



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA
"BIOLOGIA"

12
Zej

**CARACTERIZACION DE LODOS RESIDUALES
GENERADOS EN LAS PLANTAS DE TRATAMIENTO
DE AGUA EN LA INDUSTRIA FARMACEUTICA
PRODUCTORA DE BETA - LACTAMICOS.**

T E S I S

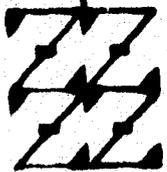
Que para obtener el Título de:

B I O L O G O

P r e s e n t a :

ARTURO GUZMAN CHIMEO

DIRECTOR DE TESIS: BIOL. MARICELA ARTEAGA MEJIA



LA UNIDAD
DE NUESTRA REPUBLICA

México, D. F.

1996

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



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.

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
ZARAGOZA**

BIOLOGIA



TESIS QUE PARA OBTENER EL TITULO DE BIOLOGO PRESENTA:

Guzmán Chimeo Arturo

**DIRECTOR DE TESIS
Bíol. Maricela Arteaga Mejía**

México, D.F.

MAYO DE 1996

AGRADECIMIENTOS

A mi Madre Severina Chimeo

Mujer de elevados valores morales y de gran calidad humana, quien me heredo las mejores lecciones de mi vida. Gracias por la fortaleza, respeto, confianza, apoyo y ejemplo que me has dado, pero sobretodo por iniclarme en el camino del estudio, en el cual hago una pausa para hacerte participe del momento de felicidad por el cual hiciste tanto sacrificios.
"TU ESFUERZO NO FUE EN VANO".

A mi Padre Filadelfo Suanza

Por toda la confianza y apoyo que me has otorgado tanto en mi vida como en mi carrera, por tus consejos y tu comprensión, y principalmente por tu interés constante y alentadoras palabras. Es señal de mi respeto y cariño que te hago participe de esta obra que también es tuya.

A mis Hermanos Rosa, Karina, Jesús, Rubino, Alba, y Katerini

Por compartir conmigo las experiencias agradables, duras y amargas, y por disfrutar no solo de este momento sino también de mis aspiraciones y metas comparto con ustedes este logro como prueba de mi aprecio y cariño.

A mis Sobrinos Rosa Laura, Roberto, Carlos, Antonio, Miguel, Irving, Omar, Luis, Alan y Daniel

Que con su alegría e inocencia hacen que las cosas de la vida sean más placenteras y divertidas.

A Ma. Guadalupe Hernández S.

Mi primera, única y verdadera novia; por su apoyo, comprensión confianza y compañía, por compartir conmigo momentos importantes de mi vida, por tu incansable esfuerzo por conocerme y entenderme, y principalmente por que con tu paciencia y amor te has convertido en alguien muy importante para mi.

A mis Cuñadas Hortensia y Uelía
Por el respeto y apoyo que siempre me han brindado.

A mi Cuñado Gonzalo
Con quien he compartido momentos importantes de mi vida, incluyendo una CAGUAMA.

A Guadalupe Medrano y Teresa Pérez
Por su valiosa amistad y grandioso apoyo, y de quienes aprendí que un verdadero amigo es aquel que se queda cuando todos los demás se han ido.

A Guadalupe Ambríz
Y su apreciable familia por haberme honrado con su apoyo y amistad.

Al Maestro Silberto Matamoros Trojo
Por su amistad y apoyo incondicional.

A mis Compañeros y Amigos de la Facultad
(Silvia, Pedro, Francisco, Hilda, Cesar, Tere, Luz, y Chuy) con quienes he pasado divertidísimos momentos.

A los Integrantes del ESTDET
Por su gran compañerismo, amistad y apoyo.

RECONOCIMIENTOS

A la Distinguida Maricela Arzaga Mejía

Por todo el apoyo, amistad y confianza que me brindó durante todo este tiempo, pero sobre todo por haber entregado gran parte de su valioso tiempo, paciencia y esfuerzo a la dirección de esta tesis por fin concluida.

A la M. en C. Lourdes Castillo Granada

Por su valiosa enseñanza y asesoría para el desarrollo del presente trabajo y sus comentarios que siempre fueron un estímulo para mí

Al M. en C. Miguel Castillo Sánchez

Por las facilidades, observaciones y sugerencias realizadas al presente trabajo, pero sobre todo por haberse comportado conmigo, más como un amigo que como un asesor.

A la M. en C. Esther Mariana García Amador

Por sus valiosos consejos y sugerencias, así como su empeño en la revisión de este trabajo.

A la Distinguida Ma. de los Angeles Salvan Villanueva

Por sus valiosos consejos y sugerencias, así como su empeño en la revisión de este trabajo.

A Enrique Morales (Henry)

En agradecimiento a su apoyo técnico (computo) otorgado durante la realización del presente trabajo.

CONTENIDO

I.- Resumen	1
II.- Marco Teórico	2
2.1- Generalidades sobre Residuos Peligrosos	2
2.2- Generación de Residuos Peligrosos	4
2.3- Clasificación de Residuos Peligrosos	7
2.4- Definición de Residuos Peligrosos	7
2.5- Efectos de los Residuos Peligrosos	8
2.5.1- Daños a la salud	9
2.5.2- Efectos Económicos	10
2.5.3- Efectos Sociales	10
2.5.4- Efectos al Medio Ambiente	10
2.6- Legislación en Materia de Residuos Peligrosos	12
2.7- Características de la Industria Farmacéutica	15
2.8- Beta-lactámicos	16
2.8.1- Mecanismos de Acción de Antibióticos Beta-lactámicos	17
2.8.2- Producción de Antibióticos Beta-lactámicos	18
III.- Hipótesis	23
IV.- Objetivos	23
V.- Método	24
5.1- Identificación de los Lodos Residuales con Base a la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993	24
5.2- Características de los Lodos Residuales con Base al Código CRETIB	25
5.2.1- Corrosividad	25
5.2.2- Reactividad	26
5.2.3- Explosividad	26
5.2.4- Toxicidad	26
5.2.5- Inflamabilidad	26
5.2.6- Biológico-Infeciosos	27
5.3- Prueba de Extracción para Constituyentes Tóxicos (PECT)	27
5.4- Prueba de Incompatibilidad	29
5.5- Implementación de Técnicas Analíticas para la Caracterización de los Lodos Residuales	30
VI.- Resultados	34
6.1- Por ciento de Sólidos Secos (Prueba Preliminar)	34
6.2- Prueba de Incompatibilidad	34
6.3- Prueba de Corrosividad	35
6.4- Prueba de Reactividad	36

6.5- Prueba de Explosividad.....	39
6.6- Prueba de Toxicidad.....	40
6.7- Prueba de Inflamabilidad.....	43
6.8- Prueba de Biológico-Infecioso.....	44
6.9- Prueba para la Identificación del Anillo Beta-lactámico.....	44
VII.- Análisis de Resultados.....	66
VIII.- Conclusiones.....	72
IX.- Sugerencias.....	73
X.- Aportaciones a la Normatividad.....	75
XI.- Apéndice.....	76
11.1- Muestreo y Preparación de Muestras.....	76
11.1.1- Muestreo, Método del Cuarteo (NOM-AA-015-1985).....	76
11.1.2- Preparación de Muestras en el Laboratorio para su Análisis (NOM-AA-52-1985).....	77
11.2- Evaluaciones Preliminares.....	78
11.2.1- Determinación del Por ciento de Sólidos (NOM-053-ECOL-1993).....	78
11.2.2- Determinación del Por ciento de Sólidos Secos (NOM-053-ECOL-1993).....	80
11.2.3- Selección del Reactivo de Extracción (NOM-053-ECOL-1993).....	80
11.2.4- Extracción de los Constituyentes Inorgánicos (NOM-053-ECOL-1993).....	82
11.2.5- Prueba para Detectar Precipitación (NOM-053-ECOL-1993).....	85
11.3- Técnicas Analíticas Implementadas para la Evaluación Física, Química y Biológica de los Lodos Residuales.....	86
11.3.1- Determinación de pH, Método Potenciométrico (NOM-AA-08-1985).....	86
11.3.2- Determinación de Nitratos, Método del Acido Fenoldisulfónico (4500, Métodos Normalizados).....	88
11.3.3- Determinación de Amonio, Método de la Sal de Fenol o del Fenato (4500-D, Métodos Normalizados).....	89
11.3.4- Determinación del Fósforo Total y Fosfatos, Método del Fosfomolibdato o Cloruro Estano (4500, Métodos Normalizados).....	91
11.3.5- Determinación de Metales Pesados (Cu, Fe, Zn, Cd, Ni, Pb, Se, Ba, As, Hg y Ag), Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica (3110, Métodos Normalizados).....	93

