son los incrementos en la viscosidad de la suspensión, que dificultan el movimiento de cualquier dispositivo de agitación, y por lo tanto implican un incremento en la cantidad de energía que se requiere para lograr la precipitación de las sales solubles.

Al analizar las tablas 2.25 y 2.26, se observa que se partió de valores de pH inferiores a 2, en virtud de que las reacciones de reducción se realizaron a dichos valores; si la reacción se realiza a un pH de 3.5 o de 4, la cantidad de cal necesaria disminuye, a pesar de lo cual provoca incrementos en el volumen del material, que hacen inconveniente la aplicación del proceso desarrollado para el problema del norte de la Ciudad de México (Tultitlán).

2.5. Análisis de procesos para estabilizar el residuo

2.5.1. Lavado con agua sin molienda (LASM)

El residuo se mezcla con agua (relación 1:10 w/w), se agita y se deja reposar para posteriormente filtrarlo y separar el líquido y el sólido. El sólido se debe enviar nuevamente a los tanques de lavado, y una vez que cumpla con lo establecido por la legislación vigente se puede confinar o emplear para fabricar ladrillos. El líquido se envía al reactor, donde se reduce el cromo hexavalente disuelto y posteriormente se precipitan las sales solubles. La suspensión se filtra nuevamente y el sólido se almacena mientras que el líquido se recircula al proceso. (Fig. 2.6).

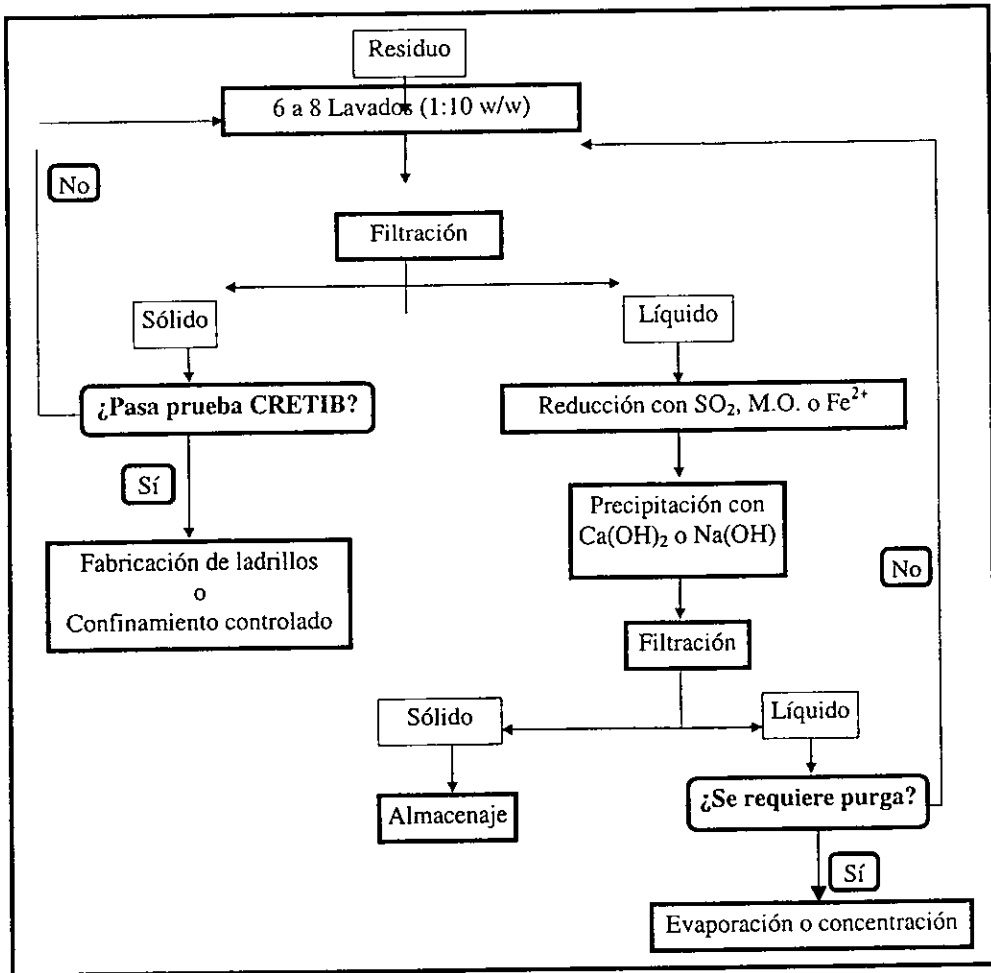


Figura 2.6. Diagrama de bloques del proceso LASM (lavado con agua, sin molienda).

El proceso propuesto requiere entre 6 y 8 etapas de lavado (empleando 10 partes de agua por una de sólido, en relación w/w) que implican agitación (por un mínimo de 10 minutos) y filtrado, para que el material quede con una cantidad de cromo hexavalente igual o inferior a la permitida por la legislación vigente [35]. Los lavados requeridos implican la generación de agua contaminada con cromo hexavalente (de 60 a 80 m³ por tonelada de residuo) que es necesario tratar. En el caso de que este proceso se aplique para estabilizar el material, es factible recircular el agua empleada para efectuar los lavados (una vez que el cromo disuelto haya sido reducido) con el fin de disminuir el consumo que requiere la propuesta.

Es importante mencionar que esta es una de las dos opciones que no incluye una etapa de molienda previa al lavado. Una parte de los cromatos (que se encuentran físicamente atrapados por los carbonatos y otros elementos de la matriz) queda en el interior de las partículas y no se solubiliza, por lo que el cromo almacenado se libera paulatinamente por los efectos del tiempo y la humedad, e independientemente del uso que se le dé, el material representa un peligro latente. Lo anterior se comprobó después de moler (a 200 mesh) una porción de material que se lavó en 8 ocasiones, y determinar que la cantidad de cromo presente en el extracto CRETIB era 178.4 ppm (sobrepasa el nivel permitido: 5 ppm).

En caso de que el líquido resultante de alguno de los lavados tenga una concentración de cromato de sodio cercana al 10% en peso, es conveniente enviarlo a alguno de los distintos procesos que opera la empresa, pero esta posibilidad no resulta factible (lavando una parte de residuo con 3 de agua, se obtiene una solución de 3.7% en peso de cromato de sodio), a menos que se incluya una etapa de concentración de la solución, que implica un incremento en el consumo de energía.

En la tabla 2.6 se muestran las concentraciones de cromo hexavalente en los extractos CRETIB que corresponden a las muestras sólidas que se sometieron al número de lavados que se indica. Con base en estos resultados se definió el número de lavados requerido para que el sólido cumpla con la legislación vigente (menos de 5 ppm en el extracto CRETIB).

Número de lavados	Concentración de Cr ^{VI} (mg/L)
0	189.2
1	84.3
2	39.2
3	19.0
4	9.5
5	5.0
6	2.7
7	1.5
8	0.9

Tabla 2.27. Concentración de cromo hexavalente en distintos extractos CRETIB.

Otra desventaja de este proceso es que el sólido resultante sólo puede ser utilizado para fabricar ladrillos convencionales con un acabado deficiente (debido a las diferencias en el tamaño de las partículas); además, los movimientos del material de un tanque a un filtro en repetidas ocasiones (al menos 6 veces), requieren más tiempo y energía que un proceso convencional.

De acuerdo con los análisis de difracción de rayos X que se le practicaron al material resultante de 8 lavados (después de molerlo a 325 mesh), este tratamiento no resulta eficiente en virtud de que la composición del residuo prácticamente no cambió, pues todavía se aprecian los picos correspondientes al cromato de sodio (cromo hexavalente), aunque con mucho menor intensidad. El sulfato de magnesio se disolvió, al igual que otras sustancias cuyos picos eran muy poco intensos en el difractograma obtenido cuando se estudió el residuo sin tratar. En la tabla 2.28 se muestran los materiales presentes.

Material	Fórmula
Cromato de sodio	Na_2CrO_4
Brownmillerita	$4 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$
Illita	$1.3(\text{K}, \text{Na})_2\text{O} \cdot 0.6(\text{Mg}, \text{Fe})\text{O} \cdot 3.3(\text{Fe}, \text{Al})_2\text{O}_3 \cdot 16(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Carbonato de calcio	CaCO_3
Bióxido de silicio	SiO_2
Cromita	$\text{FeO}(\text{Cr}, \text{Al})_2\text{O}_3$

Tabla 2.28. Composición del residuo molido y lixiviado (8 lavados, 325 mesh).

En función de lo anterior, la propuesta de solución LASM no resuelve el problema. Es importante mencionar que únicamente el líquido empleado para el primer lavado no podría emplearse nuevamente como agua de lavado (sin recibir tratamiento previo) en virtud de que el material retiene cromo hexavalente como consecuencia de que está mojado por un líquido que contiene cromo hexavalente en disolución. El líquido residual se puede emplear siempre y cuando la concentración de cromo hexavalente en el agua de lavado sea inferior a la que se obtuvo anteriormente, pero esto implica un incremento en el número de lavados requeridos.

2.5.2. Lavado con agua y ataque ácido, sin molienda (LAAASM)

El residuo se mezcla con agua (en relación 1:10 w/w) y se agita; se adiciona ácido hasta $\text{pH}=2$ (con el fin de liberar cromatos) y se realizan de 6 a 9 lavados con agua (relación 1:10 w/w) para después filtrar. El sólido se lava hasta que cumpla con la legislación vigente, y entonces se confina o se elaboran ladrillos con él. El líquido se envía al reactor, donde se reduce el cromo hexavalente disuelto y posteriormente se precipitan las sales solubles. La suspensión se filtra nuevamente y el sólido se almacena mientras que el líquido se recircula al proceso (como agua de lavado). (Fig. 2.7).

El proceso requiere 1 tonelada de ácido sulfúrico por cada tonelada de residuo para llegar a un pH de 2 (lo cual implica aproximadamente 15 minutos); enseguida se deben realizar entre 6 y 9 etapas de lavado con agitación (por un mínimo de 10 minutos en cada caso), y un filtrado por cada lavado para que en el material quede una cantidad de cromo hexavalente igual o inferior a la permitida por la legislación vigente. La cantidad de lavados requeridos implica la generación de agua contaminada con Cr^{VI} (de 60 a 90 m^3 por tonelada de residuo) que debe ser tratada con alguno de los reactivos reductores propuestos (materia orgánica, Fe^{2+} o bióxido de azufre).

Otra desventaja de este proceso es que el sólido resultante sólo puede ser utilizado para fabricar ladrillos convencionales con un mal acabado (debido a las diferencias en el tamaño de las

partículas). Además, resulta poco práctico trasladar el sólido de un tanque a un filtro en muchas ocasiones (al menos 6 veces), por el consumo de tiempo y energía que ello implica.

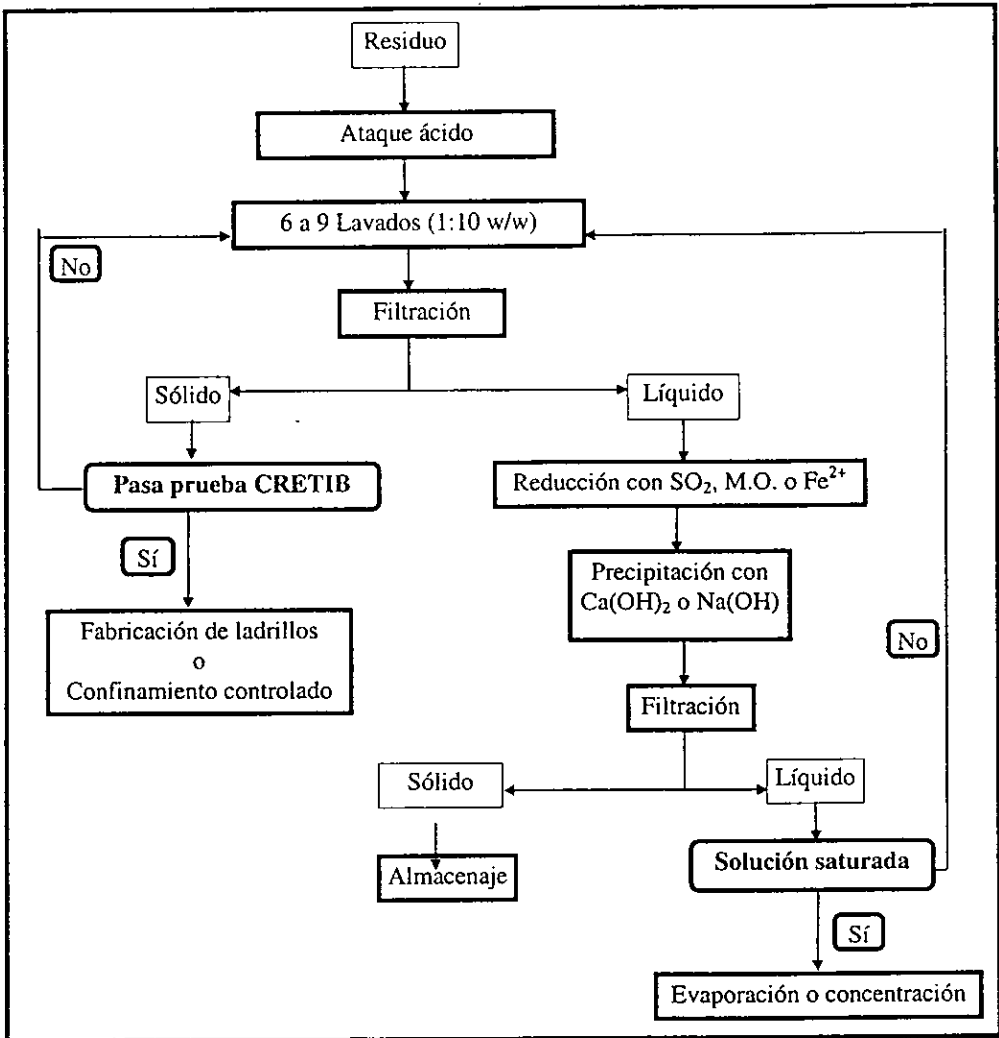


Figura 2.7. Diagrama de bloques del proceso LAAASM (lavado con agua seguido de un ataque ácido, sin molienda).

El proceso LAAASM es una de las dos opciones que no contempla una etapa de molienda previa al lavado. Una porción importante de los cromatos (que se encuentran físicamente atrapados por los carbonatos y otros componentes alcalinos del residuo) queda en el interior de las partículas y no se solubilizan. A largo plazo, esta solución es impráctica en virtud de que el cromo

almacenado se libera paulatinamente por los efectos de la humedad, e independientemente del uso que se le de, el material continua siendo un peligro latente, pues aún después de realizar 9 ciclos de lavado, el extracto CRETIB correspondiente a una muestra de material molido a 200 mesh contiene 188.0 ppm de cromo hexavalente, lo cual sobrepasa el límite establecido por las leyes en vigor (5 mg/L).

En la tabla 2.29 se muestran las concentraciones de cromo hexavalente encontradas en los extractos CRETIB que corresponden a las muestras sólidas que se sometieron al número de lavados que se indica. Partiendo de estos resultados se definió el número de lavados requerido para que el sólido cumpla con la legislación vigente (menos de 5 ppm en el extracto CRETIB).

Número de lavados	Concentración de Cr ^{VI+} (mg/L)
0	360.4
1	155.8
2	70.3
3	33.0
4	16.2
5	8.2
6	4.3
7	2.4
8	1.3
9	0.8

Tabla 2.29. Concentración de cromo hexavalente en los lixiviados CRETIB correspondientes al proceso LAAASM.

En caso de que el primer lavado tenga una concentración de cromato de sodio cercana al 10% en peso, conviene enviarlo a alguno de los distintos procesos que opera la empresa, pero esta posibilidad no resulta viable (lavando una parte de residuo con 3 de agua, se obtiene una solución de 3.7% en peso de cromato de sodio), a menos que se incluya una etapa de concentración de la solución.

Material	Fórmula
Cromato de sodio	Na ₂ CrO ₄
Brownmillerita	4 CaO·Al ₂ O ₃ ·Fe ₂ O ₃
Illita	1.3(K,Na) ₂ O·0.6(Mg,Fe)O·3.3(Fe,Al) ₂ O ₃ ·16(Si,Al)O ₂ ·5H ₂ O
Sulfato dihidratado de calcio	CaSO ₄ ·2 H ₂ O
Bióxido de silicio	SiO ₂
Cromita	FeO(Cr,Al) ₂ O ₃

Tabla 2.30. Composición del residuo molido y lixiviado (9 lavados, 325 mesh).

Al igual que en la opción A, si se muele hasta 325 mesh una muestra del material que ha recibido 9 lavados, y se analiza con un difractómetro de rayos X, continúan apareciendo los picos que indican la presencia de cromo hexavalente, por lo que esta solución tampoco resuelve el problema. Los materiales presentes en la muestra analizada son: cromato de sodio,

brownmillerita, illita, sulfato dihidratado de calcio, bióxido de silicio y cromita. Los picos correspondientes a la illita y a la brownmillerita aún aparecen, pero con mucho menor intensidad, en virtud de que el ataque ácido las disuelve parcialmente.

2.5.3. Lavado con agua (LA)

El proceso propuesto incluye una etapa de molienda antes de lavar el material. Posteriormente el residuo se mezcla con agua, se agita y se realizan de 6 a 9 lavados con agua (relación 1:10 w/w) para después filtrar. El sólido se lava hasta que cumpla con la legislación, y entonces se confina o se elaboran ladrillos con él. El líquido se envía al reactor, donde se reduce el cromo hexavalente disuelto y posteriormente se precipitan las sales solubles. La suspensión se filtra nuevamente y el sólido se almacena; el líquido se recircula al proceso (como agua de lavado). (Fig. 2.8).

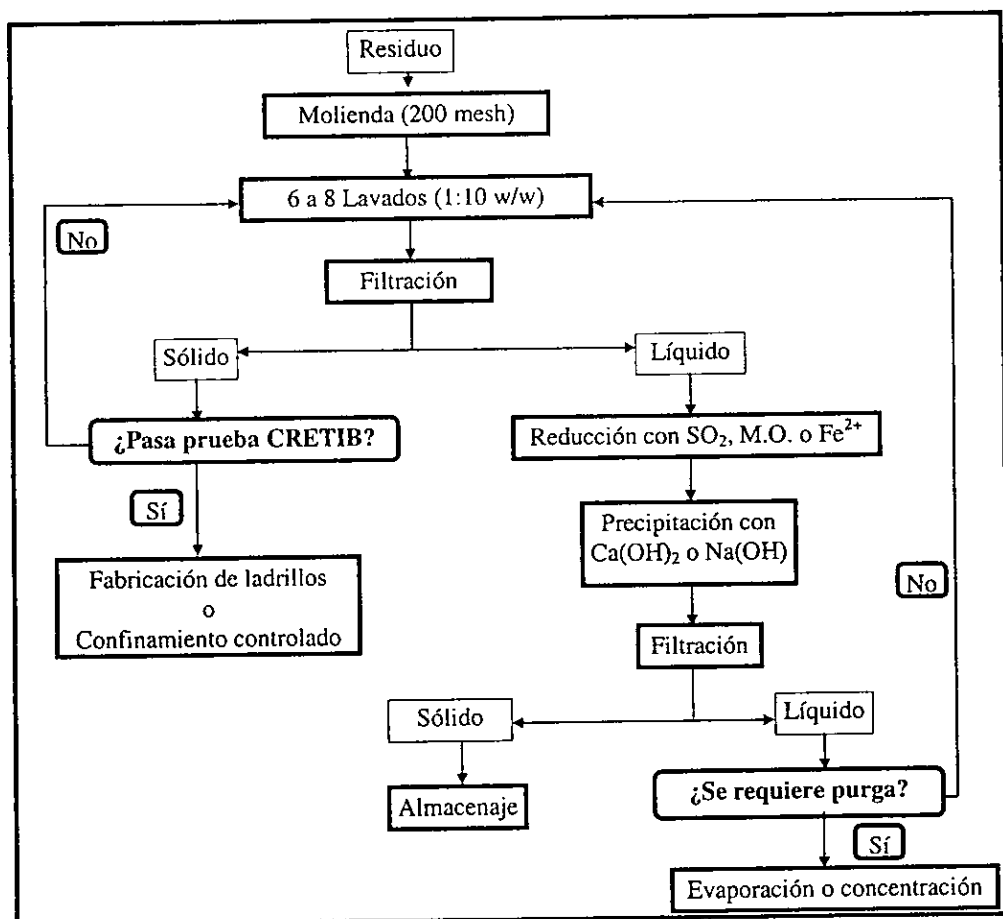


Figura 2.8. Diagrama de bloques del proceso LA (lavado con agua, incluyendo una etapa de molienda).

La cantidad de lavados requeridos implica la generación de agua contaminada con cromo hexavalente (de 60 a 80 m³ por tonelada de residuo) que requiere tratamiento. Una vez reducido el cromo disuelto, las aguas de lavado se pueden reutilizar para lavar nuevas cargas de material. Como se mencionó en las opciones anteriores, es costoso recircular una corriente de cromato si su concentración en peso es superior a 10%, pero en virtud de que tal concentración no se puede alcanzar, resulta necesario reducir el cromo disuelto o incluir una etapa de concentración.

En la tabla siguiente se muestran las concentraciones de cromo hexavalente encontradas en los extractos CRETIB que corresponden a las muestras sólidas que se sometieron al número de lavados que se indica. Con base en estos resultados se definió el número de lavados requerido para que el sólido cumpla con la legislación vigente (menos de 5 ppm en el extracto CRETIB).

Número de lavados	Concentración de Cr ^{VI} (mg/L)
0	235.7
1	104.2
2	48.0
3	23.1
4	11.5
5	18.6
6	6.1
7	3.2
8	1.0

Tabla 2.31. Concentración de cromo hexavalente en los lixiviados CRETIB correspondientes al proceso de lavado (incluyendo una etapa de molienda hasta 200 mesh).

Al igual que en las opciones LASM y LAAASM, los análisis de difracción de rayos X (practicados a muestras con 8 lavados molidas a 325 mesh) demuestran que el cromato de sodio se disolvió parcialmente, pues todavía se aprecian sus picos más representativos; el único material que se disolvió completamente fue el sulfato de magnesio, pues sus picos característicos no se distinguen. Los demás materiales continúan formando parte de la matriz (brownmillerita, illita, carbonato de calcio, bióxido de silicio y cromita).

Material	Fórmula
Cromato de sodio	Na ₂ CrO ₄
Brownmillerita	4 CaO·Al ₂ O ₃ ·Fe ₂ O ₃
Illita	1.3(K,Na) ₂ O·0.6(Mg,Fe)O·3.3(Fe,Al) ₂ O ₃ ·16(Si,Al)O ₂ ·5H ₂ O
Carbonato de calcio	CaCO ₃
Bióxido de silicio	SiO ₂
Cromita	FeO(Cr,Al) ₂ O ₃

Tabla 2.32. Composición del residuo tratado con el proceso LA (después de 8 lavados y molido a 325 mesh).

2.5.4. Lavado con agua y ataque ácido (LAAA)

El residuo se muele, se mezcla con agua (en relación 1:10 w/w) y se adiciona ácido hasta pH=2 (con el fin de liberar cromatos). Se realizan de 6 a 9 lavados con agua (relación 1:10 w/w) para después filtrar. El sólido se lava hasta que cumpla con la legislación vigente, y entonces se confina o se elaboran ladrillos con él. El líquido se envía al reactor, donde se reduce el cromo hexavalente disuelto y posteriormente se precipitan las sales solubles. La suspensión se filtra nuevamente y el sólido se almacena mientras que el líquido se recircula al proceso (como agua de lavado).(Fig. 2.9).

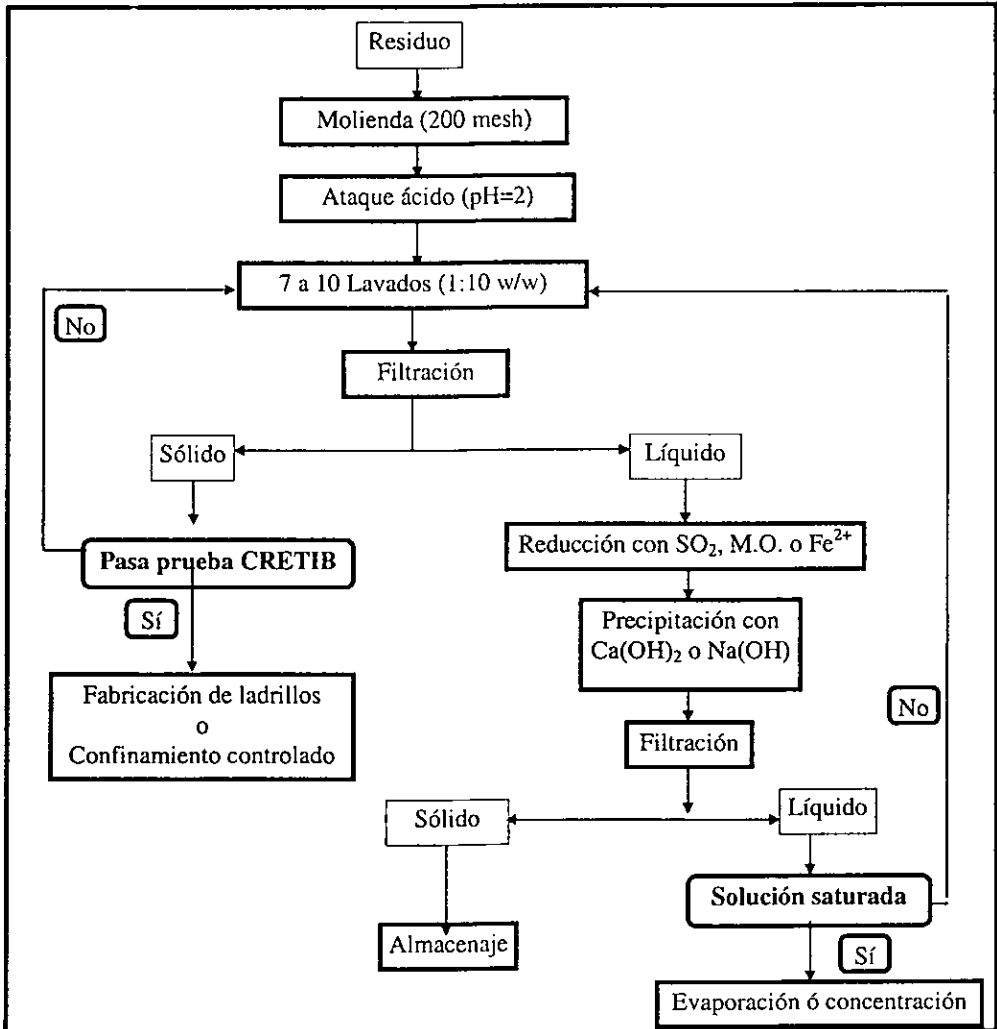


Figura 2.9. Diagrama de bloques del proceso LAAA (lavado con agua y ataque ácido).

El proceso LAAA es similar al proceso LA (fig. 2.8). Difiere en la existencia de una etapa de molienda previa al lavado y la filtración. También implica transportar el material a los tanques de lavado, donde se debe poner en contacto con agua de lavado (la relación recomendada es 1:10 en peso, de acuerdo con lo establecido en la sección 2.3), posteriormente se adicionaría ácido (hasta alcanzar un pH=2); después de un periodo de agitación de 20 min. se procedería a bombearlo, lavarlo y filtrarlo tantas veces como sea necesario para cumplir con la normatividad vigente. Al igual que en los procesos LASM, LAAA y LA, se requieren entre 7 y 10 etapas de lavado (con 10 partes de agua por una de sólido), agitación (10 minutos), y filtrado, para que el material contenga una cantidad de cromo hexavalente igual o inferior a la permitida por la legislación en vigor. La cantidad de lavados requeridos implica la generación de 70 a 100 m³ de agua contaminada con cromo hexavalente (por tonelada de residuo) que requiere tratamiento. Además, resulta impráctico trasladar el sólido de un tanque a un filtro y así sucesivamente por al menos 7 veces, ya que esto implica incrementos en los consumos de tiempo y energía. Al igual que en las 3 opciones anteriormente analizadas (LASM, LAAA y LA), se pueden recircular las aguas de lavado una vez que el cromo disuelto en ellas se haya reducido, si la concentración de sales solubles no representa un problema para la operación del proceso.

Al igual que en las opciones anteriores, resulta costeable recircular una corriente de cromato si la concentración en peso de ésta es superior a 10% w/w, pero en virtud de que tal concentración no se puede alcanzar, se hace necesario reducir el cromo disuelto.

En la tabla 2.33 se muestran las concentraciones de cromo hexavalente encontradas en los extractos CRETIB que corresponden a las muestras sólidas que se sometieron al número de lavados que se indica. Con base en estos resultados se definió el número de lavados requerido para que el sólido cumpla con la legislación vigente (menos de 5 ppm en el extracto CRETIB).

Número de lavados	ppm de Cr ^{VI+}
0	778.6
1	343.4
2	144.0
3	63.2
4	28.9
5	13.8
6	6.9
7	3.5
8	1.9
9	1.1
10	0.6

Tabla 2.33. Concentración de cromo hexavalente (ppm) en las soluciones de sólidos tratados con el proceso LAAA.

En los análisis de rayos X practicados a una muestra con 10 lavados que fue molida hasta 325 mesh, no se detectaron los picos correspondientes al cromato de sodio ni los del sulfato de magnesio. Tampoco se detectaron las señales inherentes a la illita, y las de la brownmillerita se redujeron, en virtud de que ambas espinelas contienen materiales se disuelven en medio ácido. Es

importante hacer notar que en el difractograma no aparecen los picos correspondientes al carbonato de calcio, pero se aprecian las del sulfato dihidratado de calcio, un producto de la reacción de neutralización que ocurre entre el ácido sulfúrico que se adicionó y el carbonato de calcio que está presente en la matriz. En la tabla 2.34 se reportan los materiales cuyas señales son notorias.

Material	Fórmula
Brownmillerita	$4 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$
Sulfato dihidratado de calcio	$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
Bióxido de silicio	SiO_2
Cromita	$\text{FeO}(\text{Cr}, \text{Al})_2\text{O}_3$

Tabla 2.34. Composición de una muestra de sólido tratado con el proceso LAAA (10 lavados, 325 mesh, ataque ácido).

2.5.5. Filtración después de la reducción (FDR)

Esta opción comienza con una etapa de molienda, seguida de un lavado y un ataque ácido. Posteriormente se reduce el cromo hexavalente (con Fe^{2+} , SO_2 o materia orgánica) y se filtra la suspensión. El sólido se confina o se elaboran ladrillos con él. El líquido se envía al reactor, donde se precipitan las sales solubles. La suspensión se filtra nuevamente y el sólido se almacena mientras que el líquido se recircula al proceso (como agua de lavado). (Fig. 2.10).

En el filtrado posterior a la etapa de precipitación se obtendría hidróxido de cromo (III), el cual podría ser comercializado por la empresa con el fin de disminuir la carga financiera asociada al presente proyecto, aunque implica una mayor inversión y un incremento en los costos de operación pues se requieren un filtro y equipo de bombeo adicionales para obtener este producto. La cantidad de hidróxido de cromo que se obtiene es muy pequeña y se encuentra mezclada con otros hidróxidos obtenidos en la reacción de neutralización que ocurre entre el ácido disuelto en la fase líquida y el hidróxido de calcio que se adiciona para llevar el pH hasta un valor de 8.5; en virtud de lo anterior es muy complicado separarlo y purificarlo. La conveniencia de aplicar este proceso depende principalmente de la calidad del material sólido que se obtenga después del primer filtrado, pues con el se podrían fabricar ladrillos de calidad.

La cantidad de veces que se pueda recircular el líquido obtenido después de la segunda etapa de filtrado dependerá de la concentración que alcancen las sales solubles; si las concentraciones de éstas no influyen negativamente en el desarrollo del proceso (los experimentos de laboratorio indican que las sales disueltas no afectan a ninguno de los procesos) es posible recircular el agua de filtrado al reactor.

Los análisis de rayos X que se practicaron a los sólidos resultantes de los 2 procesos de filtración demuestran que ninguno de los 2 materiales es valioso. El sólido resultante del primer filtrado no es apto para fabricar ladrillos refractarios, y como ya se mencionó, el sólido del segundo filtrado se encuentra mezclado con sulfato dihidratado de calcio y algunos otros hidróxidos. En virtud de lo anterior el proceso correspondiente a la opción FDR resuelve el problema pero implica dos procesos de filtrado que elevan los costos de operación.

