



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN

U. N. A. M.
FACULTAD DE ESTUDIOS
SUPERIORES CUAUTITLAN
Departamento de
Exámenes Profesionales

OBTENCION DE CLORURO Y SULFATO DE ALUMINIO A PARTIR DE LATAS DE ALUMINIO

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

Q U I M I C A

P R E S E N T A :

María del Carmen Campo Garrido Moreno

ASESOR: M. en C. JOSE DE JESUS PEREZ SAAVEDRA





Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.



ESTADOS UNIDOS MEXICANOS
 ESTADOS UNIDOS MEXICANOS

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN
 UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR
 DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES**

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

U. N. A. M.
 FACULTAD DE ESTUDIOS
 SUPERIORES

DR. JUAN ANTONIO MONTARAZ CRESPO
 DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
 P R E S E N T E

ATN: Q. Ma. Del Carmen García Mijares
 Jefe del Departamento de Exámenes
 Profesionales de la FES Cuautitlán

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos la TESIS:

“Obtención de Cloruro y Sulfato de Aluminio
 a partir de Latas de Aluminio”

que presenta la pasante: María del Carmen Campo Garrido Moreno
 con número de cuenta: 9753848 – 2 para obtener el título de:
Química

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

**ATENTAMENTE
 “POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU”**

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 6 de Mayo de 2003.

- | | | |
|------------------|--|--|
| PRESIDENTE | <u>M. en C. José de Jesús Pérez Saavedra</u> | |
| VOCAL | <u>M. en C. Ana María Velázquez Sánchez</u> | |
| SECRETARIO | <u>Q.F.B. Marina Morales Galicia</u> | |
| PRIMER SUPLENTE | <u>M. en C. Julio César Botello Pozos</u> | |
| SEGUNDO SUPLENTE | <u>Q. Mercedes Montemayor García</u> | |

*A mis papás, Jorge y Carmelita,
con admiración, respeto y gratitud
por impulsarme siempre.*

*A Tere por haberme brindado
tu ayuda, comprensión y apoyo
en todo momento.*

*Gracias
Los Quiero Mucho.*

*A ti, Fernando,
por ser un apoyo invaluable,
así como el motivo e inspiración
para sobrellevar todos los
momentos difíciles que hasta
ahora se han presentado,
pero que hoy, finalmente se
convierten en alegría al poder
compartir contigo este anhelo.*

*Mi más sincero agradecimiento
al M. en C. Jesús Pérez Saavedra,
por el asesoramiento para la realización
del presente trabajo, por su confianza y cariño.*

*A las profesoras
Cecilia González Ibarra,
Ana María Velázquez Sánchez
Ma. Eugenia Carbajal Arenas
por sus consejos y apoyo.*

*A mis amigos y compañeros
por todo lo que hemos compartido.*

*Al Sr. Drauci Jiménez Celi
por su buena disposición y colaboración.*

ÍNDICE

LISTA DE ABREVIATURAS	3
INTRODUCCIÓN	5
GENERALIDADES	7
1. La Basura, Fuente de Materia Prima	7
2. Aluminio	11
2.1. Producción de Aluminio	13
2.2. Envases de Aluminio	14
2.2.1. Latas	15
2.2.2. Reciclaje	18
2.2.2.1. Reciclaje en México y en el mundo	19
2.3. Cloruro de Aluminio	21
2.4. Sulfato de Aluminio	22
OBJETIVOS	23
HIPÓTESIS	24
METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	25
3. Obtención de Cloruro y Sulfato de Aluminio	25
3.1. Reactivos	25
3.2. Equipo	25
3.3. Desarrollo Experimental	26
3.3.1. Tratamiento de la muestra	26
3.3.2. Ataque de la muestra	26
3.3.3. Obtención de Hidróxido de Aluminio	27
3.3.3.1. Con Ácido Clorhídrico	27
3.3.3.2. Con Amoníaco	28
3.3.4. Obtención de Cloruro de Aluminio	28
3.3.4.1. Generación de HCl gaseoso	29
3.3.5. Obtención de Sulfato de Aluminio	31
4. Determinación de Pureza	32
4.1. Reactivos	32
4.2. Equipo	32

4.3. Desarrollo Experimental	32
4.3.1. Determinación de la pureza de Cloruro de Aluminio	32
4.3.1.1. Determinación de Aluminio	33
4.3.1.2. Determinación de Cloruro	33
4.3.2. Determinación de la pureza de Sulfato de Aluminio	34
4.3.2.1. Determinación de Aluminio	34
4.3.2.2. Determinación de Sulfato	34
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	35
5. Tratamiento y ataque de la muestra	35
6. Obtención de Hidróxido de Aluminio	38
7. Obtención de Cloruro de Aluminio	39
8. Obtención de Sulfato de Aluminio	40
9. Determinación de Pureza	42
CONCLUSIONES	45
REFERENCIAS	46
APÉNDICES	50
ANEXOS	82

LISTA DE ABREVIATURAS

ABREVIATURA O SÍMBOLO	SIGNIFICADO
Ag_2CrO_4	Cromato de Plata
$AgNO_3$	Nitrato de Plata
Al	Aluminio
Al^{3+}	Ion Aluminio
$AlCl_3 \cdot 6H_2O$	Cloruro de Aluminio Hexahidratado
Al_2O_3	Óxido de Aluminio
$Al(OH)_3$	Hidróxido de Aluminio
$Al(OH)_4^-$	Ion Aluminato
$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$	Sulfato de Aluminio Octadecahidratado
$BaCl_2$	Cloruro de Bario
$BaSO_4$	Sulfato de Bario
$Ca(OH)_2$	Hidróxido de Calcio
cnc	concentrado
CNC	Concentración
$Cu(OH)_2$	Hidróxido de Cobre
DEP	Diagrama de Existencia Predominio
DZP	Diagrama de Zonas de Predominio
EQ	Cálculo realizado por el Equipo
ETAD	Ecological and Toxicological Association of the Dyestuff Manufacturing Industry
FDA	Food and Drug Administration
Fe	Hierro
Fe_2O_3	Óxido férrico
$Fe(OH)_3$	Hidróxido férrico
HCl	Ácido Clorhídrico
HNO_3	Ácido Nítrico
H_2O	Agua
H_2O_2	Peróxido de hidrógeno (Agua oxigenada)
H_2SO_4	Ácido Sulfúrico
IMEDAL	Instituto Mexicano del Aluminio
K_2CrO_4	Cromato de Potasio
kg	kilogramo
$\log\beta$	Constante de formación global
long. onda	longitud de onda
M	Concentración Molar
<i>M</i>	Muestra

ABREVIATURA O SÍMBOLO

SIGNIFICADO

M'	Especie generalizada de metal
mg	miligramo
Mg	Magnesio
Mg(OH) ₂	Hidróxido de Magnesio
mL	mililitro
Mn	Manganeso
Mn(OH) ₂	Hidróxido de Manganeso
Mn(OH) ₄	Óxido de Manganeso (IV)
NaOH	Hidróxido de sodio
NH ₃	Amoníaco
nm	nanómetros
MnO ₂ ·2H ₂ O	Dióxido de Manganeso hidratado
NH ₃ '	Especie generalizada de NH ₄ ⁺ y NH ₃
NH ₄ ⁺	Ion Amonio
NH ₄ Cl	Cloruro de Amonio
NH ₄ NO ₃	Nitrato de Amonio
Ni(OH) ₂	Hidróxido de Níquel
OMS	Organización Mundial de la Salud
P.M.	Peso Molecular
pAl	-log[Al ³⁺]
pCa	-log[Ca ²⁺]
pCu	-log[Cu ²⁺]
pFe	-log[Fe ³⁺]
pH	-log[H ⁺]
pM'	-log[M']
pNH ₃ '	-log[NH ₃ ']
pNi	-log[Ni ²⁺]
pp	precipita
ppm	partes por millón
pZn	-log[Zn ²⁺]
ρ	Densidad
sol	permanece en solución
Vol.	volumen
ZMVM	Zona Metropolitana del Valle de México
Zn	Zinc
ZnO	Óxido de Zinc
Zn(OH) ₂	Hidróxido de Zinc
↓	se encuentra en forma de precipitado

INTRODUCCIÓN

Una de las problemáticas que afecta a las grandes ciudades del mundo es el manejo y disposición de los residuos generados por los habitantes de la urbe. Actualmente estas ciudades, que albergan a millones de habitantes, generan miles de toneladas diarias de basura. [1]

Dentro de toda esta cantidad de basura generada se encuentran las latas de aluminio vacías. Hoy en día, el aluminio ocupa un lugar de importancia en la industria del envase metálico y en México, su utilización se ha popularizado rápidamente, por lo tanto, las latas conforman un capítulo clave en las campañas para preservar y proteger el medio ambiente. Si bien, los servicios de recolección y limpieza urbana, deben actuar eficientemente para mantener limpio el entorno, la conducta resulta esencial para que estos residuos no se transformen en basura y afecten el equilibrio ambiental de las ciudades. [2 – 5]

Es por ello que el presente trabajo pretende utilizar los desechos de aluminio que se generan por las latas de refresco, y así contribuir a la disminución de contaminación ambiental y cantidad de residuos urbanos, además que se reutiliza lo que tal vez se considere basura; pero sobre todo se le da a la lata de aluminio el valor de materia prima que tiene.

El aprovechamiento de estos desechos es relevante al considerar que de acuerdo al IMEDAL, en México no existe una gran producción de aluminio, debido a que en el país no existen yacimientos para la producción de aluminio, además de que al contar sólo con una planta productora, da como resultado no tener una producción competitiva. [6, 13]

Al no contar México con los medios necesarios para obtener aluminio, cobra mayor importancia la reutilización de los desechos de este metal mediante el reciclaje, pero en la mayoría de los casos, éste se efectúa por la fusión de la chatarra de aluminio para así obtener productos útiles; pero este proceso consume energía y si bien es simple también es caro. [7]

Por esta razón, este trabajo propone una alternativa para utilizar los residuos de aluminio, de esta forma, se enfoca al análisis del contenido de los mismos, para la posterior cristalización como reactivos químicos, es decir, obtener productos útiles a partir de desperdicio.

Lo anterior pone de manifiesto que el reciclaje es de gran importancia para la Industria Química y para la población en general, por tanto, es necesario el diseño de métodos de separación y síntesis rápidos, eficientes y económicos, para lo cual es indispensable el estudio del comportamiento químico de los sistemas multicomponentes, multirreaccionantes y multifásicos, ya que los beneficios académicos e incluso económicos que se obtienen cuando se comprende la manera en que un sistema químico se comporta son enormes, sobre todo si el conocimiento tiene la solidez suficiente para emplearse con fines predictivos.

Para lograr lo antes mencionado, es necesario utilizar los conocimientos adquiridos, en la asignatura de Análisis IV de la carrera de Química, haciendo hincapié en los Diagramas de Zonas de Predominio, ya que un análisis detenido de los mismos permite obtener capacidad de predicción acerca del estado del sistema representado, además de que es una buena oportunidad para difundir la utilidad de dichos conocimientos.

GENERALIDADES

1. LA BASURA, FUENTE DE MATERIA PRIMA

Cuando se piensa en basura, generalmente vienen a la mente imágenes desagradables de algo ajeno, que molesta o que estorba. Sin embargo, es necesario pensar que la enorme cantidad de basura que se genera diariamente en la ciudad por la forma de vida de los habitantes se acumula en terrenos baldíos, tiraderos a cielo abierto, ríos y lagos.

Existen varias ideas de lo que significa el concepto de basura, pero la mayoría de ellas coinciden en que se trata de todos los desechos o residuos mezclados que se producen como consecuencia de las actividades humanas, ya sean domésticas, industriales o comerciales. [1]

La OMS considera que México tiene la mayor área metropolitana del mundo ubicada en el denominado Valle de México, donde se encuentra la Ciudad de México y parte del Estado de México (34 municipios). La población de la ZMVM asciende a 18 millones aproximadamente [6] y según la OMS, es uno de los cinco asentamientos humanos que generan más basura en el mundo y localmente es la que contribuye a la tercera parte de la producción de basura en México, esto se debe principalmente a la concentración de habitantes, las actividades económicas y la falta de soluciones en cuanto al manejo y reducción de ésta. [1, 3]

Para tener una idea de la cantidad de basura generada correspondiente a las latas de aluminio, es necesario conocer la fuente de ésta, por lo que se describirán los residuos sólidos municipales,¹ los cuales se pueden contabilizar y en general, es la basura común que se genera diariamente como plástico, papel, vidrio, metales, materia orgánica, etc. [2]

En la ZMVM se producen alrededor de 20,000 toneladas de residuos sólidos municipales al día, de las cuales el 54% se generan dentro del Distrito Federal y el 46% restante en los municipios conurbados. [1,2]

¹ Los residuos sólidos se clasifican en: municipales, industriales y especiales. La categoría que se describe es la de residuos municipales ya que, aquí se contabiliza la basura generada por hogares, comercios, jardines, etc. Los residuos propios de la actividad industrial y los especiales son los que incluyen material corrosivo, tóxico, infeccioso, etcétera.

El origen de la gran cantidad de desechos es diverso, como lo muestra la Figura 1:

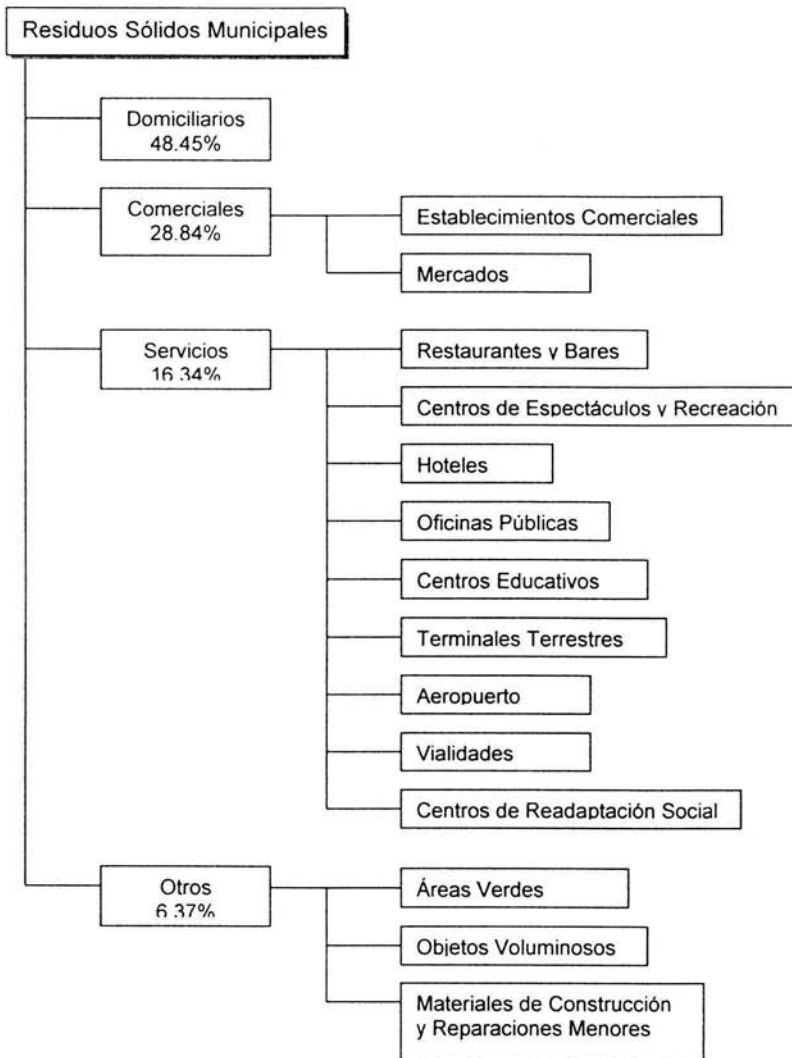


Figura 1.- Fuentes de Residuos [3, 4]

La producción de desechos de la ZMVM ha ido cambiando en las últimas cuatro décadas, pues mientras que en 1950 cada persona producía 0.37 kg. de basura al día, en la actualidad se estima que, en promedio cada persona produce 1.34 kg. de residuos sólidos. El tipo de basura también ha ido cambiando, anteriormente casi toda era orgánica y compacta, ahora es muy voluminosa y parcialmente no degradable. [1, 7]

La composición de los residuos sólidos municipales es la siguiente: el 41% de la basura de la ciudad es orgánica, el 18% es básicamente papel y cartón, 8% es vidrio, 5% es plástico, el 11.7% son metales, 3% es ropa y toda clase de tela. El 7.6% son pañales desechables y artículos de higiene, finalmente el 5.7% restante corresponde a todo tipo de cosas como loza, madera, artículos de piel, material de construcción, muebles, material de curación, etc. [2]

La figura 2 muestra de manera gráfica la composición de residuos:

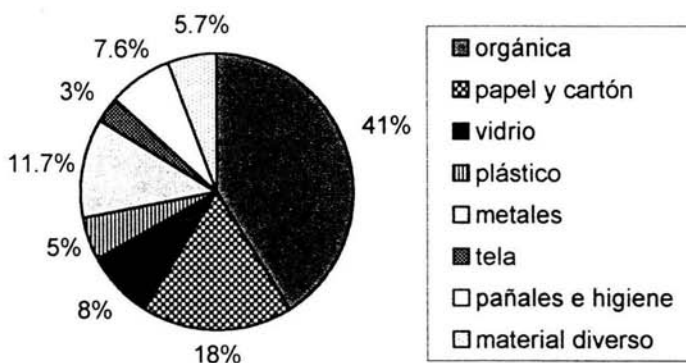


Figura 2.- Composición de los residuos sólidos municipales

Cabe resaltar que los metales en su conjunto representan el 11.7% del peso de los residuos sólidos municipales. El 5% corresponde a desechos de aluminio, donde están incluidas las latas de bebidas, que constituyen el 1.24% del total de los residuos sólidos, lo que significa que diariamente se tiran alrededor de 248 toneladas de estos envases. [2, 5]

Las latas de aluminio se han convertido en un auténtico problema al generalizarse su empleo como envase de un solo uso, sin embargo esto proporciona beneficios para la salud pública al eliminar prácticamente cualquier posibilidad de transmisión de enfermedades, aunado a lo anterior, el aluminio y sus óxidos permanecen inertes en los tiraderos y rellenos sanitarios por tanto; no ofrecen peligro alguno para el medio ambiente, pero hay que considerar que estos envases pueden ser reciclados. [4 - 7]

Es importante mencionar que de las 20,000 toneladas de basura que se generan diariamente en esta urbe, casi el 50% es recuperable. Sin embargo, hoy en día tan sólo se está rescatando entre el 10% y 23% de los residuos sólidos que aquí se producen. Por lo tanto, la recuperación y reutilización de los residuos en la ZMVM aún es mínima. [1, 5]

Por otro lado, el manejo de los residuos sólidos da trabajo a un gran número de personas, sin embargo, representa un gasto anual de dos mil millones de pesos aproximadamente. Esto quiere decir que por un lado, se invierten recursos en la obtención de materias primas para producir bienes de consumo y por otro, se gasta mucho dinero en deshacerse de la basura que se genera, aun cuando se le pueda utilizar como materia prima de nuevos productos. En pocas palabras, se tira dinero y recursos a la basura. [1, 4]

Ante este panorama podría parecer que el problema de la basura en la ciudad no tuviera fin, y en realidad, no terminará mientras se sigan produciendo y mezclando los desechos. De no reducir la basura, seguirá siendo un foco de contaminación ambiental y atentará contra la salud pública. Por lo que es imprescindible reflexionar sobre la enorme cantidad de desperdicio que día a día se genera innecesariamente y la manera de reducir ese volumen. Se debe, asimismo, analizar la idea del reciclaje que, aunque no sea la solución mágica, sí puede contribuir a disminuir y aprovechar los residuos. [7]

2. ALUMINIO

El aluminio, conocido actualmente como el METAL DEL SIGLO XX es el más importante de los metales no ferrosos, al ser el tercer elemento más abundante en la corteza terrestre (8.23% en peso) y sus peculiares propiedades le permiten tener una gama de aplicaciones donde el único límite es la inventiva del hombre. [8]

Se encuentra generalmente en forma de silicato de aluminio puro o mezclado con otros metales como sodio, potasio, hierro, calcio y magnesio. También se le puede encontrar en forma de óxido en la bauxita y corindón. [9, 10]

Charles Martin Hall y Paul Louis Toussaint Heroult [8] desarrollaron el proceso de obtención industrial de aluminio mediante la electrólisis de alúmina en criolita fundida. Este acontecimiento dio al mundo, en forma aprovechable, un abundante metal que ha dejado huella en el modo de vida actual.

De forma general, el proceso de obtención de aluminio consiste en refinar la bauxita en alúmina por acción de sosa cáustica, lo que ahora se conoce como Proceso Bayer. [10] Posteriormente se disuelve la alúmina en criolita dentro de un baño electrolítico el cual origina la formación de aluminio metálico (Proceso Hall – Heroult). [11]

El aluminio es un metal con brillo plateado, muy ligero, dúctil y maleable. Su número atómico es 13 y se encuentra en el grupo 13 (IIIA) de la tabla periódica. Su masa atómica es 26.98; tiene un punto de fusión de 660.32 °C, un punto de ebullición de 2,467 °C y una densidad de 2.7 g/cm³. Aparte del magnesio, es el más ligero de los metales. [9]

Como propiedades físicas del aluminio caben resaltar, su alta conductividad térmica y eléctrica, las cuales lo hacen adecuado para muchas aplicaciones.

Es un metal muy electropositivo y extremadamente reactivo, pero si está expuesto al aire, se cubre rápidamente con una capa delgada y adherente de óxido de aluminio que le da el carácter poco reactivo, resistiendo así la posterior acción corrosiva. [12]

El metal reduce muchos compuestos metálicos a sus metales básicos, reacciona con ácidos no oxidantes como ácido clorhídrico produciendo iones aluminio $[Al^{3+}]$ y con disoluciones calientes de álcalis produciendo iones aluminato $[Al(OH)_4^-]$. En presencia de ácidos oxidantes como el nítrico y el sulfúrico, la película de óxido permanece intacta y el metal subyacente queda protegido de la reacción. [12]

El aluminio reacciona con los halógenos, azufre y nitrógeno para originar haluros, sulfuros y nitruros, respectivamente. [10]

Debido a las excelentes propiedades de que está dotado el aluminio y las grandes reservas naturales de este metal, su empleo se incrementa año con año. El aluminio puro es un metal blando y tiene poca resistencia mecánica, pero al ser mezclado con otros elementos como silicio, cromo, tungsteno, manganeso, níquel, zinc, cobre, magnesio, titanio, zirconio, hierro, litio, estaño, boro, entre otros, se produce una serie de aleaciones con propiedades específicas que se pueden aplicar para propósitos diferentes. [13]

Las diferentes propiedades de las aleaciones de aluminio no pueden ser igualadas por ningún otro material. Son livianas, tienen buena resistencia a la corrosión, alta resistencia a la tracción, reflectividad, no magnéticas y de un aspecto muy atractivo. Además de estas características que permiten al fabricante producir artículos mejores y de más fácil venta, debe mencionarse la facilidad con que pueden trabajarse, reduciendo en gran medida las dificultades y problemas de manufactura. [14]

Su belleza natural, la posible combinación con otros elementos, su versatilidad, la alta resistencia a la corrosión, las magníficas propiedades estructurales, la calidad de fabricación y su costo relativamente bajo, han hecho que este metal se haya convertido en el metal no ferroso de mayor uso e ideal para la industria en general. [14]

2.1. PRODUCCIÓN DE ALUMINIO

La bauxita constituye un mineral cuya importancia económica aumentó extraordinariamente después de la Segunda Guerra Mundial a causa de las crecientes aplicaciones del aluminio, del que constituye la principal fuente de obtención. La producción de bauxita se mantuvo estacionaria en las décadas anteriores a la Guerra, las Guayanas y Francia eran los mayores productores. A partir del fin de la guerra empezaron a descubrirse nuevos grandes yacimientos tanto en Centroamérica (especialmente en Jamaica), como en Europa (Francia, Yugoslavia, Grecia, Italia y Hungría). Al igual que en Australia y Rusia. [15]

Actualmente, los principales países productores de bauxita son Australia, Jamaica, Surinam (Guyana holandesa), Guyana, Brasil, Venezuela, Guinea, Camerún y Rusia. [16]

Como el proceso para obtener aluminio resulta complicado y costoso, porque requiere gran cantidad de electricidad, la localización de las productoras ha tenido más en cuenta lo barato de la energía que la situación de los yacimientos de bauxita. Por lo cual la bauxita es enviada desde la zona minera a las regiones que disponen de energía eléctrica barata. [15] México no cuenta con yacimientos de bauxita, sin embargo posee una planta productora de aluminio de primera la cual tiene que importar dicho mineral, por lo cual su producción no es competitiva, la cual sumada con toda América Latina no alcanza ni la mitad de la producida por Estados Unidos y Canadá, quienes son los principales productores de este metal. [16]

Una fuente cada vez más importante de producción de aluminio es la de recuperación, llamada impropriamente de segunda fusión², que se obtiene por fusión y no por electrólisis. [16]

La industria mundial produce alrededor de 22 millones de toneladas de aluminio primario al año. Además de la producción primaria, más de 7 millones de toneladas de aluminio provienen del reciclaje. La proporción de aluminio producido así (aluminio secundario o de segunda) ha ido aumentando rápidamente. [8, 16]

² Se entiende por aluminio de primera fusión el obtenido directamente de la reducción electrolítica del óxido de aluminio en las plantas de producción. Esto significa que, a todos los efectos, el metal obtenido de la fundición de recortes de chapa, chatarra y desechos debe ser considerado de segunda fusión.

2.2. ENVASES DE ALUMINIO [17 - 19]

El carácter perecedero de los alimentos ha sido un problema muy importante a considerar por el hombre, y en mayor grado actualmente cuando se ha incrementado el tiempo que transcurre desde que se producen los alimentos, hasta que éstos llegan al consumidor.

Un envase es un contenedor que está en contacto directo con el producto y debe cumplir numerosas funciones, como proporcionar a los alimentos fundamentalmente una protección adecuada contra el medio que lo rodea (humedad, oxígeno, contaminación microbiana, entre otras) dificultando así la descomposición del producto, además la presentación y lo estético que tan importante resulta en algunas ocasiones para la comercialización de un producto.