11.3.6- Determinación de Cromo Hexavalente por Colorimetría, Método Espectrofotométrico en el Rango Visible (3500-\AA, Métodos Normalizados)	96
11.3.7- Determinación de Aluminio por Colorimetría, Método de Comparación Visual -Ensayo Cuantitativo por Soluciones Patrón- (Merck, Microquant)	97
11.3.8- Determinación de Beta-lactámicos, Método de Espectroscopía en el Infrarrojo con Transformada de Fourier (Pharmaceutical Analysis, Tanexu 1961)	99
11.3.9- Detección de Hongos y Microorganismos, Método de Prueba de Cilindro-Placa "Siembra por Espolvoreo" (Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, 1988)	101
XII.- Bibliografía Citada	106
XIII.- Bibliografía Consultada	110

I.- RESUMEN

Los Residuos Peligrosos constituyen un riesgo potencial desde su generación, recolección, transporte y almacenamiento, así como durante el tratamiento o disposición final. En México no existen datos precisos del volumen generado, sin embargo, estimaciones oficiales calculan que la producción de residuos industriales en el país es de aproximadamente 450,000 t/día (Cortinas y Maffey, 1989). En México de acuerdo a la Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente (LGEEPA) un residuo peligroso se define como: "aquellos residuos, que por sus características corrosivas, tóxicas, venenosas, reactivas, explosivas, inflamables, biológicas infecciosas o irritantes, representan un peligro para el equilibrio ecológico o el medio ambiente".

De Acuerdo a la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL/1993 un residuo peligroso es aquel que presenta una o más de las siguientes características: **Corrosivo, Reactivo, Explosivo, Tóxico, Inflamable y/o Biológico-Infeccioso (CRETIB)**. La generación de residuos peligrosos se lleva a cabo en el sector público, en el hogar, en las actividades de comercialización y transporte y en el sector industrial principalmente. Existe una gran diversidad de sitios donde son depositados, destacando: los sitios de depósito dentro de la misma empresa generadora, lotes, terrenos baldíos, y disposición clandestina en tiraderos a cielo abierto.

Dentro del sector industrial generador de residuos peligrosos, la industria farmacéutica tiene un papel relevante, razón por lo cual en el presente trabajo se llevó a cabo la caracterización de los Lodos Residuales Generados en las Plantas de Tratamiento de Agua provenientes de la Industria Farmacéutica Productora de Beta-lactámicos. Esta caracterización se realizó con base a las Normas Oficiales Mexicanas NOM-052-ECOL/1993, NOM-053-ECOL/1993 y NOM-054/ECOL-1993, con la finalidad de establecer si los lodos residuales generados se consideraban peligrosos, de acuerdo con el código CRETIB.

Se implementaron también técnicas analíticas normalizadas y oficiales para el análisis físico, químico y biológico de los lodos, destacando el uso de la Absorción Atómica, Espectroscopia de Infrarrojo y Espectrofotometría de Luz Ultravioleta.

Esta caracterización permitió determinar que los lodos residuales, no presentan características Corrosivas, Explosivas, Tóxicas, Inflamables y Biológica-Infecciosas. Sin embargo, por presentar en su constitución grupos Oxidantes Fuertes (Nitratos), son considerados Peligrosos por su Reactividad de acuerdo a los criterios de Reactividad e Incompatibilidad de la NOM-054-ECOL-1993.

Finalmente, resulta una aportación de gran importancia derivada del presente trabajo, el hecho de ser uno de los primeros estudios en implementar técnicas analíticas modernas y más sensibles, capaces de proporcionar datos confiables y que a futuro pueden ser considerados como propuestas para la elaboración de Normas Técnicas encaminadas a la caracterización de residuos sólidos y líquidos, peligrosos y no peligrosos.

II.- MARCO TEORICO

El crecimiento industrial en muchos países ha incrementado rápidamente el uso de sustancias químicas para diversos fines. Algunas sustancias pueden afectar la cadena natural Agua-Suelo-Planta-Hombre si son liberadas accidentalmente al ambiente sin tratamiento alguno. Existen sustancias que no pueden ser destinadas a otro uso son desechadas y reciben el nombre de residuos. Las características de los residuos generados van desde los altamente peligrosos hasta los que no presentan riesgo, esto es en función de sus propiedades fisicoquímicas, toxicológicas y biodegradables (Cortinas y Vega, 1993).

El desarrollo de las sociedades industrializadas en los últimos veinte años, ha llevado consigo una serie de factores que han sido la causa principal de la aparición de residuos de diferente tipo, que deben ser tratados con el fin de eliminarlos ó bien para ser reutilizados. Sin embargo, este tratamiento puede llevar consigo la degradación paulatina del medio ambiente con la consabida problemática que esto representa para las futuras generaciones. Por todo ello, es necesario conocer los diferentes residuos (fuentes, características, efectos, etc.) que se generan, y buscar las mejores alternativas para su manejo tratamiento, y disposición final. Es importante que los esfuerzos de investigación y desarrollo tecnológico, tanto públicos como privados, se planteen no sólo hacia la depuración de los residuos y efluentes, sino la reutilización y recuperación de todos los residuos considerados potencialmente contaminantes, evitando así el agotamiento de los recursos naturales tales como el agua, aire, suelo y minerales, entre otros (Cortinas y Vega, 1993).

2.1 Generalidades Sobre Residuos Peligrosos

Los Residuos Peligrosos constituyen un riesgo potencial en todas las etapas de su ciclo (Figura 1); desde su generación, recolección, transporte, y almacenamiento así como durante su tratamiento y principalmente en su disposición final. Los países en vías de desarrollo enfrentan, además del problema de generación en su propio territorio, la posibilidad de convertirse en el depósito de los desechos provenientes de países desarrollados; ya que un gran número de sustancias que conforman la mayoría de los Residuos Peligrosos no existen en forma natural, se desconoce el impacto que pueden tener en el ambiente; sobre todo cuando no existen mecanismos para absorberlos, degradarlos o reciclarlos por medio de los sistemas naturales que mantienen el equilibrio en el planeta (Cortinas y Maffey, 1989).