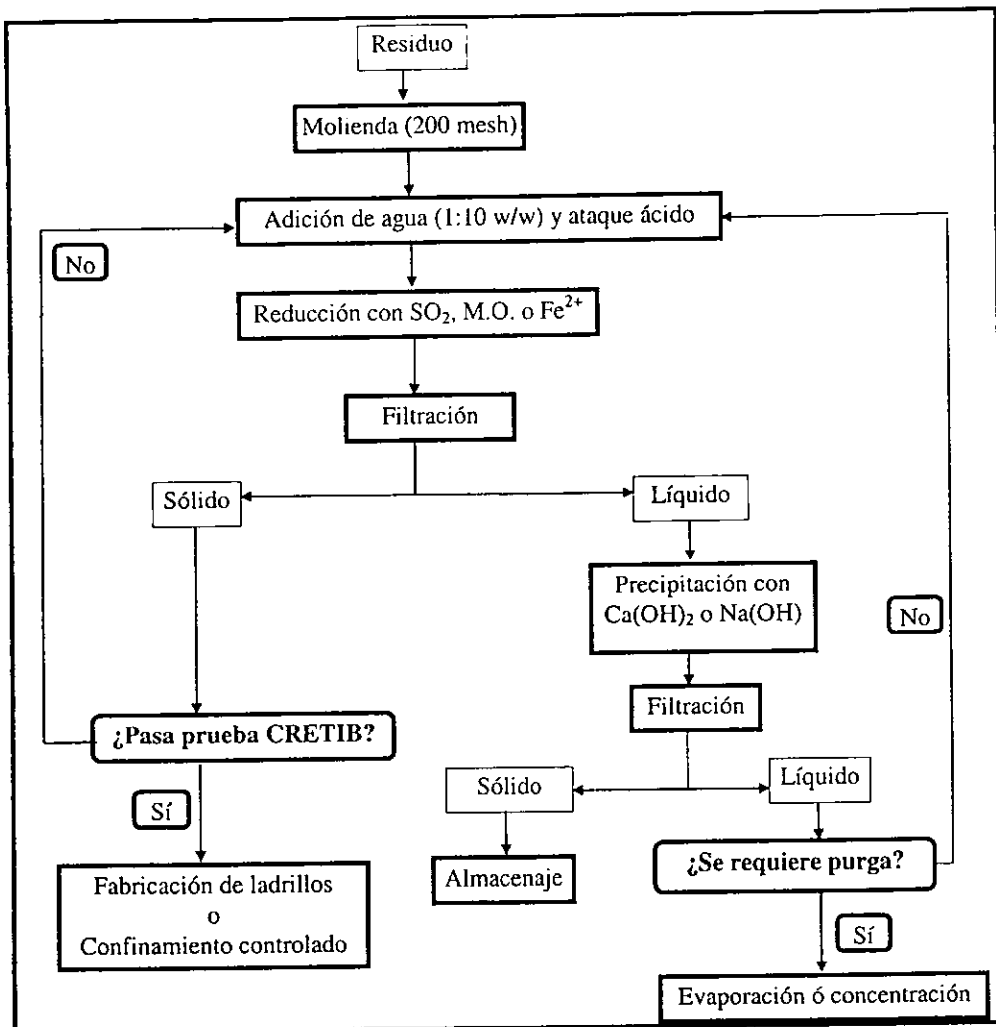


Figura 2.10. Diagrama de bloques del proceso FDR (filtración después de la reducción).

Las tablas 2.35 y 2.36 indican los materiales presentes en cada uno de los sólidos obtenidos después de cada una de las dos etapas de filtración que incluye el presente proceso.

Material	Fórmula
Brownmillerita	$4 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$
Sulfato dihidratado de calcio	$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
Bióxido de silicio	SiO_2
Cromita	$\text{FeO}(\text{Cr}, \text{Al})_2\text{O}_3$

Tabla 2.35. Composición del sólido del primer filtrado del proceso FDR (325 mesh).

Material	Fórmula
Hidróxido de cromo (III)	Cr(OH) ₃
Hidróxido de calcio	Ca(OH) ₂
Hidróxido de hierro	Fe(OH) ₃
Sulfato dihidratado de calcio	CaSO ₄ · 2 H ₂ O

Tabla 2.36. Composición del sólido resultante del segundo filtrado del proceso FDR (325 mesh).

En los experimentos realizados para este estudio se empleó sulfato heptahidratado de hierro como reductor, e hidróxido de calcio para precipitar las sales solubles.

2.5.6. Filtración después de la precipitación (FDP)

El proceso FDP comienza con una etapa de molienda, seguida de un lavado y un ataque ácido. Posteriormente se llevan a cabo los procesos de reducción y precipitación en el mismo reactor, y la suspensión se envía al filtro. El sólido se confina o se elaboran ladrillos con él, y el líquido se envía nuevamente al proceso (como agua de lavado). (Fig. 2.11). La conveniencia de aplicar este proceso radica principalmente en la menor cantidad de equipo y operaciones de bombeo que se requieren para estabilizar el material.

Esta solución, similar a la propuesta para el confinamiento de Cuautitlán, Estado de México, implica algunos problemas de manejo de materiales como resultado del incremento en el volumen del material después de la etapa de precipitación (ver tabla 2.37). El incremento detectado ocurre en virtud de la ineficiencia de la reacción que tiene lugar entre la cal (hidróxido de calcio) y las sales solubles, lo cual provoca que se requiera adicionar un exceso de cal para que la reacción concluya en menos de 30 min.

Peso inicial: 5 g		Vol. inicial: 3.33 cm ³		Densidad inicial: 1.5 g/cm ³		Incrementos	
Agente reductor	Reactivo precipitador	Vol. húmedo cm ³	Vol. seco cm ³	Peso seco g	Densidad seco g/cm ³	Vol. veces	Masa veces
M.O.	-	15	13	9.92	0.763	3.9	2.0
M.O.	Sosa	36	15	14.23	0.949	4.5	2.8
M.O.	Cal	40	42	22.74	0.541	12.6	4.5
Hierro (II)	-	10	7	3.75	0.536	2.1	0.8
Hierro (II)	Sosa	30	9	7.66	0.851	2.7	1.5
Hierro (II)	Cal	30	24	12.96	0.540	7.2	2.6
Hierro (II)	Cal y sosa	28	19	11.54	0.607	5.7	2.3

Tabla 2.37. Variaciones entre el volumen del residuo y el volumen del material estabilizado.

En la parte superior de la tabla se reportan las características del material antes de someterlo al proceso de estabilización (peso, volumen y densidad iniciales). Para reducir al cromo hexavalente se usaron hierro (II) y materia orgánica (M. O.) y para precipitar a las sales solubles se emplearon cal, sosa y una combinación de ambas, como se indica en las celdas del lado izquierdo.

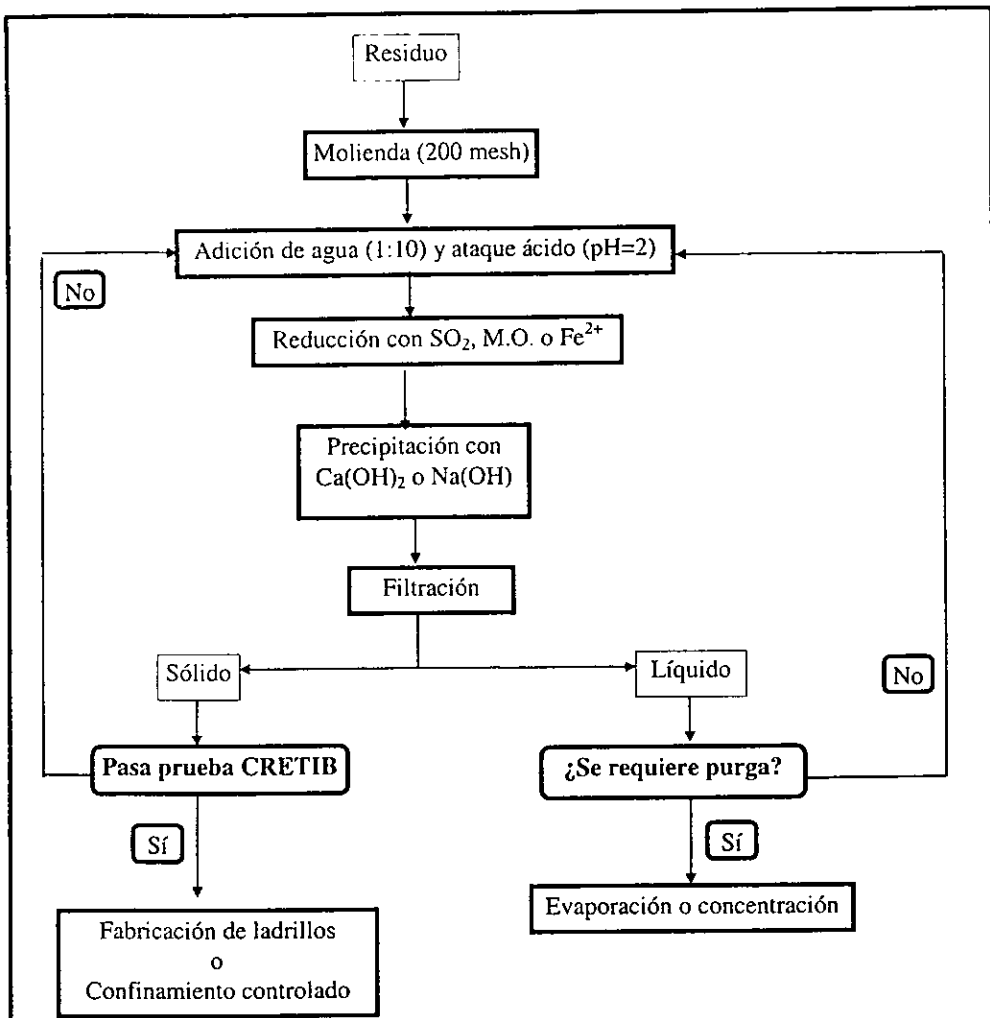


Figura 2.11. Proceso FDP: filtración después de la precipitación.

Material	Fórmula
Alúmina	Al_2O_3
Bióxido de silicio	SiO_2
Cromita	$FeO(Cr,Al)_2O_3$
Sulfato dihidratado de calcio	$CaSO_4 \cdot 2 H_2O$
Hidróxido de cromo (III)	$Cr(OH)_3$
Hidróxido de calcio	$Ca(OH)_2$
Hidróxido de hierro	$Fe(OH)_3$

Tabla 2.38. Composición del sólido resultante del 1er. filtrado del proceso FDP (325 mesh).

El análisis de rayos X del sólido resultante de la filtración indica la presencia de hidróxidos de calcio, hierro y cromo (III), así como de alúmina que no se disolvió con el ataque ácido. Los materiales reportados corresponden a un experimento en el que se redujo con Fe^{2+} y para precipitar se empleó cal, la cual es el material más barato para precipitar sales solubles.

2.5.7. Recirculación de ácido (RA)

El proceso comienza con una etapa de molienda, seguida de la adición de agua y un ataque ácido después del cual se destruyen los carbonatos y otros materiales alcalinos, sin que el ácido se agote. Posteriormente se llevan a cabo los procesos de reducción y precipitación en el mismo reactor, y la suspensión se envía al filtro. El sólido se confina o se elaboran ladrillos con él, y el líquido se envía al depósito de residuo sin tratar, donde se vierte sobre una porción del material; el lixiviado se colecta y envía al reactor, y lo mismo se hace con el sólido. El líquido y el sólido son tratados por separado (disminuye la cantidad de ácido que se requiere). (Fig. 2.12).

Después de tratar una carga de residuo y llevarla a un pH de 2, el pH del líquido resultante oscila entre 3 y 4 por lo que es posible reutilizarlo para destruir los materiales alcalinos contenidos en otra porción de residuo. Lo anterior representa un ahorro en la cantidad de ácido que se requiere.

Una vez que el ácido se usó por primera vez, se le envía a una pila de material residual y se vierte sobre ella, con el fin de destruir los carbonatos y el resto de los materiales alcalinos que conforman el residuo. Posteriormente se debe recolectar el lixiviado ácido (que tendría en disolución al 84.3% de los cromatos totales, de acuerdo con los experimentos de capacidad oxidante realizados en el laboratorio) y se debe reducir. Este proceso tiene como inconveniente el hecho de que no se liberan todos los cromatos, en virtud de que no se pueden regular con facilidad las zonas por las que se distribuye el ácido; además, se forman aglomeraciones de sulfato de calcio que disminuyen el efecto del ácido sobre algunas partículas. Para simular este proceso se dejaron gotear 400 mL de ácido diluido al 25% en peso (100 g de ácido y 300 g de agua) sobre 100 g de residuo por un período de 48 horas, pero en la superficie del material se formó una capa de sulfato dihidratado de calcio que impidió que el ácido llegara a las secciones internas del depósito.

En los difractogramas correspondientes a los análisis de rayos X que se llevaron a cabo, se aprecian todos los materiales que se encontraban presentes en la muestra de residuo sin tratar, como se aprecia en la tabla 2.39.

Material	Fórmula
Cromato de sodio	Na_2CrO_4
Brownmillerita	$4 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$
Illita	$1.3(\text{K}, \text{Na})_2\text{O} \cdot 0.6(\text{Mg}, \text{Fe})\text{O} \cdot 3.3(\text{Fe}, \text{Al})_2\text{O}_3 \cdot 16(\text{Si}, \text{Al})\text{O}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
Carbonato de calcio	CaCO_3
Bióxido de silicio	SiO_2
Sulfato dihidratado de calcio	$\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
Cromita	$\text{FeO}(\text{Cr}, \text{Al})_2\text{O}_3$

Tabla 2.39. Composición del residuo después de aplicar el proceso RA (325 mesh).

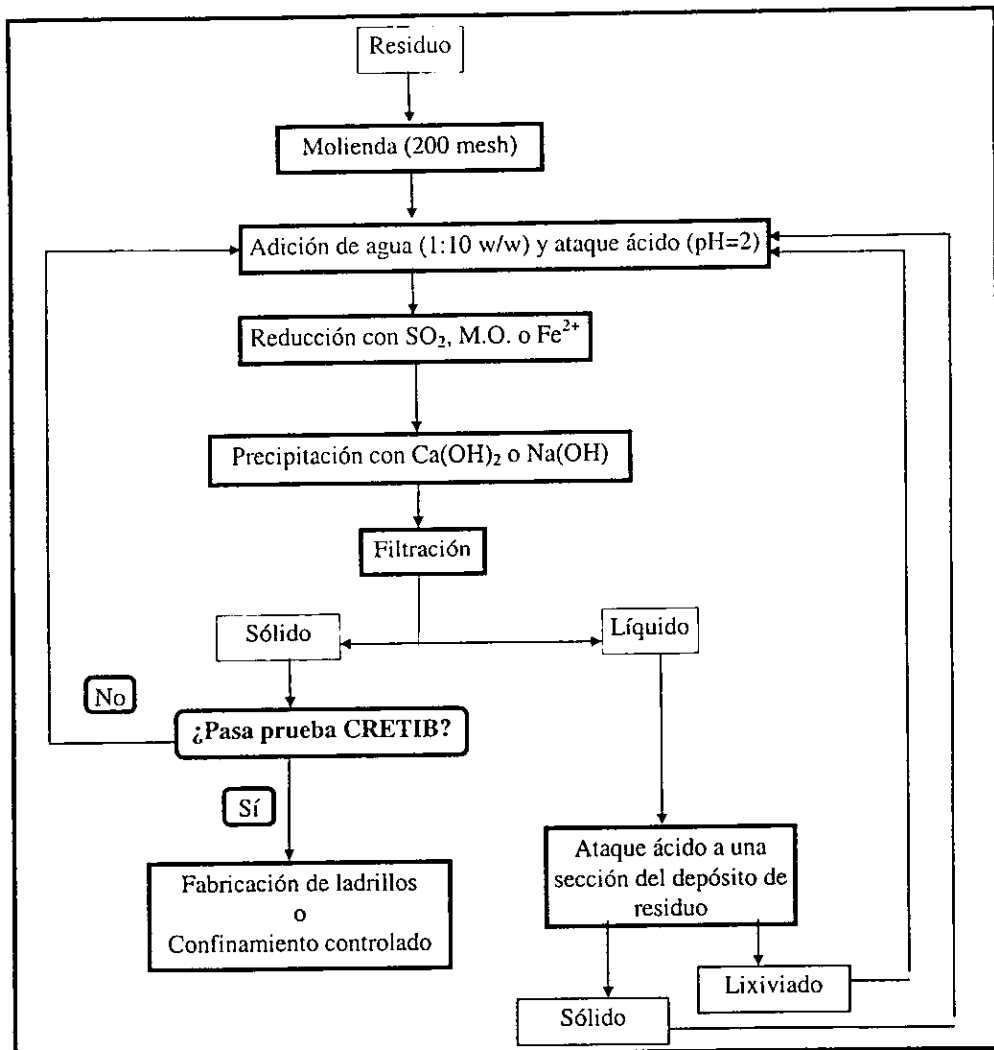


Figura 2.12. Diagrama de bloques del proceso RA (recirculación de ácido).

Para que este sistema funcione correctamente, se debe introducir una red de tuberías en el interior del depósito con el fin de asegurar que los flujos de ácido lleguen a todas las partículas que conforman el depósito. Además se deben estudiar detalladamente algunos parámetros tales como la velocidad de lixiviación, la altura más apropiada para la pila, etc. De lo anterior se deduce la necesidad de agitar el material para que el ácido agregado actúe correctamente sobre los materiales alcalinos presentes.

2.5.8. Recirculación de sólido lavado (RSL)

En el proceso RSL el sólido resultante de los lavados se usa en la etapa de precipitación de las sales solubles. El proceso comienza con una etapa de molienda, seguida de 6 a 8 lavados después de los cuales se filtra para separar el sólido y el líquido. El líquido se reduce en el reactor y posteriormente se adiciona el sólido para lograr la precipitación (en el mismo reactor); la suspensión se envía al filtro. El sólido se confina o se elaboran ladrillos con él, y el líquido se recircula a los tanques de lavado. (Fig. 2.13).

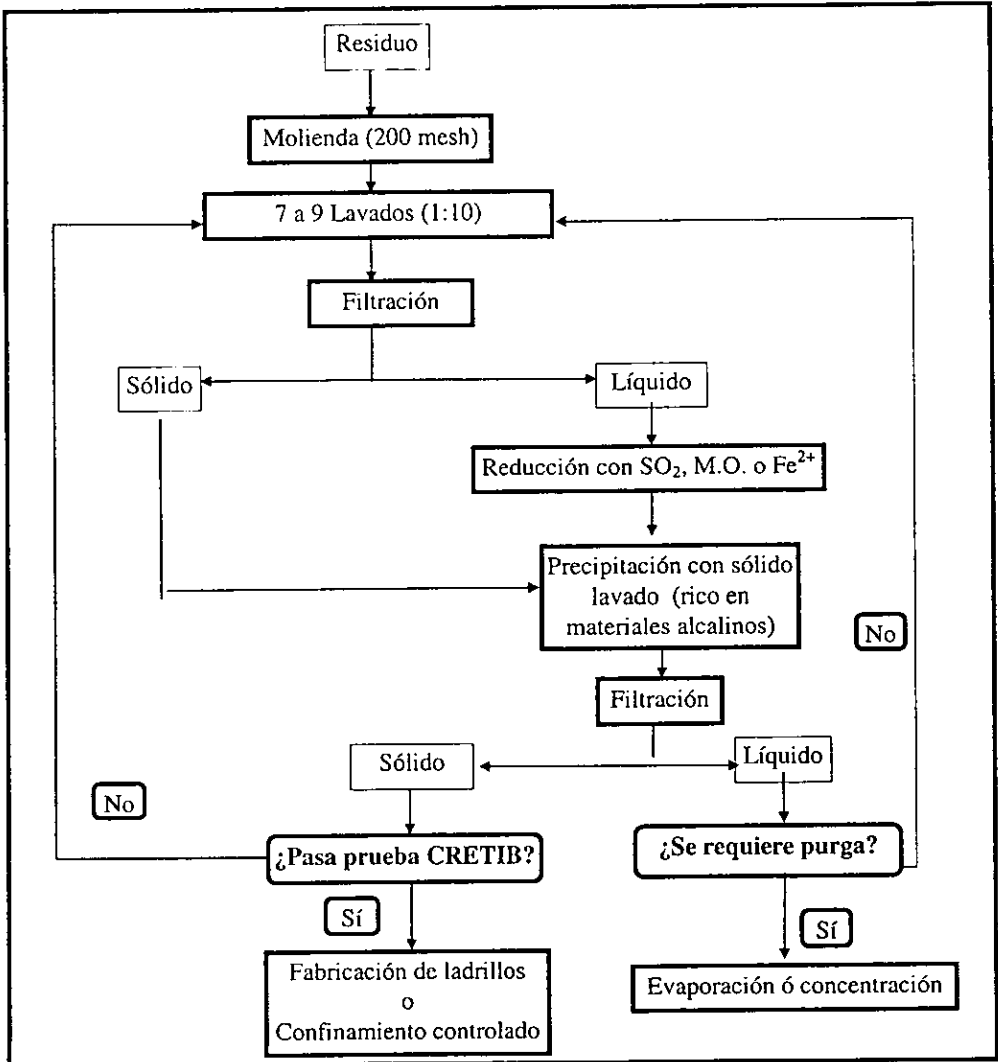


Figura 2.13. Diagrama de bloques del proceso RSL (recirculación de sólido lavado).

Esta solución implica un ahorro en la cantidad de cal o sosa que se requieren para precipitar a la mayoría de las sales disueltas, pero no es factible aplicarla en virtud del problema que implica dar tratamiento a las aguas generadas en la etapa de lavado (de 70 a 90 m³ por tonelada de sólido).

Material	Fórmula
Cromato de sodio	Na ₂ CrO ₄
Brownmillerita	4 CaO·Al ₂ O ₃ ·Fe ₂ O ₃
Illita	1.3(K,Na) ₂ O·0.6(Mg,Fe)O·3.3(Fe,Al) ₂ O ₃ ·16(Si,Al)O ₂ ·5H ₂ O
Carbonato de calcio	CaCO ₃
Bióxido de silicio	SiO ₂
Cromita	FeO(Cr,Al) ₂ O ₃

Tabla 2.40. Composición del sólido resultante del segundo filtrado; proceso FDR (325 mesh).

De acuerdo con lo establecido en la descripción del proceso LAAA, el sólido requiere de un ataque ácido para liberar completamente a los cromatos por lo que se puede emplear el sólido para precipitar a las sales solubles, pero al ponerlo en contacto con el ácido, libera algunos de los cromatos que permanecieron en la matriz, por lo que se debe contar con un exceso de reductor en la solución para reducir al cromo hexavalente liberado; lo anterior implicaría trabajar constantemente con un exceso de reductor, y esto conlleva un incremento en los costos de operación.

2.5.9. Precipitación por saturación de la solución (PSS)

El proceso comienza con la molienda y homogeneización del material residual, seguidos de un ataque ácido hasta pH=2. Para llevar la suspensión a ese valor de pH se empleará el licor proveniente del filtro (cuyos valores de pH oscilan entre 3 y 4 regularmente), posteriormente se adicionarán el agua y el ácido sulfúrico requeridos para que se mantenga una relación sólido:líquido de 1:10 en peso y alcanzar el pH al que se planea llevar a cabo la reducción. El siguiente paso es la reducción del cromo hexavalente; la suspensión resultante se enviará al filtro. El sólido estabilizado se enviará a una planta de fabricación de ladrillos o a un confinamiento controlado, y el líquido se recirculará al reactor donde se realizará la reducción. (Fig. 2.14).

Las condiciones de reducción dependerán del reactivo seleccionado (materia orgánica, bióxido de azufre o sulfato ferroso heptahidratado). Una vez que el cromo hexavalente haya sido reducido, las sales de cromo trivalente permanecerán disueltas, y para que precipiten se requiere que el valor del pH esté entre 8 y 9, o que la solución alcance su punto de saturación. Cuando la solución se encuentre saturada, las sales que se integren a ella precipitarán en cuanto se alcance la concentración necesaria. Una vez que el proceso funcione correctamente y opere con regularidad, el líquido que resulte del filtrado (que será recirculado) contará con una concentración cercana a la saturación, y cuando se lleve a cabo la reducción, el cromo hexavalente pasará a cromo trivalente, precipitando una parte de éste. Los precipitados resultantes se integrarán a la fracción sólida.

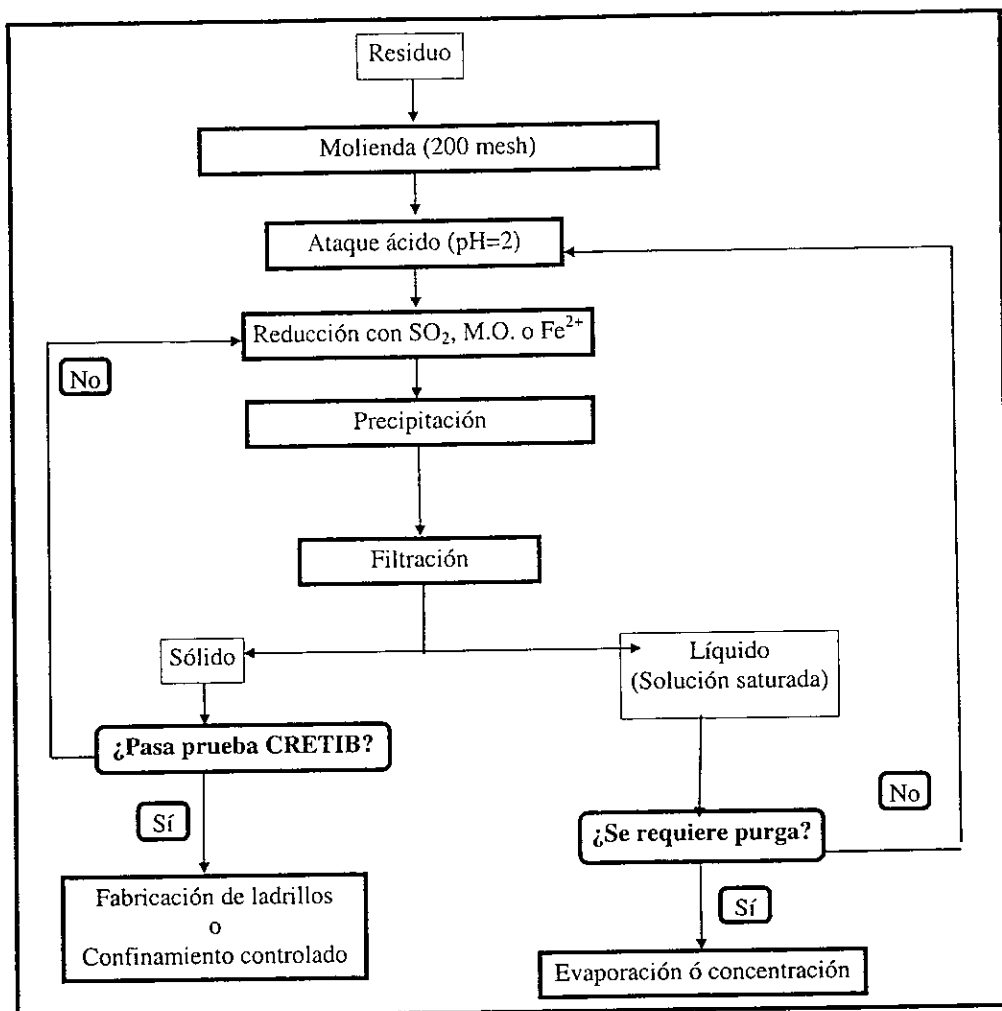


Figura 2.14. Diagrama de bloques del proceso PSS (precipitación por saturación de la solución).

En caso de que la precipitación de algunos iones por saturación no represente problemas de manejo de materiales (como se aprecia en los experimentos de laboratorio), es factible recircular el licor por tiempo indefinido, con el fin de disminuir el consumo de agua.

Después de que se llevaron a cabo los procesos de reducción y precipitación, se obtienen un líquido ácido (el pH oscila entre 3 y 4) y el sólido estabilizado, por lo que se requiere filtrar los productos mencionados con el fin de separar las fases presentes.

Los análisis de rayos X que se practicaron al sólido obtenido después de la etapa de filtración indican que contiene algunos de los materiales contenidos originalmente en el residuo, combinados con sulfato de cromo (III), que resulta de la reacción de reducción, así como con sulfato dihidratado de calcio (que tiene su origen en la reacción de neutralización que ocurre entre el ácido sulfúrico y el carbonato de calcio). En la tabla 2.41 se aprecian los resultados mencionados.

Material	Fórmula
Alúmina	Al_2O_3
Bióxido de silicio	SiO_2
Cromita	$FeO(Cr,Al)_2O_3$
Sulfato de cromo (III)	$Cr_2(SO_4)_3$
Sulfato dihidratado de calcio	$CaSO_4 \cdot 2 H_2O$

Tabla 2.41. Composición del sólido resultante del filtrado del proceso PSS (325 mesh).

La ventaja más importante del proceso analizado es que disminuye el consumo de ácido en virtud de que al adicionar una nueva carga de residuo al líquido resultante, se obtiene un pH que oscila entre 8.5 y 9. El proceso descrito constituye la mejor opción para dar tratamiento al sólido, pues implica un importante ahorro de ácido con respecto a los otros procedimientos analizados; también se incluye una etapa de recirculación del líquido al reactor, con lo cual el consumo de agua se mantiene en el mínimo posible, a igual que el número de operaciones involucradas, pues sólo se necesita el reactor, el filtro y un tanque para recibir el líquido filtrado (es necesario en caso de que el líquido requiera recircularse en repetidas ocasiones al filtro; esto depende de la eficiencia del sistema de filtración).

2.5.10. Separación gravimétrica (SG)

El proceso SG comienza con la molienda del residuo a 200 mesh y una adición de agua (1:10 w/w) para después realizar una separación gravimétrica en húmedo. Las partículas más pesadas son las primeras en separarse y enviarse a almacenamiento; el sólido ligero y el líquido se envían al reactor. Allí se adiciona el ácido necesario para llegar al pH de reducción y posteriormente se efectúan la reducción y la precipitación. La suspensión se filtra, y el líquido se recircula al proceso en tanto que el sólido se confina o se emplea para fabricar ladrillos. (Fig. 2.15).

Este proceso implica una separación de los componentes del residuo en función de las diferencias en la densidad de los materiales que lo integran. Para realizar las determinaciones de laboratorio se empleó un embudo de separación en cuyo interior se colocó el residuo, se agitó, se dejó reposar por 20 min. y se separó el sólido pesado (de color negro). En el embudo se dejó el sólido ligero (de color café) junto con el sobrenadante, y después de haberlos sometido a las condiciones ácidas, se redujeron con sulfato ferroso heptahidratado. Se realizaron dos pruebas: en una de ellas se empleó hidróxido de calcio para precipitar las sales solubles, y en la segunda no se empleó ningún reactivo para precipitar las sales solubles, con la intención de aplicar el un proceso similar al descrito en la sección anterior (precipitación por saturación).

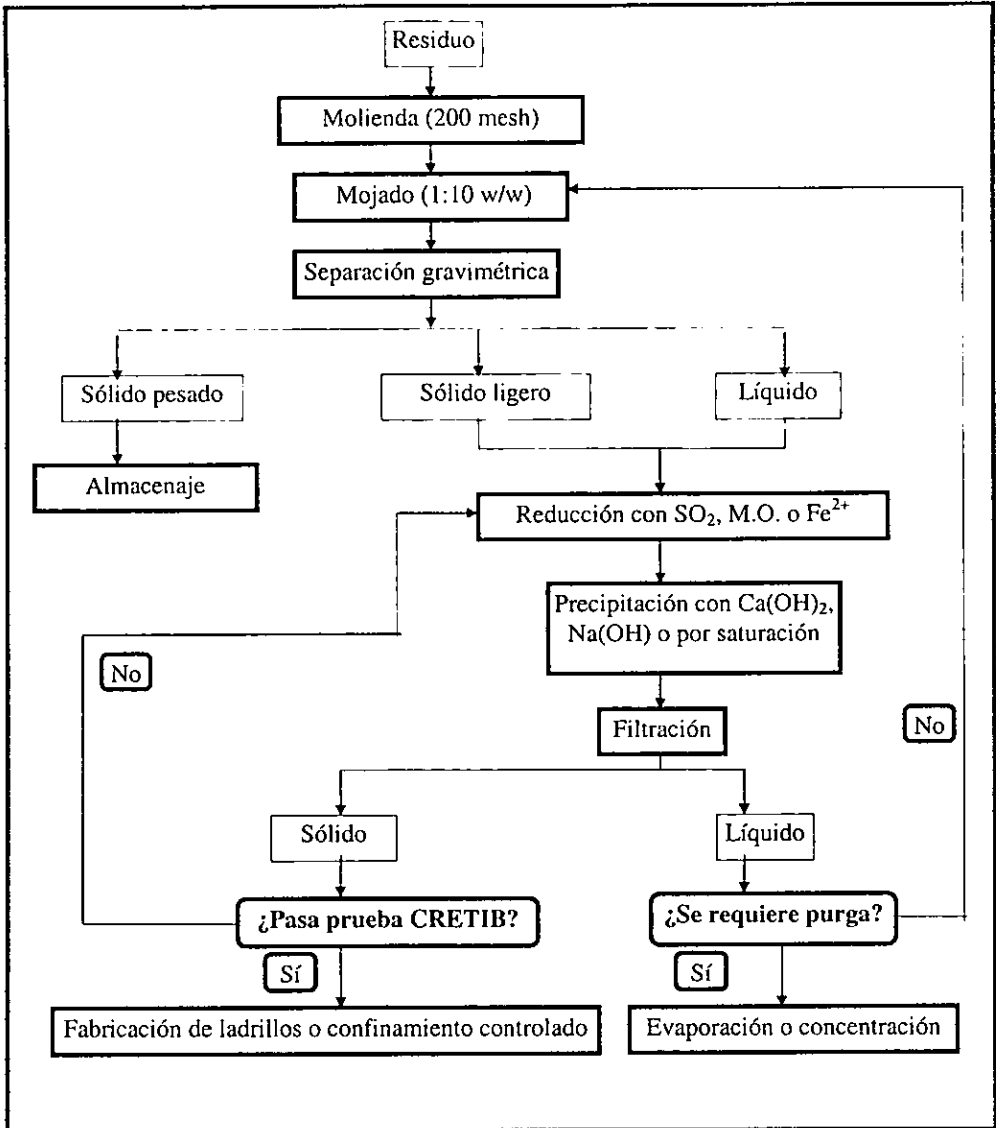


Figura 2.15. Diagrama de bloques del proceso SG (separación gravimétrica).

En la tabla 2.42 se aprecian los resultados de los análisis de difracción de rayos X que se realizaron para conocer la composición del material al que se le aplicó el proceso de precipitación con cal.