El envase metálico cumple con todas las exigencias que se deben pedir a un envase destinado a contener productos alimenticios. Actualmente, es uno de los más tradicionales y antiguos dentro de las industrias de conservación de alimentos.

Hoy en día, el aluminio ocupa un lugar de importancia en la industria del envase que estaba ocupado hasta hace algunos años por el acero. Se ha popularizado rápidamente porque tiene la particularidad de no ser tóxico, inodoro e insípido, ni el aluminio ni sus sales cambian las características organolépticas de los alimentos ni alteran su contenido nutritivo. Además de ser maleable, ligero y resistente a la corrosión, su superficie brillante refleja del 90 – 95% de la radiación incidente y es reciclable.

El aluminio ha sido utilizado en una gran variedad de formas debido a su versatilidad en el área de envases rígidos (latas); como envases semirrígidos, se emplea en la producción de recipientes³ y tubos colapsibles⁴; y en el campo de los empaques flexibles, se le utiliza en forma de láminas muy delgadas (foil), solo o con otros materiales en las denominadas estructuras flexibles, que se utilizan en diversas formas como envolturas.

³ Se utilizan hoy en día recipientes de aluminio de formas particulares como bandejas, platillos, cacerolas y otras, fabricados todos a partir láminas delgadas. Los principales alimentos distribuidos y conservados en estos recipientes son productos congelados, horneados y en general alimentos listos para consumir.

⁴ Los tubos colapsibles son envases deformables, de forma tubular, destinados a contener productos líquidos y pastosos que permiten disponer de los contenidos por presión. La utilización de este tipo de envases en nuestro país, está orientada hacia los productos farmacéuticos y a otros no comestibles, como dentífricos.

2.2.1. LATAS DE ALUMINIO [18, 20 - 22]

Los envases metálicos comúnmente llamados "latas" sirven, desde su origen en el siglo XIX, para conservar alimentos y bebidas; se define como un recipiente rígido para contener productos líquidos y/o sólidos que además puede cerrarse herméticamente. El uso de envases de aluminio se ha generalizado en la conservación de alimentos y ha invadido el campo de la hojalata principalmente en la distribución de bebidas (cervezas, bebidas carbonatadas y ahora incluso jugos y néctares).

El auge de estos envases se dio gracias al avance en la presentación de los mismos, ya que aparecieron en el mercado las latas con tapas llamadas "De fácil apertura" o "Abrefácil", dichas tapas presentan una incisión en el metal, lo cual permite la rotura de un segmento con un ligero esfuerzo manual mediante un arillo, dejando una pequeña apertura.

La gran aceptación del aluminio en la industria de las bebidas se basa en las propiedades ya mencionadas además de que es higiénico, inocuo⁵ y ligero, pero además, es conductor térmico, de modo que el fluido contenido en el recipiente se enfría con rapidez.

Las latas de aluminio son un tipo de envase, llamado de dos piezas, el cuerpo y el fondo de esta lata forman una sola pieza y la tapa está compuesta de otra pieza que se une a la anterior. Este envase ofrece la ventaja de no contaminar al producto, ya que se elimina la costura lateral, adicionalmente ofrece una superficie mayor para su litografiado.

Además dichos envases se han ido perfeccionando y con ello han brindado el ahorro de materiales, y muestra de esto es la reducción del espesor de la pared del cuerpo y la creación de latas con "Golletes" (estrechamiento del cuello), que al hacer más estrecho el cuello dio como resultado que la tapa se fabricara con un diámetro inferior al tradicional. Con este tipo de lata, además de obtener una economía en el metal, se disminuye el riesgo de que los bordes o cierres resulten dañados por choques contra otros envases durante la manipulación de éstos.

⁵ Hoy en día, esto se cuestiona, ver Tabla No. 1

Como el aluminio, o mejor dicho, la capa de óxido de aluminio que se forma en su superficie, no es completamente inerte (cuando el medio es muy ácido o muy básico), el recipiente se debe cubrir internamente con una laca sanitaria compatible con el alimento a enlatar con el fin de proteger las características físicas y químicas del contenido, es decir, las lacas evitan la interacción química entre el alimento y el envase. Deben ser atóxicas, no deben de afectar el olor ni el sabor, fáciles de aplicar y resistentes.

Así, la fabricación de las latas de aluminio es un proceso rápido que se realiza a partir de láminas de aluminio, de las cuales se lleva a cabo la formación de copas y cuerpos, tratamiento superficial para la fijación de tintas, lavado, decorado exterior, lacado interior, formación de cuello, reborde e inspección lumínica, para examinar poros en las latas, obteniendo el envase listo para ser llenado y cerrado⁶.

En el caso de las bebidas enlatadas la unión entre la tapa con el extremo superior del cuerpo de la lata es determinante, ya que el sistema de cierre es lo que permite mantener la hermeticidad del envase. El tipo más común es el engargolado, y se conoce como "Doble cierre", éste permite el cierre hermético sin que haya necesidad de que exista soldadura en contacto con el producto envasado. Consiste en la unión del cuerpo y la tapa mediante ganchos que se entrelazan entre sí creando una estructura mecánica fuerte.

⁶ En México, las dimensiones comunes para las latas de bebidas son: 209 x 413 y las tapas tienen un diámetro de 202, el primer número indica las pulgadas y los otros dos, los dieciseisavos de pulgada. Así las latas tienen 2 9/16 pulgadas de diámetro (6.5 cm), 4 13/16 pulgadas de altura (12.2 cm) y las tapas 2 2/16 (5.4 cm). Tienen una capacidad de 12 oz (355 ml) y pesan 15 g. [22]

Tabla 3.- Ventajas y Desventajas de las latas de aluminio [12, 18, 23]

Ventajas
<ul style="list-style-type: none"> - Más ligeras que las de acero, son compactas y se manejan fácilmente. - Resistentes a la corrosión. - Permite envasar alimentos a presión o vacío. - Brindan estabilidad térmica. El metal no cambia sus propiedades al exponerse al calor. - Proporcionan integridad química, mínima interacción química entre el envase y los productos no ejerciendo ninguna influencia sobre el aroma, color y sabor de los alimentos, permitiendo a los mismos tener una larga vida de anaquel. - Son reciclables - Ofrecen calidad magnética, es decir permite separar fácilmente los envases desechados de otros desperdicios con imanes.
Desventajas
<ul style="list-style-type: none"> - Más caras que las hechas de acero, aunque el reciclado está disminuyendo la diferencia. - Las tapas deben ser abrefácil, ya que las tradicionales son difíciles de quitar con los abrelatas domésticos. - La materia prima para su fabricación se importa. Los envases de aluminio de dos piezas se producen en el país a partir de materias primas importadas, fundamentalmente de aluminio de pureza considerable que contiene pequeñas cantidades de otros elementos que mejoran tanto las propiedades mecánicas del aluminio como la operación de embutido. - Este metal no se consideraba tóxico. El aluminio es empleado en la industria alimentaria en variedad de formas, como latas de aluminio, foil, envolturas para alimentos y para la industria farmacéutica. Estudios recientes con relación al aluminio proveniente de varios recipientes, han demostrado aparentemente que este metal puede ser una de las causas que provoquen la enfermedad de Alzheimer. [23]

2.2.2. RECICLAJE [6, 8, 18]

Reciclar es un término bien conocido, sin embargo, como suele usarse en ocasiones para definir cosas distintas, es conveniente precisar lo siguiente: normalmente se le dice reciclar sólo a la actividad de recolectar y clasificar materiales que son considerados como desechos. Pero con esto solamente se realiza una parte de un proceso completo que tiene como objetivo que dichos materiales sean reprocesados industrial o artesanalmente y vuelvan a entrar en la corriente del consumo, es decir que los desechos generados diariamente vuelvan a integrarse a un ciclo.

Anteriormente, el reciclaje de los envases metálicos, era visto tan sólo como un negocio. Actualmente, ante la evidente preocupación por la protección del ambiente, el reciclaje de los envases contribuye notablemente a la reducción de residuos sólidos.

Por otro lado, el envase metálico y el recorte del metal con que fue fabricado, son demasiado valiosos para dejar que se pierdan como un material más de desecho. Uno de los principales beneficios que se obtienen al reciclar los envases metálicos, es el ahorro de energía, el cual es muy notorio en el reciclaje del aluminio, ya que en la obtención de aluminio de segunda fusión se requiere sólo del 5% de la energía necesaria para obtenerlo a partir de la bauxita. Para extraer este mineral hay que hacer un uso intensivo de energía y los procesos industriales para transformarlo en aluminio son muy complejos, utilizan gran cantidad de reactivos y de electricidad, por lo tanto son costosos, además de que la emisión de contaminantes es muy alta, disminuyendo en un 95% cuando se recicla.

Con el reciclaje del aluminio, también decrece la extracción del metal, reduciendo la cantidad de materias vírgenes requeridas para la manufactura. De forma general, cuando se consideran los costos de recolección, transporte y transformación del desecho del aluminio por reciclar, el ahorro general total es de aproximadamente 40%.

2.2.2.1. RECICLAJE EN MÉXICO Y EN EL MUNDO [7, 21, 24, 25]

El manejo de los desechos sólidos es actualmente el problema ambiental más trascendente en el que las latas de aluminio son protagonistas. La industria del envase cada día se muestra más deseosa de involucrarse en la solución de este problema y para contribuir a aligerarlo se centra en el apoyo al reciclaje de los materiales de envase.

En México las latas de aluminio, una vez usadas se recolectan y son enviadas a una fundidora para ser convertidas en lingotes de aluminio; éstos a su vez, se transforman en diversos objetos. México es deficitario en lámina de aluminio, motivo por el cual, su recuperación es de gran importancia. Además cada tonelada recuperada de este metal significa importantes ahorros de divisas, sin olvidar que la industria de recolección y reciclaje de las latas es una fuente de ingresos para mucha gente ya que los residuos de aluminio alcanzan un precio mucho más alto que los de acero, por lo que muchas personas los recogen para conseguir fondos. En este país, la cadena del reciclamiento está encabezada por los recolectores y pepenadores, que venden las latas a plantas concentradoras de metales.

Fábricas de Monterrey produce y vende alrededor de 3600 millones de latas al año a partir de aluminio importado, lo que es preocupante es que después de ir a la basura, esta empresa no recicla las latas para fabricar otras nuevas, es más ni siquiera adquiere lámina de aluminio producida por el reciclaje.

En la ZMVM, la tasa de reciclaje para las latas apenas alcanza el 15%, lo cual da material para fabricar otros productos como cancelería, partes de autos, foil, juguetes, etc.,

En algunas partes del mundo, el reciclaje es ya considerado parte del ciclo natural del aluminio. Con el propósito de facilitar el reciclaje, algunos países han establecido sistemas de recolección creando Campañas y Programas Permanentes de Recolección y Reciclaje de Latas de aluminio como "Prolata" (Uruguay), "Dame tu lata" (Argentina), y muchos otros, donde el pago parece ser un factor crítico, ejemplo de ello es en Estados Unidos donde existen máquinas que en vez de pagar por un refresco, dan dinero al introducir una lata.

El proceso de reciclaje en otros países es muy parecido al que se emplea en México: se recolectan las latas, se les clasifica y luego se compactan. Después se secan bien, se quema la pintura que cubre la lata (hay hornos que tienen filtros especiales en las chimeneas para evitar que el gas que se genera contamine la atmósfera), se funden en hornos, y de esta manera se obtienen nuevos lingotes o chapas para hacer más latas u otros objetos de aluminio.

Los países con más alta tasa de reciclaje al año 2000 son: Suiza y Finlandia (91%), Suecia (86%), Noruega e Islandia (85%), Alemania (80%), Canadá, Estados Unidos y Australia (63%), Austria y Turquía (50%), Japón, Italia y Reino Unido (42%) y Grecia (36%).

En México el reciclado de las latas de aluminio para bebidas ha sido un factor significativo en la aceptación del metal para este uso. La fundición y el uso de los sobrantes de proceso es una práctica normal que puede ser útil si se realiza una separación cuidadosa de los grupos de aleaciones. Cuando las aleaciones están mezcladas, la separación de éstas resulta demasiado costosa y el gasto de energía es mayor que si se usara el metal primario. La producción de aluminio secundario se ha venido realizando en el país por medio de pequeñas industrias, pero la mayoría han adolecido de grandes deficiencias tecnológicas que les impide ejercer un buen control de la composición química de su producto.

Por lo tanto debe de hacerse hincapié en que para reutilizar el aluminio proveniente de las latas para producir nuevas latas se requiere utilizar únicamente estos envases para garantizar, por consiguiente, la uniformidad en la aleación obtenido, por lo cual la industria del envase en México tiene la obligación de fomentar e incrementar el uso de materiales reciclados.

2.3. CLORURO DE ALUMINIO [9, 25, 26]

El cloruro de aluminio anhidro AlCl_3 , o más bien Al_2Cl_6 , (ya que existe como dímero) es un sólido blanco cuando está puro, aunque ordinariamente es amarillo verdoso. Da humos al aire por reaccionar con el vapor de agua y desprenderse cloruro de hidrógeno, por lo que tiene un fuerte olor a HCl.

Cuando se calienta en pequeñas cantidades sublima. Se combina con agua con violencia explosiva y liberación de mucho calor. Es muy soluble en disolventes orgánicos como benzofenona, tetracloruro de carbono y cloroformo, la forma anhidra es muy irritante. Se produce haciendo pasar cloro a través de una mezcla caliente de óxido de aluminio y carbón.

El cloruro de aluminio hexahidratado, (P.M. 241.43) tiene forma de polvo o cristales incoloros, blancos o amarillentos, delicuescentes, con débil olor a ácido. Es soluble en éter, glicerol, propilenglicol y un gramo se disuelve en 0.9 ml de agua y 4 ml de alcohol. El $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ se obtiene evaporando una disolución del metal o del hidróxido de aluminio en HCl. Si se calienta la sal, no sólo pierde agua, sino que desprende HCl y queda el óxido.

La forma anhidra es un catalizador en la alquilación Friedel-Crafts de las parafinas y de los hidrocarburos aromáticos y también en la formación de cetonas, aldehídos y derivados de ácidos carboxílicos, se le emplea también en el cracking del petróleo, manufactura de gomas y lubricantes.

La forma hexahidratada se usa en la industria textil para el carbonizado de la lana y como coadyuvante de la tinción. Para preservar la madera y lana, desinfectar establos y rastros, en desodorantes, así como también se usa como astringente local y para la refinación del petróleo crudo y en la industria de los colorantes.

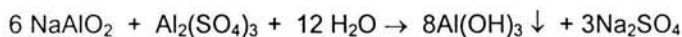
La solución de AlCl_3 sirve como desinfectante de aguas y para el tratamiento y purificación de éstas; pero para este fin son más usuales los sulfatos aluminico y férrico. Como la solución es astringente, se emplea en preparados cosméticos, antisépticos, desodorantes y antitranspirantes, ya que elimina las bacterias que se forman en la transpiración produciendo olores desagradables.

2.4. SULFATO DE ALUMINIO [9, 26, 27]

El sulfato de aluminio cristaliza en soluciones acuosas con 18 moléculas de agua, P.M. 666.41 y se halla en estado natural en el mineral alunogenita. El sulfato de aluminio es un compuesto en forma de cristales blancos, se funde cuando se calienta, tiene un punto de fusión de 86.5 °C y a 250 °C pierde su agua y se descompone. Es muy soluble en agua e insoluble en alcohol.

Se usa en el curtido de pieles, mordiente en colorantes, relleno de goma sintética, tratamiento de aguas, en la industria papelera se emplea en el encolado de papel, es decir para coagular fibras de celulosa y obtener una superficie dura e impermeable, se le emplea en la fabricación de pesticidas y para la manufactura de otras sales de aluminio.

El $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ha sido utilizado históricamente para tratar todo tipo de aguas, ya sea para el consumo humano o para mejorar la calidad de los efluentes industriales o cloacales. El aluminato de sodio se utiliza junto al sulfato de aluminio en purificación de agua, ya que cuando se mezclan los iones aluminio y aluminato se produce hidróxido de aluminio que es una red esponjosa y gelatinosa que atrapa impurezas según se forma y sedimenta, eliminándose por filtración.



Desde el punto de vista farmacéutico el sulfato de aluminio se emplea en solución diluida como astringente y antiséptico suave para la piel.

El $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ se obtiene a partir de la bauxita, la cual se hace reaccionar con H_2SO_4 en grandes digestores, donde se hierve por varias horas hasta que se concluye la reacción. Luego se sedimenta y decanta esta solución impura, con lo cual se separan la sílice y otros materiales insolubles. La solución clarificada se concentra por evaporación hasta que tenga la densidad conveniente, una vez fría la solución y espesa como jarabe, forma un sólido que después se machaca y pulveriza o se vacía en moldes para formar grandes bloques.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

- Obtener Cloruro de Aluminio y Sulfato de Aluminio a partir del cuerpo de latas de aluminio utilizadas como envases de refresco, empleando Ácido Clorhídrico y Ácido Sulfúrico respectivamente, para así reciclar desechos comúnmente generados.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Identificar los metales que forman parte de la aleación con la que está fabricado el cuerpo de las latas de refresco.
- Construir los Diagramas de Zonas de Predominio de los metales constituyentes de la aleación para predecir el estado del sistema representado.
- Diseñar métodos de separación aplicando los Diagramas de Zonas de Predominio que permiten establecer las condiciones necesarias para separar el aluminio de los metales constituyentes del cuerpo de las latas.
- Obtener Cloruro de Aluminio y Sulfato de Aluminio con una pureza superior al 99%, a partir de las latas de aluminio para de esta forma contribuir a disminuir la cantidad de residuos urbanos, reciclar la basura y aprovechar un recurso con el que México no cuenta.

HIPÓTESIS

El manejo de los desechos sólidos es actualmente el problema ambiental más trascendente en el que las latas de aluminio son protagonistas y aunque los envases en sí son residuos, contribuyen a reducir en lugar de incrementar el flujo de éstos, ya que protegen los productos de la descomposición, pero hay que considerar que dichos envases pueden ser reciclados.

- Si se separa el aluminio de los demás constituyentes del cuerpo de la lata de aluminio aplicando los Diagramas de Zonas de Predominio, entonces se obtendrá cloruro de aluminio y sulfato de aluminio con una pureza superior al 99%.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3. OBTENCIÓN DE CLORURO Y SULFATO DE ALUMINIO

3.1. REACTIVOS

Para el tratamiento de la muestra se emplearon: Tolueno, Diclorometano y Acetona, recuperados, ya que en esta parte no es necesario contar con un alto grado de pureza. En cuanto a la obtención de cloruro y sulfato de aluminio se utilizaron como reactivos: soluciones de Hidróxido de sodio al 20% (5 M) y 0.1 M, preparadas a partir de Hidróxido de Sodio con una pureza de 98.3% (A.C.S., J. T. Baker), Peróxido de Hidrógeno al 50% (Química Meyer) y solución indicadora preparada con 0.01 g de Rojo de Metilo (Sigma de México) disuelto en 60 mL de alcohol etílico y 40 mL de agua.

También se empleó Ácido Clorhídrico concentrado, 36.5% - 38% (A.C.S., Reactivos y Productos Químicos Finos), el cual se utilizó para preparar soluciones de concentración 6 M y 3 M (25%). Nitrato de Amonio al 1% (0.12 M) preparado a partir de Nitrato de Amonio (Productos Químicos Monterrey), Cloruro de Amonio al 99.8% (Merck), solución de Amoniaco 1:1 (7.5 M) partiendo de Hidróxido de Amonio con 28.4% como amoniaco (A.C.S., J.T. Baker), Ácido Sulfúrico concentrado, 98.1%, (A.C.S., Química Meyer), del cual también se preparó solución al 20% (3.68 M) y Alcohol Etilico anhidro, 99.6%, (Reactivos y Productos Químicos Finos). El agua empleada en la preparación de todas las soluciones fue desionizada.

3.2. EQUIPO

Se empleó la Balanza Analítica Mettler Toledo (AB204, precisión de 0.1 mg), así como también el Potenciómetro Corning (Modelo 7, precisión de 0.1 unidades de pH) y electrodo de vidrio con estándar interno de Ag^+/AgCl (Corning), así como también estufa, parrilla eléctrica y agitador magnético.

3.3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.3.1. Tratamiento de la muestra

Láminas obtenidas del cuerpo de diez latas usadas como envase de refresco⁷ se tratan con una mezcla de tolueno y diclorometano 70:30 respectivamente, durante 24 horas, pasado este tiempo se retira la pintura y el barniz con ayuda de una espátula. Si quedan restos de barniz se introduce la lámina en acetona con lo que se elimina dicho recubrimiento.⁸

3.3.2. Ataque de la muestra

Se pesan aproximadamente 0.5 g de las láminas ya tratadas de la lata, es decir sin recubrimientos. En un vaso de precipitado de 150 mL se colocan 10 mL de una solución de NaOH al 20% y se van colocando poco a poco las láminas en esta solución, manteniendo tapado el vaso con un vidrio de reloj. Posteriormente se agregan 5 mL de la solución de hidróxido y se siguen adicionando las láminas, al final se añaden 5 mL más de NaOH y las láminas restantes.

Cuando la reacción deja de ser violenta, se calienta hasta disolución total, se adicionan aproximadamente 10 mL de agua desionizada caliente, se deja enfriar durante unos minutos para posteriormente agregar 3 mL de agua oxigenada, se mantiene la agitación constante y finalmente se calienta durante unos minutos más.⁹

Lavar el reverso del vidrio de reloj con un chorro de agua caliente, dejar reposar durante 10 minutos y filtrar, procurando que todo el precipitado quede en el vaso, en donde se lava 2 veces por decantación con porciones sucesivas de 10 mL de disolución caliente de NaOH 0.1 M. Transferir el precipitado al filtro y enjuagarlo con pequeñas porciones de agua caliente, para finalmente aforar el filtrado y los enjuagues a 100 mL.

⁷ Para la realización de este trabajo sólo se emplearon latas de refresco "Coca Cola"

⁸ Ver el Apéndice I, página 51. Para ubicar más fácilmente los Apéndices se sugiere consultar la página 50.

⁹ El ataque se realiza con hidróxido de sodio y posteriormente se agrega agua oxigenada, debido a que en experimentos previos se demuestra que son las condiciones óptimas para atacar la muestra, para consultar dichas experiencias ver los Apéndices II, III, ..., IX, páginas 52 - 71.

3.3.3. Obtención de Hidróxido de Aluminio¹⁰ [31 - 34]

Para obtener el $\text{Al}(\text{OH})_3$, se puede realizar mediante dos vías, una es acidificando el medio con ácido clorhídrico, es decir, que a la solución obtenida en 3.3.2 se le agregue HCl y la otra es que después de obtener el hidróxido por acción del HCl, se haga una reprecipitación pero en medio amoniacal¹¹.

3.3.3.1. Con Ácido Clorhídrico

Tomar una alícuota de 20 mL de la solución resultante del ataque de la muestra, a la cual se le agrega 1 mL del indicador rojo de metilo ^{NOTA (A)} ahora, se le adicionará lentamente y en caliente HCl 6 M hasta que el indicador vire de amarillo a rosa, en este momento el pH estará alrededor de 4, entonces se agregarán unas gotas de NaOH 0.1 M hasta que de nuevo vire a amarillo, es decir cuando el pH haya alcanzado un valor entre 6 y 7. ^{NOTA (B)}

Seguir con el calentamiento unos dos o tres minutos más ^{NOTA (C)} y dejar reposar aproximadamente 10 minutos. Filtrar, procurando que quede todo el precipitado en el vaso, en donde se le lava tres veces por decantación con sucesivas porciones de 25 mL de disolución caliente de NH_4NO_3 . Transferir el precipitado al filtro y seguirlo lavando con pequeñas porciones de disolución de NH_4NO_3 . ^{NOTA (D)}

¹⁰ Ver Diagrama de Existencia de Predominio para aluminio en el Apéndice IV, página 58.

¹¹ De acuerdo al Apéndice VIII (página 69) hay otros metales presentes en la muestra, y con el fin de eliminar los cationes que no precipitan por completo después de atacar la muestra con NaOH, (Apéndice IX, página 71) se realiza una segunda precipitación de $\text{Al}(\text{OH})_3$ en medio amoniacal (Apéndice X, página 76).

NOTA (A) El rojo de metilo tiene un intervalo de pH de 4.4 – 6.2, cambiando de rojo a amarillo. [38]

NOTA (B) Para ajustar el pH se puede emplear pH-metro, manteniendo una buena agitación, pero lo que se observó fue que parte del hidróxido se adhiere al electrodo impidiendo una correcta medición, para evitar este problema se pueden realizar las mediciones tomando alícuotas del sobrenadante del sistema, pero si no se hace cuidadosamente puede repercutir en pérdida de materia, por lo que se decidió emplear indicadores permitiendo de esta forma agilizar la operación sin temor a tener pérdidas.

NOTA (C) Se continúa con el calentamiento ya que, la coagulación del material coloidal se favorece realizando la precipitación a partir de una solución caliente, pero para evitar que el hidróxido se disperse, perdiendo las partículas su tendencia a conglomerarse y dificultando notablemente la filtración, no es conveniente hervir por largo tiempo después de efectuada la precipitación. [34 – 35]

NOTA (D) Los lavados y enjuagues deben de hacerse procurando que el precipitado no se seque demasiado, a fin de que no se formen en su masa grietas o canales por los que se escurriría el agua de los lavados siguientes sin acción disolvente sobre las impurezas. [32]

3.3.3.2. Con Amoníaco

El $\text{Al}(\text{OH})_3$ obtenido en la primera etapa (3.3.3.1) se disuelve con HCl 3 M, enjuagando exhaustivamente el papel filtro, procurando no dejar residuos del hidróxido. Añadir a la solución 1.5 g de NH_4Cl y calentar casi a ebullición, adicionar 1 mL de indicador rojo de metilo y después neutralizar gota a gota con la solución de NH_3 ^{NOTA (E)} hasta que el color cambie de rosa a amarillo. Mantener el calentamiento dos minutos más después de la precipitación ^{NOTA (C)} y dejar asentar el precipitado. Filtrar por decantación e inmediatamente lavar el precipitado varias veces con pequeñas porciones de disolución caliente de NH_4NO_3 , por último, pasar el precipitado al papel filtro y continuar el enjuague con los mismos cuidados ya descritos.