Figura 1. CICLO DE LA GENERACIÓN, TRANSPORTE Y MANEJO DE LOS RESIDUOS PELIGROSOS

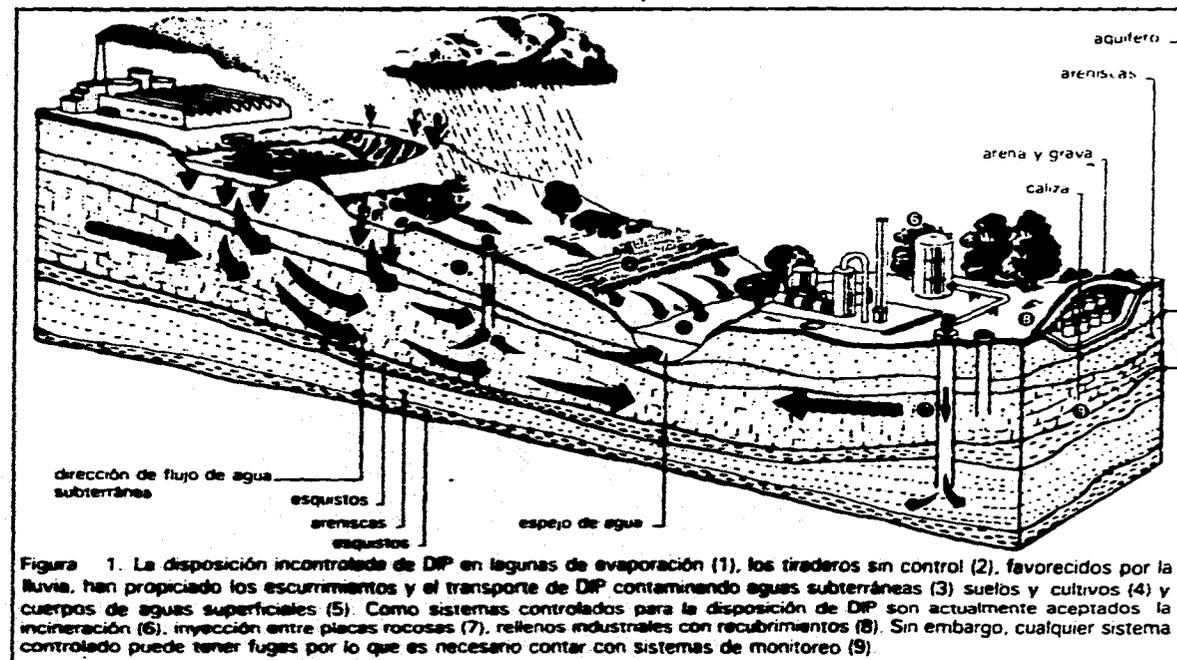


Figura 1. La disposición incontrolada de DIP en lagunas de evaporación (1), los tiraderos sin control (2), favorecidos por la lluvia, han propiciado los escurrimientos y el transporte de DIP contaminando aguas subterráneas (3) suelos y cultivos (4) y cuerpos de aguas superficiales (5). Como sistemas controlados para la disposición de DIP son actualmente aceptados la incineración (6), inyección entre placas rocosas (7), rellenos industriales con recubrimientos (8). Sin embargo, cualquier sistema controlado puede tener fugas por lo que es necesario contar con sistemas de monitoreo (9).

DIP: Desechos Industriales Peligrosos

FUENTE: (Cortinas y Maffey, 1989).

De acuerdo a diferentes publicaciones en el mundo existen actualmente alrededor de 100,000 sustancias químicas diferentes, de las cuales, solamente cerca de 2,000 se han estudiado en forma más o menos extensa y de éstas últimas aproximadamente 600 de ellas cuentan con Límites Máximos Permisibles de exposición. Por otra parte se calcula que se generan entre 350 a 450 millones de t/año de residuos peligrosos en el mundo (Morales, 1994).

2.2 Generación de Residuos Peligrosos

En 1991 Estados Unidos generaba aproximadamente 4.5 millones de toneladas de residuos sólidos anualmente, lo que equivale a 45.4 kilogramos por habitante cada día. Estos desechos eran producidos por diferentes sectores de la sociedad, el sector agrícola era el de mayor generación, con 2.3 millones de toneladas (52% del total), seguida por la industria minera con 36% del total, los residuos industriales (no peligrosos) con 5%, y los residuos domésticos y municipales 4%; así, aproximadamente 99% de los residuos generados no son peligrosos o tóxicos sólo, cerca de 0.045 millones de toneladas (1%) pueden ser clasificados como peligrosos para la salud del hombre o el medio ambiente. De los desechos tóxicos y peligrosos generados en los Estados Unidos, la industria produce cerca del 100% de esta cantidad la industria química y derivados generan 60%, seguidos por maquinaria, metales pesados, papel y productos derivados, productos de metal fabricados, y productos de piedra, arcilla y vidrio (Miller y Miller, 1991).

Para 1994, estas cantidades se incrementaron notablemente presentándose una gran diferencia entre la generación de residuos peligrosos provenientes de los Estados Unidos en comparación con la de otros países.

La tabla 1 muestra la producción de residuos peligrosos generados en los Estados Unidos en comparación con otros países en vías de desarrollo e industrializados, así como también, permite observar la gran diferencia en la cantidad de residuos peligrosos presentes en México.

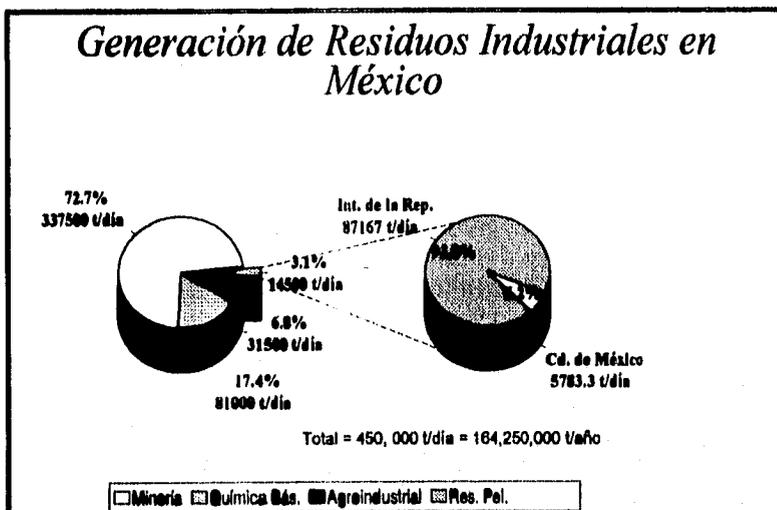
Tabla 1. VOLUMEN DE RESIDUOS PELIGROSOS GENERADOS EN ALGUNOS PAISES DE LA OCDE (1994)

Pais	Generación Anual (Millones de Toneladas)	Generación Percapita (Kg/Persona)
Alemania	4.5-5	80
Canadá	3.29	130
Dinamarca	0.06	12
Finlandia	0.087	18
Francia	2.00	38
Noruega	0.12	30
Países Bajos	0.28	20
Reino Unido	1.50	27
Suecia	0.52	63
Suiza	0.093	15

FUENTE: (Morales, 1994).

En México no existen datos precisos del volumen generado de residuos peligrosos; sin embargo, estimaciones oficiales calculan que la generación de residuos industriales en el país es de aproximadamente 450,000 t/día (Gráfica 1), de los cuales 337,500 t/día corresponden a la actividad minera extractiva y fundición de metales no ferrosos; 81,000 t/día corresponden a la industria de procesos de la química básica orgánica e inorgánica, y 31,500 t/día de residuos agroindustriales, entre los que destacan la industria azucarera, del café y las concentradoras de jugos y aceites. Todo lo anterior produce un total de 164,250,000 t/año de residuos; de este total, 14,500 t/día corresponden a residuos potencialmente peligrosos (equivalentes a 5,292,500 t/año), básicamente generados en la industria química orgánica e inorgánica, así como la petroquímica. La ciudad de México genera aproximadamente 173,500 t/mes (equivalentes a 2,082,000 t/año) de residuos industriales (PUMA, 1993).

Gráfica 1. GENERACIÓN DE RESIDUOS EN MEXICO



FUENTE: (PUMA, 1993).

Los principales residuos peligrosos que se generan con mayor frecuencia en la industria mexicana se encuentran listados en la tabla 2 (Morales, 1994).

Tabla 2. RESIDUOS PELIGROSOS GENERADOS CON MAYOR FRECUENCIA EN LA INDUSTRIA MEXICANA

RESIDUOS	PORCENTAJE
Solventes	36.2
Aceites y Grasas	12.89
Pinturas y Barnices	7.71
Soldaduras Pb-Sn	5.63
Resinas	4.45
Acidos y Bases	2.72
Metales Pesados	2.01
Adhesivos	1.69
Lodos	1.15
Tintas	0.35
Plásticos	0.26
Otros	20.79

FUENTE: (Morales, 1994).

2.3 Clasificación de Residuos Peligrosos

La gran diversidad y heterogeneidad de los residuos peligrosos dificulta establecer criterios claros de clasificación, y por lo tanto, manejo, recolección, transporte, almacenamiento, tratamiento, reciclaje y disposición final. Entre los intentos que han surgido por clasificar de forma coherente y ordenada a los residuos industriales se ha considerado su composición química, estado físico (aguas cáusticas residuales, aguas residuales calizas, breas, bases, lubricantes o aceites gastados, colas, disolventes, envases, sedimentos, cabezas, carbones activados, catalizadores, jales, lodos, soluciones, tierras y otras), el proceso productivo, giro industrial que los origina y las características de corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad y biológico infeccioso que presentan.