Material	Fórmula
Alúmina	Al_2O_3
Bróxido de silicio	SiO_2
Cromita	$FeO(Cr,Al)_2O_3$
Sulfato dihidratado de calcio	$CaSO_4 \cdot 2 H_2O$
Hidróxido de cromo (III)	$Cr(OH)_3$
Hidróxido de calcio	$Ca(OH)_2$
Hidróxido de hierro	$Fe(OH)_3$

Tabla 2.42. Composición del sólido resultante de la precipitación con cal (proceso SG, 325 mesh).

Cuando se aplica el proceso de precipitación por saturación se obtienen los mismos materiales que se aprecian en la tabla 2.41, con excepción de los hidróxidos de hierro, calcio y cromo que se reportan.

El sólido pesado arrastra cantidades de cromo hexavalente suficientes para no superar la prueba CRETIB que proponen las normas en vigor (se practicó un análisis al sólido pesado y se obtuvieron 79.3 ppm en el lixiviado). En la tabla 2.5.18 se aprecian los materiales presentes en la muestra de sólido pesado que se separó en el embudo.

Material	Fórmula
Cromato de sodio	Na_2CrO_4
Brownmillerita	$4 CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$
Cromita	$FeO(Cr,Al)_2O_3$

Tabla 2.43. Composición de la muestra de sólido pesado (proceso SG, 325 mesh).

En caso de que la compañía decida operar nuevamente el proceso de producción de cromato de sodio a partir de cromita, resulta interesante aplicar este procedimiento en virtud de que permitiría recuperar cerca de 23,000 toneladas de cromita si la concentración que existe en las muestras analizadas (7.8% en peso) es similar a la del resto del depósito.

2.5.11. Separación magnética (SM)

El proceso SG incluye molienda del residuo y adición de agua (1:10 w/w) para después realizar una separación magnética en húmedo. Las partículas magnéticas son las primeras en separarse y enviarse a almacenamiento; el sólido ligero y el líquido se envían al reactor; allí se acidulan, se reducen y se precipitan las sales solubles. La suspensión se filtra, y el líquido se recircula al proceso en tanto que el sólido se confina o se emplea para fabricar ladrillos. (Fig. 2.16).

El proceso aquí descrito es muy similar al anterior (proceso SG), pero en vez de realizarse una separación en función de las diferencias de densidad de los componentes del material, la separación se realiza en función de las propiedades magnéticas de las fracciones que conforman al residuo. Para llevar a cabo esta separación se requiere introducir un electroimán en la

suspensión y activarlo con el fin de que las partículas magnéticas (esencialmente la cromita presente) se adhieran a él.

Este método de separación no es eficiente, pues las partículas que se adhieren al electroimán arrastran con ellas a algunas partículas pertenecientes a la fracción no magnética del material. Además, el costo de implantar un separador magnético es elevado y este proceso resulta difícil de aplicar en las condiciones en que se piensa operar la planta piloto.

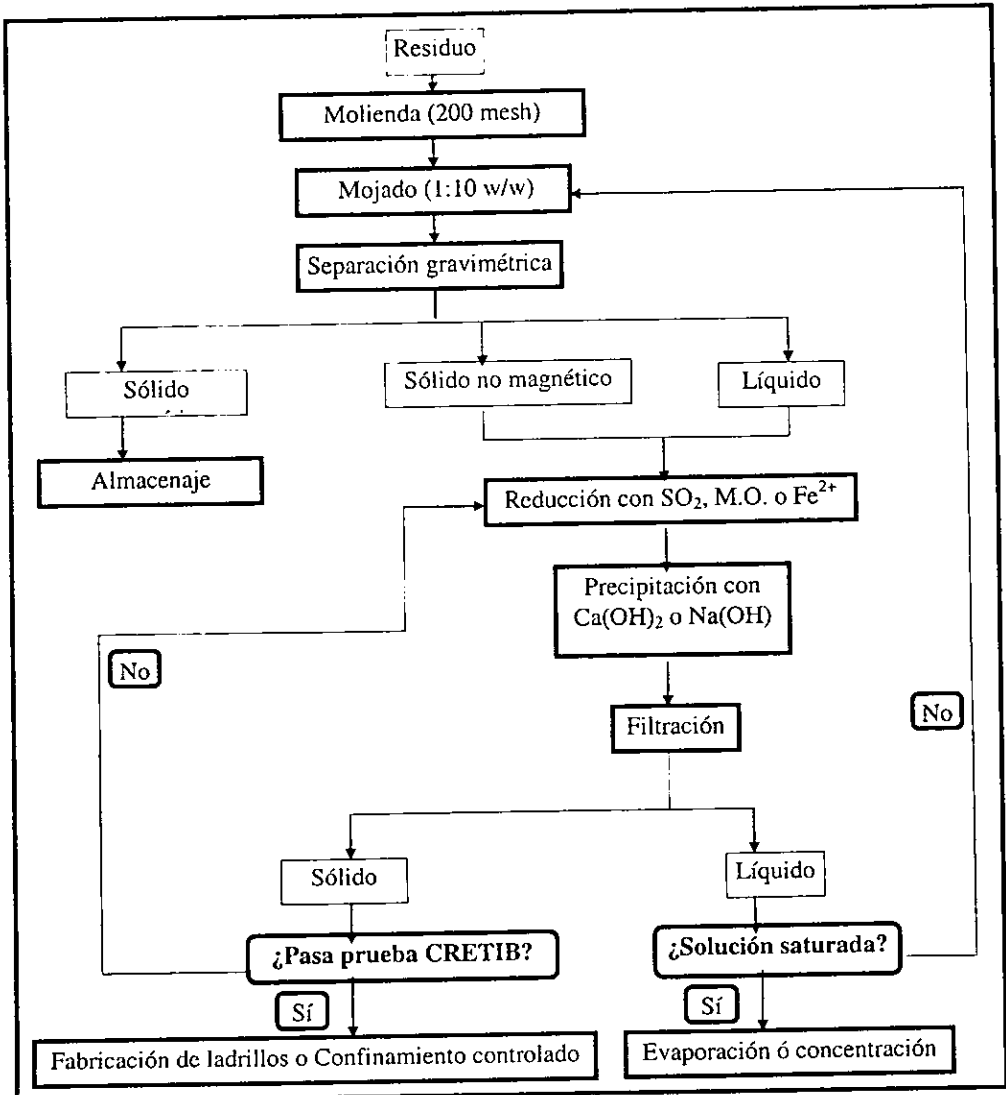


Figura 2.16. Diagrama de bloques del proceso SM (separación magnética).

Para realizar las determinaciones de laboratorio se empleó un imán que se colocó en un contenedor con residuo (después de haberlo sometido a las condiciones ácidas), se dejó reposar por 5 min. y se separaron algunas partículas del sólido magnético (de color negro) junto con algunas partículas del sólido no magnético; este procedimiento se aplicó en repetidas ocasiones y el sólido ligero (de color café) junto con el sobrenadante se estabilizaron con sulfato ferroso heptahidratado e hidróxido de calcio. En la tabla 2.44 se reportan los resultados de los análisis de difracción de rayos X que se realizaron para conocer la composición del material al que se le aplicó el proceso de precipitación.

Material	Fórmula
Alúmina	Al_2O_3
Bióxido de silicio	SiO_2
Cromita	$FeO(Cr,Al)_2O_3$
Sulfato dihidratado de calcio	$CaSO_4 \cdot 2 H_2O$
Hidróxido de cromo (III)	$Cr(OH)_3$
Hidróxido de calcio	$Ca(OH)_2$
Hidróxido de hierro	$Fe(OH)_3$

Tabla 2.44. Composición del sólido resultante de la precipitación con cal (proceso SM, 325 mesh).

El sólido pesado arrastra cantidades de cromo hexavalente suficientes para no superar la prueba CRETIB que proponen las normas en vigor (se practicó un análisis al sólido magnético y se obtuvieron 154.2 ppm en el lixiviado). En la tabla 2.45 se aprecian los materiales presentes en la muestra de sólido magnético que se separó en el embudo.

Material	Fórmula
Cromato de sodio	Na_2CrO_4
Brownmillerita	$4 CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$
Cromita	$FeO(Cr,Al)_2O_3$

Tabla 2.45. Composición del sólido pesado (proceso SM, 325 mesh).

Al igual que en el caso anterior, si la compañía decide operar nuevamente el proceso de producción de cromato de sodio a partir de cromita, resulta interesante aplicar este procedimiento en virtud de que permitiría recuperar cerca de 23,000 toneladas de cromita (dependiendo de la eficiencia global del proceso) si la concentración que existe en las muestras analizadas (7.8% en peso) es similar a la del resto del depósito.

2.5.12. Flotación con agentes espumantes (FAE)

El proceso implica moler el residuo y lavarlo con agua (1:10 w/w) que contenga tensoactivo(s) que causen que las partículas más ligeras floten con las espumas formadas (que deben lavarse, y el sólido debe concentrarse para su almacenaje). El sólido y el líquido se deben acidular y reducir,

y después de precipitar las sales, se requiere filtrar la suspensión. El sólido se confina o se emplea para fabricar ladrillos, mientras que el líquido se debe recircular a la etapa de lavado. (Fig. 2.17).

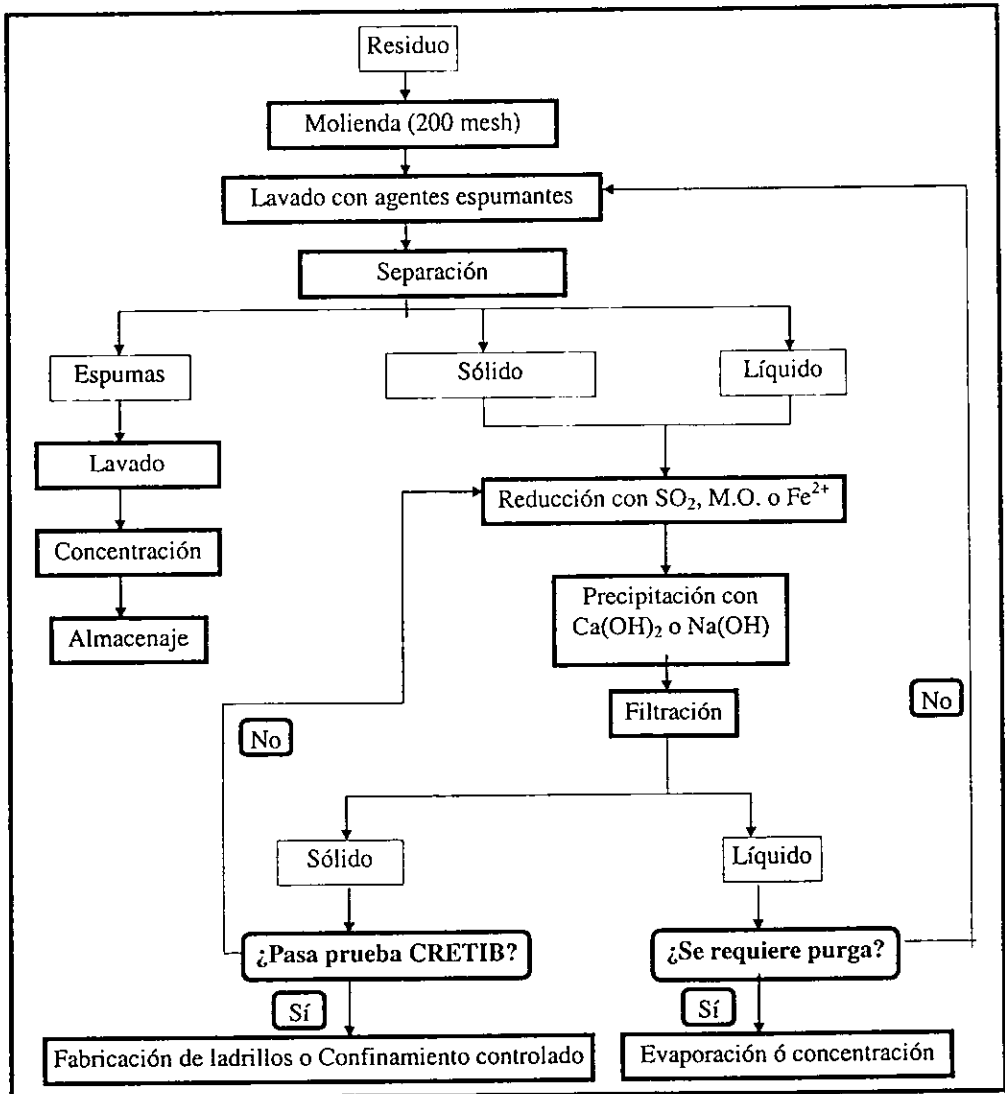


Figura 2.17. Diagrama de bloques del proceso FAE (flotación con agentes espumantes).

Este proceso de tratamiento implica moler el material, transportarlo a los tanques de lavado, donde se debe poner en contacto agua que contenga un espumante (tensoactivo) capaz de hacer flotar a las partículas más ligeras y de provocar un mojado más eficiente de la matriz que resulte

en la disolución de una mayor cantidad de partículas de cromo hexavalente. Este sistema no resulta muy eficiente pues las partículas que flotan son muy pocas (menos del 1% en peso), y la cantidad de cromo liberado no cambia drásticamente con respecto a la cantidad liberada por un lavado simple.

Después de adicionar agua, ácido y un tensoactivo comercial al residuo, la suspensión resultante se agitó durante 20 min., y posteriormente se efectuó una determinación CRETIB al sólido resultante, obteniéndose 810.5 ppm de cromo hexavalente. En la sección 2.5.4 se establece que había 778.6 ppm en el sólido cuando se adicionaron agua y ácido por lo que hay un incremento de 4.1% en la cantidad de cromo hexavalente disuelto. Otra desventaja de este proceso es que la inclusión de algún tensoactivo implica un líquido complejo, pues la presencia de materia orgánica junto con las sales disueltas dificulta el proceso de estabilización.

2.6. Discusión de resultados de la determinación del proceso para la estabilización del residuo

Una vez que se contó con información referente a la composición del residuo (sección 2.1), fue posible determinar las principales condiciones que se requieren para lograr la estabilización del residuo. A partir de los datos obtenidos, y con el apoyo de la información consultada se diseñaron 12 procedimientos de tratamiento, que fueron analizados en la sección 2.5; los procesos analizados se pueden dividir en 3 tipos:

- extracción de cromo hexavalente con lavados (procesos LASM, LAAASM, LA y LAAA)
- disolución, reducción (y precipitación en algunas ocasiones) del Cr^{VI} (procesos FDR, FDP, RA, RSL y PSS)
- separaciones en el sólido (procesos SG, SM, FAE)

En el proceso de análisis de los procedimientos de lavado del material, se hizo evidente la necesidad de realizar una etapa de molienda previa al tratamiento químico del residuo, así como un ataque ácido enfocado a disminuir el pH de la solución y a que los carbonatos se destruyan, con el fin de facilitar la disolución del cromo hexavalente.

Proceso	Lavados requeridos para pasar CRETIB	Cr^{VI} liberado por el material (mg/L)
LASM	6 a 8	189.2
LAAASM	6 a 9	360.4
LA	6 a 8	235.7
LAAA	7 a 10	778.6

Tabla 2.46. Resumen de datos de los procesos que involucran lavados. La tercera columna representa la cantidad de cromo hexavalente que se disolvió con la primera adición de líquido.

En la tercera columna de la tabla 2.46. se reportan las concentraciones de cromo hexavalente en los extractos correspondientes a las pruebas CRETIB que se practicaron al residuo; es evidente el aumento en la cantidad de Cr^{VI} que se libera (el incremento porcentual de cromo disuelto es de

311.5%) cuando se incluyen procesos de molienda y ataque ácido. En el proceso de ataque ácido, los carbonatos son destruidos por el ácido, dando lugar a la formación de sulfato dihidratado de calcio; como consecuencia de la mayor cantidad de cromo hexavalente que se libera, el sólido retiene más partículas que incrementan la concentración de Cr^{VI} en el extracto CRETIB.

Después de analizar los 4 procesos de lavado y compararlos con las otras opciones, fueron descartados por las siguientes razones:

- Implican consumos energéticos superiores a los inherentes a los procesos restantes, pues requieren de al menos 6 traslados de líquido, y 6 etapas de filtrado.
- Se requiere agitar las suspensiones por 6 veces el tiempo de agitación requerido para el resto de los métodos analizados, en virtud de lo cual tienen un costo elevado con respecto a los otros procedimientos estudiados.

El segundo grupo de soluciones se forma con 5 procesos, enfocados a optimizar cada una de las cinco componentes principales de los procesos que incluyen reducción química del cromo hexavalente; a continuación se describen sus principales características.

Como resultado de la aplicación del proceso FDR se obtienen una mezcla de materiales rica en hidróxido de cromo (III) y una mezcla de inertes. El proceso incluye 2 filtros (uno de ellos debe separar el líquido y el sólido que se obtienen después del proceso de reducción, y el otro debe separar los sólidos resultantes del proceso de precipitación). Los materiales generados no son útiles (por tratarse de mezclas), en virtud de lo cual se decidió desechar este procedimiento, pues resuelve el problema pero requiere dos etapas de filtrado (que implican incrementos en los consumos de tiempo y energía asociados al proceso).

El proceso FDP incluye una sola etapa de filtración (después de la precipitación de las sales solubles). Los requerimientos de equipo son menores que los del proceso FDR, e implican una menor cantidad de operaciones; el principal inconveniente de este proceso radica en los incrementos en masa y volumen que resultan de precipitar con cal y/o sosa las sales solubles: los aumentos en términos de masa varían entre 1.5 y 4.5 veces la masa original, mientras que en términos de volumen los incrementos oscilan entre 2.7 y 2.6 veces el volumen original, dependiendo de los reactivos que se empleen para las etapas de reducción y precipitación. La mejor opción incluye el uso de hierro bivalente para reducir al cromo hexavalente (la masa disminuye a un 80% de su valor al comenzar la prueba) y sosa para la precipitación (la masa se incrementa en un 50% con respecto a su valor original). Esta opción de tratamiento (similar a la propuesta para resolver el problema del norte de la Ciudad de México [4, 19, 23, 25]) también fue desechada, por la inconveniencia de incrementar la masa y el volumen del material.

El proceso denominado RA, cuya operación más importante consiste en el envío del líquido resultante del proceso de reducción (con pH ácido) al depósito de material residual, con el fin de liberar una porción del cromo hexavalente atrapado por el residuo, y facilitar su posterior reducción, está enfocado a disminuir la cantidad de ácido que se requiera para liberar al Cr^{VI} , pero implica la instalación de un sistema de tuberías que atraviese el depósito de material residual con el fin de distribuir el licor ácido en las distintas secciones que lo integran. El proceso no

resulta viable técnicamente, pues implica movimientos importantes de material, la generación de lixiviados con cromo hexavalente, pero principalmente porque al entrar en contacto el licor ácido con el residuo se forman aglomeraciones de sulfato dihidratado de calcio que impedirían el flujo del líquido hacia otras secciones del depósito.

El proceso RSL, encaminado a evitar el uso de cal y/o sosa para precipitar las sales solubles, consiste en aplicar entre 6 y 8 lavados al residuo con el fin de extraer el cromo hexavalente que contiene, para reducirlo y finalmente precipitar las sales solubles empleando el residuo lavado, cuyas características alcalinas lo hacen útil para esta sección del proceso. Los problemas inherentes a este procedimiento son similares a los analizados en las primeras 4 opciones de tratamiento (la realización de lavados implica incrementos en los costos de energía derivados de las etapas de bombeo, agitación y filtración); en virtud de lo anterior, esta alternativa también se desechó.

El proceso PSS incluye un menor número de operaciones con respecto a los procesos analizados previamente, lo cual redundaría en menores consumos energéticos y en una menor inversión en infraestructura y equipo. El proceso PSS no incluye etapa de precipitación porque las sales precipitan (o sencillamente no se disuelven) en cuanto el licor ácido alcance su grado de saturación; la recirculación del licor disminuye los consumos de ácido y agua, por lo que también contribuye en la disminución de los costos asociados al proceso de tratamiento. Desafortunadamente, el material que se obtiene no tiene ningún uso potencial por lo que se deberá emplear para fabricar bloques convencionales, o en su defecto para confinarse.

Los procesos SG y SM resultan muy útiles para separar la cromita que no reaccionó en los calcinadores; de acuerdo con los estudios de laboratorio es factible recuperar hasta 23,000 toneladas del material (el cálculo se realizó considerando que los contenidos de cromita en todo el depósito son similares a los de la muestra de material empleada para las pruebas). La recuperación de cromita resulta conveniente en caso de que la compañía generadora del residuo cumpla con las condiciones necesarias para operar nuevamente el proceso de producción de cromato de sodio, pero implica problemas de manejo y almacenamiento de 3 sólidos distintos.

La duodécima opción analizada (proceso FAE) no funciona para resolver el problema; los estudios realizados en el laboratorio demuestran que la cantidad de material ligero (que flota) es pequeña, y los incrementos en la cantidad de cromo hexavalente disuelto no justifican los gastos energéticos y de tensoactivos inherentes al proceso.

En la tabla 2.47 se reportan las concentraciones de cromo hexavalente correspondientes a los extractos CRETIB que se obtuvieron con los sólidos resultantes de aplicar los 12 procesos de estabilización que se analizaron en la sección 2.5 (a escala de laboratorio). Los experimentos se efectuaron por duplicado; se reporta el promedio de las dos mediciones; para la realización de los experimentos mencionados en la sección 2.5 se emplearon muestras del material tipo A, por ser el que contiene una mayor cantidad de cromo hexavalente.

Proceso	Concentración de Cr ^{VI} en el extracto CRETIB	Cumplimiento de la NOM-ECOL 052/93
LASM	2.7	Sí
LAAASM	4.3	Sí
LA	3.2	Sí
LAAA	3.5	Sí
FDR	2.8 (Primer filtrado)	Sí
	0.7 (Segundo filtrado)	Sí
FDP	2.1	Sí
RA	138.4	No
RSL	267.9	No
PSS	0.6	Sí
SG	79.3 (Sólido pesado)	No
	4.6 (Precipitado y sólido ligero)	Sí
SM	150.4 (Sólido pesado)	No
	13.6 (Precipitado y sólido ligero)	No
FAE	17.4	No

Tabla 2.47. Concentración de cromo hexavalente en los extractos CRETIB obtenidos con los materiales resultantes de aplicar cada uno de los 12 procesos de tratamiento propuestos. Se reporta el promedio de las 2 experimentaciones realizadas para cada caso.

La metodología para seleccionar el proceso de estabilización más apto consistió en asignar un rango de valores (de acuerdo a su importancia) a cada uno de los criterios que se consideran decisivos. Posteriormente se sumaron los valores asignados a cada proceso y se compararon las calificaciones obtenidas. En la tabla 2.49 se reportan las calificaciones asignadas a cada uno de los 7 procesos cuyos materiales resultantes cumplen con la legislación vigente. Los criterios que se emplearon para seleccionar el mejor proceso se describen a continuación, en la tabla 2.48.

Criterio	Valor
1. Costos fijos y de operación de los equipos requeridos	Bajos: 8 Altos: 0
2. Sencillez de los procesos (número de operaciones unitarias)	Alta: 6 Baja: 0
3. Costos de materias primas	Bajos: 6 Altos: 0
4. Requerimientos de agua	Bajos: 6 Altos: 0
5. Variaciones en el volumen del material	Disminución: 6 Incremento: 0
6. Factibilidad de reusar los materiales resultantes (para fabricar ladrillos, principalmente)	Alta: 6 Baja: 0

Tabla 2.48. Criterios de selección para el proceso óptimo de estabilización.

Proceso	Criterios (de acuerdo con la tabla 2.48)						Suma
	1	2	3	4	5	6	
LASM	3	3	8	2	0	0	16
LAAASM	2	2	5	0	0	0	9
LA	3	3	8	1	0	2	17
LAAA	3	2	5	0	0	2	12
FDR	6	4	5	4	0	3	22
FDP	6	5	5	4	0	3	23
PSS	8	6	8	6	6	4	36

Tabla 2.49. Comparación de los procesos de estabilización que cumplen con la legislación vigente, considerando los criterios de selección definidos en la tabla 2.48.

Considerando los requerimientos de equipo y materias primas de cada uno de los procesos estudiados, y tomando en cuenta los materiales resultantes, se determinó que la mejor opción para dar tratamiento al residuo es el proceso de precipitación por saturación de la solución (PSS), estudiado en la sección 2.5.9., pues el objetivo primario de la empresa es estabilizar el material residual, en el menor tiempo posible y con el menor costo posible. En el capítulo 3 se analizan detalladamente las condiciones de operación del proceso, y se sugiere realizar estudios en la planta piloto que permitan optimizar las mencionadas condiciones, con el fin de cumplir con los objetivos de la compañía.

3. Planta piloto

3.1. Principales características de la planta piloto

3.1.1. Generalidades

Una planta piloto se define como una herramienta que permite diseñar un proceso o resolver un problema en una escala manejable, de forma realista y en un tiempo adecuado. Por sus objetivos, las plantas piloto se clasifican en plantas simuladoras de procesos, plantas enfocadas a la resolución de problemas y plantas para realizar investigaciones de carácter científico o tecnológico. Las plantas piloto deben brindar información con respecto a los aspectos económicos del proceso en estudio, demostrar la factibilidad técnica (y/o económica) de los procesos, permitir la realización de mejores experimentos de laboratorio y la verificación de modelos teóricos, o producir datos que permitan el mejoramiento y/o escalamiento del proceso. Antes de construir una planta industrial, la última prueba de factibilidad técnica debe ser la construcción y operación de un prototipo cuyo tamaño permita simular el proceso a usar. Las características con que debe contar una planta piloto enfocada a simular un proceso son:

- El proceso y las instalaciones deben tener la mayor similitud posible con el proceso y los equipos que se piense utilizar.
- La planta piloto debe permitir un análisis de cada una de las etapas y equipos involucrados.

Cuando una planta piloto cumple con las características mencionadas, los datos obtenidos se correlacionan fácilmente, los resultados se escalan con facilidad, es posible integrar nuevas etapas al proceso y se puede incluir como una porción de la planta industrial si cumple con los requerimientos de operación [7].

En virtud de que la empresa generadora de los residuos cuenta con los equipos que se emplearon para operar el proceso de producción de cromato de sodio (en el cual se formó el residuo), se buscaron equipos e instalaciones que cumplieran con las características adecuadas para realizar las pruebas piloto y se concluyó que existen instalaciones suficientes para realizar los ensayos, por lo que únicamente se requiere realizar modificaciones y poner a punto los equipos elegidos.

Para transformar el residuo peligroso en un material inocuo se empleará un proceso batch que consta de un ataque ácido y una etapa de reducción seguidos de una etapa de filtración. Posteriormente se recirculará el líquido empleado, precipitando las sales solubles cuando la solución se sature. El proceso se describe con mayor detalle en la sección 2.5.9.

Capacidad

La planta será operada por el tiempo que se requiera para definir los parámetros involucrados en el proceso de estabilización, y de los resultados obtenidos se partirá para diseñar y construir una planta industrial capaz de procesar las 300,000 toneladas de residuo rico en cromo hexavalente en un período aproximado de 10 años (es el plazo concedido por las autoridades ambientales a la empresa generadora para tratar el residuo). Para cumplir con el plazo mencionado, se requiere

tratar 100 toneladas de residuo por día, considerando que la planta operará durante 300 días al año.

Especificación del producto

Como resultado de la operación del proceso de estabilización se obtiene un lodo ácido (con el pH al que se realiza la reducción), que después de secarse al aire, forma aglomeraciones integradas por el polvo estabilizado (tamaño de partícula: 200 mesh). La densidad del producto es similar a la del residuo molido: 1.5 g/cm^3 ; el material obtenido no contiene cromo hexavalente (fue reducido a su forma trivalente), su contenido de carbono es inferior con respecto al residuo sin tratar, y contiene la misma cantidad de calcio (como sulfato dihidratado).

Localización de la planta

En virtud de que la empresa generadora del residuo almacenó el material peligroso en sus terrenos, y de que cuenta con el espacio y las instalaciones requeridas para efectuar las pruebas piloto del proceso seleccionado, la planta piloto, así como la planta de tratamiento que se construya posteriormente se ubicarán junto al depósito de residuo. Además, la empresa cuenta con los servicios que se requieren para la operación del proceso.

Especificaciones de materias primas

Para operar la planta piloto se requieren ácido sulfúrico, agua y un reductor (sulfato ferroso, bióxido de azufre o material orgánico). Con el fin de precisar las cantidades necesarias se llevaron a cabo los experimentos descritos en la sección 2.3. A continuación se presentan las cantidades necesarias para estabilizar una tonelada del material residual de la parte alta del depósito (como se indicó en el capítulo previo, para determinar la cantidad de reactivos se hicieron pruebas con la muestra tipo A por ser la que contiene una mayor cantidad de cromo hexavalente):

- Agua para disolución del residuo: 10000 litros (aproximadamente 9000 litros se recircularán del filtro al reactor, en virtud de lo cual será necesario adicionar aproximadamente 1000 litros para cada batch).
- Ácido sulfúrico (para $\text{pH} = 4$): ~360 kg (1ª. corrida)
- Ácido sulfúrico (para $\text{pH} = 4$): ~220 kg (recirculación)
- Sulfato ferroso heptahidratado: ~250 kg
- Bióxido de azufre: ~38.4 kg (como reductor) y ~48 kg si se decide emplearlo como reductor y acidulante. Los cálculos se realizaron con base en la estequiometría de las reacciones de reducción con $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y SO_2 .
- En caso de que se decida emplear materia orgánica como agente reductor, es necesario cuantificar experimentalmente la cantidad requerida, pues es función del tipo de material que se utilice.

El ácido sulfúrico y el reductor pueden ser utilizados a pesar de tener agua o algunas otras impurezas (siempre y cuando no se trate de materiales peligrosos). Si el ácido sulfúrico contiene impurezas de hierro (II), como sucede con el ácido que se emplea para el decapado de metales,

contribuirá a la reducción del cromo hexavalente. Los costos de las materias primas se reportan en el Apéndice 5.

Características de los efluentes generados

El material residual contiene entre 8.86 y 13.90% de carbonatos, de acuerdo con los resultados reportados en la sección 2.1, por lo que al ponerlo en contacto con el ácido sulfúrico se producirá una reacción de neutralización que liberará bióxido de carbono (en forma gaseosa). La cantidad de CO_2 liberada oscilará entre 64.68 y 101.93 gramos por cada kilogramo de residuo tratado. El agua utilizada se recirculará al proceso en virtud de lo cual no existirán descargas de líquidos.

Características de Servicios Auxiliares

Los servicios auxiliares que se emplearán para dar tratamiento al residuo son vacío (para operar el filtro), agua de enfriamiento (para enfriar las bombas de vacío), y agua para el proceso. El agua de servicio y el agua de enfriamiento se suministran a través de tuberías con un diámetro nominal de 1 in. El vacío es proporcionado por dos bombas de vacío colocadas junto al sistema de filtración.