3.3.4. Obtención de Cloruro de Aluminio, $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

El $\text{Al}(\text{OH})_3$ obtenido en las dos etapas anteriores (3.3.3.) se disuelve cada uno con 20 mL de HCl al 25%, y se coloca en un matraz Erlenmeyer, el cual se tapa con tapón de corcho. ^{NOTA (F)} Posteriormente se mantiene en agitación y se calienta a 70°C , durante 15 o 20 minutos. Transcurrido este tiempo se deja enfriar sin destapar para que la presión generada disminuya y no escape el ácido, de preferencia introducir el matraz en un baño con hielo.

Una vez que el matraz está frío se destapa y se le coloca un tapón con dos orificios, uno de ellos para poder alimentar el matraz con HCl gaseoso y en el otro colocar un tubo de escape para permitir la descarga del exceso de gas.

NOTA (E) En el Apéndice X (página 76), se determina que es necesario establecer $\text{pNH}_3' = 0$ para realizar la separación de los cationes que no se han eliminado completamente, por lo que para alcanzar el $\text{pNH}_3' = 0$ hay que considerar la cantidad de los metales que pudieran estar presentes (Apéndice VIII, página 69), así se encuentra que es necesario adicionar 1.1 g de NH_4Cl y 2.8 mL de la solución de NH_3 , por lo menos, considerando un volumen final de 40 mL.

NOTA (F) No se recomienda utilizar tapón de goma, ya que el ácido lo ataca más rápido.

El matraz debe de mantenerse a $0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ^{NOTA (G)} y en agitación mientras el HCl gaseoso es introducido hasta que el sistema se sature. El tubo de entrada no debe de estar en contacto con el líquido, ya que de lo contrario se formará la sal en la salida del tubo y no dejará pasar más ácido, pero una suficiente absorción del ácido se asegura por medio de una agitación constante y vigorosa.

Cuando se ha saturado el sistema de HCl, se forma el sólido de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, y una vez formado se filtra con succión rápidamente, mientras está frío se enjuaga con HCl concentrado y frío para remover residuos de la solución madre ^{NOTA (H)}. Una vez enjuagado se deja un tiempo con el vacío para secarlo y llevarlo finalmente al desecador.

3.3.4.1. Generación de HCl gaseoso

Una sencilla y controlable fuente de HCl gaseoso puede ser obtenida fácilmente si se deja fluir HCl concentrado dentro de H_2SO_4 concentrado. Como el H_2SO_4 tiene gran afinidad por el agua, deshidratará al HCl liberando así ácido clorhídrico gaseoso. [41, 42]

Un constituyente importante del montaje es el tubo por donde goteará el HCl, este tubo se debe llenar completamente con HCl antes de que la evolución comience y tiene que introducirse en el H_2SO_4 asegurando así la presión necesaria para que el HCl más ligero ($\rho = 1.19$) fluya al fondo del recipiente que contiene al H_2SO_4 más pesado ($\rho = 1.84$).

Experimentalmente, se llena un embudo de separación con H_2SO_4 concentrado y el HCl concentrado se adiciona lentamente a través de un embudo de goteo. Cuando un volumen igual al de H_2SO_4 de HCl se ha añadido, la evolución del gas disminuye y lo que queda en el embudo de separación se descarga, obteniendo H_2SO_4 diluido, que a hora contiene una pequeña cantidad de HCl.

NOTA (G) A 0°C el cloruro de aluminio hidratado es poco soluble (21mg/100mL) en HCl acuoso saturado y es por ello que es fácilmente aislado de esta solución. [42]

NOTA (H) Enjuagar el cloruro de aluminio obtenido con agua o ácido clorhídrico diluido debe ser evitado porque la sal se disolverá y habrá pérdidas importantes.

No debe permitirse que el embudo de goteo se vacíe, ya que como se ha generado una presión en el embudo de separación debido a la evolución del gas, si el embudo de goteo se vacía, el gas encontrará una salida más rápida a través de éste y generará una descompensación que puede provocar el desacoplamiento del montaje.

De esta forma el montaje necesario para la obtención de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ es el que se muestra en la Figura 3.

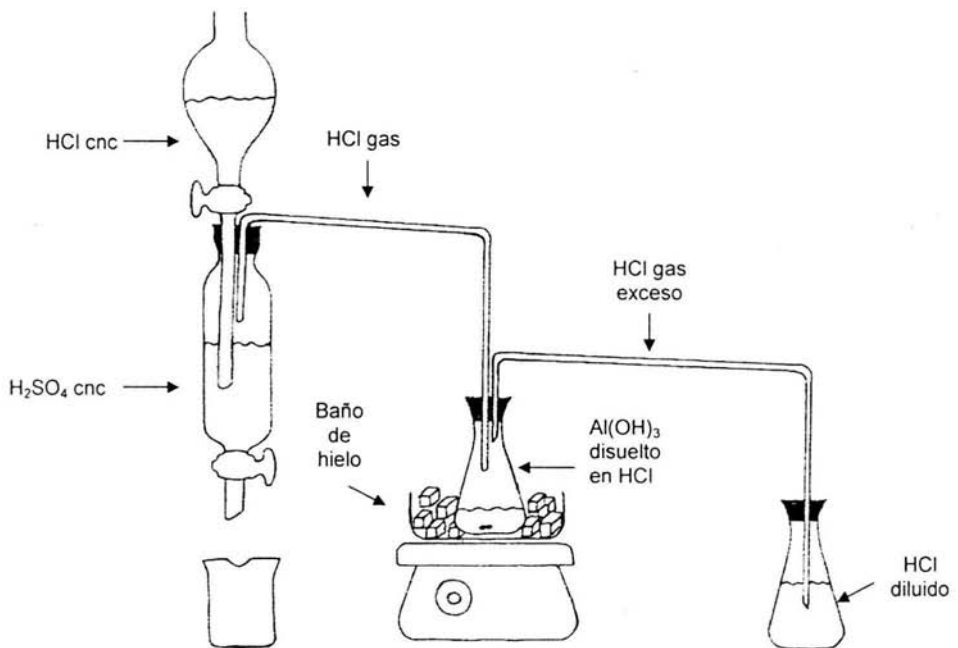


Figura 3. Montaje empleado para la obtención de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

3.3.5. Obtención de Sulfato de Aluminio, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$

El $\text{Al}(\text{OH})_3$ obtenido mediante los dos procedimientos descritos anteriormente (3.3.3.) se colocan por separado en vasos de precipitado de 50 mL y se les agrega lentamente 9 mL de H_2SO_4 3.68 M. Se calientan en una parrilla a 60 °C durante 1 hora y luego se dejan enfriar lentamente a temperatura ambiente.

Posteriormente se eleva de nuevo la temperatura, pero ahora a 45 °C y se mantiene por 2 horas, durante este periodo de tiempo se adicionan 0.5 mL de H_2SO_4 diluido y 0.5 mL de agua desionizada.

Transcurrido el tiempo, se deja enfriar poco a poco a temperatura ambiente para finalmente filtrar el sólido obtenido y enjuagar con alcohol etílico hasta eliminar el exceso de ácido, lo cual se comprueba utilizando tiras reactivas de pH.

El sólido se seca en la estufa a la temperatura mínima que ésta permita durante una hora y finalmente se coloca en el desecador. [43, 44]

4. DETERMINACIÓN DE PUREZA

4.1. REACTIVOS

Para la determinación de pureza del $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, se determina aluminio, para lo cual se utilizan algunos de los reactivos descritos anteriormente, en cuanto a la determinación de cloruro, se emplea solución indicadora preparada a partir de 0.025 g de Fenolftaleína (Sigma de México) disuelta en 25 mL de alcohol etílico y 40 mL de agua, solución de Ácido Nítrico 0.1 M, partiendo de Ácido Nítrico al 65.5% (A.C.S, J.T. Baker), solución de Nitrato de Plata estandarizada, la cual se prepara a partir del reactivo analítico (Productos Químicos Monterrey) y reactivo analítico de Cromato de Potasio (Productos Químicos Monterrey) para preparar solución de cromato de potasio 0.1 M.

Para la determinación de sulfato en el $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ se empleó Cloruro de Bario (A.C.S, J. T. Baker) para preparar una solución de Cloruro de Bario al 5% (0.2046568 M).

4.2. EQUIPO

El equipo empleado también es similar al descrito en párrafos anteriores, además del uso del Potenciómetro Corning (Modelo 7, precisión de 10 mV) y electrodos de plata y calomel (Corning) para la estandarización de la solución de nitrato de plata, así como también se requirió de Mufla eléctrica (Thermolyne tipo 1500).

4.3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.3.1. Determinación de la pureza de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [31, 33 – 35, 37]

Para determinar el contenido de aluminio y cloruro en el cloruro de aluminio se pesan aproximadamente 0.5 g del sólido obtenido ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), se disuelve en agua desionizada y finalmente se lleva al aforo de 100 mL. Pero antes de aforar se recomienda agregar 3 gotas de HCl 3 M para asegurar la acidez del medio.

4.3.1.1. Determinación de Aluminio

Se toman 50 mL de la solución preparada anteriormente y se realiza la precipitación en medio amoniacal como ya se describió en párrafos anteriores, es decir, a la solución ácida se le añade 1.0 g NH_4Cl y se calienta casi a ebullición, adicionar 1 mL del indicador rojo de metilo y después neutralizar gota a gota con solución de NH_3 hasta que el color cambie de rosa a amarillo. Mantener el calentamiento dos minutos más después de la precipitación. Filtrar por decantación e inmediatamente lavar el precipitado varias veces con pequeñas porciones de disolución caliente de NH_4NO_3 . Posteriormente, pasar el precipitado al papel filtro y continuar con el enjuague. Por último se calcinan juntos el filtro y el precipitado en un crisol de porcelana a $1200\text{ }^\circ\text{C}$, durante 10 minutos y enfriar en el desecador, repetir este procedimiento hasta alcanzar peso constante.

4.3.1.2. Determinación de Cloruro

Tomar alícuotas de 20 mL de la solución preparada de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y colocarla en matraces Erlenmeyer de 250 mL, como la solución debe ser casi neutra y la solución es ácida es necesario añadir 2 gotas de fenolftaleína ^{NOTA (I)} y adicionarle gota a gota NaOH diluido hasta que la solución esté ligeramente rosa, luego agregar HNO_3 diluido necesario para que el color rosa del indicador desaparezca (pH alrededor de 8). ^{NOTA (J)}

Adicionar 2 mL de solución de K_2CrO_4 y titular con AgNO_3 estandarizado [0.0698502 M] hasta que el color rojizo del cromato de plata comience a dispersarse a través de la solución, lo que señala que está a punto de alcanzarse el punto final. La adición de AgNO_3 se continúa gota a gota hasta lograr un cambio de color permanente del amarillo del ion cromato al rojizo del precipitado de Ag_2CrO_4 .

NOTA (I) La fenolftaleína tiene un intervalo de pH de transición de 8 – 10, cambiando de incoloro a rojo. [39]

NOTA (J) En este momento aparecerá el hidróxido de aluminio pero se dejará en el sistema para no perder cloruros, pero por lo mismo la agitación tiene que ser constante y vigorosa.

4.3.2. Determinación de la pureza de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ [31, 33 – 35, 36]

Para determinar el contenido de aluminio y sulfato en el sulfato de aluminio se pesan aproximadamente 0.5 g del sólido obtenido ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$), se disuelve en agua desionizada y finalmente se lleva a un volumen de aforo de 100 mL. Pero antes de aforar se agrega 1 mL de HCl 3 M para asegurar la acidez del medio y la completa disolución.

4.3.2.1. Determinación de Aluminio

Se toman 50 mL de la solución preparada anteriormente y se realiza la precipitación en medio amoniacal como ya se describió en párrafos anteriores. (4.3.1.1.)

4.3.2.2. Determinación de Sulfato

Tomar alícuotas de 20 mL de la solución preparada de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ y adicionar 1 mL de HCl concentrado, calentar casi a ebullición y agregar disolución de Cloruro de bario al 5% gota a gota con agitación constante, después de añadidos 10 mL de BaCl_2 hervir durante dos minutos más aproximadamente, dejar reposar el precipitado y ensayar en el líquido claro si la precipitación fue completa añadiendo unas gotas más de BaCl_2 .

Cuando la precipitación es completa, tapar los vasos con vidrios de reloj y dejar las mezclas en caliente, sin llegar a hervir, durante una hora o más tiempo si fuera necesario, para conseguir un líquido sobrenadante perfectamente transparente.

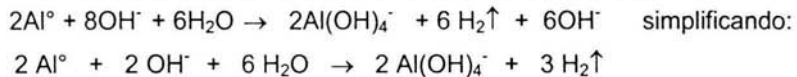
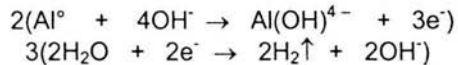
Preparar un crisol gooch con filtro de microfibras de vidrio y ponerlo a peso constante a 210 °C en la mufla. Filtrar asegurándose que todo el precipitado obtenido ha quedado retenido en el filtro y enjuagar perfectamente el precipitado con agua desionizada caliente. Secar en la mufla a 210 °C durante 20 minutos y enfriar en el desecador, repetir este procedimiento hasta alcanzar peso constante.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5. TRATAMIENTO Y ATAQUE DE LA MUESTRA

Al tratar la muestra con los disolventes orgánicos se apreció como los recubrimientos, tanto interno como externo, se retiraban con facilidad quedando la lámina limpia y lista para ser atacada.

El ataque de la muestra con NaOH se realiza lentamente, ya que la reacción es violenta, exotérmica y con liberación de gas, pudiendo ocasionar salpicaduras. Al atacar el aluminio con NaOH se libera hidrógeno produciéndose aluminato, AlO_2^- , según la siguiente reacción, en solución los iones aluminato tienen la estructura $\text{Al}(\text{OH})_4^-$.



Resulta conveniente resaltar que si el ataque se hace colocando todas las láminas y se les va adicionando NaOH, llega un momento en que el ataque no continúa, el sistema se distingue gris y aunque se agregue más NaOH la reacción no prosigue. Al calentar se torna amarillo rojizo pero lo gris no desaparece y al momento de filtrar, la solución obtenida sigue amarillenta y el sólido recolectado, que es gran cantidad, presenta una coloración entre gris y café, lo que hace suponer que no se completó el ataque.

Por esta razón es que el ataque se realiza agregando las láminas lentamente a la solución de NaOH para así provocar la completa disolución de la muestra. Al ir adicionando la muestra al NaOH se distingue el desprendimiento de gas, el líquido se ve grisáceo, partículas grises sedimentan y al calentar, dichas partículas se disuelven, el líquido cambia de color hacia amarillo café pero transparente, al seguir añadiendo las láminas y calentar se aprecia un sólido rojizo y la solución se torna más amarilla, al continuar calentando y después de dejar reposar se aprecia como sedimenta un sólido café mientras que el líquido es completamente incoloro y transparente.

El H_2O_2 se añade para completar la oxidación, ya que el Fe (II) es oxidado a Fe (III) con más facilidad en medio alcalino, por disminuir el potencial redox. El oxígeno atmosférico lo oxida con lentitud en este medio, y con mayor rapidez los peróxidos. El Mn (II) no puede precipitar totalmente, pero oxidando el $\text{Mn}(\text{OH})_2$ a óxido hidratado de manganeso (IV) se logra la completa precipitación ya que éste último es extremadamente insoluble. Esta oxidación se da lentamente al aire, pero es mucho más rápida con peróxidos, cloro, bromo, etc. [33, 36]

Al momento de agregar el peróxido se observó un cambio de color, el sistema se tornó muy oscuro y hubo poco desprendimiento de gas. Después de agitar vigorosamente durante 5 minutos, se calentó el sistema para eliminar el exceso de peróxido.



Dejando reposar se obtiene un sólido café amarillento, que al momento de filtrar se oscurece más y el filtrado es totalmente incoloro. En ese momento se midió el pH del filtrado, obteniendo un valor de 13.

El empleo de los Diagramas de Existencia Predominio permite visualizar el resultado de realizar el ataque con NaOH; si se ubica el valor de $\text{pH} = 13$ en la figura 4, se observa que las líneas de saturación correspondientes a Fe, Mg y Mn están lo suficientemente alejadas de la línea de saturación del Al para permitir la separación.

Dicha separación se puede llevar a cabo porque como lo indican los diagramas representados en la figura 4, el Al se encuentra en forma soluble, mientras que los otros metales están en forma de precipitado, por lo que el residuo insoluble obtenido después de realizar el ataque está conformado principalmente por $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y $\text{Mn}(\text{OH})_4$.

En la figura 5 se representan los DEP para Zn, Cu, Ni y Ca, en los cuales se puede notar que las líneas de saturación para estos metales están muy cercanas a la del aluminio, por lo tanto los hidróxidos de estos metales no precipitarán completamente y la separación de éstos no es tan eficiente como en el caso de los metales descritos anteriormente. De esta forma el sólido obtenido posterior al ataque también está compuesto en menor cantidad por $\text{Cu}(\text{OH})_2$, $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y $\text{Zn}(\text{OH})_2$.

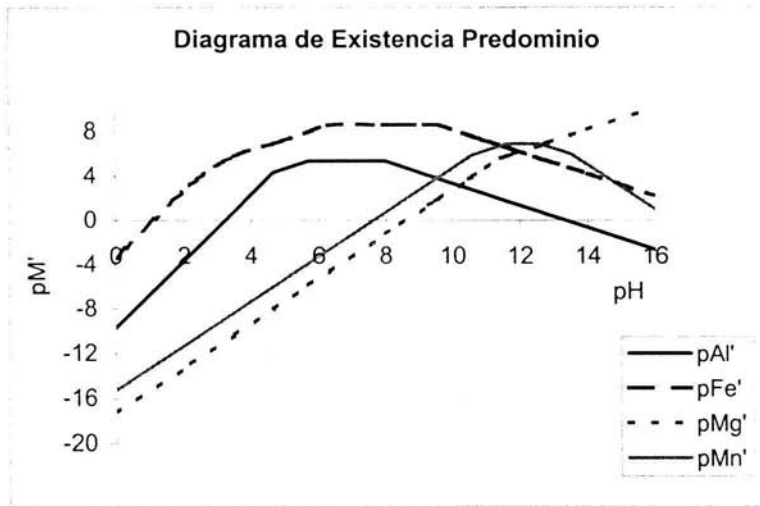


Figura 4.- Diagramas de Existencia de Predominio para Al, Fe, Mg y Mn.¹²

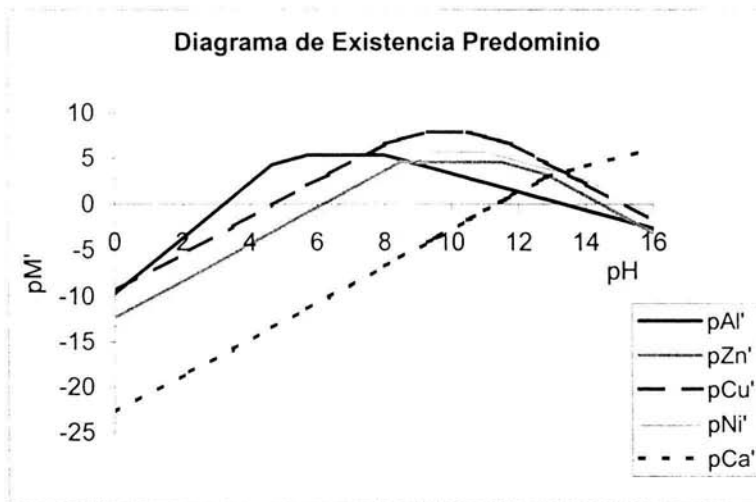
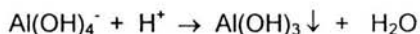


Figura 5.- Diagramas de Existencia de Predominio para Al, Zn, Cu, Ni, Ca.¹²

¹² En los Apéndices IV y IX se encuentran representados estos diagramas individualmente con sus funciones y la distribución de especies. (Páginas 56 y 71)

6. OBTENCIÓN DE HIDRÓXIDO DE ALUMINIO

Una vez separado el aluminio, se realizó la precipitación del $\text{Al}(\text{OH})_3$ con HCl según la reacción mostrada, obteniendo un sólido blanco gelatinoso.



Después de analizar la figura 5, se aprecia que no se ha logrado eliminar por completo a los metales representados en la misma.

Para obtener el $\text{Al}(\text{OH})_3$ lo más puro posible se realizó la reprecipitación imponiendo la condición de $\text{pNH}_3' = 0$ para asegurar que estos metales no contaminen considerablemente el $\text{Al}(\text{OH})_3$. Como se puede apreciar en la figura 6 al efectuar la precipitación bajo esta condición se logra que los cationes que se encuentran en solución junto con el aluminio formen complejos amoniacales que impiden la precipitación de sus hidróxidos bajo las condiciones en las cuales precipita el $\text{Al}(\text{OH})_3$, obteniendo así el sólido blanco gelatinoso.

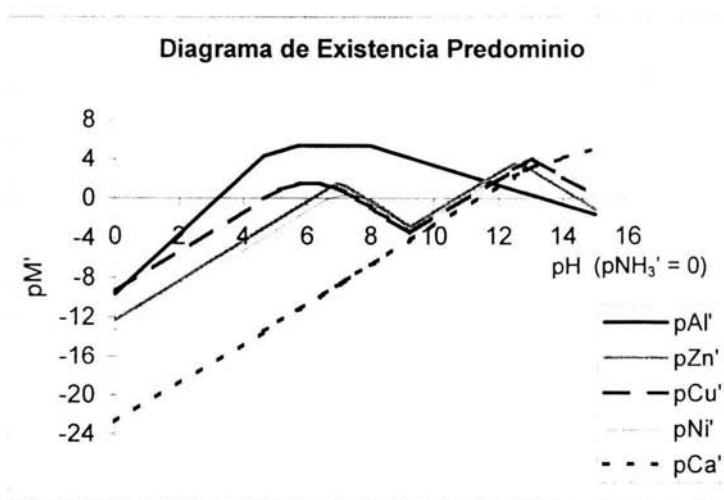
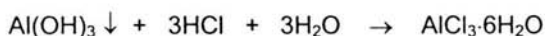


Figura 6.- DEP para Al, Zn, Cu, Ni, Ca a $\text{pNH}_3' = 0$ ¹³

¹³ En los Apéndices IV y X se encuentran representados estos diagramas individualmente con sus funciones y la distribución de especies. (Páginas 58 y 76)

7. OBTENCIÓN DE CLORURO DE ALUMINIO

El HCl de concentración entre 20 – 30% con $\text{Al}(\text{OH})_3$ transforma al menos una parte del hidróxido directamente en cloruro de aluminio hexahidratado [42]. No se debe añadir más agua ya que es suficiente con la que está presente en la solución ácida:



La reacción se realiza a una temperatura de 70 – 80°C en un matraz Erlenmeyer cerrado para impedir el escape del ácido. Durante la reacción, el hidróxido se disocia y el cloruro se forma como partículas sólidas que son insolubles en el ácido y precipitan.

Al realizar el procedimiento antes descrito, primeramente se distinguió como el $\text{Al}(\text{OH})_3$ se disuelve en el ácido, pero no en su totalidad, al calentar se logró la disolución completa y transcurridos los 20 minutos se distinguió en el fondo del matraz unos pequeños cristales blancos, al enfriar el matraz aparecieron un poco más; pero al saturar el sistema con HCl gaseoso (que sucedió aproximadamente después de 5 minutos de alimentar al matraz) se notó la formación de gran cantidad de sólido blanco. El cual se pesó una vez filtrado, enjuagado y secado.

Conociendo la cantidad de muestra de la cual se parte, el contenido de aluminio de la misma¹⁴, la alícuota tratada para obtener el compuesto y la masa del producto obtenido, se calculó el rendimiento, obteniendo los resultados mostrados en la Tabla 2:

Tabla 2. Resultados de la obtención de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Volumen de aforo 100 mL		Alícuota 20 mL		
Láminas atacadas [g]	0.5061	Contenido de Aluminio [g]	0.0957278	
		Cantidad esperada $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [g]	0.8566189	
Contenido de Aluminio [%]	94.574064	Cantidad obtenida $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [g]	Sin NH_3 '	Con NH_3 '
			0.7642	0.7623
Contenido de Aluminio [g]	0.4786393	Rendimiento [%]	89.211196	88.989394

¹⁴ La determinación del contenido de metales en la lata se encuentra en el Apéndice VIII, página 69.

8. OBTENCIÓN DE SULFATO DE ALUMINIO

Los cristales de sulfato de aluminio son producidos de forma químicamente pura por un proceso que comprende el enfriamiento de una solución saturada químicamente impura de sulfato de aluminio acidificada con ácido sulfúrico. [41]

El $\text{Al}(\text{OH})_3$ reacciona con H_2SO_4 para dar sulfato de aluminio, ahora bien, como se emplea ácido diluido es conveniente agregar dicha disolución al hidróxido inmediatamente después de prepararla para así aprovechar lo exotérmico de la dilución.



Al agregar el H_2SO_4 al $\text{Al}(\text{OH})_3$ se aprecia la completa disolución de este último y una vez que ha transcurrido el tiempo en el cual se mantiene la temperatura elevada y se permite el enfriamiento de dicha solución se nota la aparición de cristales blancos.

Posteriormente el sistema que contiene a los cristales se calienta, de tal forma que una parte de éstos se disuelve. El sistema se mantiene en este estado durante un tiempo con el propósito de disolver las impurezas de los cristales. Durante este proceso aumenta el tamaño de partícula; al mismo tiempo, las impurezas y las partículas pequeñas se redisuelven y no se reabsorben apreciablemente en las partículas mayores.

Lo anteriormente descrito se conoce como maduración o digestión, que consiste en permitir que el precipitado esté en contacto con el licor madre durante algún tiempo antes de filtrarlo, con frecuencia a una temperatura elevada. Las partículas pequeñas de una sustancia cristalina se hacen más solubles que las grandes y se disuelven más rápidamente, haciendo que la solución se sobresature. El equilibrio se reestablece cuando el material adicional abandona la solución para entrar en la fase sólida, ocasionando que las partículas grandes crezcan aún más.

Al enfriar esta solución, efectivamente se notó la aparición de los cristales blancos más grandes y más ordenados, los cuales se enjuagaron con alcohol, ya que el sulfato de aluminio es muy poco soluble en él.