2.4 Definición de Residuos Peligrosos

Según la Agencia de Protección al Ambiente de los Estados Unidos (USEPA) (1986) un residuo peligroso se define como: un residuo peligroso es cualquiera de las formas de desperdicio, lodos provenientes de sistemas de tratamiento de desecho, aguas residuales y otros materiales descargados incluyendo sólidos, líquidos, semisólidos o materiales gaseosos contenidos, que resultan de operaciones industriales, comerciales, mineras, y de agricultura (excepto sólidos o de materias disueltas en aguas residuales domésticas o el subproducto de un material) los cuales debido a su cantidad, concentración, características físicas, químicas y/o infecciosas, causen o contribuyen significativamente a incrementar la mortalidad, enfermedades graves, irreversibles e incapacitantes al ser humano y representan un peligro significativo o potencial para la salud, el ambiente cuando se generan, tratan, manejan, transportan o almacenan inadecuadamente, solos o cuando entran en contacto con otros residuos (PUMA, 1993).

En México de acuerdo a la Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente (LGEEPA) un residuo peligroso se define como: Todos aquellos residuos, que por sus características corrosivas, tóxicas, venenosas, reactivas, explosivas, inflamables, biológicas infecciosas o irritantes, representan un peligro para el equilibrio ecológico o el ambiente.

De acuerdo a la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993 un Residuo Peligroso es "cualquier residuo sólido que presenta una o más de las siguientes características: Corrosivo, Reactivo, Explosivo, Tóxico, Inflamable y/o Biológico Infeccioso, (CRETIB)".

Corrosividad: Es la propiedad de una sustancia capaz de descomponer a otras, en función de la liberación de Hidrógeno y degrada químicamente a los materiales con los cuales entra en contacto.

Reactividad: Una sustancia reactiva es aquella que al entrar en contacto con aire, agua o a causa de un movimiento, sufre cambios físicos o químicos que pueden estar acompañados por la liberación repentina de energía. Esta liberación puede ir desde la efervescencia hasta una explosión violenta.

Explosividad: Las sustancias explosivas son aquellas sustancias que de manera espontánea o por una reacción química pueden desprender gases a una temperatura, presión y velocidad tales que causen daños a los alrededores.

Toxicidad: Característica de una sustancia o residuo para el cual se ha encontrado que la exposición de seres humanos incluso a dosis bajas es fatal, o bien que al ser inhalado, ingerido o al ingresar al organismo a través de la piel puede provocar efectos agudos o crónicos, incluyendo efectos cancerígenos.

Inflamabilidad: Esta propiedad tiene que ver con el grado de susceptibilidad de un material para arder al aumentar su temperatura, las sustancias más inflamables son líquidos con puntos de ignición por debajo de 60°C.

Biológico-Infecioso: Residuos generados como consecuencia de la elaboración de diagnósticos, tratamientos o inmunizaciones a los seres humanos y animales, así como los provenientes de investigaciones relacionadas con los mismos o aquellos derivados de la producción y prueba de reactivos biológicos y que son actualmente objeto de regulación y control para prevenir riesgos a la salud humana.

2.5 Efectos de los Residuos Peligrosos

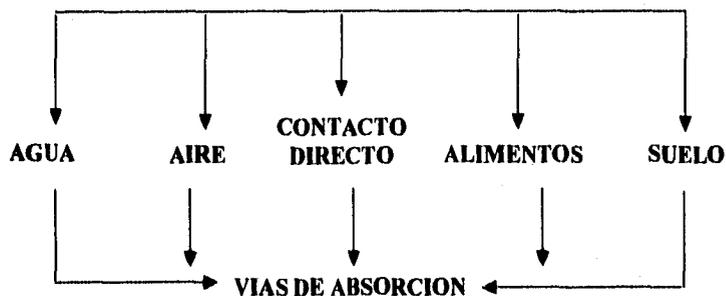
En la actualidad existe una gran diversidad de sitios donde son confinados o depositados los residuos peligrosos, entre los que se encuentran principalmente: los depósitos de desechos dentro de la misma empresa que los genera, lotes, terrenos baldíos, disposición clandestina en tiraderos a cielo abierto y en el mejor de los casos en manos de compañías capacitadas que se encargan de almacenar, recolectar, transportar, disponer, recuperar o darles un confinamiento final en un lugar seguro y apropiado.

Los métodos no adecuados para el manejo de residuos peligrosos han generado la aparición de eventos de contaminación que tienen como resultado daño significativo al medio ambiente y en múltiples casos a la salud humana.

El efecto de sustancias químicas sobre la salud y el medio ambiente ha recibido mucha atención por parte de la comunidad, debido a que existen un gran número de efectos potenciales sobre las áreas cercanas a los sitios de disposición de los residuos peligrosos.

Este daño se presenta de manera drástica y con frecuencia desencadena efectos sobre los seres humanos de forma directa o indirecta, dependiendo de la ruta de diseminación que presenten (diagrama 1).

Diagrama 1. RUTAS DE DISEMINACION DE RESIDUOS PELIGROSOS



FUENTE: (Cortinas, 1993).

Los cuatro efectos básicos que generan la presencia de residuos peligrosos son:

- 1- Daños a la salud
- 2- Efectos económicos
- 3- Efectos sociales
- 4- Medio ambiente

2.5.1 Daños a la Salud

El evidente incremento de elementos contaminantes en los residuos peligrosos se ha aumentado de manera considerable y al ser depositados sin control se están incorporando en forma directa e indirecta en las cadenas alimenticias a través del suministro de agua y alimentos, y posteriormente al ser humano, esto ocasiona que el hombre se encuentre cada vez más expuesto por medio de la ingesta de agua, alimentos y del aire que respira, a posibles agentes tóxicos, mutagénicos, teratogénicos y carcinogénicos.

Existen muchos estudios acerca de los problemas de salud que ocasiona la exposición de estos residuos, sin embargo, la inseguridad presentada en los datos y efectos hace casi imposible correlacionar casos anormales de cáncer, casos reproductivos adversos u otras enfermedades crónicas con sitios de disposición de residuos peligrosos.

2.5.2 Efectos Económicos

El impacto de sitios de disposición y generación de residuos peligrosos sobre los valores económicos es muy negativo, esto se debe principalmente a que las medidas de tratamiento y/o confinamiento de los mismos son a menudo muy costosas, lo que obliga en múltiples ocasiones a la disposición clandestina por parte de los generadores, provocando con esto serios problemas a la salud y al medio ambiente.

2.5.3 Efectos Sociales

Existen numerosos casos de los efectos negativos e inconformidad social que provoca la presencia de confinamientos de residuos peligrosos sobre las personas que viven en áreas cercanas a los sitios de disposición, existiendo problemas sociales entre los gobiernos y la comunidad.

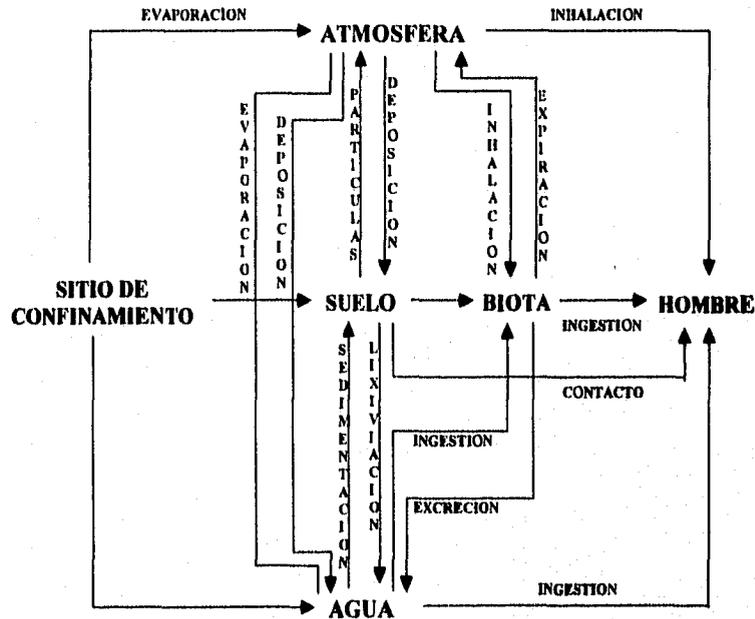
2.5.4 Efectos al Medio Ambiente

El deterioro al medio ambiente es amplio y con frecuencia irreversible, o reversible a un costo elevado (como el caso del río "Love Channel" en Estados Unidos donde el costo para la restauración del mismo, se elevó a varios miles de millones de dólares). A este deterioro contribuyen los residuos que son quemados, que sufren corrosión, que reaccionan violentamente, así como también aquellos que son tóxicos y riesgosos y que han sido depositados en sitios poco adecuados para su disposición (Miller y Miller 1991).