3.1.2. Diagrama de bloques

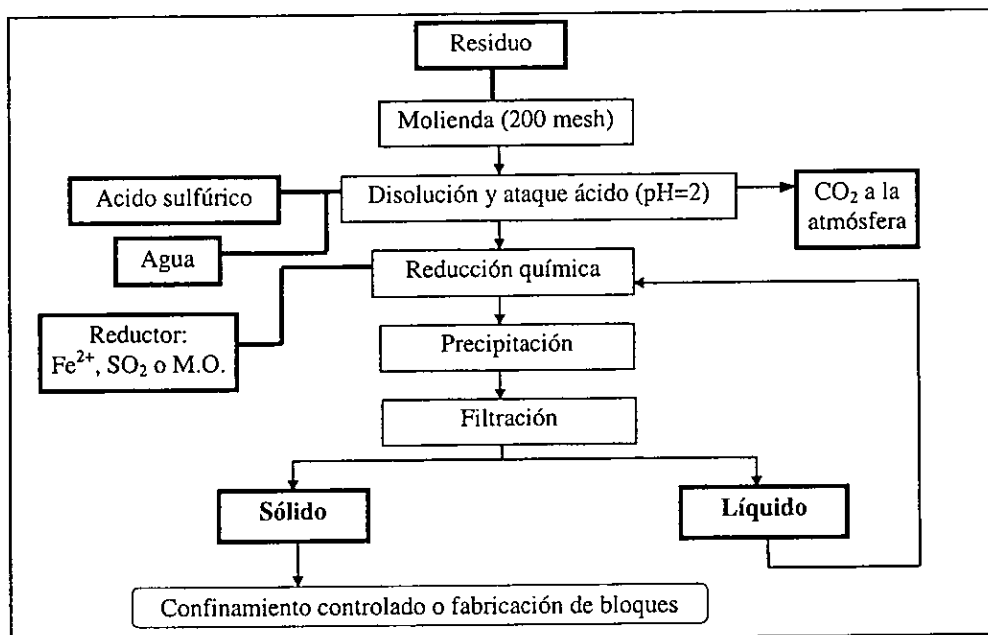


Figura 3.1. Diagrama de bloques (simplificado) del proceso de estabilización seleccionado

3.1.3. Diagrama de Flujo de Proceso

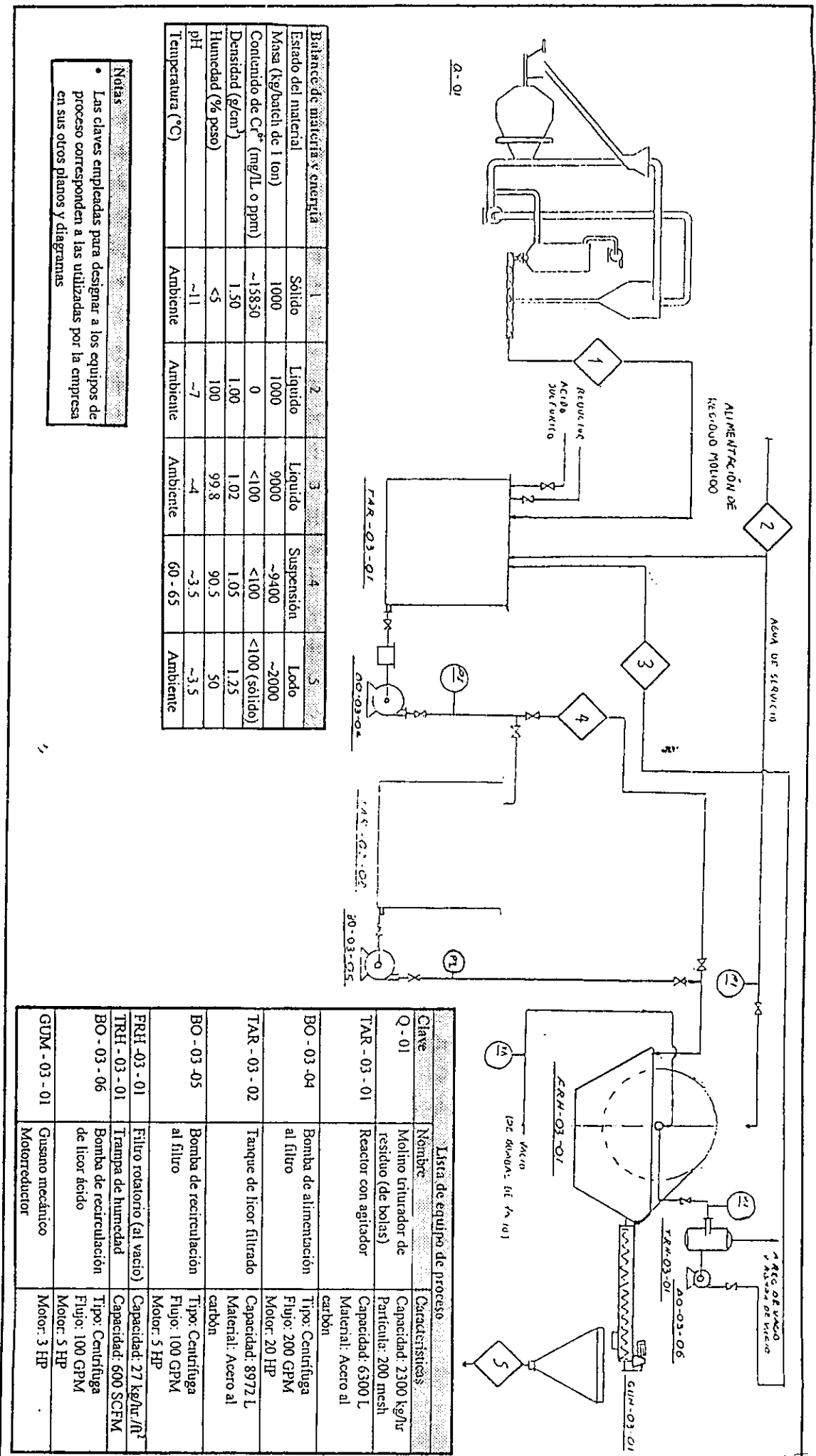


Figura 3.2. Diagrama de flujo de proceso (D.F.P.)

3.1.4. Criterios de escalamiento [7, 26, 27, 28]

Escalamiento es el procedimiento a través del cual se determinan el tamaño de los equipos y las condiciones en que se deberán llevar a cabo las pruebas piloto para determinado proceso, con base en los resultados obtenidos en el laboratorio. El concepto también se aplica a la determinación de las medidas y condiciones óptimas para el diseño de una planta industrial, a partir de información obtenida en una planta piloto. Un escalamiento es exitoso cuando las condiciones obtenidas son representativas de las existentes en el modelo utilizado (estudios de laboratorio en el caso del presente estudio).

Dos procesos se pueden considerar completamente similares si tienen lugar en espacios geoméricamente similares, y cuando todos los números adimensionales que se emplean para describirlos tienen valores numéricos iguales. En Ingeniería Química se consideran de importancia 4 estados de similitud:

- Similitud geométrica
- Similitud mecánica
- Similitud térmica
- Similitud química

Estrictamente hablando, cada tipo de similitud requiere que se cumplan las previas, es decir, para que exista similitud química, deben existir condiciones de similitud geométrica, mecánica y térmica. A continuación se definen las condiciones necesarias para que se cumplan los criterios de cada uno de los 4 tipos de similitud mencionados:

Similitud geométrica. Se define en términos de correspondencia: 2 cuerpos son geoméricamente similares cuando a cada punto de uno de los cuerpos corresponde un punto en el otro; en esta sección se analizaron los recipientes en que se lleva a cabo la reducción y los agitadores elegidos.

- Relación de diámetros de agitadores =
 $\text{Diámetro del agitador del tanque de reacción} / \text{Diámetro del agitador de laboratorio} =$
 $190 \text{ cm} / 6.8 \text{ cm} = 27.5$
- Relación de diámetros de recipientes =
 $\text{Diámetro del tanque de reacción} / \text{Diámetro del vaso de precipitados} =$
 $290 \text{ cm} / 9.0 \text{ cm} = 32.2$
- Relación de alturas de recipientes =
 $\text{Altura del fluido en el tanque de reacción} / \text{Altura del fluido en el vaso de pp.} =$
 $155.0 \text{ cm} / 5.5 \text{ cm} = 28.2$

Como se puede apreciar en las ecuaciones, se cumple el criterio de que la relación entre las condiciones del tanque de reacción y las condiciones del equipo de laboratorio son muy similares, por lo que podemos afirmar que los dos sistemas son geoméricamente similares y el escalamiento es adecuado.

- NP del sistema de la planta piloto / NP del sistema de laboratorio = $6.310 \text{ E }^{-13} / 5.966 \text{ E }^{-13} = 1.058$
- Re del sistema de la planta piloto / Re del sistema de laboratorio = $7600 / 6556 = 1.159$

Como se observa, las relaciones entre los dos números adimensionales son cercanas a la unidad, por lo que podemos concluir que los sistemas son dinámicamente similares. También podemos concluir que por cumplir con los criterios fijados, los sistemas del laboratorio y de la planta piloto son mecánicamente similares.

Similaridad térmica. Los criterios de similaridad térmica se refieren a la similitud en los patrones de calentamiento y enfriamiento de que consta cada una de las etapas del proceso en estudio. En virtud de que todo el proceso se lleva a cabo a temperatura ambiente -la cual sólo se altera después de la adición de ácido sulfúrico, y de manera proporcional a la cantidad agregada- podemos asegurar que existe similaridad térmica.

Similaridad química. Dos sistemas que son similares desde los puntos de vista geométrico, mecánico y térmico son químicamente similares cuando las diferencias en sus concentraciones correspondientes mantienen una relación constante entre ellas, y cuando los sistemas -si están en movimiento- son cinemáticamente similares.

Para reacciones heterogéneas (como la de reducción de cromo hexavalente con bióxido de azufre y la de destrucción de carbonatos), se deben cumplir tres condiciones:

- El tiempo de reacción debe ser igual
- El producto del área superficial interfacial por unidad de volumen del sistema y el tiempo de reacción deben ser iguales.
- La temperatura promedio de la reacción debe ser la misma, considerando que no es posible tener al mismo tiempo similitudes químicas y dinámicas, ya que el cambio de flujo necesario para preservar la similitud dinámica es diferente del cambio de flujo requerido para que los tiempos de reacción permanezcan iguales.

En este caso, ninguna de las reacciones es controlada por la temperatura, pues de acuerdo con Jordan, esto ocurre cuando un incremento de 10° C en la temperatura de reacción, la velocidad de reacción se debería duplicar, lo cual no sucede. Las reacciones tampoco son controladas por consideraciones de transporte, en virtud de que al aumentar la agitación tampoco se incrementa la velocidad de reacción; lo anterior nos permite concluir que se trata de una reacción químicamente controlada. Tanto en el laboratorio como en la planta piloto, el tiempo de reacción oscila entre los 9 y los 12 minutos, y las curvas de temperatura son iguales (pues solamente varían al adicionar H_2SO_4). El área interfacial por unidad de volumen también es similar, pues la relación de sólido a líquido se mantuvo constante en todo momento y el tamaño de partícula fue igual (200 mesh).

Los análisis de los sistemas estudiados permiten concluir que son geométrica, mecánica, térmica y químicamente similares, por lo que los estudios de laboratorio constituyen un excelente modelo del comportamiento esperado en la planta piloto.

Similaridad mecánica. Los criterios referentes a la similaridad mecánica se subdividen en similaridad estática, cinemática y dinámica.

Dos sistemas geoméricamente similares son estáticamente similares cuando se les aplica un esfuerzo constante y sus deformaciones relativas son tales que permanecen geoméricamente similares.

Dos sistemas en movimiento y geoméricamente similares son cinemáticamente similares cuando partículas correspondientes describen trayectorias geoméricamente similares en intervalos correspondientes de tiempo.

- Relación entre velocidades de partícula =
Vel. de partícula en el tanque de reacción / Vel. de partícula en el vaso de pp =
2386.4 cm/s / 2058.3 cm/s = 1.15

Como se aprecia en la ecuación anterior, los dos sistemas comparados son cinemáticamente similares en virtud de que las velocidades de partícula en los extremos de los agitadores son similares.

Dos sistemas en movimiento y geoméricamente similares son dinámicamente similares cuando los radios de todas las fuerzas correspondientes son iguales. Para este caso, se requiere que los valores de 2 grupos adimensionales, como son los números de potencia (NP) y de Reynolds (Re), tengan valores similares para los sistemas analizados:

$$NP = P / \rho N^3 D^5$$

$$Re = D^2 N \rho / \mu$$

Donde:

- P = potencia (HP)
- D = diámetro del impulsor (cm)
- N = revoluciones por minuto (RPM)
- ρ = densidad (g/cm^3)
- μ = viscosidad (cp)

Los datos utilizados para calcular los números de potencia y de Reynolds de los sistemas analizados fueron los siguientes:

Planta piloto	Laboratorio
P = 10 HP	P = 0.008 HP
D = 190 cm	D = 6.9 cm
N = 4 RPM	N = 95 RPM
$\rho = 1.17 g/cm^3$	$\rho = 1.23 g/cm^3$
$\mu = 122.9 cp$	$\mu = 134.7 cp$

3.2. Descripción del proceso de estabilización del residuo

3.2.1. Generalidades

En la sección 2.5 se analizaron 12 opciones enfocadas a estabilizar el residuo; el proceso seleccionado presenta las siguientes ventajas:

- asegura un material inerte bajo cualquier condición
- permite utilizar reactivos impuros (desechos de proceso de decapado de hierro, por ejemplo)
- es un proceso *batch* que permite adecuar composición, cantidad y posibilidades económicas para resolver el problema
- el material puede enviarse directamente a un confinamiento controlado o utilizarse para fabricar ladrillos semirrefractarios aptos para la construcción de vivienda o para usos industriales

El proceso seleccionado consta de 7 etapas, que se discutirán en las siguientes secciones:

1. Molienda
2. Disolución y ataque ácido
3. Reducción química
4. Precipitación
5. Filtración
6. Recirculación (o purga) de líquido
7. Confinamiento del material o elaboración de bloques

3.2.2. Etapas del proceso

El material almacenado tiene características y composiciones diferentes en las distintas zonas del depósito en que se encuentra, en virtud de lo cual, antes de comenzar con el tratamiento del mismo, se deberá homogeneizar una cantidad de residuo que permita la operación de la planta piloto al menos por 30 días con un material cuya composición sea similar. Este proceso puede llevarse a cabo haciendo uso de los traxcavos con que cuenta la empresa, y otra opción consiste en mezclar el material en un mezclador de pantalón o algún equipo similar. Una vez concluida esta etapa, es necesario tomar muestras del residuo para determinar las cantidades de hierro, agua y ácido que se deben emplear en la reducción.

Molienda (Q - 01)

Ya que el material del depósito presenta un tamaño irregular, que varía desde polvo hasta aglomeraciones con un tamaño superior a 5 cm, es indispensable moler el residuo antes de llevar a cabo la estabilización; además, este paso facilita la disolución del cromo disponible. Para realizar la molienda se recomienda emplear uno de los molinos que se utilizó para triturar la cromita (materia prima principal para la obtención de cromato de sodio) a 200 mesh. En la figura 3.3 se aprecia un diagrama del sistema de molienda y una lista de las partes que lo integran.

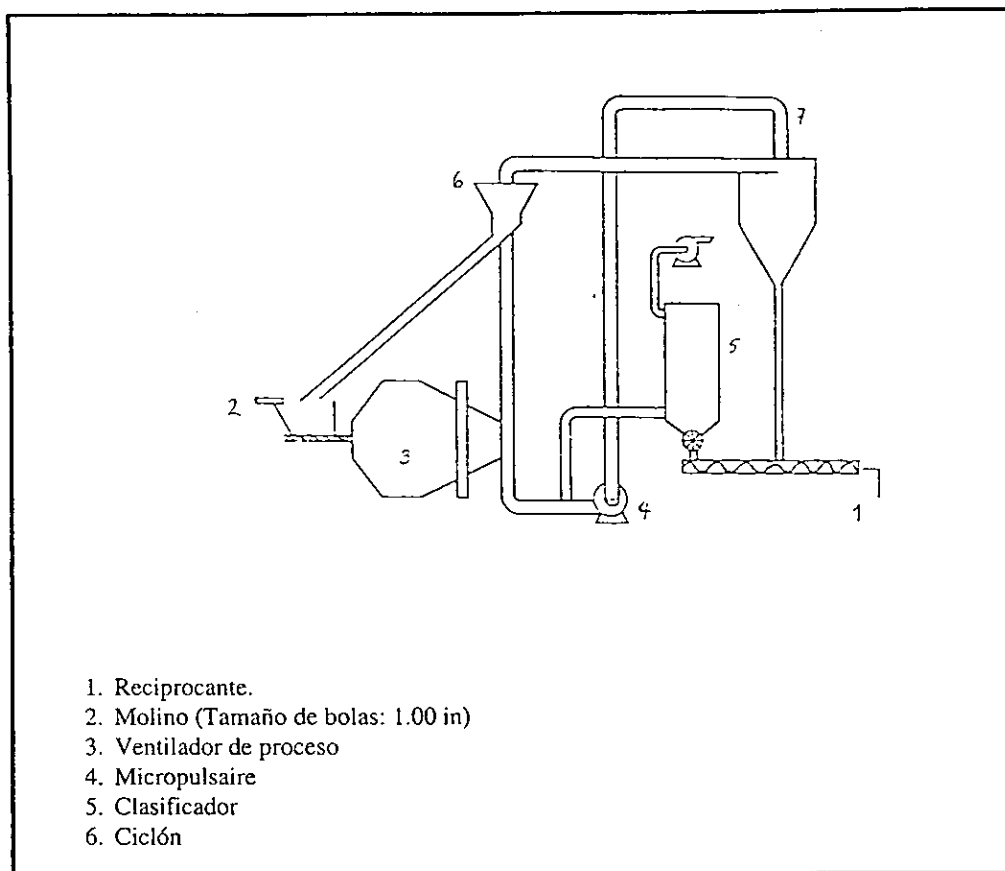
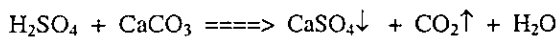


Figura 3.3. Diagrama y componentes del sistema de molienda (Q - 01 en el D.F.P.).

Disolución y ataque ácido (TAR - 03 - 01)

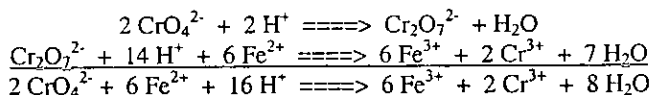
En virtud de que el material del depósito se encuentra en fase sólida y que la reacción de reducción se lleva a cabo en fase líquida, es necesario solubilizar al material. Para definir la relación sólido:líquido, el tamaño de partícula, el tiempo de agitación y el pH que fomentan la disolución del cromo hexavalente se realizaron experimentos cuyos resultados se reportan en las secciones 2.3 y 2.5. Para disolver al cromo hexavalente, se adiciona una cantidad de agua equivalente a 10 veces el peso del residuo, (cuando el proceso opere continuamente se usará el licor proveniente del filtro, más la cantidad de agua que se requiera para que se cumpla con la relación 1:10). La reacción que se lleva a cabo entre el residuo y el ácido (o el licor ácido) da como resultado la formación de bióxido de carbono y de sulfato de calcio; la ecuación que representa dicha reacción es la siguiente:



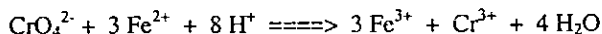
Una vez que se tiene al material en suspensión se debe adicionar la cantidad requerida de ácido y esperar hasta que el pH tenga el valor que se haya elegido para llevar a cabo la reducción (la reacción comienza cuando el pH tiene un valor aproximado de 4.5).

Reducción química (TAR - 03 - 01)

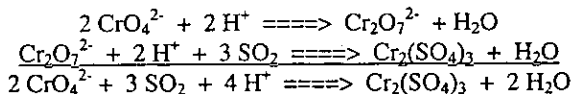
Este es el paso más importante del proceso, y de la eficiencia de éste, depende el éxito del proceso de estabilización. Una vez que el pH se encuentre en el valor seleccionado se debe agregar el reductor (materia orgánica, sulfato ferroso heptahidratado o bióxido de azufre). Las ecuaciones que representan las reacciones que ocurren cuando se emplea sulfato ferroso se describen a continuación:



Simplificando la ecuación resultante, se obtiene lo siguiente:



Si se emplea bióxido de azufre, las ecuaciones que representan las reacciones que ocurren son las siguientes:



Cada uno de los reductores representa algunas ventajas, pero la decisión del material que se debe emplear depende de factores como la disponibilidad, el precio, los equipos adicionales que se requieran, y principalmente la efectividad para reducir al cromo hexavalente a su forma trivalente. Se recomienda hacer pruebas en la planta piloto y decidir que material se va a emplear una vez que se cuente con información suficiente para ello.

Filtración (BO - 03 - 04, FRH - 03 - 01 y BO - 03 - 05)

Cuando el cromo hexavalente se ha reducido, en el reactor queda una suspensión que se debe filtrar para separar las fracciones de líquido y sólido, por lo que se debe bombear a una unidad de filtración al vacío, de donde el líquido obtenido se enviará a un tanque de licor filtrado y el sólido mojado a un confinamiento controlado o a la sección de fabricación de bloques.

Precipitación (TAR - 03 - 01 y TAR - 03 - 02)

Cada vez que se adicione una nueva carga de residuo al reactor, se le deberá adicionar la cantidad necesaria de licor ácido y/o agua para que la relación sólido líquido sea 1:10 (en peso). El licor

ácido que proviene del filtro contiene sales en disolución que impedirán la disolución de más sales en cuanto se alcance la concentración requerida para que la solución se sature, por lo que dichas sales no disueltas se quedarán formando parte del sólido; en caso de que se verifique la disolución de algunas sales, la misma cantidad precipitará como resultado de la saturación de la solución.

Recirculación (o purga de líquido) (BO - 03 -06)

Después de que se llevaron a cabo los procesos de reducción y precipitación, se obtienen un líquido y el sólido estabilizado, por lo que se recomienda filtrar los productos mencionados con el fin de separar las fases presentes. El licor filtrado se debe recircular pues es ácido (su valor de pH es similar al que se usó para la reacción) y contribuirá al proceso de ataque ácido y destrucción de carbonatos que se describió anteriormente. Esta etapa disminuye los consumos de agua y de ácido sulfúrico por lo que contribuye a disminuir los costos asociados al proceso.

En caso de que se requiera purgar el licor ácido, se recomienda verterlo sobre el depósito de residuos; en su defecto, es factible recuperar las sales solubles haciendo uso de un cristizador y de un evaporador.

Confinamiento del material o fabricación de bloques

El material que resulta del proceso de estabilización es un lodo que contiene cerca de un 50% (en peso) de humedad, aunque su contenido puede variar en función de las condiciones de operación del filtro empleado. De acuerdo con los estudios que se han llevado a cabo, es factible convertir los lodos obtenidos en ladrillos, y si éstos se hornean a temperaturas superiores a los 1100°C, el cromo presente puede formar parte de espinelas inertes (cromita cálcica, ubarovita o sulfato doble de potasio y calcio, por ejemplo) [19, 21]. El uso que se les da a los ladrillos obtenidos dependerá, de los resultados que arrojen las pruebas de calidad que se les practiquen a los mismos. En caso de que los bloques resultantes no puedan ser comercializados se deberán confinar; de cualquier manera es recomendable elaborarlos, pues resulta más sencillo manejar bloques que un polvo muy fino (200 mesh).

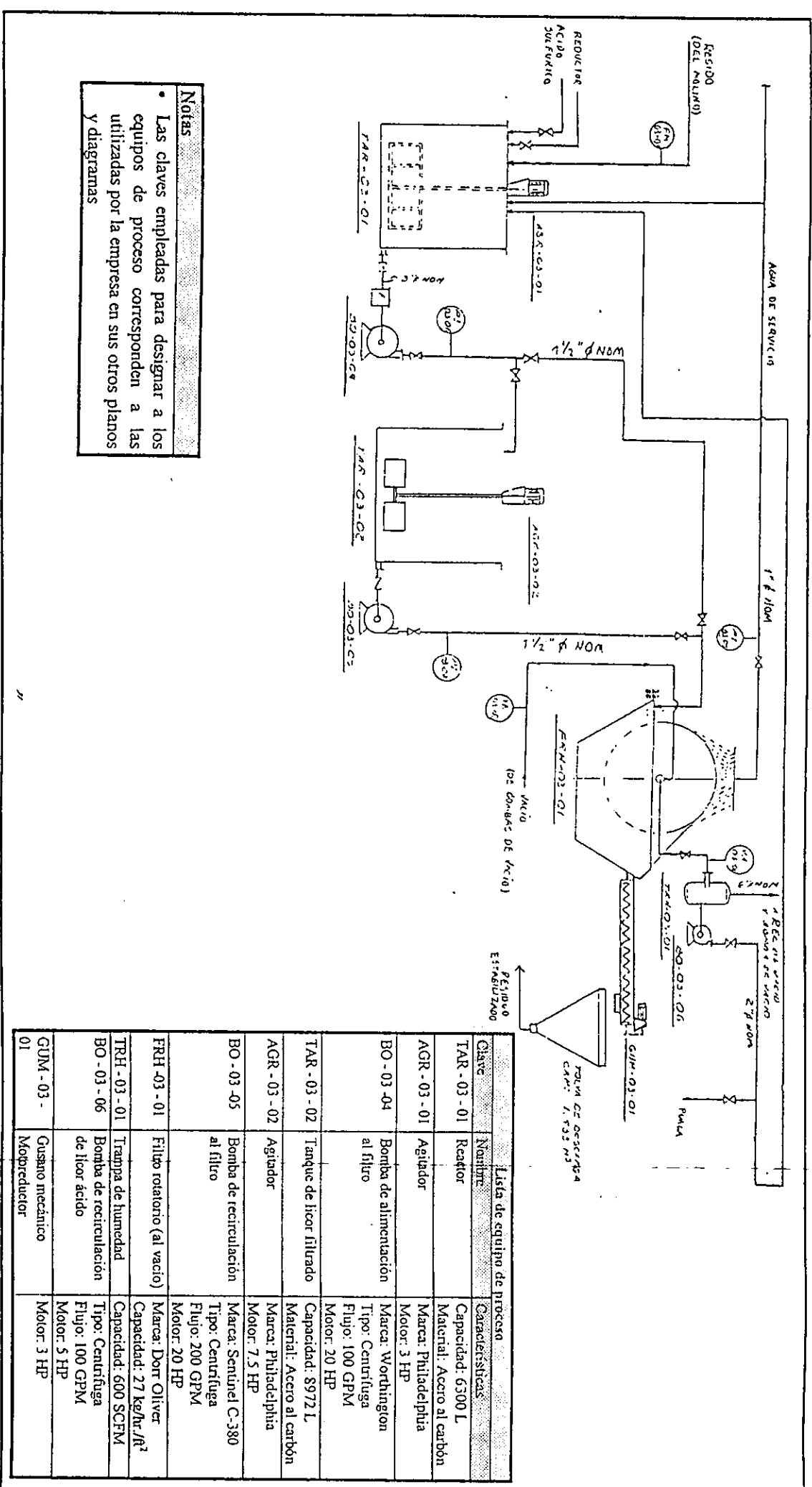
3.3. Diagrama de tubería e instrumentación (DTI) y planos de distribución de áreas de proceso y equipos

En todo proceso existen numerosas variables que deben mantenerse en relación proporcional unas con otras, y las condiciones de operación deben permanecer en determinados valores con el fin de garantizar la calidad de los productos y mantener la operación dentro de los límites de seguridad necesarios para proteger la integridad de los equipos y operadores. Los diagramas de tubería e instrumentación representan gráficamente la secuencia de equipos, tuberías, accesorios e instrumentos que permiten la operación de un proceso dentro de las condiciones fijadas en el diseño del mismo.

En esta sección se incluyen el diagrama de tubería e instrumentación y los planos de localización de los principales equipos involucrados en las etapas de disolución, ataque ácido, reducción y

filtración del proceso seleccionado, así como un plano en el que se muestran la ubicación de la totalidad de las instalaciones requeridas para estabilizar el residuo.

3.3.1. Diagrama de tubería e instrumentación (preliminar)



Notas

- Las claves empleadas para designar a los equipos de proceso corresponden a las utilizadas por la empresa en sus otros planos y diagramas

Clave	Nombre	Lista de equipo de proceso	Características
TAR - 03 - 01	Reactor	Reactor	Capacidad: 6300 L Material: Acero al carbono
AGR - 03 - 01	Agitador	Agitador	Marca: Philadelphia Motor: 3 HP
BO - 03 - 04	Bomba de alimentación al filtro	Bomba de alimentación al filtro	Marca: Worthington Tipo: Centrífuga Flujo: 100 GPM Motor: 20 HP
TAR - 03 - 02	Tanque de licor filtrado	Tanque de licor filtrado	Capacidad: 8972 L Material: Acero al carbono
AGR - 03 - 02	Agitador	Agitador	Marca: Philadelphia Motor: 7.5 HP
BO - 03 - 05	Bomba de recirculación al filtro	Bomba de recirculación al filtro	Marca: Sentinel C-380 Tipo: Centrífuga Flujo: 200 GPM Motor: 20 HP
FRH - 03 - 01	Filtro rotatorio (al vacío)	Filtro rotatorio (al vacío)	Marca: Dorr Oliver Capacidad: 27 kg/hr /ft²
IRH - 03 - 01	Trampa de humedad	Trampa de humedad	Capacidad: 600 SCFM
BO - 03 - 06	Bomba de recirculación de líquido ácido	Bomba de recirculación de líquido ácido	Tipo: Centrífuga Flujo: 100 GPM Motor: 5 HP
GUM - 03 - 01	Gusano mecánico mobilizador	Gusano mecánico mobilizador	Motor: 3 HP

Figura 3.4. Diagrama de tubería e instrumentación (D. T. I.)

3.3.2. *Layout* de la planta piloto

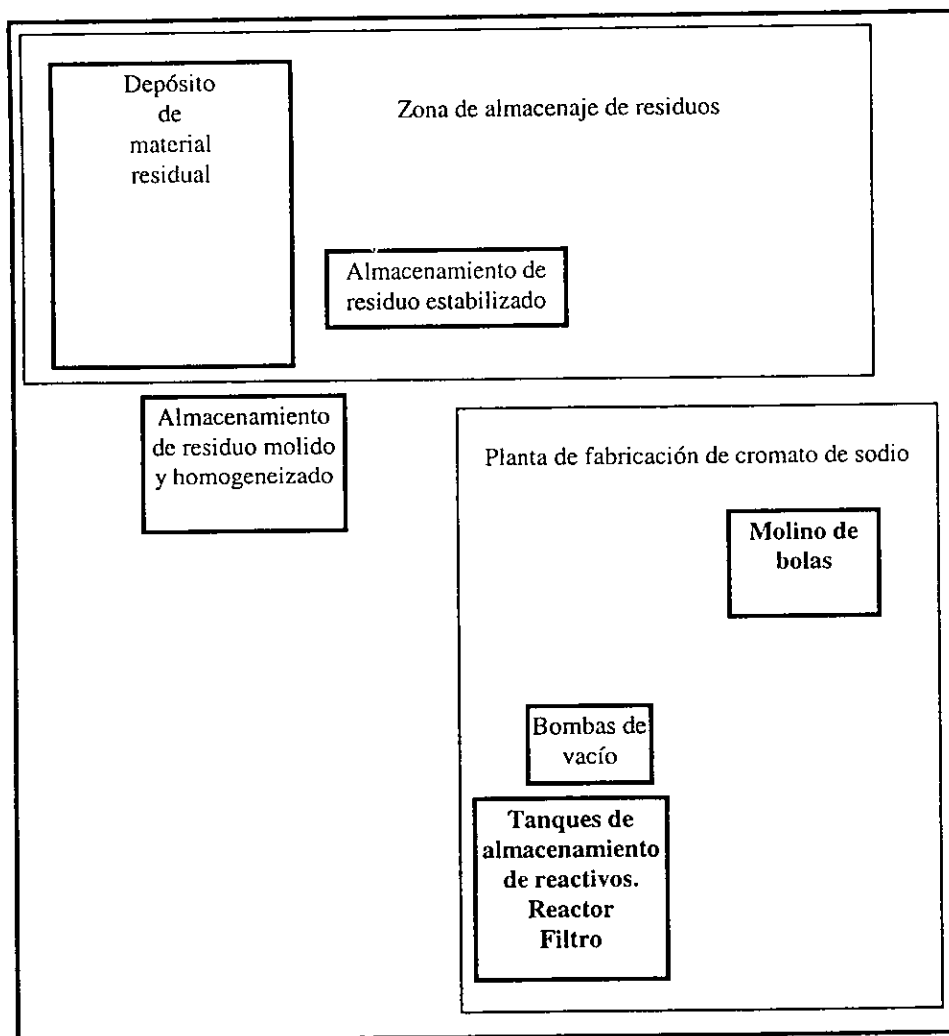


Figura 3.5. *Layout* de las instalaciones destinadas a realizar las pruebas piloto.

En la figura 3.3.1 se muestra el *layout* de la zona destinada para llevar a cabo cada una de las operaciones involucradas en los ensayos piloto; en la figura 3.3.2 se aprecia la distribución de los equipos que constituyen la parte medular de la planta de tratamiento: depósito de ácido sulfúrico, reactor, tanque de licor filtrado, bombas de vacío y filtro.

3.3.3. Plano de localización de equipo

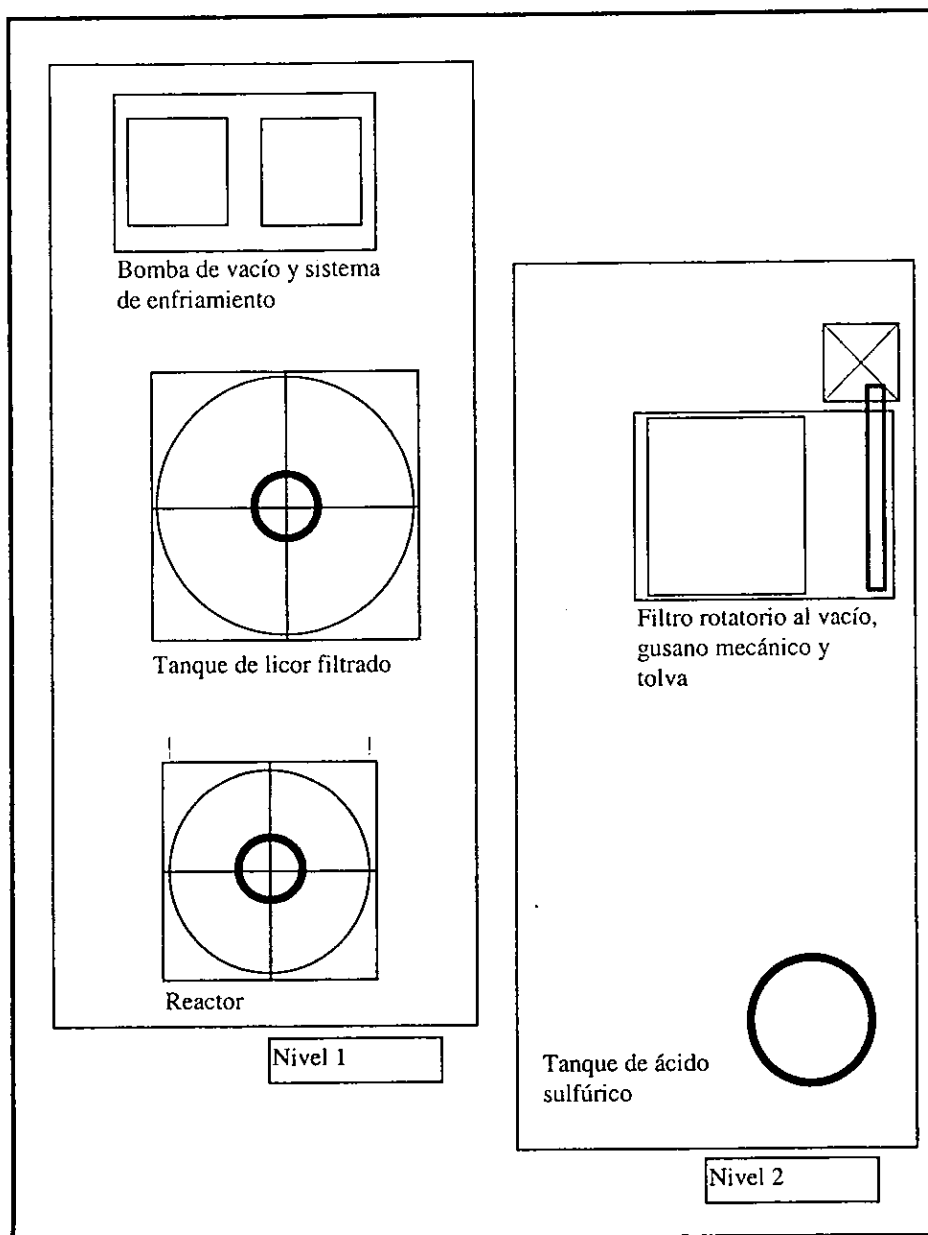


Figura 3.6. Arreglo de equipo en la planta piloto.