Cabe destacar que este proceso, en el cual un volumen importante de solución de sulfato de aluminio se calienta y enfría no es económico para la producción industrial, sin embargo, esta desventaja se puede eliminar añadiendo cristales de sulfato de aluminio puro (obtenidos como se describió anteriormente, 3.3.5) a la solución recién obtenida de agregar al hidróxido de aluminio el ácido sulfúrico, de esta forma al enfriar el sistema precipitarán los cristales de sulfato de aluminio de una pureza considerable.

Después de secar el sólido obtenido y permanecer en el desecador se pesó, y de la misma forma que se realizó para el cloruro de aluminio, se calculó el rendimiento obteniéndose los resultados mostrados en la Tabla 3:

Tabla 3. Resultados de la obtención de Sulfato de aluminio.

Volumen de aforo 100 mL		Alicuota 20 mL		
Láminas atacadas [g]	0.5061	Contenido de Aluminio [g]	0.0957278	
		Cantidad esperada $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ [g]	1.182264	
Contenido de Aluminio [%] ¹⁵	94.574064	Cantidad obtenida $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ [g]	Sin NH_3 '	Con NH_3 '
			1.0052	0.9878
Contenido de Aluminio [g]	0.4786393	Rendimiento [%]	85.023311	83.563596

¹⁵ La determinación del contenido de metales en la lata se encuentra en el Apéndice VIII, página 69.

9. DETERMINACIÓN DE PUREZA

En las siguientes tablas se esquematizan los resultados obtenidos al determinar la cantidad de aluminio y cloruro, en el $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y la cantidad de aluminio y sulfato en el $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, tomando en cuenta que dichos análisis se hicieron a alicuotas de un determinado volumen, por lo que también se presentan los resultados para la solución preparada inicialmente, obtenidos al aplicar los cálculos correspondientes considerando el volumen de las alicuotas.

Tabla 4. Resultados de la determinación aluminio y cloruro en $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Sin NH_3 '			Con NH_3 '	
Cantidad pesada $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y aforada a 100mL [mg]		515.8	500.5	
Determinación de aluminio			Determinación de aluminio	
Volumen [mL]	Alicuota	Solución inicial	Alicuota	Solución inicial
	50	100	50	100
Cantidad obtenida Al_2O_3 [mg]	54.2		0.0527	
Aluminio determinado [mg]	28.684111	57.368223	27.890271	55.780541
Cloruro calculado [mg]	113.06728	226.13456	109.93811	219.87623
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ calculado [mg]	256.67921	513.35842	249.57554	499.15108
Determinación de cloruro			Determinación de cloruro	
Volumen [mL]	20 mL	100mL	20	100
Volumen gastado AgNO_3 [mL]	18.35		17.8	
Aluminio calculado [mg]	11.527213	57.636065	11.181713	55.908566
Cloruro determinado [mg]	45.438079	227.19039	44.076175	220.38087
$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ calculado [mg]	103.15106	513.75531	100.05934	500.2967

Tabla 5. Resultados de la determinación de aluminio y sulfato en $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$

Sin NH_3'			Con NH_3'	
Cantidad pesada $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ y aforada a 100mL [g]		0.5529	0.5058	
Determinación de aluminio			Determinación de aluminio	
Volumen [mL]	50	100	50	100
Cantidad obtenida Al_2O_3 [mg]	42.9		0.0386	
Aluminio determinado [mg]	22.703845	45.407689	20.428168	40.856336
Sulfato calculado [mg]	121.26529	242.53058	109.11049	218.22099
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ calculado [mg]	280.39837	560.79674	252.29317	504.58635
Determinación de sulfato			Determinación de sulfato	
Volumen [mL]	20 mL	100mL	20	100
Cantidad obtenida BaSO_4 [mg]	118.7		0.1061	
Aluminio calculado [mg]	9.1486366	45.743183	8.1775092	40.887546
Sulfato determinado [mg]	48.864503	244.32251	43.677538	218.38769
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ calculado [mg]	112.98804	564.94018	100.99436	504.9718

Al analizar las Tablas 4 y 5, se puede apreciar que tanto la cantidad de cloruro y sulfato calculado a partir de la determinación de aluminio es menor que la cantidad de cloruro y sulfato determinado, por lo que es posible suponer que están presentes trazas de otros metales que no se pudieron eliminar y que están formando los correspondientes cloruros y sulfatos. Por lo anterior, para obtener la pureza de los compuestos presentada en la Tabla 6, se consideran los resultados obtenidos de la determinación de aluminio, no queriendo decir que la determinación de los aniones fue en vano, al contrario permite visualizar que la presencia de otros metales es mínima y que el proceso de separación fue bueno.

Tabla 6. Resultados de la determinación de pureza

Compuesto	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$	
	Sin NH_3'	Con NH_3'	Sin NH_3'	Con NH_3'
Pureza [%]	99.526641	99.730485	99.626353	99.760053

De acuerdo a la Tabla 6 se obtuvo una pureza mayor de los compuestos cuando se realizó la precipitación del $\text{Al}(\text{OH})_3$ en medio amoniacal, lo que indica que se consiguió una mejor separación en este medio, aunque esto tuvo como consecuencia un menor rendimiento, como lo muestran las Tablas 2 y 3. No obstante hay que resaltar que ambas purezas son superiores al 99%, por consiguiente es posible aplicar las dos alternativas de obtención y la elección entre una y otra depende de las necesidades que se tengan en cierto momento.

Considerando todos los resultados y su correspondiente discusión se pueden resumir y representar en la Tabla 7, realizando además una proyección para de esta forma establecer la cantidad de los compuestos que se obtendrían a partir de 1 g de lámina del cuerpo de la lata, el costo estimado de su obtención y la comparación con el costo comercial que tendría la cantidad obtenida. [45]

Tabla 7. Proyección de los resultados

Compuesto	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		$\text{Al}_2(\text{SO}_4) \cdot 18\text{H}_2\text{O}$	
	Sin NH_3'	Con NH_3'	Sin NH_3'	Con NH_3'
Cantidad esperada [g]	7.5498914	7.5311204	9.9308433	9.7603467
Pureza [%]	99.526641	99.730485	99.626353	99.760053
Costo estimado [\$]	102.28	118.8	40.56	57.10
Costo comercial [\$]	17.50	17.46	464.72	456.77

Los productos obtenidos tienen una pureza aceptable comercialmente y se obtienen cuantitativamente por lo que los métodos de elaboración de los mismos son factibles, a pesar de que el costo se vea muy elevado, sobre todo en el caso de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, se tiene que considerar que los volúmenes de reactivos empleados a nivel industrial son mucho mayores que a nivel laboratorio lo que repercute en la disminución de los costos. Además que algunos de los reactivos empleados se pueden recuperar para volver a utilizarlos en estos métodos.¹⁶ Además de que el manejo apropiado de los residuos químicos no sólo es un problema que debe enfrentar la empresa química a escala industrial sino también, a escala de laboratorio.

¹⁶ En el Anexo 6, página 100 se da una descripción breve sobre el manejo y disposición de los residuos generados.

CONCLUSIONES

La importancia del Aluminio y de sus compuestos justifican ampliamente el desarrollo del presente trabajo, más aún si se considera que se parte de desechos de aluminio, con lo cual además de contribuir a la protección ambiental, se le da a las latas de aluminio el valor de materia prima que tienen.

- Se obtuvieron cuantitativamente $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ con una pureza superior al 99% a partir del cuerpo de latas de aluminio utilizadas como envases de refresco.
- La construcción y el estudio teórico de los Diagramas de Zonas de Predominio permiten conocer y predecir el estado del sistema representado por lo que se pueden aplicar para establecer las condiciones necesarias y lograr así la separación del aluminio de los demás metales contenidos en el cuerpo de las latas.
- Los métodos diseñados para llevar a cabo la separación y obtención de los compuestos de aluminio ofrecen diferencias en cuanto a la pureza, aunque no marcada, de los compuestos obtenidos, ya que al realizar la precipitación de $\text{Al}(\text{OH})_3$ en medio amoniacal se obtiene una pureza mayor que cuando no se hace en este medio, lo que indica una mayor separación, sin embargo esto llevó a obtener un menor rendimiento.
- Los métodos de separación y obtención diseñados brindan resultados cuantitativos y purezas aceptables de los productos obtenidos, por lo que son factibles de emplearse y la aplicación de uno u otro depende de las necesidades que se tengan en cierto momento como son la pureza, rendimiento, tiempo y presupuesto
- Este trabajo puede dar origen a otros estudios que permitan emplear otra parte de las latas y reutilizar los desechos generados, así como también optimizar los métodos de separación y obtención para de esta forma hacerlos más eficientes, rápidos y económicos.

REFERENCIAS

- [1] Estadísticas del Medio Ambiente de la Zona Metropolitana del Valle de México; Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática, México, 2000.
- [2] Secretaría del Medio Ambiente: www.sma.df.gob.mx
- [3] Secretaría de Obras y Servicios: www.df.gob.mx/secretarias/obras
- [4] Estudio sobre el manejo de residuos sólidos para la Ciudad de México; Gobierno del Distrito Federal, 1999.
- [5] Manejo y reciclaje de los residuos de envases y embalajes, 2da. ed., Secretaría de Desarrollo Social, México, 2000.
- [6] Instituto Nacional de Estadística, Geografía e Informática: www.inegi.gob.mx
- [7] Instituto Nacional de Ecología: www.ine.gob.mx
- [8] El Aluminio: www.analitica.com.mx/proc1/alu.htm
- [9] Babor, J.A. y Ibarz, J., Química General Moderna, Época, México, 1977, págs: 148 – 153, 420 – 422, 431 – 440, 562 – 566.
- [10] Tegeder, F. y Mayer L., Métodos de la Industria Química, Reverté, España, 1987, Tomo 1, págs: 182 – 189.
- [11] Choppin, G. y Jaffe, B., Química, ciencia de la material, la energía y el cambio, Publicaciones Cultural, México, 1967, págs: 482 – 484, 487 – 493.
- [12] Chang, R., Química, 4º ed., Mc Graw Hill, España, 1992, págs: 820 - 822, 841 – 845.
- [13] King, F., El aluminio y sus aleaciones, Limusa Noriega, México, 1992, págs: 259 – 262, 273 – 277, 280, 316 – 318.
- [14] Juniere, P. Y Sigwalt, M., Las aplicaciones del aluminio en las industrias químicas y alimenticias, Urmo Bilbao, España, 1966.
- [15] La Tierra y sus Recursos: www.eureka.ya.com/geoquímica

- [16] Instituto Mexicano del Aluminio, Lorena Garduño, Asistente Dirección General, Entrevista.
- [17] Materias Primas en la industria del envase, Instituto Argentino del Envase, Argentina, 1994, págs: 65, 73, 77, 88, 89 – 90, 96 – 105, 112.
- [18] Barrios C. A., Tendencias de los envases metálicos –hojalata y aluminio- para alimentos, México, 1993. (Tesis: UNAM. FES Cuautitlán, Ingeniería en Alimentos).
- [19] Sarmiento A. L., Envases y empaques para la conservación de alimentos, Asociación Nacional de Industriales, Colombia, 2001, págs: 42 – 44.
- [20] Vidales, G. D., El mundo del envase, manual para el diseño y producción de envases y embalajes, Ed. Gili, México, 1995, págs: 13 – 14, 41 – 53.
- [21] Vidales, G. D., El envase en el tiempo: Historia del envase, Trillas, México, 1999, págs: 271 – 277, 291.
- [22] Rodríguez, T. J., Manual de ingeniería y diseño de envase y embalaje para la industria de los alimentos, farmacéutica, química y cosméticos, 3° ed., Asociación Mexicana de Envase y Embalaje, México 1997, págs: 9:6 – 9:11.
- [23] Robertson, G. L., Food Packaging, Principles and Practice, Marcel Dekker, Inc., Estados Unidos, 1993, 654 – 655.
- [24] Fábricas Monterrey, Ignacio López Maldonado, Producción y ventas, Entrevista.
- [25] Leyva Dolores, Beatriz y Báez Ríos, Hilda, Planta Recicladora de Chatarra de Aluminio, México, 1997. (Tesis: UNAM. FES Cuautitlán, Ingeniería Química).
- [26] The Merck Index, An Encyclopedia of Chemicals, drugs and biologicals, 12° ed., Merck & Co Inc., Estados Unidos, 1996, págs: 60, 64
- [27] Kirk, R., Enciclopedia de Tecnología Química, Hispanoamericana, México, 1963, Tomo II, págs: 99 – 119.

- [28] Vogel, A., Textbook of Quantitative Chemical Analysis, 5ta. ed., Longman Scientific and Technical, Gran Bretaña, 1989, págs.: 690 – 691.
- [29] Charlot, G., Análisis Cualitativo Rápido de Cationes y de Aniones, 3ra. ed., Alhambra, España, 1982, págs.: 26, 29, 51.
- [30] Belcher, R., Nutten, A. J. y Stephen W. I., Qualitative Inorganic Analysis, University of Birmingham, Inglaterra, 1982, págs.: 18, 22, 23, 25, 26.
- [31] Kolthoff, I. M., Sandell, E. B. Quantitative Chemical Analysis, 4a. ed. Macmillan Company, Estados Unidos, 1969, págs.: 265, 351 – 352, 801, 824.
- [32] Bermejo, M. F., Química Analítica General, Cuantitativa e Instrumental, 7a. ed., Paraninfo, España, 1991, págs.: 313 – 320, 399 – 404.
- [33] Ayres, G. H., Análisis Químico Cuantitativo, 2da. ed., Harla, México, 1970, págs.: 246 – 251, 615 - 618.
- [34] Day, R. A., Underwood, A. L., Química analítica Cuantitativa, 5ta. ed., Prentice Hall Hispanoamericana, México, 1989, pág.:117 – 119, 348, 760 – 762.
- [35] Orozco, F., Análisis Químico Cuantitativo, 20° ed., Porrúa, México, 1994, págs: 95 – 115.
- [36] Burriel, M. F., Lucena C. F., Química Analítica Cualitativa, 8ta. ed., Paraninfo, España, 1972, págs.: 167 – 170, 222 – 228, 245 – 250.
- [37] Harris, C. D., Análisis Químico Cuantitativo, 3era. ed., Iberoamericana, México, 1992, págs: 131 - 142, 170, 241, 728.
- [38] Mesmer, R. E. y Baes, C. F., The hydrolysis of Cations, Wiley, Estados Unidos, 1976.
- [39] Ringbom, A., Formación de complejos en Química Analítica, Alhambra, España, 1979
- [40] Vogel, A., Química Analítica Cuantitativa, 2da. ed.,Kapeluse, Argentina, 1969, págs.: 817 – 820, 823.

- [41] Schlessinger, G. G., Preparación de Compuestos Inorgánicos en el Laboratorio, Compañía Editorial Continental, México, 1965, pág.: 28.
- [42] Brauer, G., Handbook of Preparative Inorganic Chemistry, 2da. ed., Academic Press Inc., Estados Unidos, 1963, Vol. 1, pág.: 280 – 282, 814 – 823.
- [43] Rodríguez Gutiérrez, Erika, Obtención de sulfato de aluminio y sulfato de sodio a partir de desechos de una planta anodizadora de aluminio, 2002. (Tesis: UNAM. FES Cuautitlán, Química).
- [44] Navarro Estrella, Alfredo, Obtención de sulfato de aluminio a partir de desperdicios industriales, 1994, (Tesis: UNAM. FES Cuautitlán, Ingeniero Químico).
- [45] Catálogo electrónico Sigma, Aldrich, Fluka y Supelco: www.sigma-aldrich.com.mx, Cotización al 3 de abril de 2003.
- [46] Vega de Kuyper, J., Manejo de Residuos de la Industria Química y Afín, 2da. ed., Alfaomega, México, 1999, págs: 17 - 34, 119 - 120, 123 - 126, 131 - 149.
- [47] The Wiley Enciclopedia of Packaging Technology, John Wiley and Sons Inc., Estados Unidos, 1986, págs: 204 - 211.
- [48] Las tintas en la impresión, Editado por la Unión de industriales litógrafos de México, México, 1990.
- [49] Zollinger, H., Síntesis, Properties and Applications of Organic Dyes and Pigments, VCH, Alemania, 1987, págs: 321 - 324.
- [50] Seymour, R., Carraher, C., Introducción a la Química de los Polímeros, 3era. ed., Reverté, España, 1998, págs: 467 - 468, 569 - 575.
- [51] Prudent Practices in the Laboratory, Handling and Disposal of Chemicals, Editado por National Academy Press, Estados Unidos, 1995, págs: 242, 294, 332, 400, 404.
- [52] Proyecto de Norma Oficial Mexicana, PROY-NOM-052-ECOL-1999.

APÉNDICES

APÉNDICE I	
Tratamiento de la muestra	51
APÉNDICE II	
Ataque de la muestra con HCl	52
APÉNDICE III	
Pruebas de Identificación	53
APÉNDICE IV	
Elaboración de una Matriz y Primera Separación	56
DEP para Zn'	56
DEP para Fe'	57
DEP para Al'	58
APÉNDICE V	
Segunda Separación	61
APÉNDICE VI	
Separación de Metales en la Muestra	64
APÉNDICE VII	
Separación de Metales en la Muestra, en Medio Amoniacal	67
APÉNDICE VIII	
Pruebas de Identificación II	69
APÉNDICE IX	
Ataque de la Muestra con NaOH	71
DEP para Mg'	71
DEP para Mn'	72
DEP para Cu'	73
DEP para Ni'	74
DEP para Ca'	75
APÉNDICE X	
Eliminación de otros Cationes	76
DEP para Zn'' a $p\text{NH}_3' = 0$	76
DEP para Cu'' a $p\text{NH}_3' = 0$	77
DEP para Ni'' a $p\text{NH}_3' = 0$	78
NOTAS DE LOS APÉNDICES	79

APÉNDICE I

TRATAMIENTO DE LA MUESTRA

Como las latas de refresco tienen una capa de pintura al exterior y una de barniz al interior es necesario retirarlos. En primera instancia, para retirar dichos recubrimientos, la lámina de la lata se lijó cuidadosamente por ambos lados, pero se apreció que había pérdida de metal, por lo que se consideró conveniente tratar las láminas de la lata con disolventes orgánicos para eliminar dichos recubrimientos. De esta forma se realizaron pruebas de solubilidad, obteniendo los siguientes resultados:

Tabla 8. Resultados de las pruebas de solubilidad aplicadas a la muestra.

DISOLVENTE	OBSERVACIONES
Acetato de etilo	No se apreció cambio
Acetona	Retira un poco el barniz
Cloroformo	No se apreció cambio
Diclorometano	Retira un poco la pintura
Tetracloruro de carbono	No se apreció cambio
Tolueno	Retira la pintura

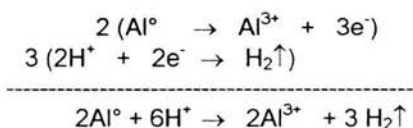
Como se aprecia en la Tabla 8, el tolueno y el diclorometano resultaron buenos disolventes para la pintura, por lo que hizo una mezcla 70:30 respectivamente y se trataron las láminas de la lata dejando actuar a dicha mezcla durante 24 horas. Posteriormente se retiró la pintura y el barniz con la ayuda de una espátula, si quedan restos de barniz, entonces se introduce la lámina en acetona y después de unos minutos resulta fácil su eliminación.

APÉNDICE II

ATAQUE DE LA MUESTRA CON ÁCIDO CLORHÍDRICO

Se pesan 3 gramos de la lámina, se cortan en pequeños pedazos y se atacan con 30 mL de HCl concentrado en un vaso de precipitado tapado con un vidrio de reloj, el ácido se va añadiendo poco a poca para evitar que el ataque fuera muy violento evitando así, salpicaduras, debido a que existe desprendimiento de gas.

La reacción que ocurre es:



Una vez disuelto el metal, no se aprecia ningún sólido, la solución presenta una coloración verde claro, que al momento de calentarse cambia drásticamente a amarillo, y finalmente se afora a 250 mL con agua desionizada.

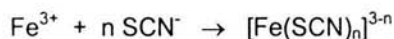
Las coloraciones que presentó la solución resultante del ataque lleva a pensar en la presencia de otros metales aparte del aluminio. (Ver Apéndice III, página 53)

APÉNDICE III

PRUEBAS DE IDENTIFICACIÓN

- a) La coloración amarilla de la solución hace suponer la existencia del ion Fe^{3+} , por lo cual es necesario identificarlo.

El Fe (III) reacciona con tiocianato en medio ácido para dar una serie de complejos rojos que permanecen en solución, el Fe (II) no reacciona. Dependiendo de la concentración de tiocianato, una serie de complejos pueden ser obtenidos, todos son rojos y pueden expresarse como: $[\text{Fe}(\text{SCN})_n]^{3-n}$, donde $n = 1, \dots, 6$. [28]



Experimentalmente se colocaron en un tubo de ensayo 5 gotas de la solución problema, como el medio ya es ácido, se agregó directamente una gota de solución saturada de NH_4SCN a precendiéndose la coloración rojiza. Lo anterior hace suponer la presencia de Fe (III) en la muestra, aunque así como los iones férricos dan con el tiocianato una coloración roja, otros iones interfieren como Ag, Cu, Ni, Co, Ti, Mo, Hg, Zn, Cd, por lo que hay que tomar con precaución este resultado. [28]

Basándose en lo anterior, es posible explicar la coloración verdosa de la solución obtenida después de realizado el ataque. El HCl provoca la siguiente reacción con el hierro:



El ion ferroso presenta una coloración que va de incolora a verdosa, el Fe^{2+} es inestable, oxidándose lentamente con el aire a Fe^{3+} en medio ácido, así al momento de calentar y con la misma agitación se provoca la oxidación, obteniendo entonces el ion férrico que es de color amarillo. [36]

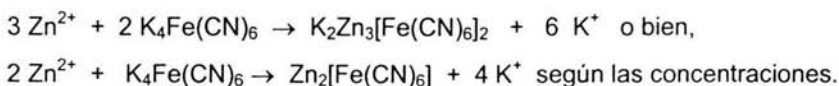
- b) Para identificar la presencia de Zinc, se empleó la ditizona (difeniltiocarbazona), la cual disuelta en cloroformo, extrae al zinc formando un complejo rosa, a un valor de pH aproximadamente de 4. [31]

En un tubo de ensayo se colocaron 5 gotas de la solución problema, 5 gotas de buffer de acetatos pH = 4.4 y 3 gotas de ditizona en cloroformo, después de agitar vigorosamente se notó un cambio en la coloración de azul a rosa, pero cabe mencionar que dicha coloración fue muy tenue, lo que lleva a pensar en poca presencia del zinc.

Este resultado también hay que tomarlo con ciertas reservas, ya que la ditizona forma complejos coloridos con diversos metales que pueden ser extraídos con solventes orgánicos como Cu, Cd, Co, Ni, Ag, etc. [31]

- c) Se empleó ferrocianuro de potasio para identificar otros metales y ratificar la existencia de los anteriores, ya que forma precipitados de colores característicos. [29]

Los iones Zn (II) en medio ácido o neutral reaccionan con ferrocianuro de potasio para formar un sólido blanco muy poco soluble, según la reacción:



De forma similar para el Cobre, pero se obtiene un precipitado café. El calcio también reacciona con el ferrocianuro dando un precipitado de color amarillo de composición variable. [29, 30]

El Fe (III) en medio ácido reacciona formando un precipitado azul, conocido como azul de prusia, según la reacción: [29, 30]



Para llevarlo a cabo experimentalmente, se colocan 5 gotas de la muestra problema y 3 gotas de una solución diluida de $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, esta adición se hace con precaución para poder distinguir los colores, pero solamente fue posible ver el color azul, debido al Fe(III), ya que su color es muy intenso.

- d) La dimetilgloxima es un reactivo para níquel, ya que aunque forma complejos estables con Cu, Co, Zn y otros, sus complejos son solubles en agua (aunque sus coloraciones pueden interferir), mientras que el níquel dimetilgloximato es insoluble en medio neutro, acético o amoniacal. [29, 30]

En un tubo de ensayo se colocaron 5 gotas de la solución problema, unos cristales de acetato sódico y 2 gotas de solución alcohólica de dimetilgloxima. Después de agitar no apareció el precipitado rojo.

- e) Al no quedar residuos sólidos una vez realizado el ataque a las láminas de la lata se puede decir que no hay presencia de silicio, ya que la sílice es resistente al ataque químico por todos los ácidos minerales, excepto el fluorhídrico. Cuando el silicio es un constituyente secundario, la muestra se ataca con ácido clorhídrico quedando la sílice insoluble. [40]

Cabe mencionar que también se realizaron las mismas pruebas con soluciones que contenían sales de los metales en interés, para que sirvieran como testigos y facilitar así la distinción de los colores y sólidos. En la Tabla 9 se resumen los resultados obtenidos:

Tabla 9. Resultados de realizar las Pruebas de Identificación.

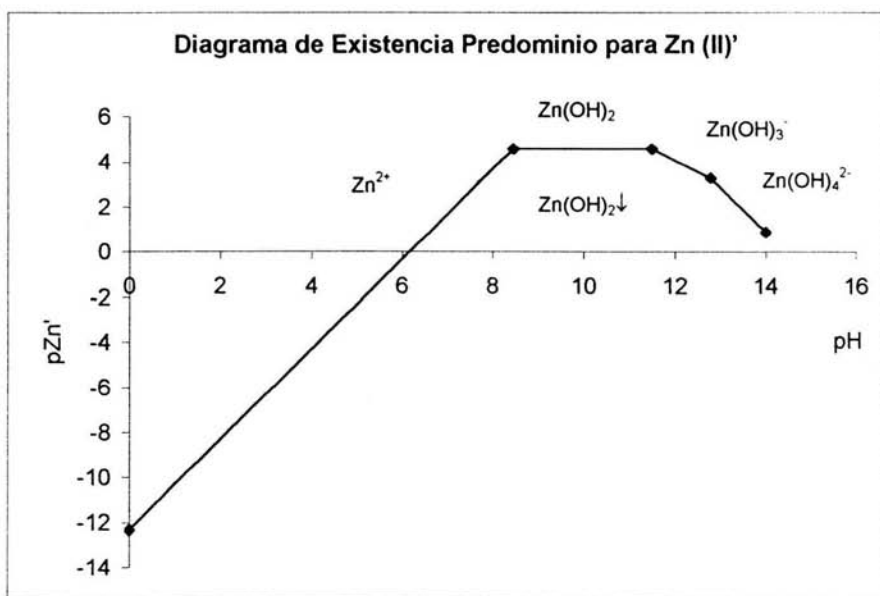
PRUEBA IDENTIFICACIÓN	PRESENCIA DEL METAL
Hierro	+
Zinc	+
Cobre	-
Níquel	-
Calcio	-
Silicio	-

Con estos resultados es posible apreciar que la lata está constituida no sólo por aluminio, sino por otros metales, lo cual obliga a realizar una separación de éstos para lograr obtener compuestos lo más puro posibles. (Ver apéndice IV, página 56)

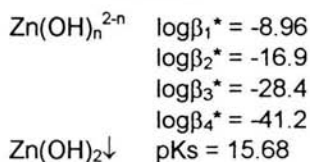
APÉNDICE IV

ELABORACIÓN DE UNA MATRIZ Y PRIMERA SEPARACIÓN

Una vez que se tiene idea de los metales contenidos en la lata, es preciso separarlos, pero antes de empezar a tratar la muestra problema, primero, se preparan 100 mL de un sistema que contenga los metales que están presentes en la lata (Al, Fe, Zn) en una concentración conocida (10^{-2} M) y en medio ácido (adicionando 2.5 mL de HCl concentrado). Para efectuar la separación, es necesaria la construcción de los Diagramas de Existencia Predominio para cada uno de los metales en función del pH, de esta forma se pueden establecer las condiciones necesarias para llevar a cabo la separación.