Los residuos peligrosos no solo tienen la facilidad de afectar los sitios donde son depositados en forma clandestina, sino que también establecen ciclos y rutas de diseminación en los cuales entran en interacción con otros factores tales como aire, agua y suelo (diagrama 2).

No existe ningún método de confinamiento totalmente seguro y en todos los casos se requiere evaluar previamente los posibles impactos ambientales y seleccionar con propiedad los sitios para disponer los residuos. Es por esto, que los residuos peligrosos generados con o sin tratamiento han sido dispuestos en diversos lugares tales como cementerios industriales, lagunas superficiales, pozos profundos, minas abandonadas o en el mar (Batstone 1993).

Diagrama 2. CICLO DE LOS RESIDUOS PELIGROSOS EN EL AMBIENTE Y VIAS DE ABSORCION



FUENTE: (Batstone, 1994).

Las implicaciones de la disposición inadecuada de los residuos peligrosos para la salud y el bienestar público, así como para el ambiente, han quedado evidenciadas por sucesos que pusieron de relieve que es más costoso remediar que prevenir. Tal es el caso de los episodios de intoxicación por mercurio y cadmio acontecidos en Japón, en los que grupos de individuos que ingirieron alimentos contaminados con residuos industriales y mineros, sufrieron graves problemas de salud que llevaron a algunos a la mutagénesis, alteración genética e incluso la muerte (Batstone 1993).

En México se han presentado problemas de contaminación provocados por la disposición inadecuada de materiales peligrosos, ocasionando con esto, diversos daños a la salud y efectos al medio ambiente.

- En 1962, en Torreón Coahuila se dispuso inadecuadamente de escoria con arsénico el cual se encontraba almacenado en los patios de una empresa metalúrgica, lo que provocó la contaminación de suelos y agua de pozos cercanos, presentándose posteriormente casos de arsenicismo en la población cercana.

- Entre 1974 y 1977 en Tultitlan, Estado de México; una empresa de cromita, depositó residuos con cromo a cielo abierto y descargó aguas residuales con cromo provocando la contaminación del agua y suelo del poblado y ocasionando la detección de cromo en sangre, entre los trabajadores del lugar.

- En Ciudad Juárez, Coahuila, durante 1984 ocurrió una contaminación radioactiva por la liberación de Pelets de un cilindro que contenía una fuente de Cobalto 60. Este equipo fue vendido a un "Yonke" por un trabajador de un hospital. Los Pelets fueron diseminados contaminando la chatarra, el suelo y el camión.

- En 1991, la empresa "ANAVERSA" de Córdoba Veracruz, tenía almacenados plaguicidas de diversos tipos, ocurrió un incendio y al intentar apagarlo con agua los plaguicidas se diseminaron por un área importante de la ciudad ocasionando la presencia de restos de dioxinas en diferentes zonas (Morales, 1994).

2.6 Legislación en Materia de Residuos Peligrosos

La Legislación en materia de Residuos Peligrosos en México, tiene sus fundamentos legales en:

- La Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos; prevé y define la administración de sustancias tóxicas, materiales peligrosos y residuos que de ellos deriven; así como diversas dependencias que tienen competencia en la materia, conforme lo dicta la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal.

- Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente (LGEEPA), misma que se basa en los siguientes artículos:

Art. 3o., fracción XXVI y XXVII, que definen respectivamente los conceptos de residuos y residuos peligrosos.

Art. 5o., fracción XIX, señala que la regulación de las actividades relacionadas con materiales o residuos peligrosos es de índole federal.

Art. 150 al 153 del capítulo V, explican los lineamientos generales del tema, mismos que se amplían en el Reglamento de la LGEEPA en materia de residuos peligrosos.

- El Reglamento de la LGEEPA en materia de Residuos Peligrosos, basado en:

Arts. 1 al 6, definen las disposiciones generales de los mismos.

Arts. 7 y 8, referente a la generación de residuos peligrosos.

Arts. 9 al 42, del manejo de residuos peligrosos.

Arts. 43 al 57, de la importación y exportación de residuos peligrosos.

Arts. 58 al 63, de las medidas de control y de seguridad y sanciones.

- El Reglamento de la Ley General de Salud en Materia de Control Sanitario de Actividades, Establecimientos, Productos y Servicios, publicado el 18 de Enero de 1988, que contiene diversas disposiciones que se aplican a las sustancias tóxicas y a los residuos peligrosos en sus artículos 1214 al 1235.

- El Convenio de la Paz firmado en 1983 entre México y los Estados Unidos sobre cooperación para la protección y mejoramiento del medio ambiente, el cual en su anexo III, establece condiciones relacionadas con el movimiento fronterizo de residuos peligrosos. Incluye también las definiciones correspondientes, obligaciones generales de cumplimiento de las leyes nacionales, cooperación en el monitoreo e inspección, mecanismos de notificación e información, readmisión de exportaciones ilegales, notificación sobre medidas regulatorias y arreglos específicos para el caso de las maquiladoras (cuyos residuos deben ser reexportados a estados Unidos).

- El Convenio de Basilea, firmado en 1989 por los países pertenecientes a la Organización de Cooperación y Desarrollo Europeo (OCDE) de la cual México es miembro a partir de 1994, que persigue la reducción de residuos peligrosos al mínimo, disposición de los mismos en el país en que se generan, control de las exportaciones e importaciones, prohibición de embarques hacia países que carezcan de capacidad legal, administrativa y técnica para manejar y disponer de ellos de manera ambientalmente adecuada y finalmente, la cooperación en el intercambio de información, transferencia tecnológica y armonización de normas, códigos y lineamientos (Dirección General de Contaminación ambiental, 1994).

- Acuerdo Publicado en el Diario Oficial de la Federación el 29 de noviembre de 1994, que en su artículo 4o. reforma la nomenclatura de las Normas Oficiales Mexicanas **NOM-CRP-001-ECOL/1993** a **NOM-CRP-007-ECOL/1993** Publicadas en el Diario Oficial de la Federación el día 22 de Octubre de 1993, por las Normas **NOM-052-ECOL-1993** a **NOM-058-ECOL-1993**.

- Siete Normas Oficiales Mexicanas que cubren los criterios de peligrosidad y la operación de confinamientos controlados, publicadas el 22 de Octubre de 1993 en el Diario Oficial de la Federación, cuyas especificaciones se señalan a continuación:

1) **NOM-052-ECOL-1993**, establece las características de los Residuos Peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

2) **NOM-053-ECOL-1993**, establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

3) **NOM-054-ECOL-1993**, establece el procedimiento para determinar la incompatibilidad entre dos o más residuos considerados como peligrosos por la **NOM-052-ECOL-1993**.

4) **NOM-055-ECOL-1993**, establece los requisitos que deben reunir los sitios destinados al confinamiento controlado de Residuos Peligrosos, excepto los radioactivos.

5) **NOM-056-ECOL-1993**, establece los requisitos para el diseño y construcción de obras complementarias de un confinamiento controlado de Residuos Industriales Peligrosos.

6) **NOM-057-ECOL-1993**, establece los requisitos que deben observarse en el diseño, construcción y operación de celdas de un confinamiento controlado de Residuos Peligrosos.

7) **NOM-058-ECOL-1993**, establece los requisitos para la operación de un confinamiento controlado de Residuos Peligrosos.

- Ocho formatos con sus respectivos instructivos.

- Tres decretos y dos acuerdos para la importación y exportación de materiales y residuos peligrosos, plaguicidas y sustancias químicas.

- Un Reglamento de transporte de Materiales Peligrosos de la SCT.

- Siete Normas relacionados con el transporte de Residuos Industriales Peligrosos.

Es evidente que en México, el problema de la generación de residuos peligrosos es muy importante, dicha generación se lleva a cabo en el sector público, en el hogar, en las actividades de comercialización y transporte y en el sector industrial principalmente. Parte del sector industrial generador de residuos peligrosos es la industria farmacéutica, ya que en los procesos de producción de materias primas que son utilizadas para la elaboración de fármacos, cosméticos, y productos químicos, agronómicos y hortícolas; se generan aguas residuales que al ser tratadas originan lodos residuales que pueden caracterizarse por la presencia de cianuros, sulfatos, cloruros, nitrógeno en todas sus formas, aceites, metales pesados, detergentes, vapores de solventes inflamables y sustancias tóxicas, e inhibidores del crecimiento bacteriano (Jorgensen, 1979).