3.4. Filosofías básicas de operación

3.4.1. Variables de operación y control analítico del proceso

Preparación para el arranque

- Antes de meter una carga de residuo al reactor se le deberá practicar un análisis en el laboratorio para determinar su "capacidad oxidante".
- Como se trata de un proceso batch, no se requiere que las cargas de residuo sean siempre iguales, únicamente se debe cuidar que se cumpla con las condiciones establecidas para la estabilización del residuo (relación sólido:líquido, pH de reacción, proporción de reductor correspondiente a la "capacidad oxidante").

Arranque normal

- Se debe verificar que la reacción se realice a un pH superior a 2 en virtud de que si el pH del material estabilizado es inferior a dicho valor, se le considerará peligroso por su corrosividad.
- La temperatura de reacción no es una variable de importancia en caso de que se use materia orgánica o sulfato ferroso heptahidratado como reductor, pero si se emplea bióxido de azufre, se debe vigilar que no exceda los 70°C, pues el SO₂ podría abandonar el reactor en forma gaseosa, poniendo en riesgo la salud de las personas que se encuentren en el área. Después de adicionar las cantidades requeridas de ácido sulfúrico, la temperatura alcanza valores cercanos a 60°C por lo que no representa problemas.
- Al disminuir la cantidad de líquido en el reactor se reducirán los costos de operación, pero se obtendrá un material de mayor viscosidad y se requerirá un tiempo de agitación superior al establecido. Si se incrementa la velocidad de agitación en el reactor, también aumentará la eficiencia de reacción y los costos de operación, pero disminuirá el tiempo requerido para las etapas de disolución, ataque ácido y reducción.
- En caso de que el filtrado contenga sólidos en suspensión, se deberá recircular al filtro con el fin de remover la mayor cantidad posible de sólido. Para la operación inicial de la planta piloto se empleará un filtro al vacío, que puede ser sustituido o modificado en caso de que su operación genere problemas o no satisfaga los requerimientos del proceso.
- Una vez que haya concluido el proceso de estabilización, se deberán practicar análisis CRETIB al material obtenido, con el fin de conocer su contenido de cromo hexavalente (no debe exceder de 100 ppm en el sólido o de 5 mg/L en el extracto CRETIB). En caso de que el material exceda las concentraciones permitidas, deberá recircularse al proceso con el fin de tratarlo y hacerlo cumplir con la legislación vigente.
- A pesar de que la planta piloto no tiene un laboratorio destinado a darle servicio, se cuenta con el laboratorio central de la empresa, el cual cuenta con las instalaciones y el equipo requeridos

para hacer las evaluaciones necesarias para tener un control adecuado del proceso de estabilización.

Paro normal

- Por tratarse de un proceso batch, para detener la operación de la planta piloto sólo se requiere suspender la alimentación de material residual al reactor, y esperar a que el filtro realice la separación del sólido y el líquido, deteniendo posteriormente su operación. El líquido proveniente del filtro debe ser almacenado en el tanque para licor filtrado.

Paro de emergencia

- En caso de ser necesario, se debe suspender la adición del material residual o de cualquiera de los reactivos al reactor, detener la operación de la bomba de alimentación al filtro y cerrar las válvulas que controlan la entrada de material al filtro; una vez hecho esto, se deberá detener el motor y la bomba de vacío que proveen las condiciones necesarias para la operación del equipo de filtración.
- En caso de que se requiera detener la reacción una vez que se ha iniciado, se deben adicionar materiales alcalinos en cantidades suficientes para incrementar el pH a un valor superior a 6.

3.4.2. Secuencia de Operaciones

Procedimiento de operación para la planta piloto (arranque y operación rutinaria):

1. Trasladar 50 ton. de residuo al depósito de residuo sin moler.
2. Mezclar hasta homogeneizar las 50 ton. de residuo.
3. Moler las 50 ton. de residuo hasta 200 mesh.
4. Trasladar el residuo molido al depósito de residuo molido.
5. Tomar una muestra del residuo y determinar su capacidad oxidante.
6. Trasladar 500 kg de residuo molido al reactor.
7. Agregar 5000 L de agua al reactor.
8. Agitar el contenido del reactor por 10 min.
9. Adicionar el H_2SO_4 requerido para llegar a $pH=4$.
10. Adicionar el reductor seleccionado al reactor.
11. Agitar el contenido del reactor por 10 min.
12. Enviar el contenido del reactor al filtro.
13. Filtrar (separar el sólido y el líquido).
14. Enviar el líquido al tanque de licor filtrado y recircular al filtro hasta que no contenga sólidos.
15. Enviar el sólido a la tolva de descarga y de allí al depósito de residuo estabilizado o a la sección de elaboración de bloques.
16. Trasladar 500 kg de residuo molido al reactor.
17. Recircular el licor ácido proveniente del tanque de licor filtrado al reactor.
18. Adicionar el agua necesaria para mantener la relación sólido:líquido en 1:10.

19. Cuando se haga necesaria una purga, enviar el contenido del tanque de precipitación a las tinas de evaporación o al depósito de residuo.
20. Regresar al paso 8.

3.5. Hojas de seguridad de los materiales involucrados en el proceso

Ácido sulfúrico

- ◇ *Uso en el proceso:* Disminución del pH de la suspensión de residuo en agua o licor ácido
- ◇ *Peligrosidad:* Peligroso (HR = 3)
- ◇ *Número CAS:* 7664-93-9
- ◇ *Número DOT:* 1830/1832
- ◇ *Fórmula:* H₂SO₄
- ◇ *Peso molecular:* 98.08
- ◇ *Presentación:* Líquido oleoso, incoloro e inodoro
- ◇ *Densidad:* 1.834 g/cm³
- ◇ *Punto de fusión:* 10.5°C
- ◇ *Punto de ebullición:* 290°C
- ◇ *Peligros asociados:* Venenoso por inhalación y por otras vías. Irritante para los ojos y extremadamente irritante, tóxico y corrosivo para los tejidos; los destruye causando quemaduras severas. Si se ingiere puede ser letal
- ◇ *Manejo:* Usar mascarilla, goggles, guantes y ropa adecuados para ácidos corrosivos.
- ◇ *Primeros auxilios:* En caso de contacto, enjuagar inmediatamente y quitar la ropa y/o zapatos contaminados. Si hubo inhalación, sacar al afectado al aire fresco; dar oxígeno si es necesario. Obtener ayuda médica inmediatamente.

Sulfato heptahidratado de hierro

- ◇ *Uso en el proceso:* Reductor
- ◇ *Peligrosidad:* Peligroso (HR = 3)
- ◇ *Número CAS:* 7720-78-7
- ◇ *Fórmula:* FeSO₄·7 H₂O
- ◇ *Peso molecular:* 278.02
- ◇ *Presentación:* Polvo o aglomeraciones de color verde
- ◇ *Densidad:* 1.898 g/cm³
- ◇ *Peligros asociados:* Venenoso por ingestión o inhalación; es un tumorigeno experimental que afecta el sistema nervioso central, el tracto gastrointestinal y es una toxina para el sistema digestivo. Irrita a las mucosas y al tracto respiratorio superior.
- ◇ *Manejo:* Usar mascarilla, goggles, guantes y ropa adecuados para ácidos corrosivos.
- ◇ *Primeros auxilios:* En caso de contacto con los ojos, enjuagar inmediatamente. Si hubo contacto con la piel, lavar con jabón y mucha agua. En caso de inhalación, sacar al afectado al

aire fresco; dar oxígeno si es necesario. Si se ingirió, lavar la boca con agua. Llamar a un médico.

Bióxido de azufre

- ◇ *Uso en el proceso:* Disminución del pH de la suspensión de residuo en agua o licor ácido y/o reductor.
- ◇ *Peligrosidad:* Peligroso (HR = 3)
- ◇ *Número CAS:* 7446-09-5
- ◇ *Número DOT:* 1079
- ◇ *Fórmula:* SO₂
- ◇ *Peso molecular:* 64.06
- ◇ *Presentación:* Gas o líquido incoloro, no flamable y con olor penetrante
- ◇ *Densidad:* 1.434 g/cm³ (líquido a 0°C)
- ◇ *Densidad:* 2.264 g/cm³ (gas a 0°C)
- ◇ *Punto de fusión:* -75.5°C
- ◇ *Punto de ebullición:* -10°C
- ◇ *Peligros asociados:* Venenoso por inhalación. Provoca quemaduras. Irritante y corrosivo para los ojos, la piel y las mucosas. Es un carcinógeno experimental. Afecta principalmente el tracto respiratorio superior y los bronquios.
- ◇ *Manejo:* Usar mascarilla, goggles y guantes adecuados para gases corrosivos.
- ◇ *Primeros auxilios:* En caso de contacto con los ojos, enjuagar inmediata y copiosamente. En caso de inhalación, sacar al afectado al aire fresco; dar oxígeno si es necesario. Si se ingirió, lavar la boca con agua. Llamar a un médico.

Bióxido de carbono

- ◇ *Uso en el proceso:* Efluente gaseoso resultante del ataque de los carbonatos
- ◇ *Peligrosidad:* Peligroso (HR = 3)
- ◇ *Número CAS:* 124-38-9
- ◇ *Fórmula:* CO₂
- ◇ *Peso molecular:* 44.01
- ◇ *Presentación:* Gas incoloro e inodoro
- ◇ *Punto de fusión:* -78.5°C
- ◇ *Peligros asociados:* Puede provocar una sofocación rápida. La inhalación puede provocar náuseas y dolores de cabeza. Concentraciones altas son peligrosas porque provocan incrementos en los ritmos cardiaco y respiratorio, y cambios en el pH del organismo.
- ◇ *Manejo:* Usar mascarilla, goggles y guantes adecuados.
- ◇ *Primeros auxilios:* En caso de inhalación, sacar al afectado al aire fresco; dar oxígeno si es necesario. Si se ingirió, lavar la boca con agua. Llamar a un médico.

Notas con respecto a las hojas de seguridad:

- Los materiales se clasifican por su peligrosidad con una escala del 0 al 3:

- 0 - material inocuo
- 1 - material ligeramente peligroso
- 2 - material moderadamente peligroso
- 3 - material extremadamente peligroso

Para seleccionar las mascarillas, goggles y guantes apropiados para cada substancia, se recomienda consultar las publicaciones del National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH) y de la Mine Safety and Health Administration (MSHA).

Capítulo 4. Conclusiones y recomendaciones

4.1. Conclusiones

El material que conforma el depósito de residuo es heterogéneo y de composición compleja, como muestran los análisis de difracción y fluorescencia de Rayos X. Durante la operación del proceso de fabricación de cromato de sodio, - y como resultado del reciclado de los residuos y la ineficiencia del proceso de calcinación alcalina, que alcanzó niveles de 45% con respecto al nivel normal de operación [11] -, disminuyó la concentración de cromato en la solución obtenida del proceso de extracción. El reciclado y las temperaturas de operación de los hornos (hasta 1400 °C) fomentaron la oxidación de la cromita, pero también la fusión de los carbonatos. Estos últimos, al descomponerse y/o solidificar, formaron minerales amorfos y porosos (con alta capacidad de adsorción y espacios cerrados) diferentes a los que existen en la naturaleza, que favorecieron la retención del cromato.

Existen documentos de la empresa que reportan en el residuo cantidades de Cr^{VI} superiores a las reportadas en la sección 2.1 (25.08% w/w y 12.67% w/w de bicromato total, lo que equivale a 12.06 y 6.09% w/w de cromo hexavalente). Los análisis mencionados no tienen fecha, ni tampoco se menciona el tipo de material que se analizó, pero constituyen una prueba de que las concentraciones de cromato en el residuo presentan variaciones importantes.

Los factores de los cuales depende la concentración de cromatos en el depósito son: el lugar que el material ocupa, el tiempo de almacenamiento y la época en que se somete al tratamiento de estabilización; esto último se debe a que, en el estiaje se presenta un fenómeno de evaporación que aumenta la cantidad de sales en la superficie, y en época de lluvia se observan lixiviados. La concentración de cromatos depende también de las variaciones del proceso a que fue sometido (número de veces que pasó por los calcinadores).

En virtud de las diferencias existentes en la composición, es indispensable medir la capacidad oxidante del residuo; se trata de una medida indirecta de la cantidad de cromo hexavalente que contiene. En función de los resultados se deben cuantificar las cantidades de reactivos necesarios para el proceso de reducción.

Aunque se puede utilizar como agente reductor hierro metálico disuelto en ácido sulfúrico, materia orgánica, sulfato de hierro o SO_2 , se descartaron las dos primeras opciones. La primera resulta muy costosa por la infraestructura necesaria para obtener partículas de Fe^0 de tamaño pequeño (para que se disuelvan en un período corto de tiempo), pues implica equipos de corte, además de requerir grandes superficies de terreno para almacenar la chatarra y disolverla en el ácido sulfúrico. Además, se tendría que contar con equipo capaz de captar y liberar el hidrógeno generado (gas inflamable) y para concentrar el bióxido de azufre (gas tóxico), comprimirlo y enviarlo al reactor. La segunda opción es viable, pero no se cuenta en la región con una fuente de materia orgánica barata y homogénea.

Es factible emplear SO_2 como acidulante (en sustitución del ácido sulfúrico) y también como reductor, ya que en disolución genera H_2SO_3 , y cuando reacciona con el cromato, forma H_2SO_4 .

En este caso se debe controlar que la temperatura de reacción no aumente por arriba de los 70°C, para no generar emisiones contaminantes a la atmósfera; se requieren sistemas de control que permitan determinar con precisión la cantidad que se adicionó.

El proceso seleccionado como resultado de este estudio utiliza sulfato ferroso heptahidratado como reductor, y presenta ventajas importantes, ya que está diseñado para adaptarse al tratamiento de residuos heterogéneos, recicla el licor disminuyendo el gasto de agua y ácido, y no aumenta el volumen original de sólidos. Además, el proceso ofrece ventajas como:

- facilidad en el control y manejo de materias primas
- es una tecnología nacional, desarrollada *ex profeso* para el residuo
- los reactivos necesarios están disponibles en el mercado nacional
- los costos inherentes al proceso son razonables

El residuo estabilizado es un lodo que forma un material con un tamaño de partícula de 200 mesh al perder el agua por evaporación. Este lodo debe ser depositado en el sitio que actualmente está protegido con una geomembrana y que cuenta con un sistema de recolecta de lixiviados; ya que de esta manera se podrá reutilizar el agua recuperada.

Con el fin de que el material no sea clasificado como peligroso por la legislación vigente, se requiere lograr una concentración final de cromo (VI) en el sólido ≤ 100 ppm, lo cual implica la eliminación de entre 99.3 y 98.1% del total del cromo hexavalente. Posiblemente, este nivel de exigencia de las legislaciones ambientales y el hecho de que no se haya estudiado el fenómeno de oclusión del cromato por minerales derivados de la fusión de los carbonatos, han sido las razones principales de que se sigan confinando estos residuos a pesar del riesgo que implica su almacenamiento en confinamientos, inclusive bajo estrictas normas de seguridad.

4.2. Recomendaciones

La oclusión de los cromatos en el sólido es un problema derivado de la operación de oxidación que se realizó en los hornos, así como del proceso de enfriamiento. El proceso de oxidación de cromita puede ser mejorado, por lo que deben ser estudiadas las etapas problemáticas del mismo:

- Cantidad necesaria de carbonatos
- Tamaño de partícula
- Temperatura de enfriamientos
- pH de reacción

Como resultado de esta investigación, es factible calcular los principales parámetros del proceso de estabilización, pero es indispensable llevar a cabo una etapa de pruebas en la planta piloto para verificar y optimizar los datos. Se recomienda realizar estudios cinéticos en la planta piloto para determinar el peso de cada variable sobre la velocidad de reacción, pues los resultados permitirían aumentar la eficiencia y mejorar el control del proceso.

En el caso de que alguna de las regiones del depósito contenga material con cantidades de cromo hexavalente que permitan obtener un licor cuya concentración sea superior a 10% w/w, resulta conveniente recuperarlo y reusarlo en alguno de los procesos que opera la empresa.

Otra aportación de esta investigación es el establecimiento de un método analítico para caracterizar un residuo cuya composición y características son distintas a las de cualquier otro material, inclusive del generado en un proceso similar (Lechería, Estado de México).

Las sales y sólidos contenidos en el residuo pueden provocar una desviación de la idealidad y del comportamiento newtoniano de los fluidos, por lo que se recomienda evaluar estos factores en la planta piloto, principalmente en las operaciones de bombeo y filtrado.

Es necesario continuar los estudios durante la estabilización, evaluando si es conveniente establecer un prelavado y enviar el líquido a la planta de tratamiento y recuperar el cromo trivalente, o en caso de altas concentraciones de cromatos, recuperarlo directamente como producto. También resulta conveniente evaluar en la planta piloto las posibles variaciones al proceso propuestas en la sección 2.5, con la finalidad de determinar si representan alguna ventaja técnica o económica.

Se recomienda diseñar y construir una planta generadora de SO_2 , con capacidad acorde a los requerimientos de la planta de tratamiento. La limitación la constituye que dicha planta deberá contar con un compresor que permita licuar el gas obtenido, con el fin de lograr la eficiencia requerida para la reacción de reducción, lo cual representa un aumento en el costo del proceso.

Durante el período que se opere la planta piloto se deberá analizar el efecto de los residuos y reactivos sobre los materiales de construcción de los equipos, con el fin de seleccionar los materiales más adecuados para construir la planta de escala industrial.

Es necesario un estudio complementario que contemple aspectos económicos y técnicos para tratar las 20,000 toneladas de residuo rico en alúmina, considerando recuperar el aluminio o fabricar bloques refractarios o semirrefractarios.

Una vez que se tengan muestras representativas del residuo estabilizado, se recomienda realizar un estudio técnico - económico para evaluar la factibilidad de fabricar bloques con valor comercial, considerando un posible proceso de mezclado con el material rico en alúmina:

- productos que se pueden obtener
- condiciones óptimas de presión y temperatura de cocción
- necesidad de aditivos que mejoren las características del producto
- determinación de las propiedades mecánicas y químicas de los productos obtenidos en la etapa de pruebas
- costos fijos y variables de los procesos de fabricación
- infraestructura requerida para la fabricación de bloques
- usos y aceptación de los bloques en el mercado

El sitio de confinamiento puede convertirse en un jardín adicionando materia orgánica para lograr un material fértil y con un exceso de material reductor. También puede explorarse la posibilidad de fabricar bloques los cuales pueden tener valor comercial, dependiendo de la concentración de aluminio, sílice y cromo trivalente.

Es deseable que las autoridades ambientales obliguen a las empresas generadoras de residuos a tener registros de las operaciones de que constan sus procesos, para conocer la composición de los materiales peligrosos que recibirán tratamiento posterior, con el fin de facilitar el desarrollo de procesos de estabilización, ya que su éxito se ve obstaculizado por la complejidad de la caracterización química.

Durante el tiempo que opere la planta de estabilización de residuos, conviene emplear la información generada para evaluar la eficiencia del proceso que generó el residuo y proponer mejoras en caso de que se decida operarlo una vez que se cuente con tecnología para tratar los residuos generados. Es importante establecer la planta de tratamiento a nivel industrial ya que el proceso representa un prototipo de manejo de este tipo de residuos a nivel internacional.

Finalmente, al diseñar procesos productivos, se deben hacer estudios que indiquen la composición de los residuos que se generarán y los métodos de tratamiento existentes para ellos.

Bibliografía

1. Aoki, T.; Munemori, M. *Reduction of chromium (VI) by iron (II) hydroxide in alkaline solution*. Bulletin of the Chemical Society of Japan. Vol. 55, No. 3. Chemical Society of Japan. Japón, 1982.
2. ASTM. *Inorganic Index to the Powder Diffraction File (1968)*. American Society for Testing and Materials. Estados Unidos de América, 1968.
3. Bazúa Durán, M. del C. *Reutilización de residuos ácidos de cromo: una tecnología limpia*. Tesis de licenciatura, Facultad de Química, UNAM. México, 1994.
4. Bazúa Rueda, E. R.; Gutiérrez Ruiz, M. E.; Miyasako Kobashi, E; Villalobos Peñalosa, M. *Proyecto ejecutivo para la estabilización de los residuos de Cromatos de México en Tultilán, Edo. de México*. UNAM. México, 1983.
5. Beaty, R.D. *Conceptos, Instrumentación y Técnicas de Espectrofotometría por Absorción Atómica*. Perkin - Elmer Corporation. Estados Unidos de América, 1979.
6. Betz Laboratories Inc. *Handbook of Industrial Water Conditioning. Octava edición*. Betz Laboratories Inc. Estados Unidos de América, 1980.
7. Bissio, A.; Kabel, R. L. *Scale up of chemical processes*. Wiley - Interscience. Estados Unidos de América, 1985.
8. Black, C. A.; Evans, D. D.; White, J. L.; Ensminger, L. E.; Clark, F. E. *Methods of soil analysis*. American Society of Agronomy. Estados Unidos de América, 1965.
9. Buerge, I. J.; Hug, S. J. *Kinetics and pH dependence of chromium (VI) reduction by iron (II)*. Environmental Science & Technology, Vol. 31, Núm. 5. American Chemical Society. Estados Unidos de América, 1997.
10. Comunicaciones con el Ing. Ed Trumbull. Noviembre de 1996.
11. Comunicaciones con el Ing. Francisco García Fernández y la Ing. Luisa Yamamoto. Julio de 1996 - Septiembre de 1997.
12. Comunicaciones con el Ing. Miguel Angel Ramírez Peralta. Enero - Septiembre de 1997.
13. Corning Medical. *400 Flame Photometer. Instruction Manual*. Corning Limited. Gran Bretaña, 1982.
14. Del Moral Palacio, L. E. *Diseño de una planta piloto para procesar residuos de la planta de Cromatos de México*. Tesis de licenciatura, Facultad de Química, UNAM. México, 1991.

15. Ducoing, A.; Trejo, B. *Análisis estadístico de un estudio de contaminación*. Instituto de Investigaciones en Matemáticas Aplicadas y Sistemas, UNAM. México, 1987.
16. Fendorf, S. E.; Li, G. *Kinetics of chromate reduction by ferrous iron*. Environmental Science & Technology, Vol. 30, Núm. 5. American Chemical Society. Estados Unidos de América, 1997.
17. Flores Velez, L. M. *Método de especiación de cromo(VI) y cromo(III) para extractos de suelo con alto contenido de materia orgánica natural*. Tesis de Maestría en Ciencias Químicas (Analítica), Facultad de Química, UNAM. México, 1992.
18. Friberg, L.; Nordberg, G.; Vouk, V. *Handbook on the toxicology of metals. Segunda edición*. Elsevier. Holanda, 1990.
19. González González, M. de la L. *Estudio del residuo estabilizado de Cromatos de México, S. A. para su posible uso en la fabricación de ladrillos*. Tesis de licenciatura, Facultad de Química, UNAM. México, 1990.
20. Gould, J.P. *The kinetics of hexavalent chromium reduction by metallic iron*. Water Research, Vol. 16, Núm. 6. Pergamon Press Ltd. Gran Bretaña, 1982.
21. Gutiérrez Ruiz, M. E. (compiladora). *Estudio de caso: Cromatos de México*. UNAM. México, 1987.
22. Gutiérrez Ruiz, M. E.; Bazúa Rueda, E. R.; González González, M. L.; Villalobos Peñaloza, M. *Estabilización y fabricación de ladrillos: una alternativa de solución para residuos peligrosos ricos en cromo hexavalente*. En: Premio Nacional Serfín. El medio ambiente. México, 1991.
23. Gutiérrez Ruiz, M. E.; Bocco-Verdinelli, G. *Estudio de monitoreo y evaluación del cementerio industrial de Cromatos de México, S.A., en Tultitlán, Edo. de México. Segunda Etapa*. Instituto de Geografía y Facultad de Química, UNAM. México, 1987.
24. Gutiérrez Ruiz, M. E.; Bocco-Verdinelli, G.; Castillo Blum, S. E. *Contaminación por cromo en el norte de la Ciudad de México. Un enfoque interdisciplinario*. Sobrecurso del Boletín del Instituto de Geografía. Num. 16. UNAM. México, 1986.
25. Gutiérrez Ruíz, M. E.; Castillo Blum, S. E.; Bocco-Verdinelli, G. *Estudio de monitoreo y evaluación del cementerio industrial de Cromatos de México, S. A., en Tultitlán, Edo. de México. Primera etapa*. Instituto de Geografía y Facultad de Química, UNAM. México, 1985.
26. Jiménez León, L. *Ingeniería de Proyectos para Plantas de Proceso*. Tesis de maestría, Facultad de Química, UNAM. México, 1990.

27. Johnstone, R. E.; Thring, M. W. *Pilot plants, models and scale-up methods in Chemical Engineering*. McGraw Hill. Estados Unidos de América, 1957.
28. Jordan, D. G. *Chemical pilot plant practice*. Interscience Publishers. Estados Unidos de América, 1955.
29. Kinkel, J. *Analytical Chemistry for Technicians*. Lewis Publishers. Estados Unidos de América, 1991.
30. Kirk - Othmer. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Vol. 6. John Wiley & Sons. Estados Unidos de América, 1978.
31. Miranda Hernández, J. A. *Estudio del comportamiento físico y químico del cromo en aguas profundas del municipio de Tultitlán, Edo. de México*. Tesis de licenciatura, ENEP-Z, UNAM. México, 1992.
32. Miyasako, E. K. *Solución al problema de contaminación causado por los desechos confinados de una planta productora de cromatos*. Tesis de maestría, Facultad de Química, UNAM. México, 1989.
33. Muñoz Romo, L. (coordinadora); Gutiérrez Ruiz, M. E. (asesora): *Estudio sobre las alternativas de disposición de los lodos residuales procedentes de la planta de tratamiento de agua de la Tenería Morelos, S.A.* Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Instituto de Geografía. México, 1988.
34. Norma Mexicana NMX-AA-4401981 "Análisis de agua. - Determinación de cromo hexavalente. - (Método colorimétrico)". Diario Oficial de la Federación. México, 1981.
35. Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL/93, que establece las características de los residuos peligrosos y el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente. Diario Oficial de la Federación. México, 1993.
36. Norma Oficial Mexicana NOM-053-ECOL/93, que establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente. Diario Oficial de la Federación. México, 1993.
37. Ortiz Hernández, M. L.; Sánchez Salinas, E.; Gutiérrez Ruiz, M. E. *Análisis de suelos; fundamentos y técnicas. Partes 1 y 2*. Universidad Autónoma del Estado de Morelos. México, 1993.
38. Patterson, J. W.; Gasca, E.; Wang, Y. *Optimization for reduction / precipitation treatment of hexavalent chromium*. Water Science & Technology, Vol. 29, Núm. 6. IAWQ. Gran Bretaña, 1994.

39. Patterson, R. R.; Fendorf, S.; Fendorf, M. *Reduction of hexavalent chromium by amorphous iron sulfide*. Environmental Science & Technology, Vol. 31, Núm. 7. American Chemical Society. Estados Unidos de América, 1997.
40. Perkin-Elmer Corporation. *Analytical methods for atomic absorption spectrophotometry*. Perkin-Elmer Corporation. Estados Unidos de América, 1982.
41. Rothery, E. *SpectrAA-10. Operation Manual*. Varian Australia Pty. Ltd. Australia, 1991.
42. Smyth, W. F. *Analytical Chemistry of Complex Matrices*. Wiley Teubner.. Gran Bretaña, 1996.
43. Varian. *Analytical methods. Flame atomic absorption spectrometry*. Varian Australia Pty. Ltd. Australia, 1989.
44. Villalobos Peñalosa, M. *Métodos para el análisis de cromo y su aplicación en la caracterización de residuos sólidos industriales*. Tesis de licenciatura, Facultad de Química, UNAM. México, 1987.

Apéndice 1. Métodos y técnicas experimentales

A1.1. Determinación del pH y la conductividad [17, 31]

Selección y preparación de muestras

Se seleccionaron las 10 muestras representativas del depósito de residuo (1 a 5 y 1' a 5'). Cada una de las muestras se colocó en una charola metálica y se puso a secar en una estufa Felisa 243 por 12 horas a 100°C.

Técnicas y métodos experimentales

Para medir el pH, se prepararon suspensiones de sólido en solución 0.1 M de CaCl_2 , (1:5), tomando 10 g del residuo. Se agitaron por 1 hora en un agitador mecánico Eberbach 6000, posteriormente se dejaron reposar por 1 hora; y se filtraron con papel filtro Whatman Núm. 5. Las soluciones se colocaron en envases de polipropileno, y se les midió el pH. Para estas mediciones se empleó un equipo Hach EC10 equipado con un electrodo de la misma marca.

Para las mediciones de conductividad se prepararon soluciones de 10 g de residuo en 50 mL de agua desionizada, se agitaron por 1 hora en un agitador mecánico Eberbach 6000 y posteriormente se dejaron reposar por 1 hora; después se filtraron con papel filtro Whatman No. 5. Las soluciones se colocaron en envases de polipropileno y se les midió la conductividad con un equipo Sargent Welch, equipado con un electrodo de la misma marca.

A1.2. Fotografías con microscopio electrónico de barrido

Selección y preparación de muestras

Se tomaron cantidades iguales (10 g) de cada una de las muestras representativas 1 a 5 y se mezclaron. La mezcla se colocó en los portamuestras del microscopio y se colocaron en la cámara de radiación del instrumento.

Técnicas y métodos experimentales

Las fotografías fueron tomadas en el Laboratorio de Ingeniería Aeroespacial del Instituto de Ingeniería de la UNAM, con un microscopio electrónico de barrido modelo Jeol35C de microsonda de energía dispersiva de rayos X. Se realizaron fotografías con acercamientos de 100 μm (10 Kv x 47) y de 1000 μm (10 Kv x 30). Las placas se imprimieron en papel Polaroid.

A1.3. Difracción de rayos X [2]

Selección y preparación de muestras

Para obtener un espectro de buena calidad, se requiere que las muestras tengan un tamaño de partícula inferior a 100 mesh, en virtud de lo cual se tomaron 3 gramos de cada una de las

muestras compuestas y se molieron en un mortero de ágata hasta que todo el material pasó una malla del núm. 325.

Técnicas y métodos experimentales

Las pruebas se realizaron en un equipo Phillips 200, y la interpretación de los espectros se realizó con base en el Inorganic Index to the Powder Diffraction File, publicado por la American Society for Testing and Materials (ASTM).

A1.4. Fluorescencia de rayos X

Selección y preparación de muestras

En este experimento, al igual que en el previo se emplearon únicamente dos muestras distintas, una de la parte alta del depósito (muestra A), y otra de la parte baja (muestra B). Para obtener un espectro de buena calidad, se requiere que las muestras tengan un tamaño de partícula inferior a 100 mesh, en virtud de lo cual se tomaron 10 gramos de cada una de las muestras compuestas y se molieron en un mortero de ágata hasta que prácticamente todo el material pasó una malla del núm. 325.

Técnicas y métodos experimentales

Con el material molido se prepararon pastillas, fundiéndolas en un horno a aproximadamente 1000°C; las muestras obtenidas se colocaron en dispositivos especialmente diseñados para el equipo empleado: Siemens SRS 3000. Cabe señalar que las proporciones reportadas por esta técnica, y considerando las características de la matriz, y del patrón contra el que fue comparada, aportan información meramente cualitativa, por lo que sólo se reportan los elementos presentes en cantidades apreciables.

A1.5. Determinación de cloruros, carbonatos y bicarbonatos solubles [8, 37]

Selección y preparación de muestras

Se seleccionaron las 10 muestras representativas del depósito de residuo (1 a 5 y 1' a 5'). Cada una de las muestras se colocó en una charola metálica y se puso a secar en una estufa Felisa 243 por 12 horas a 100°C. Posteriormente se prepararon soluciones de 10 g de residuo en 100 mL de agua destilada, se agitaron por una hora en un agitador mecánico Eberbach 6000 y posteriormente se dejaron reposar por 1 hora; después se filtraron con papel filtro Whatman No. 5. Las soluciones se colocaron en envases de polipropileno.