DATOS ¹⁷



$$pH \leq 8.45$$

$$8.45 \leq pH < 11.5$$

$$11.5 \leq pH < 12.8$$

$$pH \geq 12.8$$

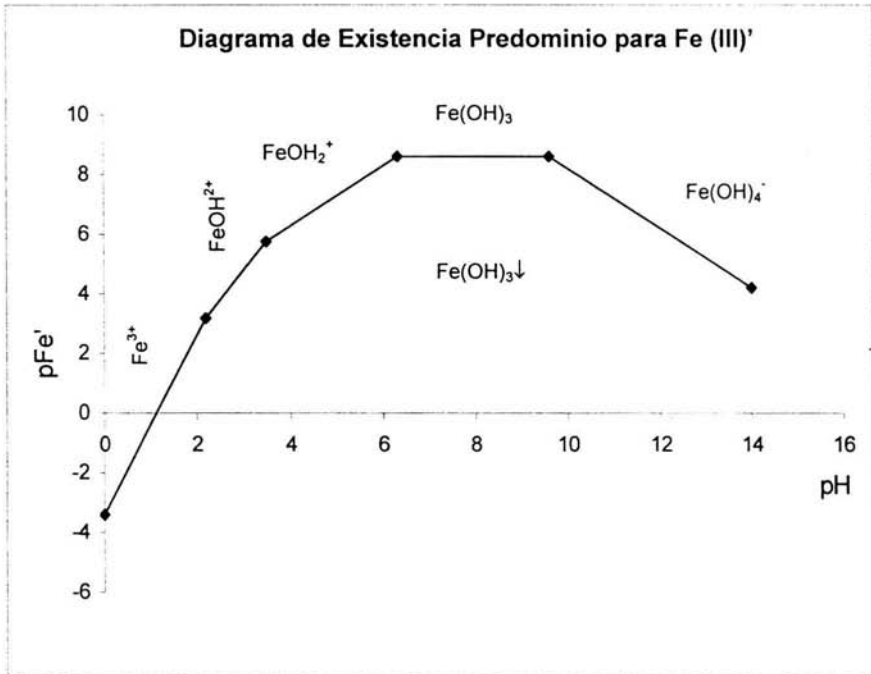
$$pZn' = 2pH - 12.32$$

$$pZn' = 4.58$$

$$pZn' = 16.08 - pH$$

$$pZn' = 28.88 - 2pH$$

¹⁷ Los $\log\beta^*$ son constantes de formación globales balanceados con agua [38] y los pK_s con OH^- [39]



DATOS [38, 39]

Fe(OH)_n^{3-n} $\log\beta_1^* = -2.19$
 $\log\beta_2^* = -5.67$
 $\log\beta_3^* = -12$
 $\log\beta_4^* = -21.6$

$\text{Fe(OH)}_3\downarrow$ $\text{pKs} = 21.7$

$\text{pH} \leq 2.19$

$2.19 \leq \text{pH} \leq 3.48$

$3.48 \leq \text{pH} \leq 6.33$

$6.33 \leq \text{pH} \leq 9.6$

$\text{pH} \geq 9.6$

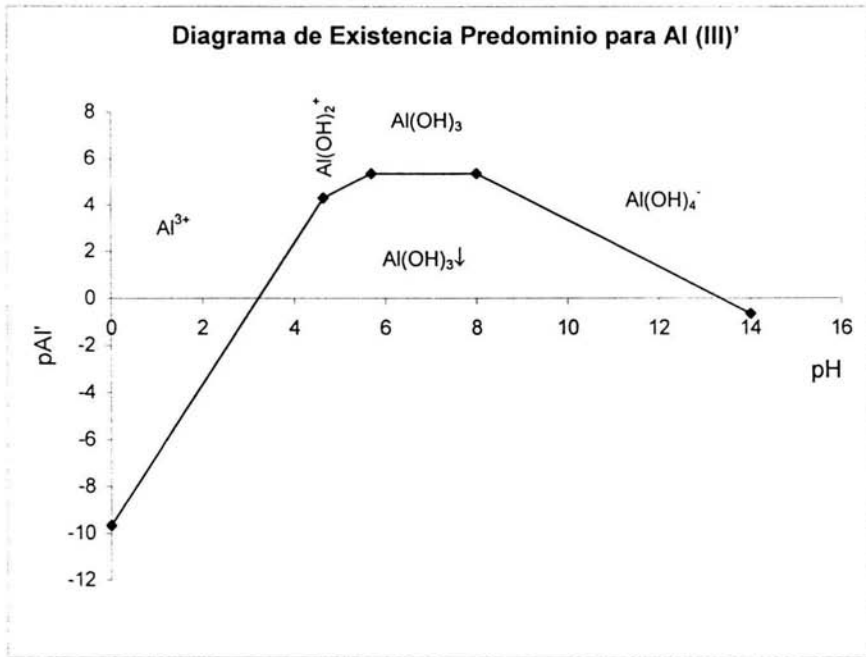
$\text{pFe}' = -3.4 + 3\text{pH}$

$\text{pFe}' = -1.21 + 2\text{pH}$

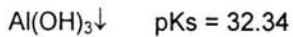
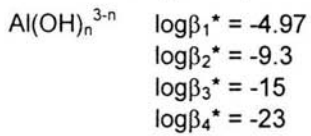
$\text{pFe}' = 2.27 + \text{pH}$

$\text{pFe}' = 8.6$

$\text{pFe}' = 18.2 - \text{pH}$



DATOS [38, 39]



$pH \leq 4.65$

$4.65 \leq pH \leq 5.7$

$5.7 \leq pH \leq 8.0$

$pH \geq 8.0$

$pAl' = 3pH - 9.66$

$pAl' = pH - 0.36$

$pAl' = 5.34$

$pAl' = 13.34 - pH$

Consultando los Diagramas de Existencia Predominio, DEP, se obtuvo un intervalo de pH en el cual, teóricamente se precipitaría al Fe (III) en un 99.9% y se dejaría al aluminio en solución: $3.11 \leq \text{pH} \leq 3.88$ ^{18, 19}

Como el medio es ácido, entonces se le fue agregando lentamente al sistema en caliente ^{NOTA (A.2)} NaOH de concentración 4M ^{NOTA (A.3)} hasta alcanzar un valor de pH = 3.3, obteniendo así Fe(OH)₃ (precipitado rojizo de apariencia gelatinosa). Se dejó enfriar y sedimentar, para posteriormente filtrarlo (utilizando papel filtro sin cenizas, Whatman 41) y enjuagarlo abundantemente con agua caliente ^{NOTA (A.4)} y una vez separado se apreciaba una ligera tonalidad amarilla en la solución. ^{NOTA (A.5)}

Se definió un nuevo intervalo de pH basándose en el DEP, para precipitar Al en un 99.9% y dejar al Zn en solución: $5.36 \leq \text{pH} \leq 7.16$ ¹⁸; entonces se adicionó poco a poco NaOH al filtrado obtenido, en caliente y constante agitación hasta un pH = 6.5, obteniendo así Al(OH)₃. Este sólido de apariencia gelatinosa y blanco se filtró, pero se observó que estaba contaminado con Fe(OH)₃, puesto que el Al(OH)₃ es blanco y se le podía apreciar una marcada tonalidad amarillenta. Pero una vez separado del sistema se pudo notar que la solución era ya incolora.

Se decidió entonces sólo cuantificar la cantidad de hierro recuperado de la siguiente manera: El Fe(OH)₃ y el papel filtro bien enjuagados ^{NOTA (A.6)} se colocaron en un crisol de porcelana, previamente puesto a peso constante. En la mufla primero se secó a bajas temperaturas, para posteriormente incrementarla de forma gradual hasta 1000 °C. Se mantuvo a esta temperatura durante 20 minutos, logrando así la calcinación del compuesto. Finalmente se enfría y pesa, repitiendo este procedimiento hasta alcanzar el peso constante.

Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 10:

¹⁸ Los cálculos para establecer los valores de pH de separación se encuentran en el Anexo 1, página 83. Para facilitar la ubicación de los Anexos se recomienda ir a la página 82.

¹⁹ En el apartado de Notas de los Apéndices, ver la Nota (A.1) en la página 79.

Tabla 10. Resultados de la separación de Hierro.

Reactivo	Cantidad Pesada [mg]	Cantidad correspondiente de Fe [mg]	Cantidad Obtenida Fe_2O_3 [mg]	Cantidad correspondiente de Fe [mg]	% Recuperación
$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ P.M. 270.317 Ensayo: 99.2%	275.7	56.50648	67.5 polvo rojo	47.21196	83.551408

Como se aprecia en la Tabla 10, el porcentaje de recuperación es bajo, y con ello se explica la coloración amarilla que presentó el $\text{Al}(\text{OH})_3$ obtenido; El Fe (III) no precipitó en su totalidad y precipitó junto con el Al cuando se aumentó el pH.

Basándose en esta separación, se decide preparar otro sistema en donde la separación consiste en precipitar al Fe y Al juntos, dejando al Zn en solución, para posteriormente precipitarlo y finalmente separar el aluminio del hierro. (Ver Apéndice V, página 61)

APÉNDICE V

SEGUNDA SEPARACIÓN

Considerando los DEP mostrados en el Apéndice IV y calculando los intervalos óptimos de pH para llevar a cabo la separación (Ver Anexo 2, página 85), se procede de la manera que indica la figura 7:

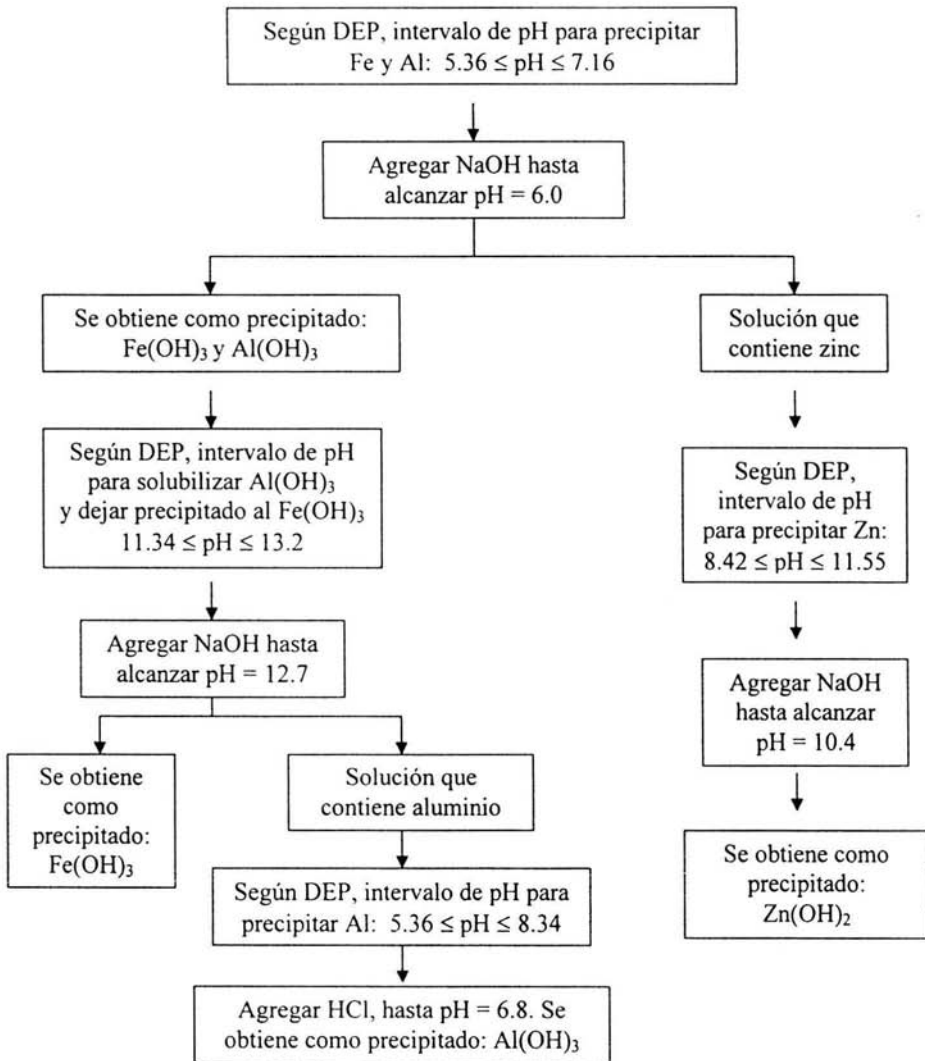


Figura 7.- Procedimiento experimental para realizar la separación de Fe, Al y Zn en la matriz.

El sólido obtenido como resultado de precipitar juntos al Fe y Al es de color anaranjado debido a la mezcla de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ y $\text{Al}(\text{OH})_3$, este sólido se filtró, se enjuagó abundantemente con agua caliente, apreciándose que el filtrado era incoloro. A dicho filtrado se le agregó NaOH para obtener el precipitado de $\text{Zn}(\text{OH})_2$, el cual es de color blanco pero se observaba ligeramente amarillo.

Por otra parte al sólido que contenía a $\text{Fe}(\text{OH})_3$ y $\text{Al}(\text{OH})_3$ se le adicionó HCl 0.1 M caliente para disolverlo y enjuagar el papel filtro, posteriormente se añadió lentamente NaOH para llegar a un pH = 12.7, el cual permite solubilizar el $\text{Al}(\text{OH})_3$ y dejar precipitado al $\text{Fe}(\text{OH})_3$, el sólido obtenido se filtró y la solución resultante se trató con HCl 2 M hasta llegar a un valor de pH = 6.0, para precipitar al $\text{Al}(\text{OH})_3$.

Contando con los tres hidróxidos, se calcinan para obtener los respectivos óxidos y determinar el porcentaje de recuperación. El $\text{Zn}(\text{OH})_2$, se seca sobre el filtro a 100 – 110°C y después se calcina en el crisol de porcelana aumentando gradualmente la temperatura hasta obtener peso constante [35]. Para el $\text{Fe}(\text{OH})_3$ se procede de la forma descrita en el Apéndice IV, página 59.

Una calcinación durante unos minutos a 1100 – 1150 °C es suficiente para eliminar la humedad del óxido de aluminio hidratado; no obstante, el óxido de aluminio formado a esta temperatura es muy higroscópico y molesto de pesar. Una calcinación a temperatura superior a 1200°C transforma el óxido de aluminio en una forma cristalina diferente (corindón) que no es higroscópica.[33]

Tabla 11. Resultados de la separación de Al, Fe y Zn.

Reactivo	Cantidad Pesada [mg]	Cantidad correspondiente de metal [mg]	Cantidad obtenida óxido [mg]	Cantidad correspondiente de metal [mg]	% Recuperación
ZnCl ₂ P.M. 136.3 97.1%	141.7	66.009214	71.6 gránulos amarillentos	57.524561	87.14626
FeCl ₃ .6H ₂ O P.M. 270.3 100%	271.3	56.056622	105 polvo rojo	73.440827	131.01187
AlCl ₃ .6H ₂ O P.M. 241.447 99.2%	254.6	28.222157	51.9 polvo blanco	27.466889	97.323847

Al analizar los resultados de la Tabla 11, se aprecia una incongruencia en lo que se refiere a hierro y zinc; lo cual se debe a que aunque teóricamente debería ser posible la separación de estas especies mediante la precipitación, en la práctica se obtiene siempre el precipitado de hierro impurificado con el zinc. Ello se debe a que el $Zn(OH)_2$ se forma al caer las primeras gotas de la base produciendo un aumento local y pasajero del pH que causa la precipitación de $Zn(OH)_2$ que luego no se redisuelve totalmente porque queda envuelto por el voluminoso precipitado de óxido hidratado de hierro. [32]

De igual forma se puede pensar que algo del aluminio queda atrapado en el compuesto de hierro y no hay posibilidad de que se redisuelva cuando la disolución se hace fuertemente alcalina.

Una vez que se conoce y se familiariza con el comportamiento de los tres metales, se procede a tratar la lata de una manera muy similar a la hecha con el sistema conocido, aunque no se logra una buena recuperación de Zn y Fe, si se alcanza un buen porcentaje de recuperación con respecto al aluminio, por lo que se decide hacerlo con la muestra problema, para conocer el contenido de aluminio en las latas. (Ver Apéndice VI, página 64)

APÉNDICE VI

SEPARACIÓN DE METALES EN LA MUESTRA

Antes de proceder experimentalmente, es necesario consultar los DEP y encontrar intervalos de pH para llevar a cabo la separación, pero como no se conoce el contenido de los metales en la muestra, dichos cálculos se hacen considerando un intervalo del contenido (Anexo 3, página 87). Encontrando las condiciones de separación se realiza lo que indica la figura 8:

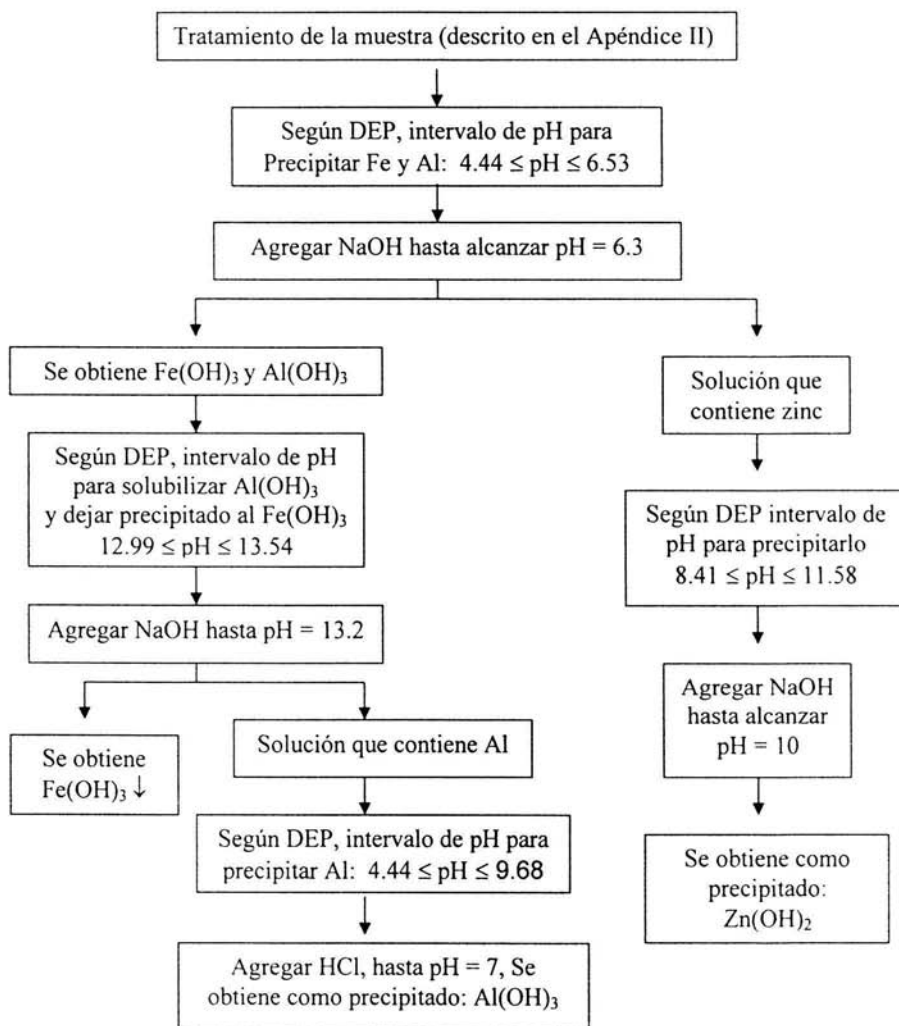


Figura 8.- Procedimiento experimental para realizar la separación de Fe, Al y Zn en la muestra.

De esta forma, se procedió como lo indica la figura 8 tomando una alícuota de 50 mL de la solución problema, la cual tiene un pH = 1.8, por lo que se adiciona NaOH 4 M, hasta llegar a un pH = 6.3. Al ir agregando la sosa se distingue la aparición de un gel blanco correspondiente a $\text{Al}(\text{OH})_3$, pero resulta importante destacar, que no se observó la aparición del precipitado rojizo, $\text{Fe}(\text{OH})_3$, incluso se puede decir que el sólido obtenido una vez alcanzado el pH era en su totalidad blanco y el líquido incoloro.

Al sólido obtenido se le añade HCl 0.1 M procurando enjuagar perfectamente el papel filtro y no dejar residuos del sólido, una vez hecho lo anterior se adiciona NaOH pretendiendo llegar a un pH = 13.2 para disolver al compuesto de aluminio y dejar al hierro en forma de precipitado. Conforme se iba agregando OH^- se apreció como precipitó en su totalidad el aluminio y luego se distinguió su redisolución pero al mismo tiempo se notó la aparición de una coloración amarilla en la solución, al llegar al pH deseado la tonalidad amarilla se intensificó. Posteriormente se dejó reposar durante 15 minutos para así obtener un precipitado amarillo oscuro y el líquido casi incoloro, ligeramente amarillo. Al momento de filtrar se obtuvo un sólido gelatinoso de color amarillo, que al secarse era muy pardo, casi negro.

Al filtrado obtenido (que contiene Aluminio) se agregó HCl hasta un pH = 7, notándose la aparición del gel blanco que después se filtró.

A la solución incolora obtenida en un principio (donde se encuentra Zinc) se le agrega NaOH queriendo llegar a pH = 10, al momento de añadirlo se aprecia la formación de un sólido blanco, aunque en muy poca cantidad, pero se notó claramente la aparición de la tonalidad amarilla, lo que hace suponer que todavía hay hierro.

Al suponer la presencia de hierro, se consultaron de nuevo los DEP para realizar los cálculos necesarios para separar Fe y Zn ²⁰, encontrando el intervalo de pH en el cual precipita $\text{Fe}(\text{OH})_3$, dejando en solución al zinc. Por lo que ahora con HCl se alcanza un valor de pH = 6.3, observándose un precipitado amarillo oscuro, como en el caso anterior.

²⁰ Ver Anexo 4, página 91.

Después de filtrar, y suponiendo que ya no hay Fe, de nuevo se lleva a pH básico, pero otra vez aparece la tonalidad amarilla, al regresar al pH ácido se acentúa la tonalidad y se aprecia un sólido pardo. Esta operación se repitió una vez más, y de esta forma la solución finalmente se llevó a pH = 10, obteniendo muy poco sólido blanco, $Zn(OH)_2$ y la tonalidad amarilla del filtrado ya es muy tenue.²¹

Finalmente, teniendo los precipitados, se calcinan en la mufla de la forma descrita en el Apéndice V, obteniendo los óxidos respectivos. Los resultados que se obtienen al pesar y realizando los cálculos necesarios se determina el contenido de estos metales en la muestra problema, como lo indica la Tabla 12:

Tabla 12. Resultados de la separación de los metales en la muestra

COMPUESTO	OBSERVACIONES	CONTENIDO %
Al_2O_3	Gránulos blancos	94.758121
Fe_2O_3	Sólido rojizo con presencia de sólido blanco y negro	8.381580
ZnO	Sólido amarillento de consistencia chiclosa.	11.488844

Analizando estos resultados se puede apreciar que las características de los compuestos de Fe y Zn no son iguales a las encontradas al realizar la separación en la matriz (Apéndice V, Tabla 11), así como también, los porcentajes son incongruentes puesto que se pasa del 100%. Por ello se decide realizar la precipitación en medio amoniacal para evitar la contaminación de hierro y aluminio con zinc. (Ver Apéndice VII, página 67)

²¹ En el apartado de Notas de los Apéndices, ver la Nota (A.7) en la página 80.

APÉNDICE VII

SEPARACIÓN DE METALES EN LA MUESTRA EN MEDIO AMONICAL

Para precipitar juntos al Aluminio y Hierro, se agregan a la alícuota de 50 mL de la solución problema 0.5153 g de NH_4Cl y en caliente y agitación se fue añadiendo poco a poco NH_3 1:1 hasta $\text{pH} = 6.3$, obteniendo de nuevo un sólido gelatinoso y al llegar al pH final se puede decir que es completamente blanco.

Este sólido se filtró y enjuagó con NH_4NO_3 0.12 M, el filtrado obtenido era incoloro y se trató de la misma manera que en el caso anterior, es decir, se llevó a $\text{pH} = 6.0$ y aunque no se distinguió la aparición de la tonalidad amarilla, después de unos minutos se apreciaba un ligero tinte amarillo.

El sólido blanco se disolvió con HCl y enjuagó exhaustivamente el papel filtro. Cuando se iba adicionando amoniaco a la solución obtenida para alcanzar el $\text{pH} = 13$ y precipitar al Fe se distinguió como se iba disolviendo el Al , al mismo tiempo que aparecía una coloración rosada, que al seguir aumentando el pH se iba combinando con una tonalidad muy amarilla. Al final se apreciaba un precipitado de color rojizo, el cual se filtró y al secarse se veía rosa.