2.7 Características de la Industria Farmacéutica

En la actualidad, la industria farmacéutica se ha caracterizado por el notable y progresivo incremento de sus actividades, así como por la tendencia a la constitución de complejos industriales de considerable amplitud, los riesgos de agresiones importantes al entorno no son tan graves como los que presentan otras industrias; sus producciones tienden a ser controladas, estudiadas, planificadas y luego ejecutadas con procesos generalmente bastante limpios, para evitar contaminación. En la producción de materias primas la industria farmacéutica utiliza una elevada proporción de los procedimientos característicos de la industria química, especialmente los de síntesis orgánica, extracción de productos de origen natural y bioquímica industrial (Fundación Natura, 1991).

En general, se calcula que este tipo de industria utiliza aproximadamente 8,000 procesos, de los cuales el 40% no origina gases, ni vierte polvo a la atmósfera. Aunque, la composición de las aguas residuales que genera la industria farmacéutica varía considerablemente en relación a los diferentes modelos de plantas para tratamiento; el problema de contaminación del agua provocada por el efluente líquido en esta industria, es prácticamente insignificante en los procesos de manufactura de drogas y medicinas (Fundación Natura, 1991).

Los residuos sólidos se generan en la fase final de los procesos de reducción de emisiones contaminantes, se clasifican en tóxicos peligrosos y no tóxicos. En el primer grupo se incluyen los acumulados en los depósitos generales, procedentes de la filtración del aire para la eliminación de partículas y polvos, y los residuos de la producción y materiales caducos los cuales son de importancia cuantitativa.

Los residuos tóxicos también se originan en el tratamiento de las aguas residuales, pero son tratados adecuadamente en incineradores, donde se producen cenizas, escoria y humos (Fundación Natura, 1991).

Los residuos no tóxicos provienen de las fermentaciones de los procesos bioquímicos. Además, se origina otro tipo de residuo constituido por un volumen apreciable de papel y cartón que son normalmente comercializados en otras industrias.

La industria farmacéutica comprende cuatro grandes categorías de procesos (Fundación Natura, 1991):

- 1- Medicamentos o fármacos para uso humano (se incluyen los medicamentos de origen biológico, como vacunas, antibióticos, toxoides y sueros).
- 2- Medicamentos para uso veterinario.
- 3- Cosméticos y Productos de Belleza.
- 4- Productos químicos agronómicos y hortícolas donde se incluyen insecticidas, fungicidas y herbicidas.

Los principales elementos de producción en la industria farmacéutica son: las materias primas dentro de las cuales se encuentran los principios activos y los excipientes empleados en la elaboración de medicamentos y las fórmulas farmacéuticas especiales o productos cosméticos (Fundación Natura, 1991).

En la producción de antibióticos se conjugan los procedimientos químicos, los biológicos y los microbiológicos. En los procesos biológicos de fabricación, se utilizan animales como fuente de producción de sustancias activas para la elaboración de agentes inmunizantes, antígenos y anticuerpos. Así mismo, se facilitan una gran cantidad de reacciones, tales como, deshidrogenaciones e hidroxilaciones específicas en varias moléculas básicas de la industria farmacéutica, aprovechándose también, el uso de ciertos microorganismos para la síntesis de compuestos orgánicos tales como los anillos beta-lactámicos (Fundación Natura, 1991).

2.8 Beta-lactámicos

El anillo beta-lactámico es una estructura molecular formada de cuatro átomos (tres de Carbono y uno de Nitrógeno) donde el átomo de nitrógeno está unido a uno de carbono con un grupo carboxilo, un grupo ionizable emparentado, de forma similar a una lactona (un éster cíclico de un ácido carboxílico).

Este anillo beta-lactámico se encuentra unido a un anillo de tiazolidina conformado por cinco átomos (uno de Azufre, uno de Nitrógeno y tres de Carbono), la cadena lateral del anillo beta-lactámico varía dependiendo del tipo de penicilina (Raper y Thom, 1949).

El anillo beta-lactámico es un arreglo de átomos que fue propuesta en 1943, posterior a esto se intentó la obtención de penicilina por medio de síntesis química, sin embargo se fracasó. En 1958 John C. Sheehan y colaboradores del Instituto de Tecnología de Massachusetts, lograron sintetizar la penicilina con ayuda de un nuevo reactivo que les permitió cerrar el anillo beta-lactámico en condiciones químicas suaves (Abraham, 1981).

Antes de descubrirse las características estructurales del anillo típico de la penicilina existían dos tipos de penicilinas denominadas penicilina F y penicilina G las cuales tenían el mismo núcleo molecular pero diferían en las cadenas laterales. La penicilina G conocida también como bencilpenicilina fue la primera que alcanzó un uso generalizado en medicina, sin embargo en 1954 había indicios de que el valor terapéutico de esta disminuía ante la progresiva presencia de estafilococos resistentes, tal resistencia era consecuencia de la capacidad de sintetizar una enzima llamada penicilinasa (Abraham, 1981).

Afortunadamente se obtuvieron nuevas penicilinas de cefalosporinas y otras sustancias con el anillo beta-lactámico que retenían la mayoría de las propiedades terapéuticas de la bencilpenicilina y, además, eran eficaces frente a muchas bacterias resistentes a la misma. Tales compuestos, junto a las primeras penicilinas, constituyen el grupo actual de antibióticos beta-lactámicos (Abraham, 1981).

2.8.1 Mecanismos de Acción de Antibióticos Beta-lactámicos

Estudios llevados a cabo por Strominger, Park J. T. de la Facultad de Medicina de la Universidad de Tufts, y por Ghuyssen J. M. de la Universidad de Lieja, han demostrado que las membranas citoplasmáticas de bacterias y hongos próximos a la familia Streptomyces poseen enzimas que resultan inactivadas por la penicilina y otros antibióticos beta-lactámicos. Las enzimas vulnerables son del tipo de las transpeptidasas (que entrecruzan una cadena peptídica de peptidoglicano con otra por desplazamiento de una D-alanina terminal), D-carboxipeptidasas (que eliminan una D-alanina terminal por hidrólisis sin que tenga lugar entrecruzamiento) o enzimas que pueden realizar ambas acciones (Abraham, 1981).

2.8.2 Producción de Antibióticos Beta-lactámicos

La elaboración de las penicilinas (beta-lactámicos) empieza en los tanques de fermentación, los cuales son recipientes cuya capacidad puede llegar hasta 100,000 litros a temperatura y ventilación constantes (Webb F. C. y Ph. D., 1966).

En estos depósitos se cultiva a nivel industrial una cepa del Hongo *Penicillium chrysogenum*, en un medio líquido rico en nutrientes (caldo acidificado). Los cultivos industriales de cepas de hongos o bacterias se inoculan en tanques pequeños, desde donde se transfieren a los grandes fermentadores; una vez aquí, se mantiene un control estricto del pH, el suministro de oxígeno y la aportación de nutrientes requerido (Webb F. C. y Ph. D., 1966).

En esta parte del proceso, la muestra de esporas se hace crecer en el menor número de etapas posibles hasta el inóculo final que representa aproximadamente el 5% en volumen del fermentador principal y que posea una alta densidad de micelio en crecimiento activo; para mantener este crecimiento sin formación del antibiótico se añade en estas fases, glucosa al 4% como fuente de energía (Webb F. C. y Ph. D., 1966).

Como se mencionó anteriormente el contenido es transferido asépticamente a los fermentadores, cuya composición del medio de cultivo se señala en la tabla 3. El equilibrio correcto de ingredientes depende de las circunstancias locales, especialmente el tipo de agua y la disponibilidad y precio de la lactosa y del *corn steep* (malz o trigo escarpado) (Webb F. C. y Ph. D., 1966).

Unas aspas o palas mantienen la mezcla agitada en el interior del fermentador. La penicilina G, es el metabolito natural de las células fúngicas y cuya producción se establece de forma que la elaboración del antibiótico sea continua (Webb F. C. y Ph. D., 1966).