Técnicas y métodos experimentales

El método usual para determinar los carbonatos y bicarbonatos en extractos de suelos es por titulación con un ácido diluido. Inicialmente se establece el punto que corresponde a la

transformación del carbonato a bicarbonato, empleando como indicador a la fenolftaleína (pH 8.3). Posteriormente, se mide el segundo punto de equivalencia, es decir, la transformación a ácido carbónico, usando como indicador al naranja de metilo (pH 3.7). Finalmente, el procedimiento para determinar cloruros se fundamenta en la titulación de la solución con nitrato de plata, adicionando como indicador una pequeña cantidad de K_2CrO_4 . A continuación se describen los pasos inherentes al método con mayor detalle:

1. Se tomaron 5 mL de extracto y se le agregaron 2 gotas de fenolftaleína
2. El extracto se tituló con una solución 0.01 N de H_2SO_4 hasta que desapareció el color producido por la adición de fenolftaleína. El volumen de ácido gastado (en mL) es el dato A.
3. Se adicionan 2 gotas de naranja de metilo y se tituló con la solución 0.01 N de H_2SO_4 hasta que la solución tomó un color rosa - canela. El volumen de ácido gastado (en mL) es el dato B.
4. Se tituló un blanco con H_2SO_4 0.01 N. El volumen de ácido gastado (en mL) es el dato C.
5. Se ajustó el pH para que fuera alcalino al naranja de metilo y ácido a la fenolftaleína, y posteriormente se adicionó una gota de K_2CrO_4 .
6. Se tituló con una solución de $AgNO_3$ 0.025 M hasta obtener un color rojo ladrillo. El volumen gastado (en mL) es el dato D.
7. Se tituló un blanco con la solución de $AgNO_3$ 0.025 M. El volumen gastado es el dato E.
8. Para calcular las concentraciones de los aniones reportados (en miliequivalentes por litro) se emplearon las siguientes fórmulas:

$$CO_3^{2-} \text{ (en meq/L)} = \frac{2 * A * \text{Normalidad del } H_2SO_4 * 1000}{\text{Volumen de la alícuota (en mL)}}$$

$$HCO_3^{1-} \text{ (en meq/L)} = \frac{(B - C - 2 * A) * \text{Normalidad del } H_2SO_4 * 1000}{\text{Volumen de la alícuota (en mL)}}$$

$$Cl^- \text{ (en meq/L)} = \frac{(D - E) * \text{Normalidad del } AgNO_3 * 1000}{\text{Volumen de la alícuota (en mL)}}$$

A1.6. Determinación de carbonatos totales [8, 37]

Selección y preparación de muestras

Se seleccionaron las 10 muestras representativas del depósito de residuo (1 a 5 y 1' a 5'). Cada una de las muestras se colocó en una charola metálica y se puso a secar en una estufa Felisa 243 por 12 horas a 100°C.

Técnicas y métodos experimentales

Para determinar el porcentaje de carbonatos totales en el residuo se tomaron 5 g de cada muestra y fueron titulados con ácido clorhídrico 1 M, registrándose el volumen de gas generado en cada caso (gas carbónico). Posteriormente, haciendo uso de las leyes de los gases se calculó la cantidad de carbonatos en función del volumen de gas y las condiciones del sistema (presión y temperatura). La fórmula aplicada es:

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{\text{Volumen de CO}_2 \text{ (en mL)} * \text{Presión barométrica (en mm de Hg)}}{\text{Peso de la muestra (en g)} * \text{Temperatura (en K)}} * G$$

Donde: $G = 273 * 100 / (760 * 224) = 0.1604$

A1.7. Determinación de elementos totales [5, 13, 40, 41, 42, 43]

Selección de muestras

Se seleccionaron las 5 muestras representativas del depósito de residuo: l a 5 y l' a 5'. Se tomaron 10 g de cada una de las 10 muestras compuestas, se pusieron a secar en una estufa Felisa 243 por 10 horas y se molieron hasta que la totalidad de la muestra pasó por una malla del núm. 200.

Técnicas y métodos experimentales

En virtud de las características de la matriz, es necesario realizar digestiones para determinar el contenido total de algunos elementos. Para este estudio se utilizó una técnica denominada fusión alcalina que consta de los siguientes pasos (Black, 1965; Hesse, 1971; Pinta, 1972):

1. A 0.5 g de una muestra tamizada con una malla de .105 mm se les coloca en un crisol de platino acompañados de 1.09 g de carbonato de sodio y 1.42 g de carbonato de potasio (mezcla equimolar).
2. Se calienta el crisol a 1100°C hasta que se funde la mezcla.
3. El crisol se deja enfriar y se calienta de nuevo con un mechero Bunsen; posteriormente se introduce en agua fría hasta que se desprenden las capas de sólido pegadas a las paredes.
4. Adicionar agua destilada al crisol y calentar ligeramente, verter después en un vaso de precipitado y lavar con agua destilada.
5. Tratar los sólidos del crisol con 1 mL de etanol y 5 mL de HCl. Calentar ligeramente.
6. Lavar con agua y unir a los primeros precipitados recobrados.
7. Recuperar los sólidos de la tapa con ácido clorhídrico 6 M y unirlos a los otros sólidos.
8. Calentar a baño María el vaso de precipitados hasta evaporar el contenido (casi a sequedad).
9. Secar en estufa a 80 - 90°C por 3 horas.
10. Dejar enfriar y añadir 10 mL de ácido clorhídrico concentrado y 50 mL de agua hirviendo.
11. Calentar a baño María por 10 min.
12. Filtrar con papel Whatman No. 5 y lavar los sólidos con ácido clorhídrico al 1%.
13. Aforar a un volumen de 100 mL.

Una vez realizado este proceso, se almacenaron las muestras en frascos de polipropileno y se determinó la concentración de los elementos presentes. Las determinaciones se realizaron en un espectrofotómetro de absorción atómica Varian AA 10Plus. Se hicieron 4 lecturas de cada muestra y se reporta el promedio.

A1.8. Determinación de elementos solubles [5, 13, 40, 41, 42, 43]

Selección y preparación de muestras

Se tomaron 10 g de cada una de las 10 muestras compuestas provenientes del depósito de residuo, se pusieron a secar en una estufa Felisa 243 por 10 horas y finalmente se molieron hasta que la totalidad de la muestra pasó por una malla del núm. 325 .

Técnicas y métodos experimentales

Con las muestras anteriores se prepararon suspensiones 1:10 (10 g de material y 100 mL de agua destilada). Las soluciones resultantes se calentaron en un mechero Bunsen por 30 min., y una vez hecho esto se colocaron en frascos de polipropileno. Las soluciones obtenidas fueron analizadas en un espectrofotómetro de absorción atómica Varian AA10Plus y en un flamómetro Corning 400 (para la determinación de sodio). Se realizaron 4 lecturas de cada muestra y se reporta el promedio.

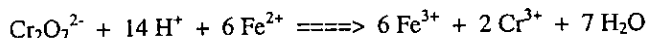
A1.9. Determinación de la "Capacidad oxidante"

Selección y preparación de muestras

Se tomaron las 5 muestras representativas de cada una de las regiones del depósito de residuo. Ver tablas 2 y 3. Cada una de las muestras se colocó en una charola metálica y se puso a secar a 100°C en una estufa Felisa 243 por más de 12 horas. Posteriormente se molieron en un molino analítico Tekmar A10 y se tamizaron hasta pasar una malla de 0.074 mm. (núm. 325). Se prepararon soluciones de sólido en agua destilada tomando 10 g del material y 100 mL de agua (relación 1:10) y se agitaron con un equipo Eberbach 6000 durante 1 hora.

Técnicas y métodos experimentales

Para determinar este parámetro se instrumentó un método consistente en titular las suspensiones obtenidas con una solución ácida de Fe^{2+} (sulfato ferroso), en presencia de bariosulfonato de difenilamina (indicador) hasta que se aprecie vire en el color de la solución. Este procedimiento permite cuantificar la cantidad presente de Cr^{VI} en función de la estequiometría de la reacción:



A1.10. Determinación de las condiciones para solubilizar el cromo hexavalente presente en el residuo

Selección y preparación de muestras

Se tomaron 10 g de cada una de las muestras compuestas A y B, se molieron con un molino analítico Tekmar A10 y se pasaron por los tamices correspondientes (0.297, 0.149 y 0.074 mm).

Técnicas y métodos experimentales

1. Se tomaron frascos de polipropileno y se prepararon suspensiones sólido - líquido con las muestras y las relaciones reportadas.
2. Las suspensiones se agitaron en un equipo mecánico Eberbach 6000 por 10, 20 o 40 min. y se dejaron reposar por 15 min.
3. Las muestras se filtraron con papel filtro Whatman del núm. 5.
4. Los filtrados se recolectaron en frascos de polipropileno y posteriormente se analizó el contenido de cromo en un espectrofotómetro de absorción atómica Varian AA 10Plus. Se realizaron 3 lecturas de cada muestra (se reporta el promedio).

A1.11. Curvas de la reacción de reducción del cromo hexavalente

Selección y preparación de muestras

Se tomaron 2 muestras de la parte alta del depósito (de 10 g cada una) y 2 muestras de la parte baja (de 10 g cada una), y se sometieron al tratamiento óptimo para disolver cromo que se determinó previamente: molido a 200 mesh (0.074 mm), y agitación por 40 minutos con 100 mL de agua destilada.

Técnicas y métodos experimentales

Se preparó una disolución conformada por 1 parte de ácido sulfúrico y 8 partes de agua (en volumen), y una vez que se tenía este disolvente, se prepararon soluciones de hierro metálico con las siguientes concentraciones: 0.1 M, 0.3 M y 0.5 M. Las disoluciones, se emplearon para realizar titulaciones potenciométricas en las que se midió el pH con un electrodo Accumet 13-620-285 conectado a un medidor de pH Accumet/Fisher Scientific modelo 10. Entre cada adición de titulante se dejó un período de 3 minutos para permitir la estabilización del sistema.

A1.12. Determinación del pH requerido para la reducción del Cr⁶⁺

Selección y preparación de muestras

Experimentos 1 y 2 para determinar el pH de reducción

En virtud de que se realizaron 2 experimentos para conocer el valor de pH en el cual se lleva a cabo la reacción que transforma el Cr^{VI+} a Cr^{III+}, se tomaron 8 muestras de la zona alta del depósito (cada una de 10 g) y 8 muestras de la parte baja del depósito (cada una de 10 g) y se sometieron a las condiciones óptimas para disolver el Cr^{VI+} que se determinaron en el punto 2.3.3: molido a 200 mesh (0.074 mm), y agitación por 40 minutos con 100 mL de agua destilada.

Técnicas y métodos experimentales

Experimento 1.

Se preparó una disolución de ácido sulfúrico en agua destilada (1 parte de ácido sulfúrico y 16 partes de agua, en volumen), y posteriormente, a cada una de las soluciones se le adicionó un

exceso de hierro en forma de sulfato ferroso (5.0 g a cada vaso). Las muestras se titularon con la solución de ácido sulfúrico (adiciones de 1 mL) y se registraron los cambios en el color y el pH. Se reporta el promedio de los valores obtenidos en las 4 titulaciones realizadas para cada muestra. Entre cada adición de titulante se dejó un período de 5 minutos para que la reacción, el instrumento y el electrodo se estabilizaran. La existencia de cromo hexavalente se analizó adicionando una gota de una solución de 1,5 difenilcarbazida a una alícuota de la solución titulada; cuando el color de la solución no cambia a morado, el cromo hexavalente ha sido reducido a su forma trivalente.

Experimento 2.

Se preparó una disolución de ácido sulfúrico en agua destilada (1 parte de ácido sulfúrico y 16 partes de agua, en volumen), y posteriormente se le adicionó el hierro metálico necesario para obtener una concentración 1 M (con el fin de asegurar que se tuviera un exceso de reductor); con ella se tituló a cada uno de los extractos, registrando las variaciones en el color y en el pH de la solución. Una vez que la solución adquiría el color verde característico del cromo (III), se le adicionaba un exceso de la mezcla de ácido y agua y se procedía a titular el siguiente extracto. La existencia de cromo hexavalente se analizó adicionando una gota de una solución de 1,5 difenilcarbazida a una alícuota de la solución titulada; cuando el color de la solución no cambia a morado, el cromo hexavalente ha sido reducido a su forma trivalente. Se titularon 4 soluciones de cada muestra y se reporta el promedio de los valores obtenidos.

Para realizar las mediciones de pH se empleó un electrodo Accumet 13-620-285 conectado a un medidor de pH Accumet/Fisher Scientific modelo 10. Entre cada adición de titulante transcurrió un período de 5 minutos con el fin de permitir la estabilización de la reacción, el instrumento y el electrodo.

A1.13. Determinación de la cantidad de hierro requerida para reducir al cromo del residuo

Selección y preparación de muestras

Experimentos 1 y 2 para determinar la cantidad de hierro requerida para reducir al Cr(VI)

Al igual que en el caso anterior, se realizaron 2 experimentos para conocer la cantidad de hierro, en función de lo cual se tomaron 4 muestras de la zona alta del depósito (cada una de 10 g) y 4 muestras de la parte baja del depósito (cada una de 10 g) y se sometieron a las condiciones para disolver el Cr^{VI} que se determinaron: molido a 200 mesh (0.074 mm), y agitación por 40 minutos con 100 mL de agua destilada.

Técnicas y métodos experimentales

Experimento 1

Se preparó una disolución de ácido sulfúrico en agua destilada (1 parte de ácido sulfúrico y 16 partes de agua, en volumen), y posteriormente se le adicionó el sulfato ferroso necesario para obtener una concentración 0.2 M. Posteriormente, cada uno de los vasos que contenían los extractos se tituló con la solución preparada (adiciones de 1 mL) y se registraron los cambios en

el color y el pH. Con la adición de H_2SO_4 a la solución de titulante, se garantiza que la totalidad de la titulación se lleve a cabo en medio ácido, y en cuanto se alcance la cantidad de hierro requerida, aparecerá el verde característico del Cr^{3+} . La existencia de cromo hexavalente se analizó adicionando una gota de una solución de 1,5 difenilcarbazida a una alícuota de la solución titulada; cuando el color de la solución no cambia a morado, el cromo hexavalente ha sido reducido a su forma trivalente. Las mediciones de pH se realizaron con un electrodo Accumet 13-620-285 conectado a un medidor de pH Accumet/Fisher Scientific modelo 10. Entre cada adición de titulante se dejó un período de 3 minutos para que la reacción, el instrumento y el electrodo alcanzaran un punto de mayor estabilidad. Se titularon 4 soluciones de cada muestra y se reporta el promedio.

Experimento 2.

Se preparó una disolución de ácido sulfúrico en agua destilada (1 parte de ácido sulfúrico y 16 partes de agua, en volumen), y posteriormente se le adicionó el hierro metálico necesario para obtener una concentración 0.2 M. Con ella se tituló a cada uno de los extractos (adiciones de 1 mL), registrando las variaciones en el color y en el pH de la solución. Una vez que la solución adquiría el color verde característico del cromo (III), se le adicionaba un exceso de la mezcla de ácido y agua y se procedía a titular el siguiente extracto. Las mediciones se hicieron con un electrodo Accumet 13-620-285 conectado a un medidor de pH Accumet/Fisher Scientific modelo 10. Entre cada adición de titulante se dejó un período de 3 minutos para que la reacción, el instrumento y el electrodo se estabilizaran. La existencia de cromo hexavalente se analizó adicionando una gota de una solución de 1,5 difenilcarbazida a una alícuota de la solución titulada; cuando el color de la solución no cambia a morado, el cromo hexavalente ha sido reducido a su forma trivalente. Se titularon 4 soluciones de cada muestra y se reporta el promedio.

A1.14. Determinación del aumento de volumen debido a la adición de cal y/o sosa

Selección y preparación de muestras

Para determinar el aumento de volumen debido a la adición del álcali requerido para precipitar a las sales solubles, se tomaron 6 muestras de la zona alta del depósito (cada una de 5 g) y se estabilizaron conforme a lo encontrado en la sección 2.3, en vasos de precipitado de 250 mL. Posteriormente, se adicionó a las primeras 2 muestras la cantidad requerida de cal para llegar a un pH de 8.5; a las muestras 3 y 4 se les adicionó la cantidad de sosa (solución 0.5 M) requerida para precipitar a los iones solubles (pH = 8.5), y a las muestras 5 y 6 se les adicionó solución de sosa 0.5 M hasta alcanzar un valor de pH = 4, y la lechada de cal necesaria para llegar hasta pH = 8.5. Una vez que se llegó hasta pH = 8.5, el contenido de los 6 vasos de precipitados se vertió en tubos graduados para centrífuga, y se hizo lo mismo con 2 muestras de 5 g del material de la región alta del depósito.

Técnicas y métodos experimentales

Los 8 tubos se centrifugaron en una centrífuga Hettich Universal 30RF por 2 minutos a 2000 r.p.m. Una vez que se terminó el proceso de centrifugación, se extrajeron los tubos y se eliminó el sobrenadante; posteriormente se extrajo el sólido, se secó en una estufa Felisa 243 por 24 hrs a 100 °C y se midieron los volúmenes de cada una de la muestras. Para obtener los valores y relaciones reportados, se emplearon los promedios de los valores encontrados experimentalmente.

Apéndice 2. CRETIB: Procedimientos y resultados

En esta sección se presenta un compendio de la información asentada en la normas oficiales mexicanas NOM-ECOL-052-1993 y NOM-ECOL-053-1993. Se describen brevemente los procedimientos que se deben llevar a cabo para determinar los materiales peligrosos por su toxicidad al ambiente. Para contar con información más detallada se recomienda consultar las versiones completas de las normas mencionadas [34, 35, 36].

Para determinar la toxicidad al ambiente de un residuo se debe realizar la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad (PECT), y una vez que se ha obtenido el extracto, se deben realizar análisis para conocer la concentración de algunos iones en dicho material. La tabla A2.1 indica la concentración máxima permitida para constituyentes inorgánicos [35].

CONSTITUYENTES INORGÁNICOS	CONCENTRACIÓN MÁXIMA PERMITIDA (mg/L)
As	5.0
Ba	100.0
Cd	1.0
Cr ^{VI}	5.0
Ni	5.0
Hg	0.2
Ag	5.0
Pb	5.0
Se	1.0

Tabla A2.1. Concentración máxima permitida en el extracto PECT para constituyentes inorgánicos.

Si al efectuarse un análisis físico-químico completo del residuo en cuestión no se encuentran en el mismo los constituyentes regulados en la NOM-ECOL-052-1993, o están presentes a bajas concentraciones de modo que no rebasen los límites máximos permisibles, no es necesario llevar a cabo la prueba de extracción. De igual manera, si antes de la digestión el extracto muestra que cualquier constituyente controlado según la NOM-ECOL-052-1993, excede el nivel de tolerancia, automáticamente el residuo se considera peligroso y no es necesaria la extracción.

Selección y preparación de muestras

Las muestras que se sometieron a análisis CRETIB fueron las muestras tipo A y tipo B, así como las resultantes de aplicar los 12 procesos de estabilización reportados en la sección 2.5. El tratamiento que recibieron las muestras corresponde al que se requirió en cada caso para cumplir con lo indicado en la Norma Oficial Mexicana NOM-053-ECOL/93:

- Se deben coleccionar en los términos de la norma oficial mexicana aplicable, un mínimo de dos muestras representativas del residuo a analizar; la primera muestra se emplea para las pruebas preliminares, la segunda se emplea para la extracción.
- Las muestras y los extractos obtenidos deben ser preparados para el análisis tan pronto como sea posible. Si se requiere preservación, debe ser mediante refrigeración a 4°C y por un período máximo de 14 días.
- Los extractos o porción de ellos para la determinación de metales, deben acidificarse con ácido nítrico a un pH menor de 2; se debe verificar que no haya precipitación.

Técnicas y métodos experimentales. (Procedimiento para realizar la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad (PECT)).

La fase sólida se lleva al proceso de extracción con una cantidad del reactivo de extracción igual a 20 veces el peso de los sólidos. El reactivo de extracción empleado estará en función de la alcalinidad de la fase sólida y del tipo de residuo analizado.

A continuación se enlistan los equipos (y sus características) que se emplearon para obtener el extracto PECT (los equipos empleados cumplen con los requerimientos de la Norma Oficial Mexicana correspondiente (NOM-ECOL-053-1993):

Lixiviador

- Rotación a 30 ± 2 r.p.m.
- Se necesitan frascos de vidrio borosilicado con suficiente capacidad para contener la muestra y el reactivo de extracción. Si son de plástico sólo podrán ser de politetrafluoretileno (PTFE). Cuando se utiliza este tipo de frascos, el aparato de filtración descrito se utiliza para la separación inicial L-S y para la filtración del extracto final.

Equipo de filtración

- Se puede utilizar cualquier portafiltros capaz de soportar un filtro de fibra de vidrio y la presión requerida para lograr la separación (matraz Kitasato). Deben tener un volumen mínimo interno de 300 mL y estar equipados para recibir un tamaño de filtro mínimo de 47 mm (es mejor utilizar portafiltros con una capacidad interna de 1.5 L equipados para recibir un filtro de 142 mm de diámetro).
- Los *filtros* deberán estar hechos de fibra de vidrio borosilicado, sin aglutinantes y tener un tamaño efectivo de poro de 0.6 a 0.8 μm o equivalente. No deben utilizarse prefiltros. Cuando se evalúe la movilidad de metales, cada uno de los filtros debe someterse a un lavado ácido antes de usarse, enjuagando con ácido nítrico 1N seguido por tres enjuagues consecutivos de un litro de agua grado reactivo.

Potenciómetro

- El medidor de pH deberá tener una exactitud de ± 0.05 unidades a 25°C.

Balanza de laboratorio

- Exactitud de ± 0.01 g

Vasos de precipitados o matraces Erlenmeyer de vidrio de 250 a 500 mL.

Parrilla de calentamiento.

Vidrio de reloj apropiado para cubrir el vaso de precipitado o el matraz Erlenmeyer.
Agitador magnético.
Estufa con control de temperatura para trabajar a $100 \pm 5^\circ\text{C}$.
Desecador.

Evaluaciones preliminares

- Colocar 5 g (menor a 1 mm de diámetro) en un matraz Erlenmeyer o en un vaso de precipitado.
- Añadir 96.5 mL de agua desionizada, cubrir con un vidrio de reloj y agitar vigorosamente por 5 minutos, usando un agitador magnético.

Si el pH es menor de 5.0, usar el reactivo de extracción 1. Si el pH es mayor de 5.0, añadir 3.5 mL de HCl 1N, mezclar y cubrir con vidrio de reloj, y por 10 minutos calentar a 50°C . Dejar enfriar a temperatura ambiente y medir el pH. Si es menor de 5.0 usar el reactivo de extracción 1. Si es mayor de 5.0 usar el reactivo de extracción 2.

- Reactivo de extracción 1: Añada 5.7 mL de ácido acético glacial a 500 mL de agua desionizada, añada 64.3 mL de NaOH 1N y afore a un litro. El pH debe ser de 4.93 ± 0.05 .
- Reactivo de extracción 2: Diluir 5.7 mL de ácido acético glacial con agua desionizada a un volumen de un litro. El pH debe ser de 2.88 ± 0.05 .

Procedimiento para determinar los constituyentes no volátiles

- 100 g de muestra.
- Proseguir con las evaluaciones preliminares.
- Si el residuo pasa el tamiz de 9.5 mm, transferir cuantitativamente el material sólido a un frasco de extracción.
- Determinar la cantidad del reactivo de extracción necesario (extracto PECT):
$$\text{Peso del reactivo de extracción} = \frac{20 \times \% \text{ de sólidos} \times \text{peso de la muestra filtrada}}{100}$$
- Lentamente añadir la cantidad del reactivo de extracción calculada al recipiente de extracción. Cerrar el frasco herméticamente (cinta de teflón). Colocar el recipiente en el equipo de agitación rotatorio y girar a 30 ± 2 r.p.m. durante 18 ± 2 horas, a una temperatura de $23 \pm 2^\circ\text{C}$. Para aliviar el exceso de presión, el frasco puede abrirse en una campana de extracción, periódicamente (por ejemplo: cada 15 minutos, 30 minutos y una hora).
- Después de la extracción, separar el material en el recipiente de extracción, por medio de filtración con un filtro de fibra de vidrio.
- Después de colectar el extracto PECT, se debe medir el pH. Preservar el extracto para análisis. Acidificar las alícuotas con ácido nítrico a un pH menor a 2.

Características de los residuos peligrosos

Se considerarán peligrosos los residuos que presenten una o más de las siguientes características: corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad, inflamabilidad y/o biológico infecciosas, atendiendo a los siguientes criterios:

Un residuo se considera peligroso por su corrosividad cuando 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.

Un residuo se considera peligroso por su reactividad cuando 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 1.0 N) y básico (NaOH 1.0 N), en relación (residuo-solución) de 5:1, 5:3, 5:5 reacciona violentamente formando gases, vapores o humos.
- Posee en su constitución cianuros o sulfuros que cuando se exponen a condiciones de pH entre 2.0 y 12.5 pueden generar gases, vapores o humos tóxicos en cantidades de 250 mg de HCN/kg de residuo o 500 mg de H₂S/kg de residuo.
- Es capaz de producir radicales libres.

Un residuo se considera peligroso por su explosividad cuando presenta cualquiera de las siguientes propiedades:

- Tiene una constante de explosividad igual o mayor a la del dinitrobenzeno.
- Es capaz de producir una reacción o descomposición detonante o explosiva a 25°C y a 1.03 kg/cm² de presión.

Un residuo se considera peligroso por su toxicidad al ambiente cuando presenta la siguientes propiedad:

- Cuando se somete a la prueba de extracción para toxicidad conforme a la norma oficial mexicana NOM-053-ECOL/1993, el lixiviado de la muestra representativa que contenga cualquiera de los constituyentes listados en las tablas de componentes inorgánicos, componentes orgánicos y componentes orgánicos volátiles, en concentraciones mayores a los límites señalados en dichas tablas.

Un residuo se considera peligroso por su inflamabilidad cuando presenta cualquiera de las siguientes propiedades:

- En solución acuosa contiene más de 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 1.03 kg/cm²).
- Se trata de gases comprimidos inflamables o agentes que estimulan la combustión.

Un residuo con características biológico infecciosas se considera peligroso cuando presenta cualquiera de las siguientes propiedades:

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

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

Apéndice 3. Resultados de las lecturas del flamómetro y del espectrofotómetro de absorción atómica

Para cada elemento se hicieron 4 lecturas de cada uno de los *estándares* (un blanco y 5 *estándares*, de 1 a 5 ppm); con base en las absorbancias reportadas se obtuvo la ecuación de la recta que mejor representa los puntos. Las rectas obtenidas siguen una ecuación de la forma $y=m*x+b$, donde m es el valor de la pendiente y b es la ordenada al origen; posteriormente se calculó el coeficiente de correlación (r) [5]. En los casos en que se reportan interferencias debidas a alguno de los elementos presentes en la matriz, se hicieron las operaciones indicadas en los manuales de operación de los aparatos empleados con el fin de minimizar alteraciones en las mediciones.

Con base en las lecturas de los *estándares* se calculó el intervalo de confianza empleando la fórmula de Student [42]:

$$\text{Intervalo de confianza} = t * s / N^{1/2}$$

donde: t = valor obtenido de la tabla de distribución t ; es función de los grados de libertad del sistema y del porcentaje de confiabilidad

s = desviación estándar de las lecturas

N = número de mediciones realizadas

Posteriormente, al comparar el valor del intervalo de confianza (obtenido con base en la fórmula de Student) con los resultados de restar el valor real menos la media del valor experimental (en cada una de las 4 lecturas), y verificar que el valor del intervalo de confianza sea superior, se estableció el valor de confiabilidad. El paso siguiente fue calcular el límite de detección, la menor lectura confiable (2 veces el valor del límite de detección), y el límite de cuantificación (10 veces el valor del límite de detección). El límite de detección se calculó empleando el blanco y los 5 *estándares* antes mencionados. Para cada *estándar* se aplicó la fórmula que se muestra a continuación [40]:

$$LD = \text{Concentración del estándar} * s_1 * s_2 * s_3 * s_4 * s_5 / \text{media experimental}$$

donde: s_x = desviación *estándar* de cada grupo de lecturas

El promedio de los límites de detección obtenidos fue el que se reportó y se empleó para hacer los cálculos del mínimo valor confiable y del límite de cuantificación; las fórmulas usadas para determinarlos fueron las siguientes:

Mínimo valor confiable = 2 * Límite de detección

Límite de cuantificación = 10 * Límite de detección

El porcentaje en peso de cada uno de los elementos se calculó considerando la dilución de la solución a la cual se determinó la concentración, así como la cantidad de residuo que se empleó

para cada análisis: para la determinación de elementos solubles se disolvieron 10 g de material en 100 mL de agua, y para la determinación de elementos totales se tomaron 0.5 g de residuo que se sometieron a la digestión alcalina mencionada en el Apéndice 1, obteniéndose 100 mL de solución.

Finalmente, a cada una de las lecturas realizadas para determinar las concentraciones de los elementos, se le aplicó el tratamiento estadístico que se siguió con los *estándares*, lo cual permitió calcular el intervalo de confianza, el valor de confiabilidad y si el método carece o no de algún error sistemático. Los cálculos reportados se realizaron con una hoja de cálculo Excel 7.0.

El tratamiento estadístico que se aplicó a las lecturas realizadas en el espectrofotómetro de absorción atómica se aplicó de igual manera a las lecturas realizadas en el flamómetro (para determinar la concentración de sodio). El valor de % en peso que se obtuvo para el blanco se restó del porcentaje obtenido para cada una de las muestras, por lo que el valor que se reporta es el % w/w real.

En las páginas siguientes no se reportan los resultados obtenidos para todos los elementos que se analizaron. Las soluciones que fungieron como *estándares* se prepararon empleando los métodos y materiales sugeridos por los manuales de operación del espectrofotómetro y del flamómetro utilizados (Varian SpectrAA 10Plus y Corning 400) [13, 41]. Los elementos cuyas concentraciones se reportan son: aluminio, calcio, cromo, hierro, magnesio, silicio y sodio.

Con el fin de verificar la ausencia de arsénico, bario, cadmio, mercurio, níquel, plata, plomo y selenio (información brindada por los análisis de Rayos X), se realizaron análisis de espectrofotometría de absorción atómica para dichos elementos (concentración total y concentración soluble), pero en todos los casos las lecturas fueron de cero (como se aprecia en la sección en que se reportan las concentraciones solubles de silicio), en virtud de lo cual no se reportan los resultados. En la tabla A3.1 se indican las condiciones que se emplearon para realizar las lecturas de los elementos no detectados. Las lecturas realizadas para detectar arsénico, mercurio y selenio se hicieron con el apoyo de un generador de hidruros Varian.

Elemento	Longitud de onda	Slit	Voltaje del fotomultiplicador
Arsénico	193.7	0.5	384.3
Bario	553.6	0.5	278.4
Cadmio	228.8	0.5	392.8
Mercurio	253.7	0.5	290.6
Níquel	232.0	0.2	394.5
Plata	328.1	0.5	190.9
Plomo	217.0	1.0	331.1
Selenio	196.0	1.0	394.4

Tabla A3.1. Condiciones de operación del espectrofotómetro Varian SpectrAA 10 Plus en las lecturas correspondientes a elementos no detectados.