La solución restante era ligeramente amarilla, pero al ir adicionando HCl para alcanzar un $\text{pH} = 7$ se notó la aparición del gel blanco. El precipitado se filtró y calcinó, obteniendo los resultados mostrados en la Tabla siguiente:

Tabla 13.- Resultados de la separación en medio amoniacal

COMPUESTO	OBSERVACIONES	CONTENIDO %
Al_2O_3	Gránulos blancos	94.48658
$\text{Fe}(\text{OH})_3$	Sólido rosado	¿Presencia de Manganeso?

Al analizar estos resultados se puede notar que la cantidad de aluminio disminuyó con respecto a los resultados obtenidos cuando no se hizo la precipitación en medio amoniacal (Apéndice VI, Tabla 12), por lo que se puede decir que en el caso anterior el $\text{Al}(\text{OH})_3$ estaba contaminado.

El color rosa lleva a pensar en la presencia de manganeso, debido a que el cloruro manganoso es una sal de color rosado, y el hidróxido que se obtiene por precipitación es un sólido de color rosa pálido; soluble en presencia de sales amónicas. [9] Sin embargo, el manganeso (II), en medio amoniacal, no es estable y las soluciones lentamente pardean por oxidación a $\text{MnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. [36]²²

Por lo tanto, la aparición tanto de las coloraciones amarilla y rosada; como la obtención de una sal blanca (Nota (A.7) del Apéndice VI, página 66) hacen suponer que en la muestra problema existen otros metales que por medio del análisis cualitativo, no se pudieron identificar por las reacciones de interferencia. (Ver Apéndice VIII, página 69)

²² En el apartado de Notas de los apéndices, ver las Notas (A.8) y (A.9), páginas 80 y 81.

APÉNDICE VIII

PRUEBAS DE IDENTIFICACIÓN II

Para realizar un estudio cualitativo más confiable, disminuyendo las interferencias y sin tener que darle otro tratamiento a la muestra, se utiliza el Espectrofotómetro de Absorción Atómica (Varian, SpectraAA - 800).

Se prepararon soluciones de los metales que probablemente pudieran estar presentes en la muestra, según la consulta realizada en la bibliografía con respecto a los metales que frecuentemente forman aleaciones con aluminio.

Contando con dichas soluciones, simplemente se utilizó el equipo para ver la señal de absorbancia detectada para cada uno de los metales, que en el caso de las soluciones era significativa, posteriormente se vio la señal de la muestra problema. ^{NOTA (A.10)}

Por las señales obtenidas de la muestra problema se establece la existencia en la muestra de los metales analizados, como se puede ver en la Tabla 14:

Tabla 14. Resultados de la señal detectada por el Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

METAL	CONCENTRACIÓN APROXIMADA DE LA SOLUCIÓN PREPARADA [ppm]	OBSERVACION CUALITATIVA
Magnesio	9	>>
Níquel	20	<<
Cobre	25	<
Estaño	105	No hubo señal
Manganeso	555	=
Calcio	20	>
Zinc	1.7	>
Hierro	12	>

Debido a que el espectrofotómetro de absorción atómica permite realizar la cuantificación de metales en una misma muestra sin tener que separarlos, se lleva a cabo dicha determinación por medio del sistema de atomización por flama, donde por medio de la realización de una curva de calibración se puede encontrar la concentración del metal analizado²³. Después de llevar a cabo dicho análisis se obtuvieron los resultados presentados en la siguiente tabla:

Tabla 15. Contenido de los metales en la muestra problema.

METAL	CONTENIDO %
Aluminio	94.5741
Calcio	2.2333
Magnesio	1.4055
Manganeso	0.9708
Hierro	0.4409
Cobre	0.1562
Zinc	0.0278
Níquel	0.0087

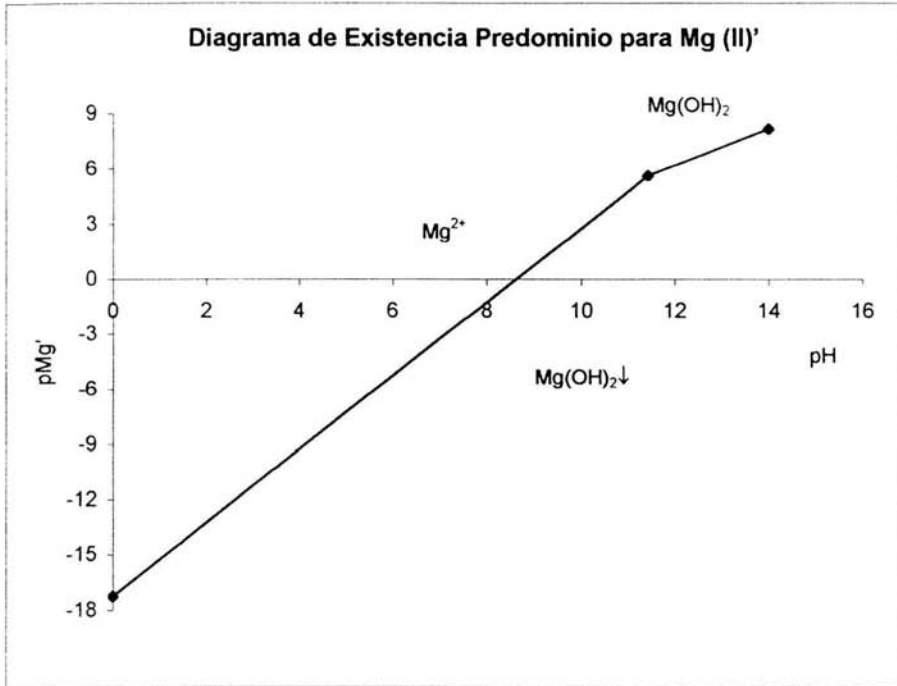
Una vez que se conocen los metales por los que está constituida la lata se construyen los Diagramas de Existencia Predominio para establecer los valores de pH en los cuales se podrían separar. (Ver Apéndice IX, página 71).

²³ Para ver las Curvas de Calibración y los resultados arrojados por el Espectrofotómetro de Absorción Atómica se sugiere ver el Anexo 5, página 92.

APÉNDICE IX

ATAQUE DE LA MUESTRA CON NaOH

En base a los Diagramas de Existencia Predominio se decide hacer el ataque de la muestra con NaOH, ya que de esta forma algunos de los metales estarán en forma de hidróxido precipitado, excepto zinc (Ver Apéndice IV, página 56), níquel, cobre y calcio, que según los diagramas no precipitarán en su totalidad.²⁴ (Ver Apéndice X, página 76)

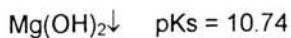


DATOS ²⁵



$$\text{pH} \leq 11.44$$

$$\text{pMg}' = -17.26 + 2\text{pH}$$

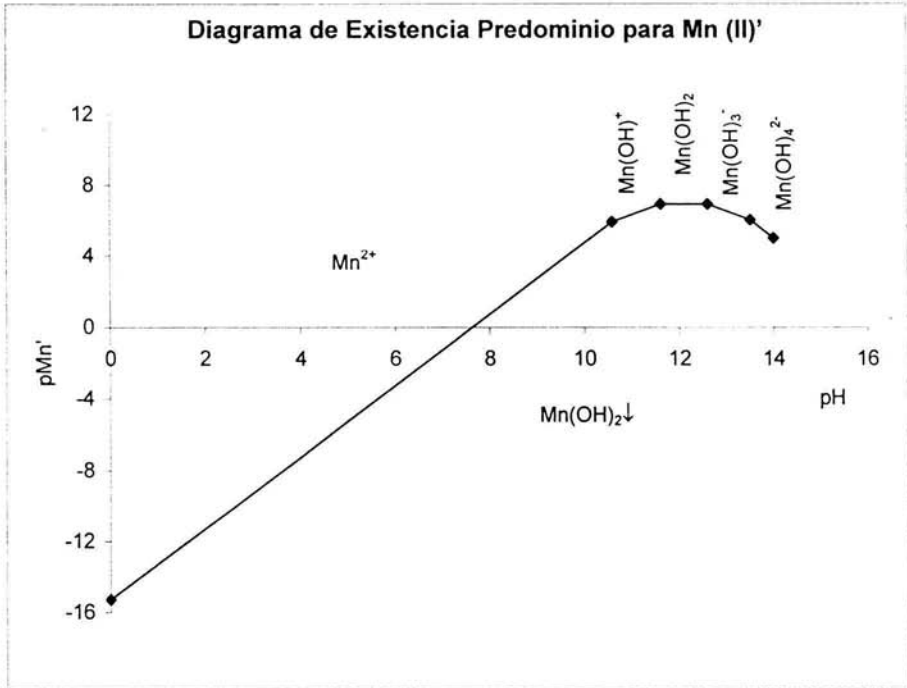


$$\text{pH} \geq 11.44$$

$$\text{pMg}' = -5.82 + \text{pH}$$

²⁴ Si se toman como base los datos de Ringbom [39], el níquel y cobre precipitarán.

²⁵ Los $\log\beta^*$ son constantes de formación globales balanceadas con agua [38] y los pKs con OH' [39].



DATOS [38, 39]

Mn(OH)_n^{2-n} $\log\beta_1^* = -10.59$
 $\log\beta_2^* = -22.2$
 $\log\beta_3^* = -34.8$
 $\log\beta_4^* = -48.3$

$\text{Mn(OH)}_2\downarrow$ $\text{pKs} = 12.72$

$\text{pH} \leq 10.59$

$10.59 \leq \text{pH} \leq 11.61$

$11.61 \leq \text{pH} \leq 12.6$

$12.6 \leq \text{pH} \leq 13.5$

$\text{pH} \geq 13.5$

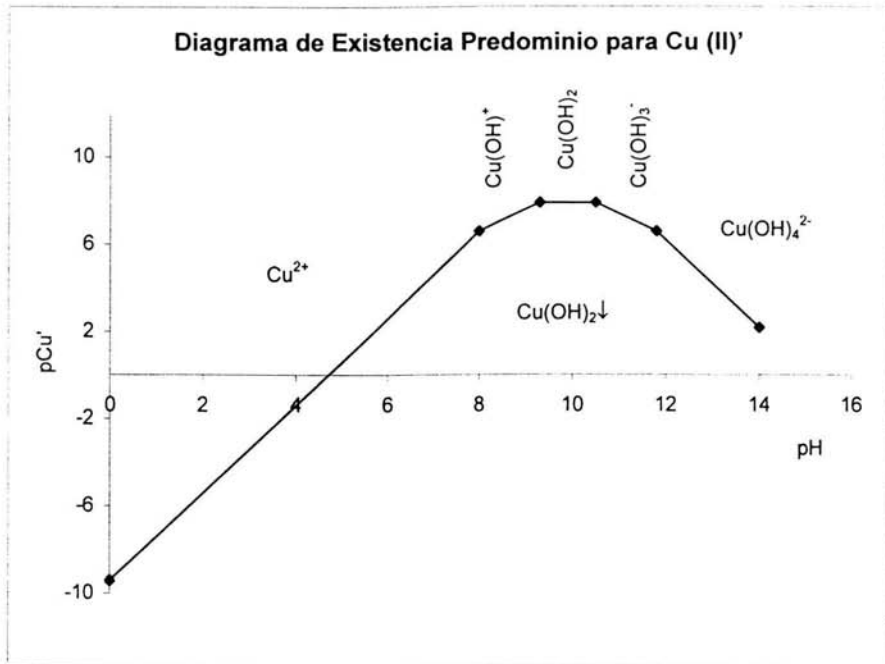
$\text{pMn}' = -15.28 + 2\text{pH}$

$\text{pMn}' = -4.69 + \text{pH}$

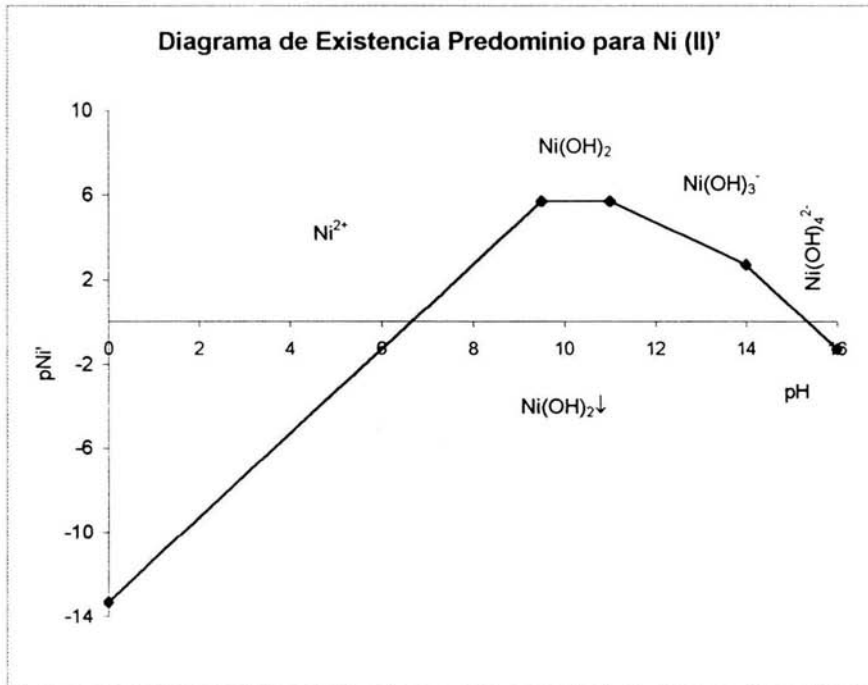
$\text{pMn}' = 6.92$

$\text{pMn}' = 19.52 - \text{pH}$

$\text{pMn}' = 33.02 - 2\text{pH}$



DATOS [38, 39]		$\text{pH} \leq 8.0$	$\text{pCu}' = -9.41 + 2\text{pH}$
Cu(OH)_n^{2-n}	$\log\beta_1^* = -8$	$8.0 \leq \text{pH} \leq 9.3$	$\text{pCu}' = -1.41 + \text{pH}$
	$\log\beta_2^* = -17.3$	$9.3 \leq \text{pH} \leq 10.5$	$\text{pCu}' = 7.89$
	$\log\beta_3^* = -27.8$	$10.5 \leq \text{pH} \leq 11.8$	$\text{pCu}' = 18.39 - \text{pH}$
	$\log\beta_4^* = -39.6$	$\text{pH} \geq 11.8$	$\text{pCu}' = 30.19 - 2\text{pH}$
$\text{Cu(OH)}_2\downarrow$	$\text{pKs} = 18.59$		



DATOS [38, 39]

Ni(OH)_n^{2-n} $\log\beta_1^* = -9.86$
 $\log\beta_2^* = -19$
 $\log\beta_3^* = -30$
 $\log\beta_4^* = -44$

$\text{Ni(OH)}_2\downarrow$ $\text{pKs} = 14.7$

$\text{pH} \leq 9.5$

$9.5 \leq \text{pH} \leq 11.0$

$11.0 \leq \text{pH} \leq 14.0$

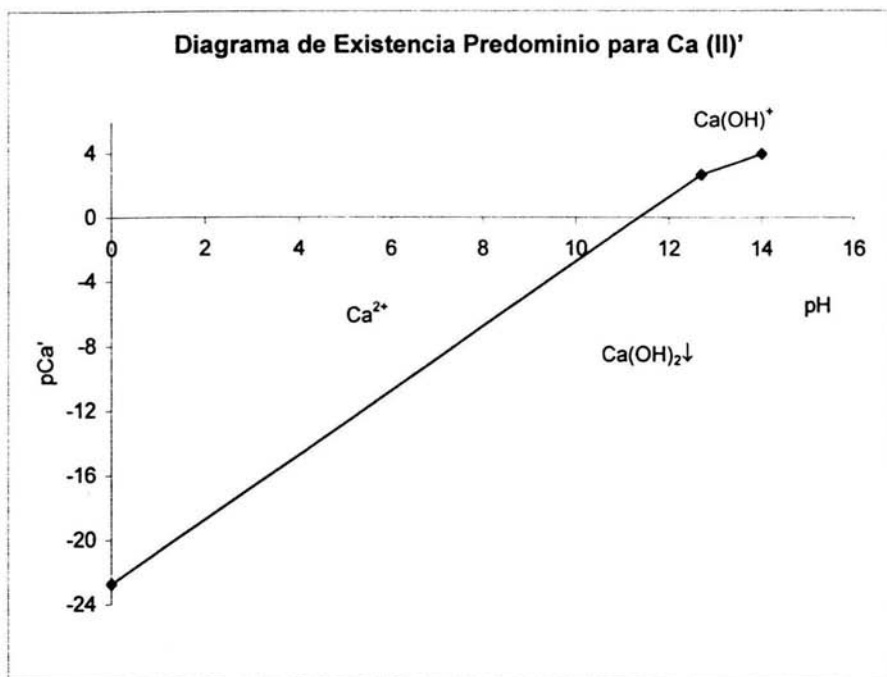
$\text{pH} \geq 14$

$\text{pNi}' = -13.3 + 2\text{pH}$

$\text{pNi}' = 5.7$

$\text{pNi}' = 16.7 - \text{pH}$

$\text{pNi}' = 30.7 - 2\text{pH}$



DATOS [38, 39]
 Ca(OH)_n^{2-n} $\log\beta_1^* = -12.85$
 $\text{Ca(OH)}_2\downarrow$ $pK_s = 5.26$

$\text{pH} \leq 12.85$

$\text{pH} \geq 12.85$

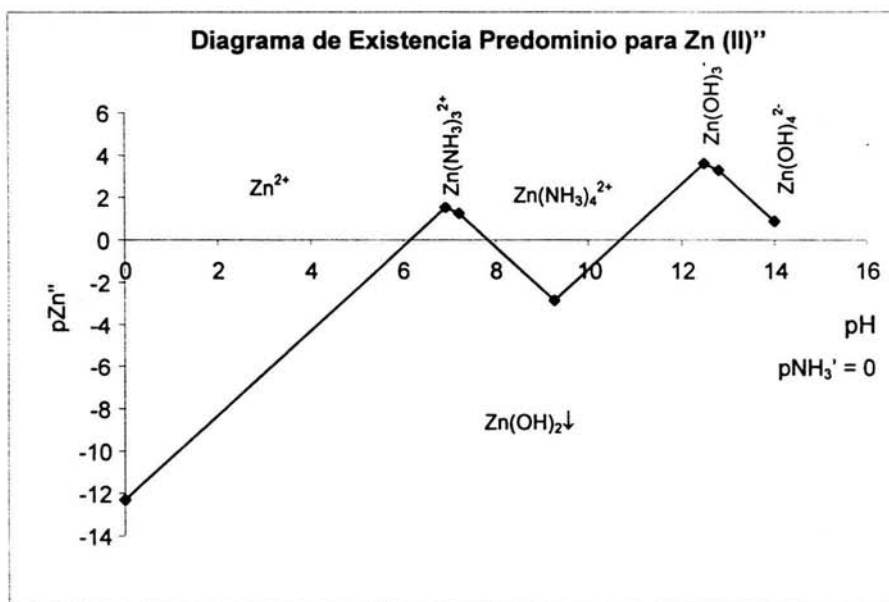
$\text{pCa}' = -22.74 + 2\text{pH}$

$\text{pCa}' = -9.89 + \text{pH}$

APÉNDICE X

ELIMINACIÓN DE OTROS CATIONES

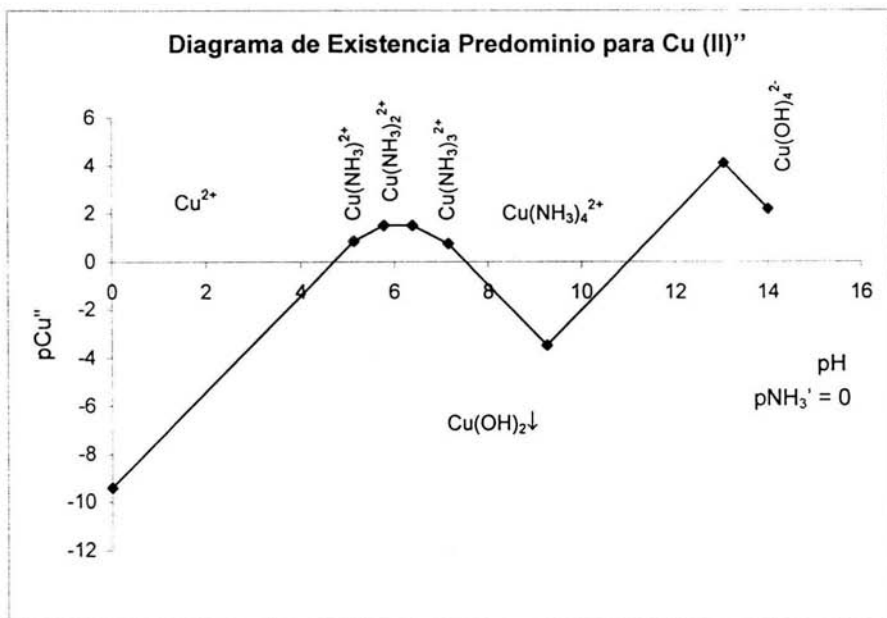
Para eliminar al Zinc, Cobre y Níquel ²⁶ y restos de Magnesio de la muestra y obtener $\text{Al}(\text{OH})_3$ libre de estos cationes, es necesario imponer un pNH_3' al sistema para que dichos cationes formen complejos y no precipiten a la condición de pH en la cual se obtiene el $\text{Al}(\text{OH})_3$. De esta forma se establece un $\text{pNH}_3' = 0$, ya que realizando los DEP bajo esta condición se asegura que estos metales no precipitarán junto con el $\text{Al}(\text{OH})_3$.



DATOS ²⁷	pH ≤ 6.92333	$\text{pZn}'' = -12.32 + 2\text{pH}$
$\text{Zn}(\text{NH}_3)_n^{2+}$ $\log\beta_1 = 2.27$	$6.92333 \leq \text{pH} \leq 7.21$	$\text{pZn}'' = 8.45 - \text{pH} + 3\text{pNH}_3'$
$\log\beta_2 = 4.61$	$7.21 \leq \text{pH} \leq 9.26$	$\text{pZn}'' = 15.66 - 2\text{pH} + 4\text{pNH}_3'$
$\log\beta_3 = 7.01$	$9.26 \leq \text{pH} \leq 12.48667$	$\text{pZn}'' = -21.38 + 2\text{pH} + 4\text{pNH}_3'$
$\log\beta_4 = 9.06$	$12.48667 \leq \text{pH} \leq 12.8$	$\text{pZn}'' = 16.08 - \text{pH}'$
	$\text{pH} \geq 12.8$	$\text{pZn}'' = 28.88 - 2\text{pH}$

²⁶ En el apartado de Notas de los apéndices, ver la Nota (A.11), página 81.

²⁷ Las constantes son de formación global [39] y los otros datos se encuentran en el Apéndice IV, pág: 56

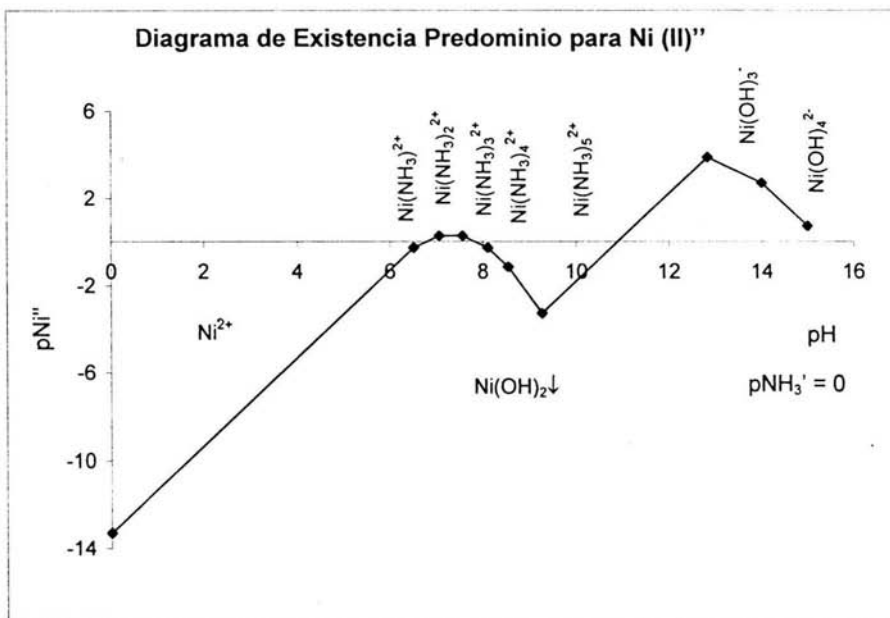


	$\text{pH} \leq 5.13$	$\text{pCu}'' = -9.41 + 2\text{pH}$
	$5.13 \leq \text{pH} \leq 5.78$	$\text{pCu}'' = -4.28 + \text{pH} + \text{pNH}_3'$
	$5.78 \leq \text{pH} \leq 6.39$	$\text{pCu}'' = 1.5 + 2\text{pNH}_3'$
	$6.39 \leq \text{pH} \leq 7.15$	$\text{pCu}'' = 7.89 - \text{pH} + 3\text{pNH}_3'$
	$7.15 \leq \text{pH} \leq 9.26$	$\text{pCu}'' = 15.04 - 2\text{pH} + 4\text{pNH}_3'$
	$9.26 \leq \text{pH} \leq 13.0475$	$\text{pCu}'' = -22 + 2\text{pH} + 4\text{pNH}_3'$
	$\text{pH} \geq 13.0475$	$\text{pCu}'' = 30.19 - 2\text{pH}$

DATOS ²⁸ [39]

$\text{Cu}(\text{NH}_3)_n^{2+}$ $\log\beta_1 = 4.13$
 $\log\beta_2 = 7.61$
 $\log\beta_3 = 10.48$
 $\log\beta_4 = 12.59$

²⁸ Las demás constantes se encuentran en el Apéndice IX, página 73.