Al terminar la fermentación, que dura varios días, se separa la penicilina G de las células fúngicas por medio de filtración y se traspa a los cristalizadores, donde se añade un solvente (butanol, acetato de amilo o acetona) que sirve como medio de extracción para el antibiótico (Parmeggiani, 1983 y Aharonowitz, 1981).

Después de la extracción, la solución es purificada por medio de ultracentrifugación con el fin de evitar pérdidas importantes por apertura del anillo beta-lactámico, realizando posteriormente una segunda filtración y el secado (Parmeggiani, 1983 y Aharonowitz, 1981).

La sustancia obtenida es nuevamente disuelta en el solvente de extracción, repitiendo previamente la etapa de extracción. Este disolvente se evapora arrastrando consigo agua y dejando en el cristizador una pasta cristalina de penicilina G de más del 99 % de pureza (Parmeggiani, 1983 y Aharonowitz, 1981).

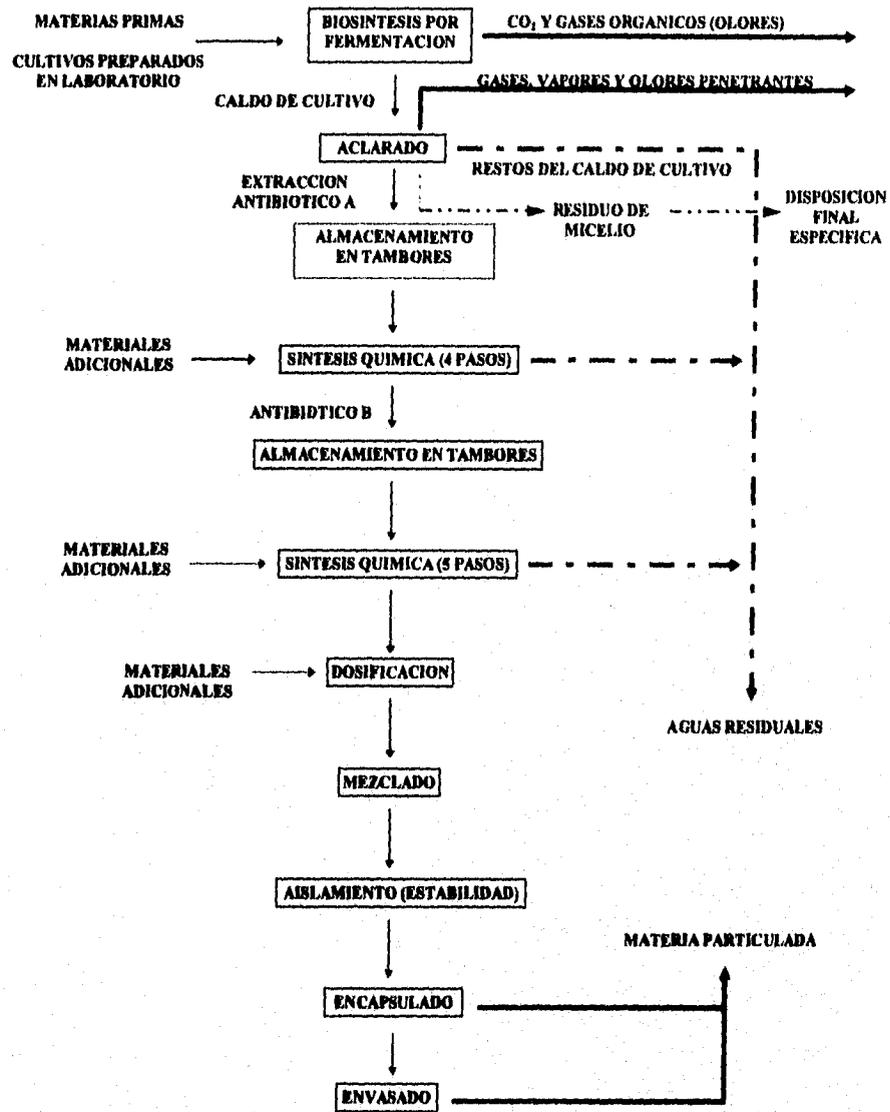
El producto final es pesado, realizando finalmente su control biológico funcional y de esterilidad, así como, el empaquetado del antibiótico (Parmeggiani, 1983 y Aharonowitz, 1981).

Tabla 3. SUBSTRATO TÍPICO EMPLEADO PARA LA PRODUCCION INDUSTRIAL DE PENICILINAS

Ingredientes	Concentración (%)	Notas
Lactosa	1-3	
Glucosa o Sacarosa	2-4	Añadida lentamente
Corn Steep (Corno Sólidos)	1-3	
PO ₄ H ₂ Na	0.05	
Elementos Traza, Mg y Zn	0.003	Si no están presentes en los materiales brutos
Elementos Traza, Fe, Mn, Cu, y B	0.001	Si no están presentes en los materiales brutos
Cal	0.5	
Acido Fenilacético (Sal Sódica)	0.1	En varias fases
Tiosulfato	0.04	
Antiespumantes	C. S.	

Fuente: (Webb, 1966).

Diagrama 3. PROCESO DE PRODUCCION DE UN ANTIBIOTICO



FUENTE: (Fundación Natura, 1991).

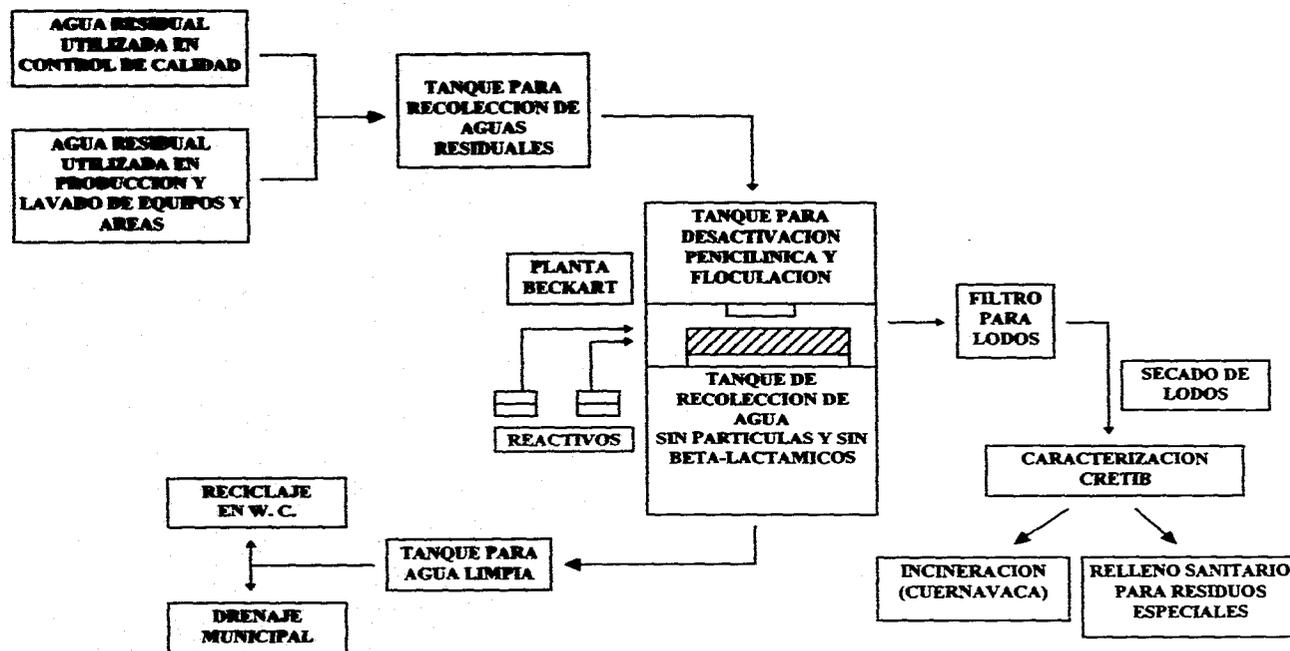
Uno de los principales recursos empleados en esta industria, es el agua que se utiliza en la preparación de los medios de cultivo para los cuales se emplean cantidades muy grandes de dicho elemento.

La variabilidad en los tipos de cultivo, la gran gama de reactivos utilizados como materia prima, así como los grandes volúmenes de agua utilizada en estos procesos son los que dan paso a la generación de aguas y lodos residuales.