ELEMENTO: Aluminio

ESPECTROFOTOMETRO
LONGITUD DE ONDA
VOLTAJE DEL FOTOMULTIPLICADOR
SLIT

Varian SpectrAA 10Plus
309.3 nm
221.7 v
0.5

CURVA DE CALIBRACION

Conc.(mg/L)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc (mg/L)
0	1.12E-08	1.18E-06	1.10E-06	1.09E-06	1.12E-06	0.00
1	7.16E-04	7.48E-04	7.14E-04	6.93E-04	7.15E-04	1.02
2	1.39E-03	1.45E-03	1.35E-03	1.35E-03	1.39E-03	1.97
3	2.09E-03	2.23E-03	2.02E-03	2.06E-03	2.10E-03	2.99
4	2.88E-03	3.02E-03	2.82E-03	2.75E-03	2.87E-03	4.09
5	3.49E-03	3.74E-03	3.37E-03	3.30E-03	3.48E-03	4.95

LIMITE DE DETECCION: 1.51E-05 mg/L
MENOR LECTURA CONFIABLE: 3.01E-05 mg/L
LIMITE DE CUANTIFICACION: 1.51E-04 mg/L

DETERMINACION DE ELEMENTOS TOTALES

Dilución	Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc (mg/L)
	Blanco	4.12E-05	4.14E-05	4.15E-05	4.03E-05	4.11E-05	0.059
1'	1	1.06E-03	1.04E-03	1.02E-03	1.00E-03	1.03E-03	1.467
2	1	1.05E-03	1.06E-03	1.09E-03	1.04E-03	1.07E-03	1.526
3	1	1.05E-03	1.01E-03	1.04E-03	9.94E-04	1.02E-03	1.460
4	1	1.08E-03	1.07E-03	1.06E-03	1.02E-03	1.06E-03	1.506
5	1	1.13E-03	1.14E-03	1.08E-03	1.07E-03	1.11E-03	1.576
a	1	1.15E-03	1.14E-03	1.13E-03	1.10E-03	1.13E-03	1.607
b	1	1.14E-03	1.28E-03	1.19E-03	1.12E-03	1.19E-03	1.591
2	1	1.07E-03	1.07E-03	1.07E-03	1.05E-03	1.08E-03	1.543
3	1	1.09E-03	1.18E-03	1.10E-03	1.06E-03	1.11E-03	1.580
4	1	1.07E-03	1.05E-03	1.05E-03	1.01E-03	1.05E-03	1.480
5	1	1.13E-03	1.16E-03	1.12E-03	1.08E-03	1.12E-03	1.598

DETERMINACION DE ELEMENTOS SOLUBLES

Dilución:	Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc (mg/L)
	Blanco	2.44E-06	2.36E-06	2.35E-06	2.38E-06	2.43E-06	0.003
1	1	5.09E-05	5.50E-05	4.98E-05	5.02E-05	5.14E-05	0.073
2	1	5.11E-05	5.33E-05	5.15E-05	4.94E-05	5.13E-05	0.073
3	1	6.89E-05	7.39E-05	7.04E-05	6.59E-05	7.00E-05	0.100
4	1	7.08E-05	7.43E-05	6.89E-05	6.96E-05	7.09E-05	0.101
5	1	4.20E-05	4.44E-05	4.16E-05	4.05E-05	4.21E-05	0.060
a	1	4.33E-05	4.55E-05	4.18E-05	4.10E-05	4.29E-05	0.061
b	1	4.79E-05	5.04E-05	4.75E-05	4.52E-05	4.77E-05	0.068
2	1	4.85E-05	5.38E-05	4.80E-05	4.76E-05	4.97E-05	0.071
3	1	5.45E-05	5.82E-05	5.28E-05	5.22E-05	5.44E-05	0.078
4	1	5.64E-05	6.01E-05	5.58E-05	5.46E-05	5.67E-05	0.081
5	1	6.06E-05	6.41E-05	6.02E-05	5.88E-05	6.09E-05	0.087
a	1	4.89E-05	5.21E-05	4.79E-05	4.69E-05	4.89E-05	0.070

DEV. STD. Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA (99.9%)	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.030	12.92	0.0024	0.030	0.000	0.000	0.000
0.038	12.92	0.2439	0.001	0.046	0.001	0.046
0.068	12.92	0.4383	0.007	0.093	0.050	0.051
0.131	12.92	0.8479	0.016	0.187	0.117	0.054
0.165	12.92	1.0736	0.019	0.220	0.066	0.172
0.270	12.92	1.7472	0.020	0.371	0.147	0.244

El método carece de error sistemático
CONFIABILIDAD 99.9 %

DEV. STD. Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA (99.9%)	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.001	12.92	0.0144	0.000	0.000	0.001	0.001
0.035	12.92	0.1956	0.043	0.009	0.015	0.037
0.032	12.92	0.2305	0.028	0.008	0.022	0.041
0.037	12.92	0.1570	0.037	0.016	0.023	0.044
0.042	12.92	0.1428	0.033	0.025	0.000	0.059
0.050	12.92	0.2485	0.034	0.049	0.026	0.045
0.033	12.92	0.2137	0.032	0.011	0.003	0.045
0.036	12.92	0.2150	0.033	0.002	0.015	0.050
0.063	12.92	0.4915	0.010	0.107	0.000	0.097
0.062	12.92	0.3571	0.018	0.090	0.024	0.048
0.075	12.92	0.5316	0.028	0.107	0.013	0.068
0.033	12.92	0.1765	0.035	0.015	0.015	0.045
0.060	12.92	0.3425	0.026	0.061	0.013	0.061

El método carece de error sistemático
CONFIABILIDAD 99.9 %

DEV. STD. Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA (99%)	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.003	5.84	0.0000	0.000	0.000	0.000	0.000
0.003	5.84	0.0076	0.001	0.005	0.002	0.002
0.002	5.84	0.1106	0.000	0.003	0.000	0.003
0.005	5.84	0.0155	0.000	0.006	0.001	0.006
0.003	5.84	0.0149	0.000	0.005	0.003	0.002
0.002	5.84	0.0085	0.000	0.003	0.001	0.002
0.003	5.84	0.0089	0.001	0.004	0.002	0.003
0.004	5.84	0.0077	0.000	0.004	0.000	0.004
0.004	5.84	0.0127	0.000	0.006	0.002	0.003
0.004	5.84	0.0118	0.000	0.005	0.002	0.003
0.003	5.84	0.0078	0.000	0.005	0.002	0.003
0.003	5.84	0.0119	0.000	0.005	0.001	0.003
0.003	5.84	0.0095	0.000	0.004	0.002	0.003

El método carece de error sistemático
CONFIABILIDAD 99 %

ELEMENTO: Calcio

ESPECTROFOTOMETRO
LONGITUD DE ONDA
VOLTAJE DEL FOTOMULTIPLICADOR
SLIT

Varian SpectrAA 10Plus
422.7 nm
278.4 v
0.5

CURVA DE CALIBRACION

Conc.(mg/L)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
0	1.07E-06	1.14E-06	1.07E-06	1.02E-06	1.06E-06	0.00
1	2.86E-04	3.02E-04	2.87E-04	2.70E-04	2.86E-04	1.02
2	5.62E-04	5.98E-04	5.60E-04	5.40E-04	5.65E-04	2.01
3	8.48E-04	8.85E-04	8.19E-04	8.29E-04	8.45E-04	3.00
4	1.14E-03	1.22E-03	1.12E-03	1.08E-03	1.14E-03	4.04
5	1.40E-03	1.50E-03	1.37E-03	1.35E-03	1.40E-03	4.99

$m = 3550.396$
 $b = 2.82E-06$
 $r = 0.99995$

LIMITE DE DETECCION: 1.98E-05 mg/L
MENOR LECTURA CONFIABLE: 3.95E-05 mg/L
LIMITE DE CUANTIFICACION: 1.98E-04 mg/L

DETERMINACION DE ELEMENTOS TOTALES

0.10 mL alícuotas a 100 mL

Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
Blanco	5.18E-06	5.02E-06	5.06E-06	4.87E-06	5.03E-06	0.018
1	5.16E-04	5.06E-04	5.09E-04	4.97E-04	5.07E-04	1.800
1'	5.02E-04	5.01E-04	4.98E-04	4.75E-04	4.94E-04	1.755
2	4.51E-04	4.44E-04	4.48E-04	4.25E-04	4.42E-04	1.570
2'	4.76E-04	4.64E-04	4.61E-04	4.59E-04	4.65E-04	1.650
3	4.78E-04	4.74E-04	4.88E-04	4.59E-04	4.73E-04	1.678
3'	4.49E-04	4.45E-04	4.35E-04	4.40E-04	4.42E-04	1.570
4	5.49E-04	5.42E-04	5.36E-04	5.42E-04	5.42E-04	1.924
4'	5.19E-04	5.04E-04	5.40E-04	5.10E-04	5.22E-04	1.881
5	5.60E-04	5.47E-04	5.37E-04	5.37E-04	5.47E-04	1.998
5'	4.88E-04	4.79E-04	4.79E-04	4.64E-04	4.77E-04	1.684
a	5.18E-04	5.34E-04	5.09E-04	5.06E-04	5.17E-04	1.834

DETERMINACION DE ELEMENTOS SOLUBLES

0.05 mL alícuotas a 100 mL

Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
Blanco	4.57E-06	4.89E-06	4.55E-06	4.39E-06	4.59E-06	0.016
1	1.94E-04	2.00E-04	1.87E-04	1.85E-04	1.96E-04	0.678
1'	1.95E-04	2.05E-04	1.89E-04	1.89E-04	1.95E-04	0.693
2	1.99E-04	2.14E-04	1.96E-04	1.91E-04	1.99E-04	0.708
2'	2.07E-04	2.18E-04	2.01E-04	2.02E-04	2.07E-04	0.735
3	2.14E-04	2.33E-04	2.06E-04	2.11E-04	2.16E-04	0.767
3'	2.32E-04	2.43E-04	2.29E-04	2.25E-04	2.32E-04	0.825
4	2.35E-04	2.48E-04	2.33E-04	2.22E-04	2.34E-04	0.831
4'	1.74E-04	1.85E-04	1.73E-04	1.72E-04	1.76E-04	0.625
5	1.51E-04	1.60E-04	1.51E-04	1.43E-04	1.51E-04	0.536
5'	1.94E-04	2.06E-04	1.91E-04	1.87E-04	1.95E-04	0.692
a	2.02E-04	2.14E-04	1.99E-04	1.96E-04	2.03E-04	0.720

DES. STD. INTERVALO DE CONFIANZA

Conc. (mg/L)	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.000	12.92	0.0012	0.000	0.000	0.000
0.047	12.92	0.3025	0.001	0.004	0.059
0.087	12.92	0.5592	0.012	0.019	0.088
0.103	12.92	0.6679	0.035	0.143	0.092
0.206	12.92	1.3283	0.003	0.277	0.215
0.231	12.92	1.4907	0.017	0.328	0.195

El método carece de error sistemático

CONFIABILIDAD 99.9 %

DES. STD. INTERVALO DE CONFIANZA

Conc. (mg/L)	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.000	12.92	0.0021	0.001	0.000	0.001
0.029	12.92	0.2067	0.032	0.008	0.037
0.045	12.92	0.2708	0.028	0.025	0.067
0.041	12.92	0.1089	0.031	0.008	0.021
0.027	12.92	0.2113	0.040	0.005	0.012
0.034	12.92	0.1373	0.019	0.003	0.027
0.021	12.92	0.1031	0.024	0.008	0.024
0.018	12.92	0.2104	0.022	0.001	0.022
0.086	12.92	0.5846	0.018	0.126	0.045
0.050	12.92	0.4470	0.009	0.072	0.042
0.109	12.92	0.5821	0.010	0.156	0.056
0.033	12.92	0.1959	0.033	0.010	0.014
0.044	12.92	0.3411	0.017	0.061	0.039

El método carece de error sistemático

CONFIABILIDAD 99.9 %

DES. STD. INTERVALO DE CONFIANZA

Conc. (mg/L)	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.001	5.84	0.0000	0.000	0.000	0.001
0.024	5.84	0.1098	0.005	0.013	0.017
0.030	5.84	0.0796	0.002	0.043	0.020
0.029	5.84	0.0800	0.000	0.034	0.036
0.036	5.84	0.0775	0.002	0.051	0.030
0.027	5.84	0.1197	0.000	0.038	0.018
0.042	5.84	0.0980	0.007	0.061	0.038
0.076	5.84	0.0966	0.001	0.037	0.011
0.036	5.84	0.1229	0.004	0.044	0.044
0.021	5.84	0.0476	0.004	0.031	0.014
0.025	5.84	0.0659	0.000	0.030	0.000
0.029	5.84	0.0859	0.002	0.040	0.013
0.028	5.84	0.0866	0.003	0.040	0.014

El método carece de error sistemático

CONFIABILIDAD 99.9 %

ELEMENTO: Cromo
ESPECTROFOTOMETRO
LONGITUD DE ONDA
VOLTAJE DEL FOTOMULTIPLICADOR
SLIT

Varian SpectrAA 10Plus
 357.9 nm
 385.9 v
 0.2

CURVA DE CALIBRACION

Conc. (mg/L)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
0	7.88E-07	8.32E-07	7.65E-07	7.57E-07	7.85E-07	0.00
1	6.95E-03	7.28E-03	6.78E-03	6.63E-03	6.91E-03	0.98
2	1.35E-02	1.41E-02	1.35E-02	1.28E-02	1.35E-02	1.91
3	2.07E-02	2.22E-02	2.02E-02	2.03E-02	2.08E-02	2.96
4	2.78E-02	2.90E-02	2.76E-02	2.68E-02	2.78E-02	3.95
5	3.51E-02	3.70E-02	3.43E-02	3.46E-02	3.52E-02	5.01

$m = 142.095$
 $b = -2.11E-04$
 $r = 0.99982$

LIMITE DE DETECCION:

8.45E-03 mg/L
 1.69E-05 mg/L
MINOR LECTURA CONFIABLE:
LIMITE DE CUANTIFICACION:
 8.45E-05 mg/L

DETERMINACION DE ELEMENTOS TOTALES

0.10 mL alorados a 100 mL

Dilucion	Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc (mg/L)
	Blanco	4.09E-06	4.04E-06	4.02E-06	3.92E-06	4.02E-06	0.000
	1'	1.46E-03	1.47E-03	1.43E-03	1.40E-03	1.44E-03	0.204
	2	1.55E-03	1.55E-03	1.53E-03	1.52E-03	1.53E-03	0.218
	3	1.50E-03	1.46E-03	1.49E-03	1.42E-03	1.47E-03	0.208
	4	1.49E-03	1.48E-03	1.44E-03	1.42E-03	1.47E-03	0.209
	5	5.97E-04	5.88E-04	5.92E-04	5.68E-04	5.86E-04	0.083
	6	5.31E-04	5.27E-04	5.13E-04	5.06E-04	5.19E-04	0.074
	7	5.66E-04	5.53E-04	5.57E-04	5.25E-04	5.57E-04	0.079
	8	5.31E-04	5.77E-04	5.19E-04	5.02E-04	5.32E-04	0.075
	9	6.25E-04	6.59E-04	6.07E-04	6.17E-04	6.27E-04	0.089
	10	6.34E-04	6.77E-04	6.32E-04	6.15E-04	6.39E-04	0.091
	11	1.50E-03	1.49E-03	1.47E-03	1.45E-03	1.48E-03	0.210
	12	5.81E-04	5.97E-04	5.70E-04	5.60E-04	5.77E-04	0.082

% peso
0.01 ± 0.00
4.30 ± 0.01
4.56 ± 0.03
4.36 ± 0.03
4.33 ± 0.04
1.75 ± 0.01
1.57 ± 0.00
1.64 ± 0.01
1.58 ± 0.01
1.88 ± 0.02
1.88 ± 0.02
4.39 ± 0.03
1.71 ± 0.01

DETERMINACION DE ELEMENTOS SOLUBLES

0.05 mL alorados a 100 mL

Dilucion	Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
	Blanco	8.84E-05	9.51E-05	8.05E-05	8.61E-05	8.90E-05	0.012
	1	1.49E-03	1.59E-03	1.48E-03	1.43E-03	1.50E-03	0.213
	2	1.42E-03	1.54E-03	1.38E-03	1.40E-03	1.43E-03	0.203
	3	1.65E-03	1.74E-03	1.65E-03	1.61E-03	1.66E-03	0.236
	4	1.67E-03	1.74E-03	1.65E-03	1.62E-03	1.67E-03	0.237
	5	6.85E-04	7.48E-04	6.84E-04	6.75E-04	6.97E-04	0.099
	6	7.04E-04	7.59E-04	7.06E-04	6.73E-04	7.11E-04	0.101
	7	5.54E-04	6.03E-04	5.53E-04	5.42E-04	5.63E-04	0.080
	8	5.86E-04	6.18E-04	5.68E-04	5.75E-04	5.97E-04	0.083
	9	7.00E-04	7.35E-04	6.77E-04	6.70E-04	6.95E-04	0.099
	10	7.84E-04	8.33E-04	7.68E-04	7.69E-04	7.89E-04	0.112
	11	1.58E-03	1.65E-03	1.54E-03	1.51E-03	1.57E-03	0.222
	12	6.69E-04	7.18E-04	6.59E-04	6.51E-04	6.74E-04	0.096

% peso
0.027 ± 0.000
0.487 ± 0.037
0.446 ± 0.025
0.515 ± 0.031
0.522 ± 0.024
0.217 ± 0.013
0.218 ± 0.012
0.174 ± 0.008
0.192 ± 0.010
0.219 ± 0.008
0.242 ± 0.011
0.488 ± 0.029
0.209 ± 0.010

DESIV STD. INTERVALO DE CONFIANZA
 Conc. (mg/L) Intervalo Lectura 1 Lectura 2 Lectura 3 Lectura 4

0.000	12.92	0.0013	0.000	0.000	0.000
0.039	12.92	0.2549	0.005	0.053	0.019
0.132	12.92	0.4713	0.004	0.087	0.002
0.128	12.92	0.8504	0.020	0.192	0.089
0.171	12.92	0.8276	0.001	0.170	0.033
	12.92	1.1947	0.021	0.247	0.132

El método carece de error sistemático
 CONFIABILIDAD 99.9 %

DESIV STD. INTERVALO DE CONFIANZA
 Conc. (mg/L) Intervalo Lectura 1 Lectura 2 Lectura 3 Lectura 4

0.000	12.92	0.0012	0.000	0.000	0.000
0.004	12.92	0.0088	0.003	0.004	0.001
0.002	12.92	0.0314	0.002	0.002	0.001
0.005	12.92	0.0259	0.005	0.001	0.003
0.003	12.92	0.0406	0.003	0.001	0.004
0.002	12.92	0.0363	0.002	0.003	0.001
0.001	12.92	0.0009	0.002	0.001	0.001
0.001	12.92	0.0114	0.001	0.001	0.000
0.004	12.92	0.0105	0.000	0.006	0.002
0.003	12.92	0.0155	0.000	0.005	0.003
0.004	12.92	0.0248	0.001	0.005	0.001
0.003	12.92	0.0253	0.003	0.002	0.002
0.002	12.92	0.0126	0.001	0.003	0.001

El método carece de error sistemático
 CONFIABILIDAD 99.9 %

DESIV STD. INTERVALO DE CONFIANZA
 Conc. (mg/L) Intervalo Lectura 1 Lectura 2 Lectura 3 Lectura 4

0.000	5.84	0.0000	0.000	0.001	0.000
0.010	5.84	0.0368	0.001	0.014	0.010
0.010	5.84	0.0246	0.002	0.015	0.008
0.008	5.84	0.0306	0.002	0.011	0.001
0.008	5.84	0.0238	0.000	0.011	0.002
0.004	5.84	0.0129	0.002	0.007	0.002
0.005	5.84	0.0116	0.001	0.007	0.001
0.004	5.84	0.0276	0.001	0.006	0.001
0.003	5.84	0.0097	0.000	0.004	0.003
0.004	5.84	0.0077	0.001	0.006	0.003
0.004	5.84	0.0106	0.001	0.006	0.003
0.009	5.84	0.0287	0.001	0.013	0.004
0.004	5.84	0.0099	0.001	0.006	0.002

El método carece de error sistemático
 CONFIABILIDAD 99 %

ELEMENTO: Hierro

ESPECTROFOTOMETRO

LONGITUD DE ONDA
VOLTAJE DEL FOTOMULTIPLICADOR
SLIT

Varian SpectraA 10Plus
248.3 nm
353.0 v
0.2

CURVA DE CALIBRACION

Conc. (mg/L)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
0	1.36E-05	1.43E-05	1.36E-05	1.30E-05	1.36E-05	0.00
1	1.07E-02	1.12E-02	1.04E-02	1.01E-02	1.06E-02	0.97
2	2.13E-02	2.29E-02	2.09E-02	2.04E-02	2.13E-02	1.95
3	3.27E-02	3.41E-02	3.19E-02	3.15E-02	3.26E-02	2.98
4	4.22E-02	4.54E-02	4.08E-02	4.15E-02	4.25E-02	3.89
5	5.47E-02	5.71E-02	5.46E-02	5.40E-02	5.51E-02	5.04

m = 91.465

b = -3.07E-04

r = -0.99962

LIMITE DE DETECCION:

1.09E-05 mg/L

MINOR LECTURA CONFIABLE:

2.19E-05 mg/L

LIMITE DE CUANTIFICACION:

1.09E-04 mg/L

DETERMINACION DE ELEMENTOS TOTALES

0.10 mL alícuotas a 100 mL

Dilución	Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
	Blanco	1.20E-05	1.20E-05	1.17E-05	1.15E-05	1.18E-05	0.001
1	1	7.84E-03	7.84E-03	7.77E-03	7.76E-03	7.76E-03	0.709
1	1	7.85E-03	7.66E-03	7.69E-03	7.70E-03	7.75E-03	0.709
2	2	8.16E-03	8.17E-03	8.15E-03	8.15E-03	8.07E-03	0.730
2	2	8.07E-03	7.89E-03	8.02E-03	7.98E-03	7.99E-03	0.730
3	3	7.58E-03	7.32E-03	7.46E-03	7.35E-03	7.43E-03	0.679
3	3	7.64E-03	7.70E-03	7.46E-03	7.42E-03	7.56E-03	0.691
4	4	7.90E-03	7.65E-03	7.94E-03	7.79E-03	7.82E-03	0.715
4	4	7.93E-03	8.53E-03	7.95E-03	7.59E-03	7.96E-03	0.728
5	5	8.53E-03	9.09E-03	8.47E-03	8.15E-03	8.56E-03	0.783
5	5	8.24E-03	8.82E-03	8.24E-03	8.09E-03	8.35E-03	0.763
a	a	6.01E-03	7.89E-03	7.91E-03	7.78E-03	7.89E-03	0.721
b	b	7.97E-03	8.19E-03	8.65E-03	7.73E-03	7.95E-03	0.726

DETERMINACION DE ELEMENTOS SOLUBLES

0.50 mL alícuotas a 100 mL

Dilución	Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
	Blanco	1.20E-06	1.30E-06	1.21E-06	1.14E-06	1.21E-06	0.000
1	1	3.63E-04	3.88E-04	3.51E-04	3.52E-04	3.64E-04	0.033
1	1	3.67E-04	3.85E-04	3.53E-04	3.48E-04	3.63E-04	0.033
2	2	3.68E-04	3.92E-04	3.57E-04	3.64E-04	3.70E-04	0.034
2	2	3.70E-04	3.91E-04	3.70E-04	3.57E-04	3.72E-04	0.034
3	3	4.00E-04	4.17E-04	4.02E-04	3.87E-04	4.02E-04	0.036
3	3	3.94E-04	4.28E-04	3.96E-04	3.74E-04	3.98E-04	0.036
4	4	4.23E-04	4.48E-04	4.11E-04	4.18E-04	4.25E-04	0.039
4	4	4.30E-04	4.46E-04	4.33E-04	4.10E-04	4.30E-04	0.039
5	5	4.50E-04	4.84E-04	4.54E-04	4.23E-04	4.53E-04	0.041
5	5	4.60E-04	4.92E-04	4.60E-04	4.35E-04	4.62E-04	0.042
a	a	3.67E-04	3.89E-04	3.68E-04	3.55E-04	3.67E-04	0.033
b	b	4.26E-04	4.53E-04	4.26E-04	4.06E-04	4.28E-04	0.039

DES. STD. Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA I (99.9%)				99.9 %
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	
0.000	12.92	0.0017	0.000	0.000	0.000
0.041	12.92	0.2656	0.010	0.053	0.021
0.105	12.92	0.6813	0.002	0.149	0.068
0.108	12.92	0.6859	0.012	0.144	0.058
0.187	12.92	1.2074	0.027	0.270	0.151
0.125	12.92	0.8058	0.036	0.182	0.042

El método carece de error sistemático

CONFIAZILIDAD

DES. STD. Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA I (99.9%)				99.9 %
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	
0.000	12.92	0.0008	0.000	0.000	0.000
0.011	12.92	0.0671	0.008	0.007	0.001
0.012	12.92	0.0513	0.018	0.008	0.004
0.016	12.92	0.0671	0.008	0.008	0.009
0.007	12.92	0.1021	0.008	0.008	0.003
0.010	12.92	0.0462	0.014	0.009	0.003
0.012	12.92	0.0339	0.008	0.013	0.009
0.012	12.92	0.0437	0.007	0.016	0.011
0.012	12.92	0.2422	0.003	0.052	0.015
0.037	12.92	0.2959	0.003	0.048	0.008
0.035	12.92	0.1830	0.010	0.043	0.010
0.029	12.92	0.0788	0.010	0.008	0.005
0.009	12.92	0.1439	0.007	0.030	0.009
0.017	12.92				

El método carece de error sistemático

CONFIAZILIDAD

DES. STD. Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA I (99.9%)				99.9 %
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	
0.000	5.84	0.0000	0.000	0.000	0.000
0.001	5.84	0.0046	0.000	0.002	0.001
0.001	5.84	0.0049	0.000	0.002	0.001
0.001	5.84	0.0039	0.000	0.002	0.001
0.001	5.84	0.0038	0.000	0.002	0.001
0.001	5.84	0.0048	0.000	0.001	0.000
0.002	5.84	0.0027	0.000	0.003	0.000
0.001	5.84	0.0038	0.000	0.002	0.001
0.001	5.84	0.0043	0.000	0.002	0.000
0.001	5.84	0.0048	0.000	0.003	0.000
0.002	5.84	0.0039	0.000	0.003	0.000
0.002	5.84	0.0059	0.000	0.003	0.000
0.001	5.84	0.0038	0.000	0.002	0.001
0.001	5.84	0.0033	0.000	0.002	0.000

El método carece de error sistemático

CONFIAZILIDAD

ELEMENTO: Magnesio

ESPECTROFOTOMETRO
LONGITUD DE ONDA
VOLTAJE DEL FOTOMULTIPLICADOR
SLIT

Varian SpectraA 10Plus
202.6 nm
381.1 v
1.0

CURVA DE CALIBRACION

Conc. (mg/L)	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3	Leitura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
0	7.65E-05	8.33E-05	7.41E-05	7.37E-05	7.69E-05	0.00
1	2.10E-02	2.28E-02	2.08E-02	1.99E-02	2.11E-02	0.99
2	4.04E-02	4.37E-02	4.03E-02	3.96E-02	4.11E-02	1.92
3	5.99E-02	6.32E-02	5.97E-02	5.74E-02	6.01E-02	2.81
4	8.08E-02	8.50E-02	7.81E-02	7.85E-02	8.05E-02	3.77
5	1.08E-01	1.18E-01	1.08E-01	1.04E-01	1.09E-01	5.12

m = 46.796
b = -1.11E-03
r = 0.99754

LIMITE DE DETECCION: 1.99E-05 mg/L
MINOR LECTURA CONFIABLE: 3.88E-05 mg/L
LIMITE DE CUANTIFICACION: 1.99E-04 mg/L

DETERMINACION DE ELEMENTOS TOTALES

Dilucion	Muestra	0.10 mL alorados a 100 mL	Leitura 2	Leitura 3	Leitura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
	Blanco		9.01E-05	9.00E-05	8.66E-05	8.66E-05	0.003
	1		6.88E-03	6.63E-03	6.84E-03	6.65E-03	0.315
	1'		7.01E-03	6.91E-03	6.97E-03	6.89E-03	0.321
	2		4.95E-03	4.99E-03	4.83E-03	4.94E-03	0.230
	2'		5.23E-03	5.05E-03	5.14E-03	5.10E-03	0.238
	3		3.32E-03	3.33E-03	3.23E-03	3.27E-03	0.152
	3'		3.14E-03	3.04E-03	3.04E-03	3.07E-03	0.142
	4		1.87E-03	1.85E-03	1.84E-03	1.83E-03	0.085
	4'		1.92E-03	2.03E-03	1.85E-03	1.84E-03	0.088
	5		3.64E-03	3.92E-03	3.51E-03	3.52E-03	0.170
	5'		3.77E-03	4.05E-03	3.63E-03	3.71E-03	0.176
	8		6.02E-03	5.90E-03	5.89E-03	5.79E-03	0.276
	b		2.94E-03	3.04E-03	2.85E-03	2.86E-03	0.136

	% peso
0.05 ± 0.00	7.99 ± 0.05
0.05 ± 0.01	8.22 ± 0.01
0.03 ± 0.03	5.78 ± 0.03
0.04 ± 0.03	6.02 ± 0.03
0.02 ± 0.02	3.87 ± 0.01
0.01 ± 0.01	3.64 ± 0.02
0.00 ± 0.00	2.17 ± 0.00
0.03 ± 0.03	2.27 ± 0.03
0.008 ± 0.04	4.28 ± 0.04
0.007 ± 0.03	4.46 ± 0.03
0.004 ± 0.03	7.00 ± 0.03
0.003 ± 0.02	3.45 ± 0.02

DETERMINACION DE ELEMENTOS SOLUBLES

Dilucion:	Muestra	0.10 mL alorados a 100 mL	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3	Promedio	Conc. (mg/L)
	Blanco		4.57E-05	4.80E-05	4.40E-05	4.50E-05	0.001
	1		1.89E-04	2.01E-04	1.88E-04	1.93E-04	0.008
	1'		1.94E-04	2.09E-04	1.93E-04	1.86E-04	0.008
	2		1.85E-04	2.07E-04	1.94E-04	1.95E-04	0.008
	2'		1.99E-04	2.17E-04	1.96E-04	1.85E-04	0.009
	3		2.07E-04	2.18E-04	2.01E-04	2.06E-04	0.009
	3'		2.32E-04	2.25E-04	2.08E-04	2.14E-04	0.010
	4		2.38E-04	2.54E-04	2.37E-04	2.30E-04	0.010
	4'		1.75E-04	1.83E-04	1.71E-04	1.69E-04	0.007
	5		1.51E-04	1.58E-04	1.48E-04	1.52E-04	0.006
	a		1.94E-04	2.08E-04	1.92E-04	1.85E-04	0.008
	b		2.02E-04	2.15E-04	1.99E-04	1.96E-04	0.008

DESV STD	Intervalo	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3	Leitura 4
Conc. (mg/L)	t (99.9%)	12.92	0.000	0.000	0.000
		0.001	0.0058	0.000	0.000
		0.052	0.3380	0.004	0.013
		0.083	0.5358	0.032	0.125
		0.111	0.7165	0.008	0.034
		0.150	0.9712	0.012	0.016
		0.268	1.7188	0.069	0.382

El método carece de error sistemático
99.9 %
CONFIABILIDAD

DESV STD	Intervalo	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3	Leitura 4
Conc. (mg/L)	t (99.9%)	12.92	0.000	0.000	0.000
		0.001	0.0049	0.000	0.000
		0.005	0.0476	0.006	0.006
		0.006	0.1119	0.006	0.004
		0.003	0.1292	0.008	0.004
		0.004	0.1282	0.006	0.002
		0.002	0.0339	0.006	0.002
		0.002	0.0051	0.002	0.002
		0.001	0.0209	0.003	0.001
		0.001	0.0017	0.001	0.001
		0.000	0.0019	0.000	0.000
		0.003	0.0334	0.000	0.006
		0.008	0.0379	0.000	0.013
		0.007	0.0305	0.001	0.012
		0.004	0.0277	0.004	0.003
		0.003	0.0206	0.001	0.006

El método carece de error sistemático
99.9 %
CONFIABILIDAD

DESV STD	Intervalo	Leitura 1	Leitura 2	Leitura 3	Leitura 4
Conc. (mg/L)	t (99%)	5.84	0.000	0.000	0.000
		0.001	0.0006	0.000	0.000
		0.001	0.0015	0.001	0.000
		0.001	0.0009	0.003	0.001
		0.001	0.0007	0.000	0.001
		0.001	0.0008	0.000	0.000
		0.001	0.0009	0.000	0.000
		0.000	0.0005	0.000	0.001
		0.000	0.0007	0.000	0.000
		0.001	0.0009	0.000	0.000
		0.001	0.0009	0.000	0.000
		0.001	0.0007	0.000	0.000
		0.001	0.0007	0.000	0.000

El método carece de error sistemático
99 %
CONFIABILIDAD

ELEMENTO: Manganeso

ESPECTROFOTOMETRO
LONGITUD DE ONDA
VOLTAJE DEL FOTOMULTIPLICADOR
SLIT

Varian SpectrAA 10Plus
202.6 nm
381.1 V
1.0

CURVA DE CALIBRACION

Conc. (mg/L)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
0	2.57E-06	2.68E-06	2.55E-06	2.45E-06	2.57E-06	0.00
1	1.05E-03	1.12E-03	1.01E-03	1.01E-03	1.05E-03	1.03
2	2.14E-03	2.29E-03	2.09E-03	2.07E-03	2.15E-03	2.12
3	3.08E-03	3.36E-03	2.97E-03	3.00E-03	3.11E-03	3.06
4	3.95E-03	4.26E-03	3.92E-03	3.84E-03	3.99E-03	3.94
5	5.10E-03	5.49E-03	5.05E-03	4.90E-03	5.14E-03	5.06

$m = 985.734$
 $b = 3.94E-05$
 $r = 0.99944$

LIMITE DE DETECCION: 3.79E-05 mg/L
MENOR LECTURA CONFIABLE: 7.58E-05 mg/L
LIMITE DE CUANTIFICACION: 3.79E-04 mg/L

DETERMINACION DE ELEMENTOS TOTALES

0.10 mL alorados a 100 mL

Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
Blanco	9.01E-06	8.74E-06	8.71E-06	8.83E-06	8.82E-06	0.009
1	6.88E-04	6.94E-04	6.92E-04	6.70E-04	6.86E-04	0.676
2	4.95E-04	4.81E-04	4.82E-04	4.83E-04	4.85E-04	0.683
2	5.23E-04	5.08E-04	5.11E-04	5.12E-04	5.13E-04	0.506
3	3.32E-04	3.28E-04	3.31E-04	3.21E-04	3.28E-04	0.324
3	3.14E-04	3.13E-04	3.10E-04	3.07E-04	3.11E-04	0.307
4	1.87E-04	1.85E-04	1.85E-04	1.82E-04	1.85E-04	0.182
4	1.92E-04	2.01E-04	1.93E-04	1.85E-04	1.93E-04	0.180
5	3.64E-04	3.94E-04	3.57E-04	3.50E-04	3.66E-04	0.361
5	3.77E-04	3.97E-04	3.67E-04	3.69E-04	3.78E-04	0.372
a	6.02E-04	5.94E-04	5.93E-04	5.89E-04	5.94E-04	0.586
b	2.84E-04	3.03E-04	2.91E-04	2.86E-04	2.93E-04	0.289

%peso
0.002 ± 0.000
0.052 ± 0.004
0.054 ± 0.004
0.051 ± 0.008
0.053 ± 0.006
0.056 ± 0.006
0.057 ± 0.006
0.058 ± 0.013
0.059 ± 0.016
0.054 ± 0.018
0.055 ± 0.016
0.053 ± 0.005
0.056 ± 0.011

DETERMINACION DE ELEMENTOS SOLUBLES

0.10 mL alorados a 100 mL

Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
Blanco	4.57E-06	4.91E-06	4.57E-06	4.48E-06	4.63E-06	0.005
1	1.89E-06	1.97E-06	1.81E-06	1.87E-06	1.87E-06	0.002
1	1.94E-06	2.07E-06	1.89E-06	1.86E-06	1.94E-06	0.002
2	1.95E-06	2.07E-06	1.89E-06	1.87E-06	1.94E-06	0.002
2	1.99E-06	2.08E-06	1.95E-06	1.88E-06	1.98E-06	0.002
3	2.07E-06	2.24E-06	2.05E-06	2.05E-06	2.10E-06	0.002
3	2.14E-06	2.23E-06	2.10E-06	2.02E-06	2.12E-06	0.002
4	2.32E-06	2.50E-06	2.33E-06	2.28E-06	2.34E-06	0.002
4	2.35E-06	2.49E-06	2.29E-06	2.23E-06	2.34E-06	0.002
5	1.75E-06	1.84E-06	1.70E-06	1.70E-06	1.75E-06	0.002
5	1.51E-06	1.59E-06	1.47E-06	1.46E-06	1.51E-06	0.002
a	1.94E-06	2.05E-06	1.89E-06	1.86E-06	1.93E-06	0.002
b	2.02E-06	2.15E-06	1.99E-06	1.94E-06	2.03E-06	0.002