DATOS ²⁹ [39]

Ni(NH₃)_n²⁺

logβ₁ = 2.75

logβ₂ = 4.95

logβ₃ = 6.64

logβ₄ = 7.79

logβ₅ = 8.5

logβ₆ = 8.49

$$\text{pH} \leq 6.51$$

$$\text{pNi}'' = -13.3 + 2\text{pH}$$

$$6.51 \leq \text{pH} \leq 7.06$$

$$\text{pNi}'' = -6.79 + \text{pH} + \text{pNH}_3'$$

$$7.06 \leq \text{pH} \leq 7.57$$

$$\text{pNi}'' = 0.27 + 2\text{pNH}_3'$$

$$7.57 \leq \text{pH} \leq 8.11$$

$$\text{pNi}'' = 7.84 - \text{pH} + 3\text{pNH}_3'$$

$$8.11 \leq \text{pH} \leq 8.55$$

$$\text{pNi}'' = 15.95 - 2\text{pH} + 4\text{pNH}_3'$$

$$8.55 \leq \text{pH} \leq 9.26$$

$$\text{pNi}'' = 24.5 - 3\text{pH} + 5\text{pNH}_3'$$

$$9.26 \leq \text{pH} \leq 12.83$$

$$\text{pNi}'' = -21.8 + 2\text{pH} + 5\text{pNH}_3'$$

$$12.83 \leq \text{pH} \leq 14$$

$$\text{pNi}'' = 16.7 - \text{pH}$$

$$\text{pH} \geq 14$$

$$\text{pNi}'' = 30.7 - 2\text{pH}$$

²⁹ Las otras constantes se encuentran en el Apéndice IX, página 74.

NOTAS DE LOS APÉNDICES

NOTA (A.1)

Al encontrar los valores de pH necesarios para realizar la separación, se adicionó biftalato de sodio a la matriz con el fin de crear un sistema regulador, ya que sus pKa's = 2.2, 5.7 y según Ringbom [39] no forma complejos con ninguno de los tres metales, lo anterior permite que al ir adicionando NaOH 4 M el cambio de pH no sea tan brusco y poder fijar más fácilmente el valor de pH deseado.

Al preparar el sistema antes mencionado se apreció que había una sal que no se disolvía, llegando a la conclusión que era el ácido ftálico, ya que al ser un ácido dicarboxílico y al estar en un medio ácido, su solubilidad es mínima, por lo que se decidió volver a preparar el sistema pero sin él porque impedía la apreciación de todos los cambios que ocurrieran en el sistema. Además si existen compuestos orgánicos polihidroxilados como la glicerina, ácidos tartárico, cítrico, etc., forman con Fe (III) y Al complejos muy estables que impiden la precipitación de los óxidos hidratados y deben ser destruidos previamente. [32 - 35]

NOTA (A.2)

No debe permitirse que la disolución llegue a hervir porque se producirían pérdidas por volatilización de FeCl_3 . [32]

NOTA (A.3)

Resulta importante mencionar que la concentración de NaOH es elevada con la finalidad de no aumentar demasiado el volumen y no modificar así considerablemente el pM'.

NOTA (A.4)

El $\text{Fe}(\text{OH})_3$ tiene un producto de solubilidad muy pequeño lo que permite una precipitación total y lavados abundantes con agua caliente sin tener pérdidas importantes.[35]

NOTA (A.5)

La razón por la cual no se precipitó con NH_3 y no se enjuagó con NH_4NO_3 , como lo indican diversas fuentes bibliográficas, es para evitar formar los complejos $\text{Zn}(\text{NH}_3)_n^{2+}$ que impiden la precipitación de $\text{Zn}(\text{OH})_2$, el cual también se quería precipitar y cuantificar.

ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA

NOTA (A.6)

Se hace hincapié en el enjuague, ya que si el precipitado contiene cloruros, al elevar la temperatura se volatilizará en forma de cloruro férrico. [32]

NOTA (A.7)

En este filtrado, después de un tiempo, apareció una sal blanca, al acidificar se notó efervescencia y la disolución de la sal, lo que hace suponer la presencia de calcio, ya que una solución básica absorbe dióxido de carbono, que originaría precipitación de calcio en forma de carbonato, según la reacción: [9, 33]



Al agregar el ácido ocurrió lo siguiente y es por esto que se distinguió la efervescencia:



NOTA (A.8)

Para comprender lo que se estaba obteniendo, se hizo un ensayo con una sal de manganeso, se preparó una solución de MnCl_2 la cual tiene una ligera coloración rosada, se le adicionaron unas gotas de NaOH 0.1 M y se apreció la formación de un precipitado blanco con una ligera tonalidad rosada, al paso del tiempo la solución se tornó amarilla, muy similar a como se apreció en el análisis de la lata. Al dejar reposar, se ve que el sólido sedimentado es café amarillento, muy parecido al que se considera hidróxido férrico durante todo el tratamiento de la muestra problema. Posteriormente se le agregó HCl y se notó la disolución del sólido, pero la solución se tornó mucho más amarilla.

Lo anterior explica lo que sucedió durante el análisis de la lata, cuando se pretendió realizar la separación sin amoníaco (Apéndice VI, página 64), llamó la atención la aparición de la tonalidad amarilla en medio básico y el aumento de intensidad de ésta al acidificar el medio. La tonalidad amarilla es debida a que el manganeso es oxidado fácilmente por el aire en medio alcalino a dióxido hidratado de manganeso [33]. También durante el análisis de la lata sorprendió que al filtrar lo que se creía Fe(OH)_3 después de unos minutos, dicho sólido amarillo café pasara a casi negro; lo cual es debido a que se estaba obteniendo óxido hidratado de manganeso (IV) el cual es un sólido pardo.

De igual forma se explica el porqué cuando se realizó la precipitación en medio amoniacal (Apéndice VII, página 67) primero se notó la aparición del precipitado rosa y, la solución sin embargo, tenía la coloración amarilla, debido a que no todo el manganeso precipitó y el que quedó en solución daba el color amarillo por la oxidación que ocurrió en medio básico por el aire.

NOTA (A.9)

Se preparó otro sistema donde se colocó la solución de $MnCl_2$, gotas de $NaOH$ y agua oxigenada, debido a que la bibliografía recomienda que para precipitar al manganeso, es necesario oxidarlo, para así obtener el dióxido de manganeso, el cual es muy insoluble. Lo que se observó fue que al agregar la sosa se apreció el sólido blanco rosado, al paso del tiempo la tonalidad amarilla, pero al agregar el H_2O_2 se notó que la solución se puso muy oscura para finalmente obtener un sólido oscuro, correspondiente al $MnO_2 \cdot H_2O$. [36, 40]

NOTA (A.10)

El análisis en absorción atómica se realizó también para las latas de jugos Herdez, ya que éstas indican que son 100% aluminio, obteniendo que contienen los mismos elementos que las latas de Coca- Cola.

NOTA (A.11)

En el caso del calcio, no se presenta el DEP a $pNH_3' = 0$ debido a que al realizar el Diagrama de Zonas de Predominio, no se alcanzan a formar los complejos amoniacales bajo esta condición, sin embargo si el pNH_3 fuera un poco menor, si se logran formar dichos complejos (condición que se puede alcanzar si al momento de realizar la precipitación se añade un poco más de NH_4^+ o NH_3). De cualquier manera al analizar el DEP presentado en el Apéndice IX (página 75) se puede apreciar que el calcio no precipitará a las condiciones que precipita el $Al(OH)_3$.

$Ca(NH_3)_n^{2+}$: $\log\beta_1 = -0.2$, $\log\beta_2 = -0.8$, $\log\beta_3 = -1.6$, $\log\beta_4 = -2.7$ [39].

ANEXOS

ANEXO 1

Cálculo de pH de Separación Al, Fe, Zn 10^{-2} M	83
---	----

ANEXO 2

Segundo Cálculo de pH de Separación Al, Fe, Zn 10^{-2} M	85
---	----

ANEXO 3

Cálculos para Separar Al, Fe, Zn en la Muestra Problema	87
--	----

ANEXO 4

Separación de Fe y Zn en la Muestra Problema	91
---	----

ANEXO 5

Determinación de Metales del Cuerpo de Latas de Refresco por Absorción Atómica	92
Determinación de Al	92
Determinación de Ca	93
Determinación de Mg	94
Determinación de Mn	95
Determinación de Fe	96
Determinación de Cu	97
Determinación de Zn	98
Determinación de Ni	99

ANEXO 6

Manejo y Disposición de los residuos generados	100
---	-----

ANEXO 1

Cálculo de pH de separación Al, Fe, Zn, 10^{-2} M

Hierro

$$\begin{aligned} \text{ppFe}' &\geq 99.9\% \\ \text{sFe}' &\leq 0.1\% (10^{-2}\text{M}) = 1 \times 10^{-5}\text{M} \\ \text{pFe}' &\geq 5 \\ \text{Del diagrama: } \text{pFe}' &= -1.21 + 2 \text{ pH} \\ -1.21 + 2 \text{ pH} &\geq 5 \\ \text{pH} &\geq \frac{5 + 1.21}{2} \\ \text{pH} &\geq 3.105 \end{aligned}$$

Aluminio

$$\begin{aligned} \text{sAl}' &\geq 100\% \\ \text{sAl}' &\geq 10^{-2}\text{M} \\ \text{pAl}' &\leq 2 \\ \text{Del diagrama: } \text{pAl}' &= 3 \text{ pH} - 9.66 \\ 3 \text{ pH} - 9.66 &\leq 2 \\ \text{pH} &\leq \frac{2 + 9.66}{3} \\ \text{pH} &\leq 3.8866667 \end{aligned}$$

Intervalo de separación
donde hierro precipita y Aluminio se queda en solución:

$$\boxed{3.105 \leq \text{pH} \leq 3.8866667}$$

Aluminio

$$\begin{aligned} \text{ppAl}' &\geq 99.9\% \\ \text{sAl}' &\leq 0.1\% (10^{-2}\text{M}) = 1 \times 10^{-5}\text{M} \\ \text{pAl}' &\geq 5 \\ \text{Del diagrama: } \text{pAl}' &= \text{pH} - 0.36 \\ \text{pH} - 0.36 &\geq 5 \\ \text{pH} &\geq 5.36 \end{aligned}$$

Zinc

$$\begin{aligned} \text{sZn}' &\geq 100\% \\ \text{sZn}' &\geq 10^{-2}\text{M} \\ \text{pZn}' &\leq 2 \\ \text{Del diagrama: } &2 \text{ pH} - 12.32 \\ 2 \text{ pH} - 12.32 &\leq 2 \\ \text{pH} &\leq \frac{2 + 12.32}{2} \\ \text{pH} &\leq 7.16 \end{aligned}$$

Intervalo de separación
donde Al ↓ y Zn sol:

$$\boxed{5.36 \leq \text{pH} \leq 7.16}$$

Zinc

$$ppZn' \geq 99.9\%$$

$$sZn' \leq 0.1\% (10^{-2} M) = 1 \times 10^{-5} M$$

$$pZn \geq 5$$

Del diagrama se aprecia que no se

Precipitar a ese porcentaje

$$ppZn' \geq 99.7\%$$

$$sZn' \leq 0.3\% (10^{-2} M) = 3 \times 10^{-5} M$$

$$pZn \geq 4.5228787$$

$$\text{Del diagrama: } pZn' = 2 \text{ pH} - 12.32$$

$$2 \text{ pH} - 12.32 \geq 4.5228787$$

$$pH \geq \frac{4.5228787 + 12.32}{2}$$

$$pH \geq 8.4214394$$

$$\text{Del diagrama: } pZn' = 16.08 - \text{pH}$$

$$16.08 - \text{pH} \geq 4.5228787$$

$$-\text{pH} \geq 4.5228787 - 16.08$$

$$-\text{pH} \geq -11.557121$$

$$pH \leq 11.557121$$

Intervalo de separación
donde Zn precipita:

$$\boxed{8.4214394 \leq \text{pH} \leq 11.557121}$$

ANEXO 2

Segundo Cálculo de pH de separación Al, Fe, Zn, 10^{-2} M

Hierro

$$ppFe' \geq 99.9\%$$

$$sFe' \leq 0.1\% (10^{-2} M) = 1 \times 10^{-5} M$$

$$pFe' \geq 5$$

$$\text{Del diagrama: } pFe' = -1.21 + 2 \text{ pH}$$

$$-1.21 + 2 \text{ pH} \geq 5$$

$$pH \geq \frac{5 + 1.21}{2}$$

$$pH \geq 3.105$$

Aluminio

$$ppAl' \geq 99.9\%$$

$$sAl' \leq 0.1\% (10^{-2} M) = 1 \times 10^{-5} M$$

$$pAl' \geq 5$$

$$\text{Del diagrama: } pAl' = \text{pH} - 0.36$$

$$\text{pH} - 0.36 \geq 5$$

$$pH \geq 5 + 0.36$$

$$pH \geq 5.36$$

Zinc

$$sZn' \geq 100\%$$

$$sZn' \geq 10^{-2} M$$

$$pZn \leq 2$$

$$\text{Del diagrama: } 2 \text{ pH} - 12.32$$

$$2 \text{ pH} - 12.32 \leq 2$$

$$pH \leq \frac{2 + 12.32}{2}$$

$$pH \leq 7.16$$

Intervalo de separación
donde Fe y Al precipitan quedando Zn en solución:

$$\boxed{5.36 \leq \text{pH} \leq 7.16}$$

Intervalo para precipitar Zn:

$$\boxed{8.4214394 \leq \text{pH} \leq 11.557121}$$

Para separar hierro y aluminio en medio básico:

Hierro

$ppFe' \geq 99.9\%$
 $sFe' \leq 0.1\% (10^{-2}M) = 1 \times 10^{-5}M$
 $pFe' \geq 5$
Del diagrama: $pFe' = 18.2 - pH$
 $18.2 - pH \geq 5$
 $-pH \geq 5 - 18.2$
 $pH \leq 13.2$

Aluminio

$sAl' \geq 100\%$
 $sAl' \geq 10^{-2}M$
 $pAl' \leq 2$
Del diagrama: $pAl' = 13.34 - pH$
 $13.34 - pH \leq 2$
 $-pH \leq 2 - 13.34$
 $pH \geq 11.34$

Intervalo de separación
donde hierro precipita y el Aluminio queda en solución:

$$11.34 \leq pH \leq 13.2$$

Para precipitar al Aluminio

Aluminio

$ppAl' \geq 99.9\%$
 $sAl' \leq 0.1\% (10^{-2}M) = 1 \times 10^{-5}M$
 $pAl' \geq 5$
Del diagrama: $pAl' = pH - 0.36$
 $pH - 0.36 \geq 5$
 $pH \geq 5 + 0.36$
 $pH \geq 5.36$

Del diagrama: $pAl' = 13.34 - pH$
 $13.34 - pH \geq 5$
 $-pH \geq 5 - 13.34$
 $pH \leq 8.34$

Intervalo donde Aluminio precipita:

$$5.36 \leq pH \leq 8.34$$

ANEXO 3

Cálculos de pH para separar Al, Fe, Zn en la Muestra Problema

Como no se conoce el contenido de dichos metales en la muestra problema, se harán los cálculos suponiendo que la muestra puede contener de 100% a 50% de Aluminio; 100% a 1% de Hierro y de 100% a 0.5% de Zinc, para de esta forma establecer las condiciones necesarias para llevar a cabo la separación.

Aluminio

a) Si la muestra estuviera constituida sólo por Al: $\frac{3 \text{ g}}{26.98 \text{ g}} = 0.1111934 \text{ mol}$

$$\frac{0.1111934 \text{ mol}}{0.250 \text{ l}} = 0.4447739 \text{ M}$$

b) Si la muestra estuviera constituida por 50% Al: $\frac{1.5 \text{ g}}{26.98 \text{ g}} = 0.0555967 \text{ mol}$

$$\frac{0.0555967 \text{ mol}}{0.250 \text{ l}} = 0.2223869 \text{ M}$$

Caso a)

$$\begin{aligned} \text{ppAl} &\geq 99.9\% \\ \text{sAl} &\leq 0.1\% (0.4447739 \text{ M}) \\ \text{sAl} &\leq 4.447739 \times 10^{-4} \text{ M} \\ \text{pAl} &\geq 3.3518607 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pAl}' &= 3 \text{ pH} - 9.66 \\ 3 \text{ pH} - 9.66 &\geq 3.3518607 \\ \text{pH} &\geq \frac{3.3518607 + 9.66}{3} \end{aligned}$$

$$\text{pH} \geq 4.3372869$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pAl}' &= 13.34 - \text{pH} \\ 13.34 - \text{pH} &\geq 3.3518607 - 13.34 \\ -\text{pH} &\geq -9.9881393 \\ \text{pH} &\leq 9.9881393 \end{aligned}$$

Al↓

$$4.3372869 \leq \text{pH} \leq 9.9881393$$

Caso b)

$$\begin{aligned} \text{ppAl} &\geq 99.9\% \\ \text{sAl} &\leq 0.1\% (0.2223869 \text{ M}) \\ \text{sAl} &\leq 2.223869 \times 10^{-4} \text{ M} \\ \text{pAl} &\geq 3.6528908 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pAl}' &= 3 \text{ pH} - 9.66 \\ 3 \text{ pH} - 9.66 &\geq 3.6528908 \\ \text{pH} &\geq \frac{3.6528908 + 9.66}{3} \end{aligned}$$

$$\text{pH} \geq 4.4376303$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pAl}' &= 13.34 - \text{pH} \\ 13.34 - \text{pH} &\geq 3.6528908 - 13.34 \\ -\text{pH} &\geq 3.6528908 - 13.34 \\ -\text{pH} &\geq -9.6871082 \end{aligned}$$

Al↓

$$4.4376303 \leq \text{pH} \leq 9.6871092$$

La intersección de los 2 conjuntos nos da el intervalo de pH necesario para que precipite el Al en las concentraciones dadas:

$$\boxed{4.4376303 \leq \text{pH} \leq 9.6871092}$$

Hierro

a) Si la muestra estuviera constituida sólo por Fe: $\frac{3 \text{ g}}{55.85 \text{ g}} = 0.0537153 \text{ mol}$

$$\frac{0.0537153 \text{ mol}}{0.250 \text{ l}} = 0.2148612 \text{ M}$$

b) Si la muestra estuviera constituida por 1% Fe: $\frac{0.03 \text{ g}}{55.85 \text{ g}} = 5.53715309 \times 10^{-4} \text{ mol}$

$$\frac{5.53715309 \times 10^{-4} \text{ mol}}{0.250 \text{ l}} = 2.1486124 \times 10^{-3}$$

Caso a)

$$\begin{aligned} \text{ppFe} &\geq 99.9\% \\ \text{sFe} &\leq 0.1\% (0.2148612 \text{ M}) \\ \text{sFe} &\leq 0.2148612 \times 10^{-4} \\ \text{pFe} &\geq 3.667842 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pFe}' &= -1.21 + 2 \text{ pH} \\ -1.21 + 2 \text{ pH} &\geq 3.667842 \\ \text{pH} &\geq \frac{3.667842 + 1.21}{2} \\ \text{pH} &\geq 2.438921 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pFe}' &= 18.2 - \text{pH} \\ 18.2 - \text{pH} &\geq 3.667842 \\ -\text{pH} &\geq 3.667842 - 18.2 \\ -\text{pH} &\geq -14.532158 \\ \text{pH} &\leq 14.532158 \end{aligned}$$

Fe↓

$$2.438921 \leq \text{pH} \leq 14.532158$$

Caso b)

$$\begin{aligned} \text{ppFe} &\geq 99.9\% \\ \text{sFe} &\leq 0.1\% (2.1486124 \times 10^{-3}) \\ \text{sFe} &\leq 2.1486124 \times 10^{-6} \\ \text{pFe} &\geq 5.6678419 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pFe}' &= -1.21 + 2 \text{ pH} \\ -1.21 + 2 \text{ pH} &\geq 5.6678419 \\ \text{pH} &\geq \frac{5.6678419 + 1.21}{2} \\ \text{pH} &\geq 3.438921 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pFe}' &= 18.2 - \text{pH} \\ 18.2 - \text{pH} &\geq 5.6678419 \\ -\text{pH} &\geq 5.6678419 - 18.2 \\ -\text{pH} &\geq -12.532158 \\ \text{pH} &\leq 12.532158 \end{aligned}$$

Fe↓

$$3.438921 \leq \text{pH} \leq 12.532158$$

La intersección de los 2 conjuntos nos da el intervalo de pH necesario para que precipite el Al en las concentraciones dadas:

$$\boxed{3.438921 \leq \text{pH} \leq 12.532158}$$

Zinc

a) Si la muestra estuviera constituida sólo por Zn: $\frac{3 \text{ g}}{65.39 \text{ g}} = 0.0458785 \text{ mol}$

$$\frac{0.0458785 \text{ mol}}{0.250 \text{ l}} = 0.1835143 \text{ M}$$

b) Si la muestra estuviera constituida por 0.5% Zn: $\frac{0.015 \text{ g}}{65.39 \text{ g}} = 2.2939287 \times 10^{-4} \text{ mol}$

$$\frac{2.2939287 \times 10^{-4} \text{ mol}}{0.250 \text{ l}} = 9.1757149 \times 10^{-4} \text{ M}$$

Caso a)

$$\begin{aligned} \text{ppZn} &\geq 99.9\% \\ \text{sZn} &\leq 0.1\% (0.1835143 \text{ M}) \\ \text{sZn} &\leq 1.835143 \times 10^{-4} \\ \text{pZn} &\geq 3.7363301 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pZn}' &= 2 \text{ pH} - 12.32 \\ 2 \text{ pH} - 12.32 &\geq 3.7363301 \\ \text{pH} &\geq \frac{3.7363301 + 12.32}{2} \\ \text{pH} &\geq 8.028165 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pZn}' &= 16.08 - \text{pH} \\ 16.08 - \text{pH} &\geq 3.7363301 \\ -\text{pH} &\geq 3.7363301 - 16.08 \\ -\text{pH} &\geq 12.34367 \\ \text{pH} &\leq 12.34367 \end{aligned}$$

Zn↓

$$8.028165 \leq \text{pH} \leq 12.34367$$

Caso b)

$$\begin{aligned} \text{ppZn} &\geq 99.9\% \\ \text{sZn} &\leq 0.1\% (9.1757149 \times 10^{-4} \text{ M}) \\ \text{sZn} &\leq 9.1757149 \times 10^{-7} \\ \text{pZn} &\geq 6.0373601 \end{aligned}$$

Diagrama: No se puede hacer con ese % pp, pero si se considera una precipitación al 96.553644%:

$$\begin{aligned} \text{sZn} &\leq 3.446355\% (9.1754149 \times 10^{-4} \text{ M}) \\ \text{sZn} &\leq 3.1622777 \times 10^{-5} \\ \text{pZn} &\geq 4.5 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pZn}' &= 2 \text{ pH} - 12.32 \\ 2 \text{ pH} - 12.32 &\geq 4.5 \\ \text{pH} &\geq \frac{4.5 + 12.32}{2} \text{ pH} \geq 8.41 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } \text{pZn}' &= 16.08 - \text{pH} \\ 16.08 - \text{pH} &\geq 4.5 \\ -\text{pH} &\geq 4.5 - 16.08 \text{ } -\text{pH} \geq -11.58 \\ \text{pH} &\leq 11.58 \end{aligned}$$

Zn↓

$$8.41 \leq \text{pH} \leq 11.58$$

La intersección de los 2 conjuntos nos da el intervalo de pH necesario para que precipite el Zn en las concentraciones dadas:

$$\boxed{8.41 \leq \text{pH} \leq 11.58}$$

Para precipitar juntos Al y Fe, dejando a Zn en solución

Caso a)

$$\begin{aligned} sZn &\geq 100\% \\ sZn &\geq 0.1835143 \text{ M} \\ pZn &\leq 0.73633 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } pZn' &= 2 \text{ pH} - 12.32 \\ 2\text{pH} - 12.32 &\leq 0.73633 \\ \text{pH} &\leq \frac{0.73633 + 12.32}{2} \\ \text{pH} &\leq 6.528165 \end{aligned}$$

Caso b)

$$\begin{aligned} sZn &\geq 100\% \\ sZn &\geq 9.1757149 \times 10^{-4} \text{ M} \\ pZn &\leq 3.0373601 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } pZn' &= 2 \text{ pH} - 12.32 \\ 2 \text{ pH} - 12.32 &\leq 3.0373601 \\ \text{pH} &\leq \frac{3.0373601 + 12.32}{2} \\ \text{pH} &\leq 7.6786801 \end{aligned}$$

Intervalo de pH donde Zn permanece en solución:

$$\text{pH} \leq 6.528165$$

Tomando en cuenta los intervalos donde $\text{Fe} \downarrow$, $\text{Al} \downarrow$ y Zn sol.
se encuentra que el intervalo de pH necesario para lograrlo es:

$$\boxed{4.4376303 \leq \text{pH} \leq 6.528165}$$

Para separar Hierro y Aluminio, precipitando Fe y dejando Al en solución.

Caso a)

$$\begin{aligned} sAl &\geq 100\% \\ sAl &\geq 0.4447739 \text{ M} \\ pAl &\leq 0.3518607 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } pAl' &= 13.34 - \text{pH} \\ 13.34 - \text{pH} &\leq 0.3518607 \\ -\text{pH} &\leq 0.3518607 - 13.34 \\ -\text{pH} &\leq -12.988139 \\ \text{pH} &\geq 12.988139 \end{aligned}$$

Caso b)

$$\begin{aligned} sAl &\geq 100\% \\ sAl &\geq 0.2223869 \text{ M} \\ pAl &\leq 0.6528906 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Diagrama: } pAl' &= 13.34 - \text{pH} \\ 13.34 - \text{pH} &\leq 0.6528906 \\ -\text{pH} &\leq 0.6528906 - 13.34 \\ -\text{pH} &\leq -12.687109 \\ \text{pH} &\geq 12.687109 \end{aligned}$$

Intervalo de pH donde Al permanece en solución:

$$\boxed{\text{pH} \geq 12.988139}$$

Considerando el intervalo anterior para precipitar al hierro, se encuentra que no hay intervalo de pH en el cual se pueda llevar a cabo dicha separación, a menos que el porcentaje de precipitación del hierro sea de 99%.

Caso b)

$$ppFe \geq 99\%$$

$$sFe \leq 1\% (2.1486124 \times 10^{-3})$$

$$sFe \leq 2.1486124 \times 10^{-5} \text{ M}$$

$$pFe \geq 4.6678419$$

$$\text{Diagrama: } pFe' = 18.2 - pH$$

$$18.2 - pH \geq 4.6678419$$

$$-pH \geq 4.6678419 - 18.2$$

$$pH \leq 13.532158$$

Intervalos de pH donde Fe precipita y Al queda en solución:

$$12.988139 \leq pH \leq 13.532158$$

ANEXO 4

Separación de Hierro y Zinc

Para realizar esta separación no se muestran los cálculos puesto que ya se hicieron en el Anexo 3 (páginas 88 y 90), de esta forma se toman en cuenta los intervalos antes definidos y se encuentra:

Fe precipita y Zn permanece en solución:

$$3.438921 \leq pH \leq 6.528165$$

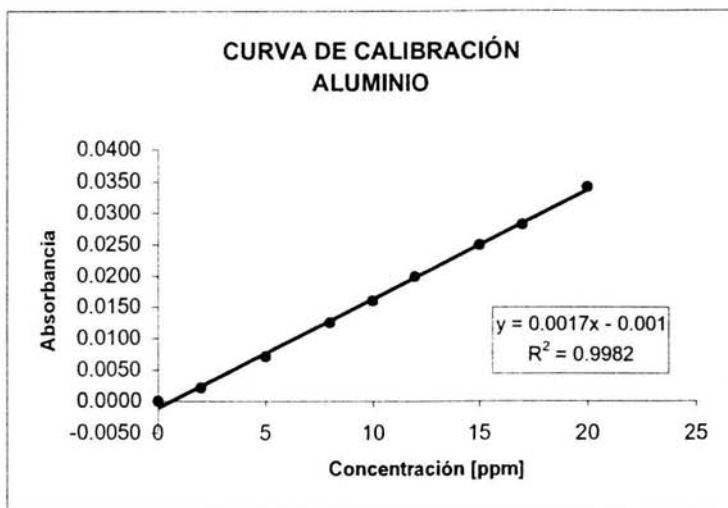
ANEXO 5
DETERMINACIÓN DE METALES DEL CUERPO DE UNA LATA DE REFRESCO
POR ABSORCIÓN ATÓMICA

ALUMINIO

La curva de calibración se construyó a partir de una solución estándar 999 ppm preparada a partir de aluminio disuelto en 2 ml ácido clorhídrico.

P.M. 26.98
 long. onda 309.3 nm
 Muestra 1 307.4 mg
 Muestra 2 297.8 mg
 Vol. Aforo 100 ml

CURVA DE CALIBRACIÓN	
CNC. [ppm]	ABSORBANCIA
0	0.0000
2	0.0021
5	0.0071
8	0.0125
10	0.0160
12	0.0199
15	0.0249
17	0.0282
20	0.0341



DILUCIÓN	ABSORBANCIA	[ppm] SISTEMA	[ppm] MUESTRA	[mg] MUESTRA	[M] MUESTRA	% MUESTRA
0.05/25 M1	0.0091	5.8481	2924.0655	292.4066	0.1084	95.1225
0.1/25 M1	0.0191	11.6298	2907.4549	290.7455	0.1078	94.5821
0.05/25 M2	0.0088	5.6747	2837.3402	283.7340	0.1052	94.9896
0.1/25 M2	0.0185	11.2829	2820.7296	282.0730	0.1045	94.4335
EQ 0.05/25 M1	0.0091	5.8136	2906.7880	290.6788	0.1077	94.5604
EQ 0.1/25 M1	0.0191	11.6324	2908.1000	290.8100	0.1078	94.6031
EQ 0.05/25 M2	0.0088	5.6493	2824.6700	282.4670	0.1047	94.5655
EQ 0.1/25 M2	0.0185	11.2989	2824.7235	282.4724	0.1047	94.5672

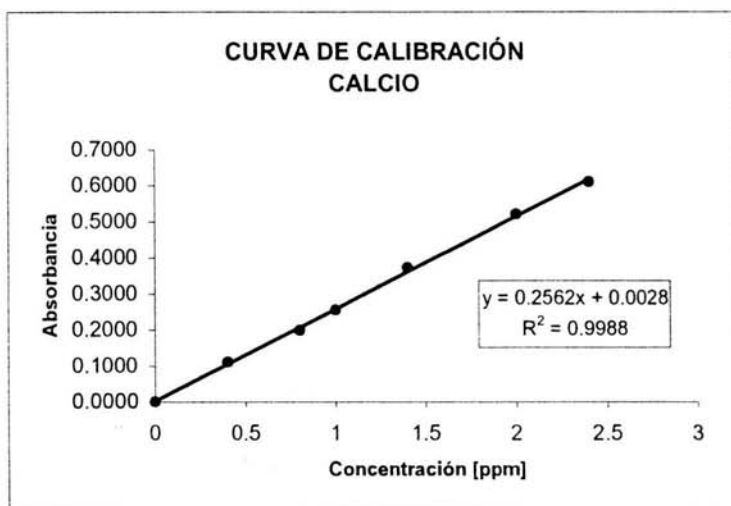
DETERMINACIÓN DE METALES DEL CUERPO DE UNA LATA DE REFRESCO POR ABSORCIÓN ATÓMICA

CALCIO

La curva de calibración se construyó a partir de una solución estándar 1000 ppm preparada a partir de carbonato de calcio disuelto en ácido nítrico 1:4

P.M. 40.08
 long. onda 422.7 nm
 Muestra 1 307.4 mg
 Muestra 2 297.8 mg
 Vol. Aforo 100 ml

CURVA DE CALIBRACIÓN	
CNC. [ppm]	ABSORBANCIA
0	0.0000
0.4	0.1115
0.8	0.1990
1.0	0.2555
1.4	0.3724
2.0	0.5201
2.4	0.6103



DILUCIÓN	ABSORBANCIA	[ppm] SISTEMA	[ppm] MUESTRA	[mg] MUESTRA	[M] MUESTRA	% MUESTRA
0.1/25 M1	0.0735	0.2760	69.0087	6.9009	0.00172	2.2449
0.5/25 M1	0.3567	1.3816	69.0803	6.9080	0.00172	2.2472
0.1/25 M2	0.0716	0.2685	67.1349	6.7135	0.00168	2.2476
0.5/25 M2	0.3456	1.3383	66.9144	6.6914	0.00167	2.2402
EQ 0.1/25 M1	0.0735	0.2751	68.7806	6.8781	0.00172	2.2375
EQ 0.5/25 M1	0.3567	1.3656	68.2800	6.8280	0.00170	2.2212
EQ 0.1/25 M2	0.0716	0.2673	66.8250	6.6825	0.00167	2.2372
EQ 0.5/25 M2	0.3456	1.3366	66.8300	6.6830	0.00167	2.2374

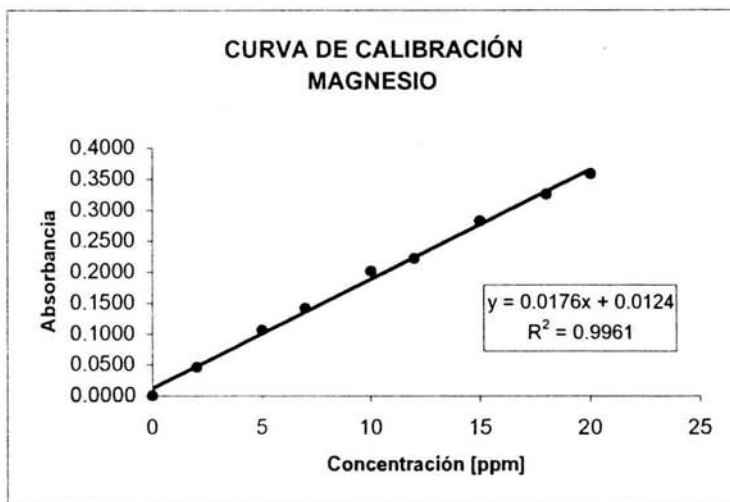
DETERMINACIÓN DE METALES DEL CUERPO DE UNA LATA DE REFRESCO POR ABSORCIÓN ATÓMICA

MAGNESIO

La curva de calibración se construyó a partir de una solución estándar 1001 ppm preparada a partir de magnesio disuelto en ácido nítrico 1:4

P.M. 24.31
long. onda 202.6 nm
Muestra 1 307.4 mg
Muestra 2 297.8 mg
Vol. Aforo 100 ml

CURVA DE CALIBRACIÓN	
CNC. [ppm]	ABSORBANCIA
0	0.0000
2	0.0463
5	0.1060
7	0.1412
10	0.2014
12	0.2226
15	0.2819
18	0.3253
20	0.3579



DILUCIÓN	ABSORBANCIA	[ppm] SISTEMA	[ppm] MUESTRA	[mg] MUESTRA	[M] MUESTRA	% MUESTRA
2/25 M1	0.0729	3.4301	42.8765	4.2876	0.00176	1.3948
10/25 M1	0.3147	17.1438	42.8595	4.2860	0.00176	1.3943
2/25 M2	0.0713	3.3394	41.7422	4.1742	0.00172	1.4017
10/25 M2	0.3101	16.8829	42.2073	4.2207	0.00174	1.4173
EQ 2/25 M1	0.0729	3.4402	43.0025	4.3003	0.00177	1.3989
EQ 10/25 M1	0.3147	17.3137	43.2843	4.3284	0.00178	1.4081
EQ 2/25 M2	0.0713	3.3521	41.9013	4.1901	0.00172	1.4070
EQ 10/25 M2	0.3101	16.7730	41.9325	4.1933	0.00172	1.4081

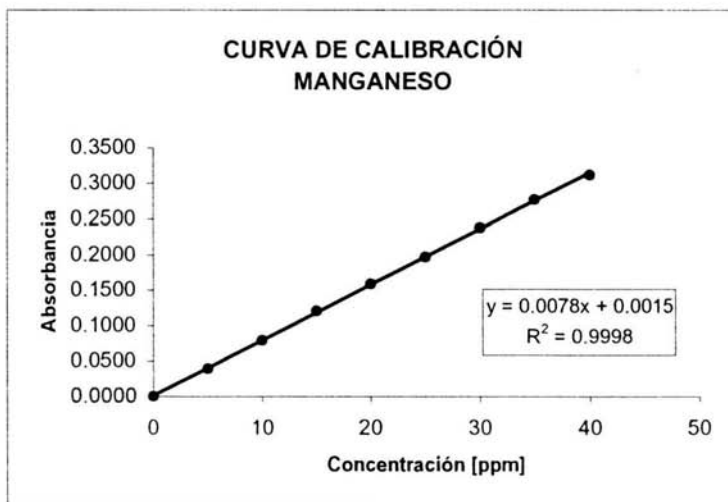
DETERMINACIÓN DE METALES DEL CUERPO DE UNA LATA DE REFRESCO POR ABSORCIÓN ATÓMICA

MANGANESO

La curva de calibración se construyó a partir de una solución estándar 1000.0258 ppm preparada a partir de cloruro de manganeso de ensayo 99.6%

P.M. 54.94
long. onda 403.1 nm
Muestra 1 307.4 mg
Muestra 2 297.8 mg
Vol. Aforo 100 ml

CURVA DE CALIBRACIÓN	
CNC. [ppm]	ABSORBANCIA
0	0.0000
5	0.0397
10	0.0798
15	0.1212
20	0.1592
25	0.1970
30	0.2376
35	0.2767
40	0.3117



DILUCIÓN	ABSORBANCIA	[ppm] SISTEMA	[ppm] MUESTRA	[mg] MUESTRA	[M] MUESTRA	% MUESTRA
5/25 M1	0.0486	6.0167	30.0834	3.0083	0.00055	0.9786
10/25 M1	0.0948	11.9167	29.7918	2.9792	0.00054	0.9692
5/25 M2	0.0467	5.7740	28.8701	2.8870	0.00053	0.9665
10/25 M2	0.0917	11.5208	28.8020	2.8802	0.00052	0.9642
EQ 2/25 M1	0.0201	2.4010	30.0125	3.0013	0.00055	0.9763
EQ 5/25 M1	0.0486	5.9903	29.9515	2.9952	0.00055	0.9743
EQ 10/25 M1	0.0948	11.8354	29.5885	2.9589	0.00054	0.9625
EQ 2/25 M2	0.0196	2.3213	29.0163	2.9016	0.00053	0.9714
EQ 5/25 M2	0.0467	5.7826	28.9130	2.8913	0.00053	0.9680
EQ 10/25 M2	0.0917	11.6130	29.0325	2.9033	0.00053	0.9720

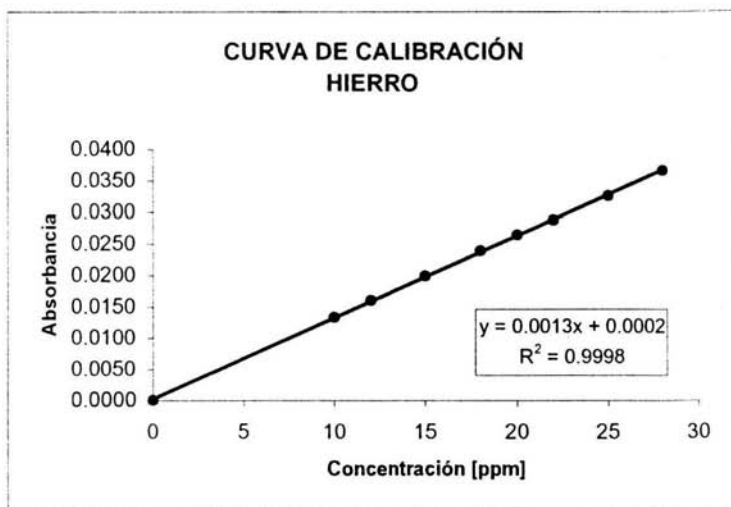
DETERMINACIÓN DE METALES DEL CUERPO DE UNA LATA DE REFRESCO POR ABSORCIÓN ATÓMICA

HIERRO

La curva de calibración se construyó a partir de solución estándar 1000 ppm

P.M. 55.85
long. onda 372 nm
Muestra 1 307.4 mg
Muestra 2 297.8 mg
Vol. Aforo 100 ml

CURVA DE CALIBRACIÓN	
CNC [ppm]	ABSORBANCIA
0	0.0000
10	0.0133
12	0.0160
15	0.0199
18	0.0239
20	0.0264
22	0.0288
25	0.0326
28	0.0366



DILUCIÓN	ABSORBANCIA	[ppm] SISTEMA	[ppm] MUESTRA	[mg] MUESTRA	[M] MUESTRA	% MUESTRA
10/25 M1	0.0073	5.4258	13.5645	1.3565	0.00024	0.4413
cnc M1	0.0178	13.4855	13.4855	1.3485	0.00024	0.4387
10/25 M2	0.0071	5.2723	13.1807	1.3181	0.00024	0.4413
cnc M2	0.0179	13.5622	13.5622	1.3562	0.00024	0.4540
EQ 10/25 M1	0.0073	5.5162	13.7905	1.3791	0.00025	0.4486
EQ cnc M1	0.0178	13.4817	13.4817	1.3482	0.00024	0.4386
EQ 10/25 M2	0.0071	5.2439	13.1098	1.3110	0.00023	0.4389
EQ cnc M2	0.0179	13.0627	13.0627	1.3063	0.00023	0.4373

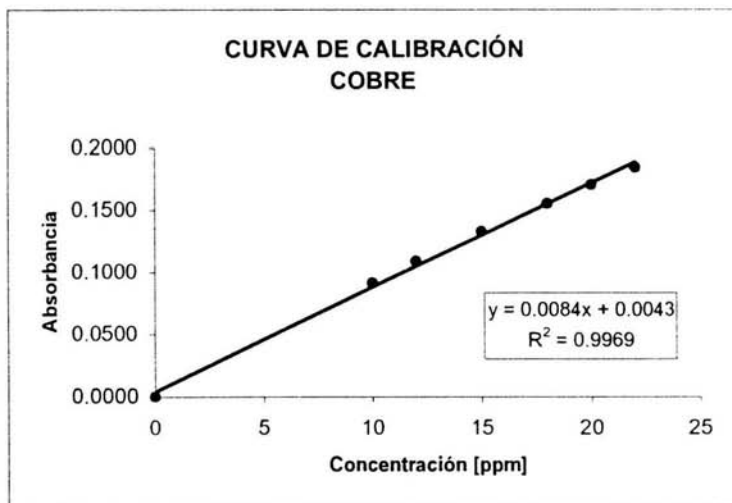
DETERMINACIÓN DE METALES DEL CUERPO DE UNA LATA DE REFRESCO POR ABSORCIÓN ATÓMICA

COBRE

La curva de calibración se construyó a partir de solución estándar 1000 ppm

P.M. 63.54
 long.onda 217.9 nm
 Muestra 1 307.4 mg
 Muestra 2 297.8 mg
 Vol. Aforo 100 ml

CURVA DE CALIBRACIÓN	
CNC. [ppm]	ABSORBANCIA
0	0.0000
10	0.0912
12	0.1089
15	0.1330
18	0.1553
20	0.1707
22	0.1844



DILUCIÓN	ABSORBANCIA	[ppm] SISTEMA	[ppm] MUESTRA	[mg] MUESTRA	[M] MUESTRA	% MUESTRA
cnc M1	0.0427	4.5803	4.5803	0.4580	7.209E-05	0.1490
cnc M2	0.0414	4.4253	4.4253	0.4425	6.965E-05	0.1486
EQ cnc M1	0.0427	4.8016	4.8016	0.4802	7.557E-05	0.1562
EQ cnc M2	0.0414	4.6517	4.6517	0.4652	7.321E-05	0.1562

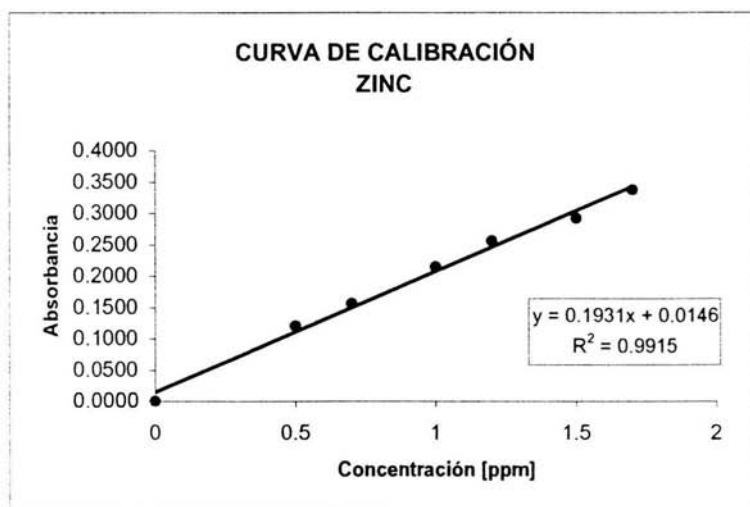
DETERMINACIÓN DE METALES DEL CUERPO DE UNA LATA DE REFRESCO POR ABSORCIÓN ATÓMICA

ZINC

La curva de calibración se construyó a partir de solución estándar 1000 ppm

P.M. 65.37
 long. onda 213.9
 Muestra 1 307.4 mg
 Muestra 2 297.8 mg
 Vol. Aforo 100 ml

CURVA DE CALIBRACIÓN	
CNC. [ppm]	ABSORBANCIA
0	0.0000
0.5	0.1201
0.7	0.1564
1.0	0.2146
1.2	0.2564
1.5	0.2921
1.7	0.3371



DILUCIÓN	ABSORBANCIA	[ppm] SISTEMA	[ppm] MUESTRA	[mg] MUESTRA	[M] MUESTRA	% MUESTRA
cnc M1	0.1803	0.8581	0.8581	0.0858	1.3127E-05	0.02791
cnc M2	0.1805	0.8591	0.8591	0.0859	1.3142E-05	0.02876
EQ cnc M1	0.1803	0.8553	0.85530	0.08553	1.3084E-05	0.02782
EQ cnc M2	0.1805	0.8285	0.82850	0.08285	1.2674E-05	0.02774

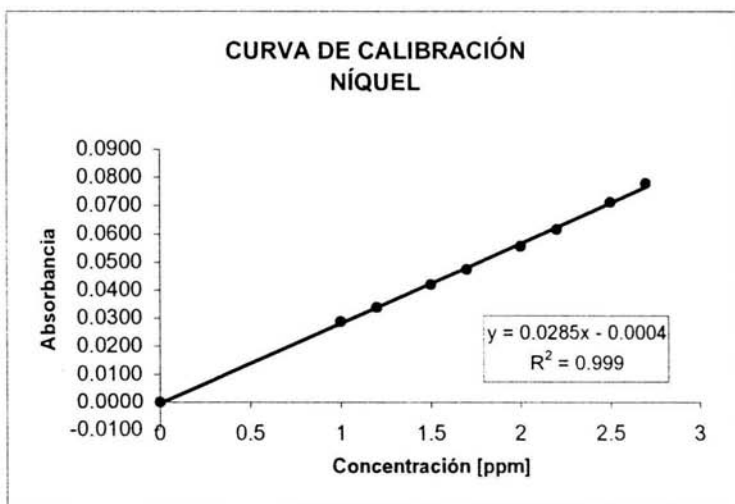
DETERMINACIÓN DE METALES DEL CUERPO DE UNA LATA DE REFRESCO POR ABSORCIÓN ATÓMICA

NÍQUEL

La curva de calibración se construyó a partir de solución estándar 1000 ppm

P.M. 58.71
 long. onda 232
 Muestra 1 307.4 mg
 Muestra 2 297.8 mg
 Vol. Aforo 100 ml

CURVA DE CALIBRACIÓN	
CNC. [ppm]	ABSORBANCIA
0	0.0000
1.0	0.0287
1.2	0.0338
1.5	0.0420
1.7	0.0474
2.0	0.0556
2.2	0.0615
2.5	0.0712
2.7	0.0779



DILUCIÓN	ABSORBANCIA	[ppm] SISTEMA	[ppm] MUESTRA	[mg] MUESTRA	[M] MUESTRA	% MUESTRA
cnc M1	0.0073	0.2697	0.2697	0.0270	4.5931E-06	0.00877
cnc M2	0.0071	0.2626	0.2626	0.0263	4.4735E-06	0.00879
EQ cnc M1	0.0073	0.2686	0.2686	0.0269	4.5750E-06	0.00874
EQ cnc M2	0.0071	0.2602	0.2602	0.0260	4.4320E-06	0.00871

ANEXO 6

Manejo y Disposición de los residuos generados

Debido a que el presente trabajo tiene como objetivo el emplear los desechos para disminuir la cantidad de basura, es necesario considerar que, para que tenga lugar la aplicación del trabajo se debe evitar la contaminación que éste ocasione, mediante la prevención, reducción y tratamiento de los residuos generados durante el proceso.

Analizando el proceso de obtención, en primer lugar se generan residuos líquidos constituidos por hidrocarburos, ya que para retirar la pintura y el recubrimiento interno de la lata se emplearon disolventes orgánicos (Tolueno, Diclorometano y Acetona). Dichos residuos no se pueden arrojar al alcantarillado ya que son considerados peligrosos debido a que son tóxicos para la vida acuática. Por otro lado, también son considerados como contaminantes atmosféricos porque alteran la composición del aire, y habitualmente terminan en la atmósfera ya que son compuestos orgánicos volátiles. [46, 52]

Tanto la mezcla de disolventes (Tolueno y Diclorometano), como la Acetona se pueden emplear una y otra vez hasta que dichos disolventes estén saturados. Una vez que esto haya ocurrido, se pueden recuperar y como se emplean para un tratamiento superficial, no es necesario que cuenten con un alto grado de pureza, por lo que una vez recuperados se pueden reutilizar. En consecuencia, se debe disponer de un aparato de destilación con una columna de fraccionamiento eficiente.

Ahora bien, después de que se hayan realizado numerosas destilaciones, al final quedarán lodos que contendrán a los disolventes y a los recubrimientos. En esta parte resulta conveniente mencionar que el recubrimiento interno y externo de la lata es un barniz sanitario constituido por resinas del tipo epoxi-fenólicas, las cuales se emplean por ser atóxicas, no afectar el olor ni el sabor y ser barrera efectiva entre el envase y el contenido. Además cuentan con la aprobación de la FDA, el cual es un organismo que normatiza y regula el empleo de todo lo referente a la industria farmacéutica, cosmética y alimenticia. Con lo que respecta a los colorantes empleados en el decorado de la lata y específicamente en la lata de "Coca-Cola", el color blanco se obtiene a partir del óxido

de titanio, el cual es inerte químicamente y no es tóxico. El color negro lo dan los pigmentos negros obtenidos del negro de humo. Otros colores se obtienen con colorantes orgánicos que aportan propiedades interesantes como la conservación de la transparencia de los barnices. Para el color rojo se emplea el "Litol Rubi" (rojo 57:1) y "Rojo Litol" (Rojo 49), para el amarillo se usa el "Amarillo FD&C no. 5" (amarillo 100), entre otros y para el verde "Verde Permanente" (verde 2:x). Todos los pigmentos y colorantes mencionados cuentan también con la aprobación de la FDA, y son considerados como no tóxicos, ya que dentro de una inspección sobre la toxicidad oral, medida, realizada por la ETAD se encontró que estos colorantes no presentan toxicidad ya que sus $LD_{50} > 5g/kg$. [24, 47- 49]

De esta forma se puede optar por tratar estos residuos para transformarlos en sustancias inertes o disponerlos de manera segura en vertederos autorizados, o bien, desarrollar alternativas de reciclaje para los recubrimientos, ya que al estar mezclados con sustancias volátiles se asegura su completo aislamiento, aunque serían degradados a una aplicación no muy exigente, como por ejemplo, para relleno de asfalto de carreteras, piezas estructurales, escobas, recubrimiento de cables, etc. [46, 50]

En el proceso propiamente de obtención de los compuestos de aluminio, se obtienen HCl y H_2SO_4 diluidos, los cuales se pueden utilizar para preparar soluciones que pueden ser empleadas en estos mismos métodos de obtención o para otras aplicaciones debido a que estos reactivos son muy empleados en procesos químicos. Ahora bien, los residuos de estos ácidos que no puedan reutilizarse porque son productos de varios enjuagues, son considerados residuos peligrosos por sus propiedades corrosivas y reactivas, por lo que se debe emplear un tratamiento químico. La neutralización se aplica para ajustar el pH de las aguas que contienen residuos peligrosos a un valor comprendido entre 6 y 9. Los ácidos comúnmente empleados son H_2SO_4 , HCl y HNO_3 . Las bases más usadas son la cal viva, la cal apagada y la sosa cáustica. De esta forma los residuos de ácidos obtenidos se diluyen en agua, se neutralizan con NaOH al 20 – 30% hasta pH 6 – 8 y luego se pueden verter al alcantarillado. [46, 51]

La recuperación de residuos se justifica porque existen componentes que pueden ser separados y empleados después en otras industrias con fines diferentes para los que fueron fabricados y también, hay residuos que pueden aprovecharse directamente.