DES. STD Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA t (99.9%)			
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3
0.000	12.92	0.0309	0.000	0.000
0.051	12.92	0.3297	0.003	0.000
0.097	12.92	0.6256	0.009	0.038
0.175	12.92	1.1327	0.017	0.056
0.182	12.92	1.1728	0.042	0.103
0.246	12.92	1.5899	0.037	0.074
			0.348	0.148
			0.681	0.230

El método carece de error sistemático
CONFIABILIDAD 99.9 %

DES. STD Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA t (99.9%)			
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3
0.000	12.92	0.0005	0.000	0.000
0.011	12.92	0.0037	0.002	0.006
0.006	12.92	0.0073	0.008	0.006
0.007	12.92	0.0013	0.010	0.002
0.008	12.92	0.0060	0.009	0.003
0.006	12.92	0.0037	0.004	0.003
0.005	12.92	0.0073	0.003	0.001
0.003	12.92	0.0101	0.002	0.000
0.002	12.92	0.0152	0.001	0.008
0.008	12.92	0.0112	0.002	0.027
0.019	12.92	0.0172	0.001	0.019
0.013	12.92	0.0048	0.007	0.004
0.005	12.92	0.0149	0.002	0.009
0.007	12.92	0.0149	0.002	0.004

El método carece de error sistemático
CONFIABILIDAD 99.9 %

DES. STD Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA t (99.9%)			
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3
0.000	5.84	0.0000	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0009	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0009	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0010	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0005	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0009	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0007	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0008	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0008	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0008	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0008	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0005	0.000	0.000
0.000	5.84	0.0009	0.000	0.000

El método carece de error sistemático
CONFIABILIDAD 99 %

ELEMENTO: Silicio

ESPECTROFOTOMETRO
LONGITUD DE ONDA
VOLTAJE DEL FOTOMULTIPLICADOR
SLIT

Varian SpectrAA 10Plus
251.6 nm
347.2 v
0.2

CURVA DE CALIBRACION

Conc. (mg/L)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
0	2.34E-05	2.53E-05	2.28E-05	2.28E-05	2.36E-05	0.00
1	4.05E-02	4.33E-02	4.01E-02	3.98E-02	4.09E-02	0.99
2	8.19E-02	8.85E-02	8.28E-02	7.75E-02	8.26E-02	2.00
3	1.25E-01	1.32E-01	1.20E-01	1.19E-01	1.24E-01	2.99
4	1.58E-01	1.72E-01	1.59E-01	1.49E-01	1.59E-01	3.85
5	2.10E-01	2.23E-01	2.03E-01	2.03E-01	2.10E-01	5.07

$$m = 24.204$$

$$b = -4.58E-04$$

$$r = 0.99928$$

LIMITE DE DETECCION:

3.25E-05 mg/L

MINOR LECTURA CONFIABLE:

6.50E-05 mg/L

LIMITE DE CUANTIFICACION:

3.25E-04 mg/L

DETERMINACION DE ELEMENTOS TOTALES

Dilución 0.10 mL alorados a 100 mL

Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
Blanco	1.20E-05	1.20E-05	1.16E-05	1.14E-05	1.17E-05	0.000
1	8.40E-03	8.23E-03	8.40E-03	8.01E-03	8.26E-03	0.199
1'	8.56E-03	8.62E-03	8.31E-03	8.32E-03	8.45E-03	0.204
2	8.97E-03	8.79E-03	8.74E-03	8.49E-03	8.74E-03	0.211
2'	8.62E-03	8.89E-03	8.86E-03	8.35E-03	8.73E-03	0.211
3	7.41E-03	7.48E-03	7.43E-03	7.41E-03	7.41E-03	0.179
3'	7.33E-03	7.16E-03	7.15E-03	7.19E-03	7.21E-03	0.174
4	8.03E-03	7.95E-03	7.93E-03	7.80E-03	7.93E-03	0.191
4'	8.12E-03	8.84E-03	8.08E-03	7.95E-03	8.25E-03	0.199
5	7.94E-03	8.36E-03	7.72E-03	7.59E-03	7.91E-03	0.184
5'	7.59E-03	8.09E-03	7.49E-03	7.29E-03	7.69E-03	0.184
a	8.69E-03	8.63E-03	8.58E-03	8.29E-03	8.55E-03	0.206
b	7.74E-03	7.98E-03	7.63E-03	7.53E-03	7.72E-03	0.186

	%peso
0.01 ±	0.01
3.94 ±	0.03
4.01 ±	0.02
4.19 ±	0.02
4.16 ±	0.03
3.48 ±	0.02
3.44 ±	0.01
3.79 ±	0.02
3.89 ±	0.05
3.84 ±	0.05
3.85 ±	0.03
4.07 ±	0.02
3.68 ±	0.03

DETERMINACION DE ELEMENTOS SOLUBLES

Dilución: 1.00 mL alorados a 100 mL

Muestra	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
Blanco	1.20E-07	1.18E-07	1.19E-07	1.16E-07	1.18E-07	0.000
1	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
1'	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
2	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
2'	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
3	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
3'	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
4	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
4'	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
5	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
5'	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
a	ND	ND	ND	ND	ND	0.000
b	ND	ND	ND	ND	ND	0.000

DES. STD Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA			
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3
0.000	12.92	0.000	0.000	0.000
0.009	12.92	0.0287	0.001	0.000
0.109	12.92	0.0242	0.003	0.004
0.150	12.92	0.0163	0.006	0.001
0.224	12.92	0.0342	0.002	0.004
0.228	12.92	0.0161	0.000	0.002
	12.92	0.0127	0.003	0.001
	12.92	0.0238	0.002	0.001
	12.92	0.0520	0.003	0.014
	12.92	0.0473	0.001	0.011
	12.92	0.0348	0.001	0.012
	12.92	0.0194	0.003	0.002
	12.92	0.0305	0.002	0.007

El método carece de error sistemático

CONFIABILIDAD 99.9 %

DES. STD Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA			
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3
0.000	12.92	0.0145	0.000	0.000
0.004	12.92	0.0287	0.003	0.001
0.003	12.92	0.0242	0.003	0.004
0.005	12.92	0.0163	0.006	0.001
0.006	12.92	0.0342	0.002	0.004
0.001	12.92	0.0161	0.000	0.002
0.002	12.92	0.0127	0.003	0.001
0.002	12.92	0.0238	0.002	0.001
0.009	12.92	0.0520	0.003	0.014
0.008	12.92	0.0473	0.001	0.011
0.008	12.92	0.0348	0.001	0.012
0.004	12.92	0.0194	0.003	0.002
0.004	12.92	0.0305	0.002	0.007

El método carece de error sistemático

CONFIABILIDAD 99.9 %

DES. STD Conc. (mg/L)	INTERVALO DE CONFIANZA			
	Intervalo	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3
0.000	12.92	0.0061	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000
0.000	12.92	0.0000	0.000	0.000

El método carece de error sistemático

CONFIABILIDAD 99.9 %

CONFIABILIDAD

ELEMENTO: Sodio

FLAMOMETRO

Coming 400

CURVA DE CALIBRACION

Conc. (mg/L)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4	Promedio	Conc. (mg/L)
0	1.07E-06	1.16E-06	1.04E-06	1.05E-06	1.08E-06	0.00
1	2.86E-04	3.08E-04	2.76E-04	2.75E-04	2.86E-04	1.02
2	5.62E-04	5.98E-04	5.42E-04	5.32E-04	5.58E-04	1.99
3	8.46E-04	9.13E-04	8.26E-04	8.07E-04	8.46E-04	3.02
4	1.14E-03	1.21E-03	1.14E-03	1.09E-03	1.14E-03	4.07
5	1.40E-03	1.48E-03	1.36E-03	1.36E-03	1.40E-03	4.96

$$m = 3554.772$$

$$b = 2.82E-06$$

$$r = 0.99982$$

LIMITE DE DETECCION: 2.79E-05 mg/L
MINOR LECTURA CONFIABLE: 5.99E-05 mg/L
LIMITE DE CUANTIFICACION: 2.79E-04 mg/L

DETERMINACION DE ELEMENTOS TOTALES

Dilución	0.10 mL alorados a 100 mL			
	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
Blanco	5.64E-04	5.92E-04	5.73E-04	5.88E-04
1	6.08E-04	5.85E-04	6.05E-04	5.76E-04
2	6.09E-04	5.89E-04	6.12E-04	5.81E-04
3	6.21E-04	6.14E-04	5.96E-04	5.82E-04
4	6.22E-04	6.01E-04	6.18E-04	6.03E-04
5	5.89E-04	6.29E-04	5.98E-04	5.75E-04
6	6.04E-04	6.33E-04	6.01E-04	5.92E-04
a	6.02E-04	5.92E-04	6.02E-04	5.81E-04
b	6.15E-04	6.27E-04	6.14E-04	5.98E-04

	% peso
41.170 ± 0.00	
2.370 ± 0.12	
2.366 ± 0.15	
2.307 ± 0.11	
2.302 ± 0.10	
2.427 ± 0.06	
2.408 ± 0.16	
2.415 ± 0.06	
2.482 ± 0.25	
2.390 ± 0.27	
2.378 ± 0.23	
2.338 ± 0.12	
2.416 ± 0.18	

DETERMINACION DE ELEMENTOS SOLUBLES

Dilución	0.05 mL alorados a 100 mL			
	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
Blanco	4.57E-06	4.79E-06	4.39E-06	4.38E-06
1	6.00E-04	6.38E-04	6.79E-04	6.90E-04
2	5.87E-04	6.14E-04	5.96E-04	5.76E-04
3	5.89E-04	6.13E-04	5.83E-04	5.80E-04
4	6.07E-04	6.31E-04	6.06E-04	5.93E-04
5	6.23E-04	6.69E-04	6.57E-04	6.90E-04
6	5.91E-04	6.33E-04	5.96E-04	6.08E-04
a	5.96E-04	6.39E-04	5.84E-04	5.72E-04
b	6.07E-04	6.27E-04	6.05E-04	5.77E-04

INTERVALO DE CONFIANZA

DESV. STD. Conc. (mg/L)	Intervalo (99.9%)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.000	12.92	0.0012	0.000	0.000	0.000
0.054	12.92	0.3495	0.001	0.077	0.037
0.103	12.92	0.6677	0.013	0.140	0.058
0.163	12.92	1.0502	0.008	0.228	0.073
0.178	12.92	1.1509	0.017	0.231	0.100
0.173	12.92	1.1194	0.013	0.240	0.112

El método carece de error sistemático.

CONFIABILIDAD: 99.9 %

INTERVALO DE CONFIANZA

DESV. STD. Conc. (mg/L)	Intervalo (99%)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.055	5.84	0.0034	0.245	0.323	0.229
0.054	5.84	0.1158	0.049	0.020	0.038
0.054	5.84	0.1512	0.040	0.031	0.051
0.017	5.84	0.1094	0.012	0.004	0.008
0.025	5.84	0.1042	0.015	0.010	0.013
0.043	5.84	0.0587	0.021	0.008	0.043
0.025	5.84	0.1616	0.017	0.018	0.027
0.031	5.84	0.0942	0.031	0.043	0.010
0.116	5.84	0.2508	0.015	0.163	0.040
0.079	5.84	0.2678	0.005	0.101	0.005
0.063	5.84	0.2321	0.012	0.090	0.023
0.038	5.84	0.1176	0.029	0.016	0.028
0.043	5.84	0.1778	0.017	0.070	0.025

El método carece de error sistemático.

CONFIABILIDAD: 99 %

INTERVALO DE CONFIANZA

DESV. STD. Conc. (mg/L)	Intervalo (99%)	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Lectura 4
0.001	5.84	0.0000	0.000	0.001	0.000
0.091	5.84	0.2226	0.006	0.129	0.082
0.097	5.84	0.2937	0.007	0.134	0.032
0.076	5.84	0.2989	0.000	0.065	0.003
0.054	5.84	0.2889	0.007	0.078	0.030
0.047	5.84	0.3207	0.007	0.096	0.051
0.056	5.84	0.2538	0.008	0.078	0.013
0.119	5.84	0.2838	0.010	0.162	0.059
0.102	5.84	0.3216	0.016	0.148	0.068
0.089	5.84	0.2779	0.024	0.123	0.008
0.095	5.84	0.1910	0.015	0.138	0.058
0.077	5.84	0.2687	0.005	0.106	0.037
0.087	5.84	0.2655	0.013	0.124	0.042

El método carece de error sistemático.

CONFIABILIDAD: 99 %

Apéndice 4. Difracción y fluorescencia de rayos X

A4.1. Resultados de los análisis de difracción de rayos X

En esta sección se reportan los datos correspondientes a los difractogramas [2] resultantes de analizar las muestras compuestas 1 a 5 y los materiales obtenidos después de aplicar los 12 procesos de estabilización que se propusieron en el capítulo 2.5.

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.94, 2.72, 4.07, 3.88, 3.62, 2.47, 1.76, 2.03
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.63, 2.75, 7.29, 1.95, 2.03, 1.85, 1.81, 1.56
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	9.98, 4.48, 3.32, 2.63, 1.56, 2.40, 1.62, 4.97
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.06, 2.28, 2.08, 1.92, 1.88, 2.46, 3.87, 1.55
Sulfato de magnesio	3.61, 2.60, 3.38, 2.35, 1.41, 1.63, 2.17, 2.03	3.60, 2.63, 3.39, 2.36, 1.42, 1.63, 2.21, 2.01
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.37, 1.84, 4.31, 1.37, 1.56, 1.38, 2.17, 2.00
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.52, 1.60, 1.45, 2.06, 2.95, 1.11, 0.86, 4.84

Tabla A4.1. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 1

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.98, 2.68, 4.07, 3.84, 3.63, 2.49, 2.00
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.65, 2.78, 7.33, 1.98, 2.01, 1.85, 1.82, 1.54
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	9.97, 4.55, 3.29, 2.68, 1.56, 1.60, 4.99
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.07, 2.25, 2.09, 1.91, 1.82, 2.48, 3.84, 1.57
Sulfato de magnesio	3.61, 2.60, 3.38, 2.35, 1.41, 1.63, 2.17, 2.03	3.58, 2.59, 3.41, 2.36, 1.40, 1.69, 2.23, 2.02
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.35, 1.82, 4.30, 1.36, 1.51, 1.37, 2.19, 2.11
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.51, 1.67, 1.44, 2.06, 2.95, 0.87, 4.85

Tabla A4.2. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 2

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.88, 2.72, 4.08, 3.84, 3.63, 2.45, 1.77, 2.08
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.64, 2.74, 7.26, 1.92, 2.02, 1.81, 1.86
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	10.05, 4.48, 3.35, 2.61, 1.57, 2.37, 1.65, 4.99
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.08, 2.22, 2.12, 1.94, 1.81, 2.49, 3.87, 1.57
Sulfato de magnesio	3.61, 2.60, 3.38, 2.35, 1.41, 1.63, 2.17, 2.03	3.61, 2.64, 3.40, 2.37, 1.42, 1.63, 2.15, 1.98
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.34, 1.82, 4.30, 1.36, 1.57, 1.45, 2.17, 2.06
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.50, 1.63, 1.48, 2.06, 2.91, 1.13, 0.86, 4.80

Tabla A4.3. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 3

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.92, 2.74, 4.13, 3.88, 2.44, 1.80, 2.06
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.61, 2.77, 7.32, 1.94, 2.04, 1.89, 1.80, 1.54
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	9.99, 4.45, 3.31, 2.64, 1.57, 2.41, 1.60, 4.98
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.07, 2.29, 2.09, 1.96, 1.87, 2.54, 3.89, 1.55
Sulfato de magnesio	3.61, 2.60, 3.38, 2.35, 1.41, 1.63, 2.17, 2.03	3.63, 2.65, 3.37, 2.35, 1.41, 1.64, 2.22, 2.08
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.39, 1.84, 4.36, 1.34, 1.38, 2.16, 2.02
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.53, 1.67, 1.44, 2.08, 2.90, 1.12, 0.87, 4.83

Tabla A4.4. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 4

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.96, 2.74, 4.09, 3.85, 3.61, 2.43, 1.79, 2.05
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.62, 2.79, 7.32, 1.97, 2.03, 1.80, 1.86, 1.57
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	9.96, 4.48, 3.33, 2.67, 1.57, 2.41, 1.67
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.05, 2.30, 2.11, 1.94, 1.86, 2.49, 3.84, 1.58
Sulfato de magnesio	3.61, 2.60, 3.38, 2.35, 1.41, 1.63, 2.17, 2.03	3.60, 2.56, 3.37, 2.32, 1.37, 1.63, 2.01
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.36, 1.81, 4.34, 1.40, 1.56, 1.39, 2.13, 2.06
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.53, 1.64, 1.47, 2.08, 2.97, 1.13, 0.88, 4.80

Tabla A4.5. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de la muestra compuesta 5

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.95, 2.73, 4.04, 3.86, 3.61, 2.44, 1.78, 2.05
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.67, 2.72, 7.25, 1.97, 1.85, 1.85, 1.54
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	10.02, 4.45, 3.36, 2.64, 1.52, 2.41, 1.64, 4.99
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.04, 2.29, 2.07, 1.91, 1.86, 3.89, 1.54
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.36, 1.83, 4.33, 1.39, 1.56, 1.34, 2.19, 2.05
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.51, 1.62, 1.45, 2.04, 2.97, 1.11, 4.86

Tabla A4.6. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del material resultante del proceso LASM (sección 2.5.1), después de 8 lavados y molienda a 325 mesh.

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.95, 2.71, 4.06, 3.84, 3.60, 2.45, 1.78, 2.02
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.67, 2.74, 7.28, 1.93, 1.82, 1.83, 1.54
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	9.99, 4.48, 3.31, 2.62, 1.54, 2.44, 1.66, 4.98
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.56, 3.07, 4.24, 2.69, 2.91, 3.81, 1.92, 2.06
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.38, 1.84, 4.30, 1.38, 1.58, 2.17, 2.04
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.55, 1.60, 1.47, 2.08, 2.94, 1.13, 4.85

Tabla A4.7. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del material resultante del proceso LAAASM (sección 2.5.2), después de 9 lavados y molienda a 325 mesh.

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.93, 2.72, 4.09, 3.86, 3.65, 2.49, 1.75, 2.04
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.63, 2.78, 7.32, 1.96, 2.01, 1.84, 1.80, 1.56
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	9.97, 4.46, 3.31, 2.65, 1.54, 2.46, 1.68, 4.96
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.05, 2.27, 2.12, 1.91, 1.87, 3.85, 1.57
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.36, 1.85, 4.32, 1.37, 1.58, 1.37, 2.14, 2.03
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.54, 1.59, 1.46, 2.09, 2.95, 1.07, 0.87, 4.83

Tabla A4.8. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del material resultante del proceso LA (sección 2.5.3), después de 8 lavados y molienda a 325 mesh.

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.63, 2.78, 7.27, 1.94, 2.04, 1.85, 1.86, 1.52
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.55, 3.07, 4.28, 2.68, 2.91, 3.80, 1.92, 2.05
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.36, 1.84, 4.34, 1.36, 1.55, 2.14, 2.02
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.50, 1.62, 1.45, 2.06, 2.95, 1.13, 0.88, 4.80

Tabla A4.9. Resultados de los análisis de difracción de rayos X del material resultante de aplicar el proceso LAAA (sección 2.5.4), después de 10 lavados, molienda a 325 mesh y con un ataque ácido como parte del proceso.

Material	Picos teóricos ($2 * d * \sin \theta$)	Picos detectados ($2 * d * \sin \theta$)
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.66, 2.78, 7.33, 1.94, 2.05, 1.83, 1.82, 1.59
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.53, 3.06, 4.29, 2.70, 2.85, 3.81, 1.90, 2.07
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.35, 1.83, 4.30, 1.38, 1.52, 1.39, 2.15, 2.03
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.50, 1.61, 1.44, 2.05, 2.91, 1.14, 0.88, 4.80

Tabla A4.10. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido resultante de aplicar el primer filtrado del proceso FDR (325 mesh).

Material	Picos teóricos ($2 * d * \sin \theta$)	Picos detectados ($2 * d * \sin \theta$)
Hidróxido de cromo (III)	4.61, 3.35, 4.89, 2.25, 3.88, 3.07, 1.14, 1.95	4.59, 3.32, 4.89, 2.26, 3.84, 3.06, 1.17, 1.96
Hidróxido de calcio	2.63, 4.90, 1.93, 3.11, 1.79, 1.68, 1.48, 1.45	2.63, 4.92, 1.91, 3.10, 1.81, 1.67, 1.48, 1.42
Hidróxido de hierro (III)	4.60, 2.40, 2.82, 1.15, 2.39, 3.75, 2.26, 1.05	4.61, 2.39, 2.82, 1.18, 2.37, 3.74, 2.27, 1.05
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.524, 3.04, 4.21, 2.66, 2.91, 3.77, 1.93, 2.04

Tabla A4.11 Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido resultante de aplicar el segundo filtrado del proceso FDR (325 mesh).

Material	Picos teóricos ($2 * d * \sin \theta$)	Picos detectados ($2 * d * \sin \theta$)
Alúmina	2.55, 2.09, 1.60, 1.11, 2.04, 1.85, 2.48, 1.74	2.56, 2.09, 1.59, 1.12, 2.05, 1.85, 2.46, 1.78
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.35, 1.85, 4.32, 1.38, 1.57, 1.41, 2.19, 2.02
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.54, 1.61, 1.44, 2.07, 2.95, 1.08, 0.86, 4.82
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.57, 3.06, 4.29, 2.66, 2.91, 3.80, 1.93, 2.09
Hidróxido de cromo (III)	4.61, 3.35, 4.89, 2.25, 3.88, 3.07, 1.14, 1.95	4.61, 3.34, 4.87, 2.23, 3.86, 3.06, 1.15, 1.97
Hidróxido de calcio	2.63, 4.90, 1.93, 3.11, 1.79, 1.68, 1.48, 1.45	2.61, 4.90, 1.92, 3.09, 1.80, 1.65, 1.49, 1.44
Hidróxido de hierro (III)	4.60, 2.40, 2.82, 1.15, 2.39, 3.75, 2.26, 1.05	4.62, 2.38, 2.80, 1.14, 2.41, 3.73, 2.29, 1.02

Tabla A4.12. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales resultantes de aplicar el primer filtrado del proceso FDP, con polvo molido a 325 mesh.

Material	Picos teóricos ($2 * d * \sin \theta$)	Picos detectados ($2 * d * \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.92, 2.74, 4.08, 3.85, 3.60, 2.46, 1.78, 2.01
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.60, 2.78, 7.26, 1.93, 2.03, 1.89, 1.80, 1.58
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	9.98, 4.46, 3.32, 2.60, 1.54, 2.40, 1.68, 4.99
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.05, 2.27, 2.14, 1.92, 1.88, 2.49, 3.86, 1.61
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.38, 1.82, 4.30, 1.38, 1.59, 1.42, 2.16, 2.00
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.54, 3.06, 4.25, 2.71, 2.91, 1.90, 2.06
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.54, 1.62, 1.44, 2.07, 2.95, 1.10, 0.87, 4.81

Tabla A4.13. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido resultante (molido a 325 mesh) de aplicar el proceso RA (sección 2.5.7).

Material	Picos teóricos ($2 * d * \sin \theta$)	Picos detectados ($2 * d * \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.92, 2.73, 4.06, 3.92, 3.54, 2.48, 1.76, 2.00
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.61, 2.73, 7.31, 1.94, 2.06, 1.87, 1.81, 1.61
Illita	10.00, 4.48, 3.33, 2.61, 1.53, 2.42, 1.67, 4.95	9.97, 4.48, 3.32, 2.62, 1.56, 2.40, 1.63, 4.98
Carbonato de calcio	3.04, 2.29, 2.10, 1.91, 1.88, 2.50, 3.86, 1.60	3.04, 2.28, 2.11, 1.90, 1.87, 2.44, 3.88, 1.62
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.36, 1.84, 4.34, 1.36, 1.57, 1.41, 2.14, 2.06
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.54, 1.63, 1.46, 2.07, 2.97, 0.88, 4.87

Tabla A4.14 Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido resultante de aplicar el proceso RSL (sección 2.5.8). Se realizaron 8 lavados y el polvo se molió a 325 mesh.

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Alúmina	2.55, 2.09, 1.60, 1.11, 2.04, 1.85, 2.48, 1.74	2.56, 2.08, 1.57, 1.11, 2.07, 1.86, 2.50, 1.75
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.40, 1.82, 4.32, 1.38, 1.55, 1.44, 2.16, 2.02
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.51, 1.63, 1.47, 2.05, 2.98, 1.09, 0.87, 4.83
Sulfato de cromo (III)	5.91, 3.54, 2.71, 2.95, 4.31, 2.34, 2.23, 1.77	5.92, 3.56, 2.72, 2.97, 4.30, 2.34, 2.20, 1.75
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.55, 3.06, 4.25, 2.67, 2.91, 3.83, 2.07

Tabla A4.15. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido resultante de aplicar el filtrado correspondiente al proceso PSS.

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Alúmina	2.55, 2.09, 1.60, 1.11, 2.04, 1.85, 2.48, 1.74	2.54, 2.07, 1.59, 1.12, 2.08, 1.87, 2.49, 1.77
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.38, 1.84, 4.30, 1.36, 1.59, 1.37, 2.17, 2.04
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.50, 1.61, 1.45, 2.07, 2.92, 1.12, 0.87, 4.83
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.56, 3.05, 4.26, 2.69, 2.85, 3.81, 1.92, 2.09
Hidróxido de cromo (III)	4.61, 3.35, 4.89, 2.25, 3.88, 3.07, 1.14, 1.95	4.62, 3.36, 4.90, 2.22, 3.88, 3.06, 1.12, 1.96
Hidróxido de calcio	2.63, 4.90, 1.93, 3.11, 1.79, 1.68, 1.48, 1.45	2.64, 4.91, 1.93, 3.08, 1.81, 1.64, 1.50, 1.43
Hidróxido de hierro (III)	4.60, 2.40, 2.82, 1.15, 2.39, 3.75, 2.26, 1.05	4.62, 2.39, 2.82, 1.13, 2.42, 2.28, 1.06

Tabla A4.16. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido resultante de aplicar la precipitación con cal correspondiente al proceso SG (sección 2.5.10).

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.92, 2.73, 4.06, 3.85, 3.62, 2.49, 1.78, 2.00
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.64, 2.78, 7.29, 1.94, 2.06, 1.87, 1.82, 1.59
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.52, 1.64, 1.47, 2.07, 2.95, 1.13, 0.86, 4.81

Tabla A4.17. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido pesado (molido a 325 mesh) que resulta de aplicar el proceso SG.

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Alúmina	2.55, 2.09, 1.60, 1.11, 2.04, 1.85, 2.48, 1.74	2.55, 2.09, 1.59, 1.13, 2.05, 1.86, 2.47, 1.76
Bióxido de silicio	3.38, 1.84, 4.32, 1.39, 1.57, 1.40, 2.17, 2.01	3.36, 1.84, 4.29, 1.39, 1.58, 1.36, 2.17, 2.02
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.50, 1.58, 1.44, 2.06, 2.94, 1.11, 0.83, 4.80
Sulfato dihidratado de calcio	7.56, 3.06, 4.27, 2.68, 2.87, 3.79, 1.90, 2.08	7.55, 3.05, 4.27, 2.66, 2.85, 3.81, 1.93, 2.09
Hidróxido de cromo (III)	4.61, 3.35, 4.89, 2.25, 3.88, 3.07, 1.14, 1.95	4.63, 3.37, 4.91, 2.24, 3.87, 3.08, 1.14
Hidróxido de calcio	2.63, 4.90, 1.93, 3.11, 1.79, 1.68, 1.48, 1.45	2.63, 4.91, 1.94, 3.09, 1.77, 1.69, 1.50, 1.45
Hidróxido de hierro (III)	4.60, 2.40, 2.82, 1.15, 2.39, 3.75, 2.26, 1.05	4.61, 2.38, 2.80, 1.14, 2.37, 2.28, 1.03

Tabla A4.18. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido resultante de aplicar la precipitación con cal correspondiente al proceso SM.

Material	Picos teóricos ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)	Picos detectados ($2 \cdot d \cdot \sin \theta$)
Cromato de sodio	2.91, 2.73, 4.09, 3.88, 3.59, 2.48, 1.79, 2.03	2.92, 2.74, 4.06, 3.88, 3.61, 2.46, 1.76, 2.04
Brownmillerita	2.63, 2.79, 7.30, 1.93, 2.04, 1.88, 1.82, 1.58	2.62, 2.80, 7.31, 1.95, 1.86, 1.80, 1.55
Cromita	2.52, 1.60, 1.46, 2.07, 2.95, 1.10, 0.85, 4.82	2.51, 1.63, 1.44, 2.07, 2.94, 1.10, 0.83, 4.81

Tabla A4.19. Resultados de los análisis de difracción de rayos X de los materiales presentes en el sólido pesado (molido a 325 mesh) que resulta de aplicar el proceso SM (sección 2.5.11).

En las tablas anteriores, los picos correspondientes a cada uno de los materiales están ordenados de mayor a menor intensidad. La preparación de todas las muestras se realizó conforme a lo asentado en el Apéndice I.

El fundamento teórico de la difracción de rayos X es la ley de Braggs: $\lambda = \frac{2 * d * \sin \theta}{n}$

Donde: λ = longitud de onda
 d = distancia entre los planos del cristal
 θ = ángulo de incidencia
 n = número de planos del cristal

Una vez obtenidos los difractogramas, se puede conocer el valor de $2 * d * \sin \theta$ a través de tablas, y una vez que se sabe el valor de cada pico se deben buscar los puntos que coincidan con los valores encontrados en las tablas ASTM.

A4.2. Resultados de los análisis de fluorescencia de rayos X

En la tabla A4.20 se reportan las concentraciones (% w/w) de los elementos y óxidos cuantificados por el software integrado al equipo con que se realizaron las pruebas de fluorescencia de rayos X (Siemens SRS 3000); el nombre del software usado es Siemens SemiQuant Interactive Evaluation Program; se empleó un *estándar* DIL 4:0.4 WAXC.

Material	Muestra				
	1	2	3	4	5
SiO ₂	8.12	7.74	6.49	7.15	7.11
CaO	46.18	45.64	41.91	42.27	42.85
Fe ₂ O ₃	18.40	17.95	17.48	17.26	17.64
Al ₂ O ₃	8.23	8.56	9.60	9.47	9.25
MgO	7.17	7.28	7.05	6.95	6.87
Cr ₂ O ₃	7.93	7.69	2.95	2.57	3.30
SO ₃	1.91	1.82	2.40	2.39	2.36
Na ₂ O	2.19	2.39	2.03	1.88	2.35
TiO ₂	0.21	0.28	0.14	0.21	0.11
Mn	0.25	0.22	0.19	0.27	0.12
V	0.24	0.15	0.27	0.11	0.25
Zn	0.03	0.02	0.08	0.05	0.09
Co	0.02	0.06	0.01	ND	0.02
Cu	0.01	0.01	ND	0.02	0.01
Cl	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Sr	0.01	ND	0.02	0.01	ND

Tabla A4.20. Resultados de los análisis de fluorescencia de rayos X; la concentración de algunos elementos se expresa en sus formas oxidadas porque así lo reporta el software empleado para interpretar los resultados.

Apéndice 5. Costos de materias primas

Material	Proveedor	Costo: \$/kg
Acido sulfúrico nuevo	Productos Químicos Neumann (Edo. Méx.)	0.98
Acido sulfúrico nuevo	Distribuidora Química Mexicana (Gto.)	0.96
Acido sulfúrico nuevo	Isquisa (Ver.)	0.99
Acido sulfúrico usado	Industrial Minera México (S.L.P.)	0.40
Cal química	Bertrán (D.F.)	0.60
Cal química	Isquisa (Ver.)	0.80
Rebaba de hierro gris	Proveedora Siderúrgica y de Metales (D.F.)	1.00
Rebaba de hierro gris	Metales Ibáñez (Edo. Méx.)	0.75
Rebaba de hierro gris	Chatarra y Metales (Edo. Méx.)	0.95
Sosa en escamas	Distribuidora Química Mexicana (Gto.)	4.00
Sosa en escamas	Productos Químicos Neumann (Edo. Méx.)	5.50
Bióxido de azufre	AGA, Gases Especiales (Edo. Méx.)	7.20
Bióxido de azufre	Praxair (Edo. Méx.)	6.00
Sulfato Ferroso	Materias Primas (Gto.)	2.20
Sulfato Ferroso	Productos Químicos Neumann (Edo. Méx.)	1.96

Tabla A5.1. Costos de las materias primas involucradas en los procesos analizados.

NOTAS:

- Los precios se obtuvieron con los proveedores mencionados, por vía telefónica o vía fax en el periodo de noviembre de 1997 - enero de 1998.
- En la columna de proveedores se indica entre paréntesis la entidad en que se encuentran las instalaciones de la compañía.
- El precio de la chatarra está sujeto a las fluctuaciones en el tipo de cambio peso/USD.
- Los precios son FOB en la planta de tratamiento de residuos.
- Los precios fluctúan en función del monto de la compra.