Por esta razón, la industria farmacéutica se ha dado a la tarea de establecer plantas de tratamiento de agua para minimizar los contaminantes presentes, así como lograr la desactivación de beta-lactámicos presentes en los residuos de micelio que son arrastrados por las aguas residuales. Estas plantas de tratamiento generan a su vez lodos residuales cuya composición varía dependiendo del proceso de producción empleado por la empresa generadora.

A continuación el diagrama de flujo seguido para el tratamiento de las aguas residuales que dieron origen a la formación de los lodos residuales caracterizados en este proyecto.

Diagrama 4. PLANTA DE TRATAMIENTO DE AGUA PARA LA INDUSTRIA FARMACEUTICA PRODUCTORA DE BETA-LACTAMICOS



III.- HIPOTESIS

Ya que los lodos residuales generados en la Industria Farmacéutica productora de beta-lactámicos son considerados por la Norma Oficial Mexicana **NOM-052-ECOL-1993**, como residuos potencialmente peligrosos, se hace evidente la necesidad de realizar análisis físicos, químicos y biológicos para su caracterización particular, de acuerdo al código CRETIB, y así establecer alternativas adecuadas para su manejo tratamiento y disposición final.

IV.- OBJETIVOS

- Implementar técnicas analíticas cualitativas y cuantitativas relacionadas con los parámetros a evaluar establecidos en las Normas Oficiales Mexicanas; **NOM-052-ECOL-1993** y **NOM-053-ECOL-1993**, para la caracterización de lodos residuales generados en la planta de tratamiento de aguas residuales procedentes de la desactivación de beta-lactámicos.
- De acuerdo a los datos obtenidos y a su análisis, determinar cual es la clasificación CRETIB que corresponde a los lodos residuales.
- Proponer alternativas para el manejo y disposición de los lodos residuales generados en la industria farmacéutica productora de beta-lactámicos.

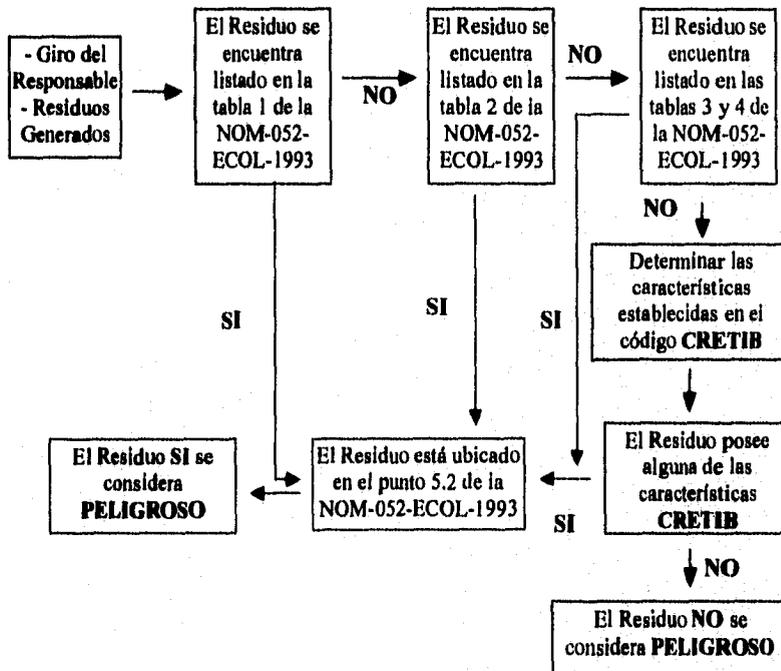
V.- METODO

5.1 Identificación de los Lodos Residuales Con Base a la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993

- El primer criterio para la caracterización, consistió en realizar la identificación de los lodos residuales dentro de alguno de los listados publicados en la Norma Oficial Mexicana, con el fin de determinar si son considerados o no peligrosos.

Esta identificación se llevo a cabo tomando en consideración la Norma Oficial Mexicana **NOM-052-ECOL-1993**, que establece el procedimiento a seguir para la identificación de residuos peligrosos en base al giro y rama industrial que los genera, fuente no específica y los listados de aquellas sustancias, residuos, lodos residuales o subproductos que por sus características de corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad, inflamabilidad y biológico infecciosos sean considerados residuos Peligrosos.

Diagrama 5. IDENTIFICACION DE RESIDUOS PELIGROSOS EN BASE A LA NOM-052-ECOL-1993



5.2 Caracterización de los Lodos Residuales con Base al Código CRETIB

- El segundo criterio para la caracterización de los lodos residuales consiste en determinar el grado de peligrosidad de los mismos en base al código CRETIB establecido en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993.

El muestreo de los lodos residuales se realizó con base en la Norma Oficial Mexicana **NOM-AA-015-1985** que establece el **Método del Cuarteo** para la toma de muestra de residuos y un mínimo de 2 muestras por cada muestreo.

Los lodos residuales analizados fueron previamente secados por la empresa a 100°C y las muestras colectadas se presentaban en forma de polvos finos con olor a penicilina y de color amarillo ocre.

Las muestras fueron preparadas para su análisis con base a la Norma Oficial Mexicana **NOM-AA-052-1985** que establece el procedimiento para la **Preparación de Muestras en el Laboratorio para su Análisis**

Se tomaron seis muestras de Residuos las cuales fueron llevadas al laboratorio donde se realizó la prueba de extracción (inicial y final) y la caracterización de cada una de ellas, realizando cada determinación por duplicado.

La caracterización de los lodos residuales se realizó con base a la Norma Oficial Mexicana:

- **NOM-052-ECOL-1993**, que establece los criterios para determinar a un residuo peligroso bajo el código **CRETIB** (**Corrosivo, Reactivo, Explosivo, Tóxico, Inflamable** y **Biológico infeccioso**), listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente, de acuerdo a las siguientes definiciones:

5.2.1 Corrosividad

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

- *En estado líquido o en solución acuosa presenta un pH menor a 2, o mayor a 12.
- *En estado líquido o en solución acuosa y a una temperatura de 55 °C es capaz de corroer el acero al carbón (SAE 1020), a una velocidad de 6.35 mm o más por año.

5.2.2 Reactividad

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

*Bajo condiciones normales de temperatura y presión (25 °C y 1 Atm), se combina o polimeriza violentamente sin detonación.

*En condiciones normales de temperatura y presión (25 °C y 1 Atm), cuando entran en contacto con agua en relación (Residuo-Agua) de 5:1, 5:3, 5:5, reacciona violentamente formando gases, vapores o humos.

*Bajo condiciones normales cuando se ponen en contacto con soluciones de pH, ácido (HCl 1.0 N) y básico (NaOH 1.0 N), en relación (Residuo-Agua) de 5:1, 5:3, 5:5 reacciona violentamente formando gases, vapores o humos.

*Si posee en su constitución cianuros o sulfuros que cuando se exponen a condiciones de pH entre 2.0 y 12.5 pueden generar gases, vapores o humos tóxicos en cantidades mayores a 250 mg de HCl/Kg de residuo o 500 mg de H₂S/Kg de residuo.

*Es capaz de producir radicales libres.

5.2.3 Explosividad

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

*Tiene una constante de explosividad igual o mayor a la del nitrobenzeno.

*Es capaz de producir una reacción o descomposición detonante o explosiva a 25 °C y a 1.03 Kg/cm² de presión.

5.2.4 Toxicidad

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

*Cuando se somete a la prueba de extracción para toxicidad conforme a la Norma Oficial Mexicana **NOM-053-ECOL-1993**, el lixiviado de la muestra representativa que contenga cualquiera de los constituyentes listados en la Norma Oficial Mexicana **NOM-052-ECOL-1993**.

5.2.5 Inflamabilidad

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

*En solución acuosa contiene más de 24% de alcohol en volumen.

*Es líquido y tiene un punto de inflamación inferior a 60 °C.

*No es líquido pero es capaz de provocar fuego por fricción, absorción de humedad o cambios químicos espontáneos (a 25 °C y a 1.03 kg/cm²).

*Se trata de gases comprimidos inflamables o agentes oxidantes que estimulan la combustión.

5.2.6 Biológico-Infecioso

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

*Cuando el residuo contiene bacterias, virus u otros microorganismos con capacidad de infección.

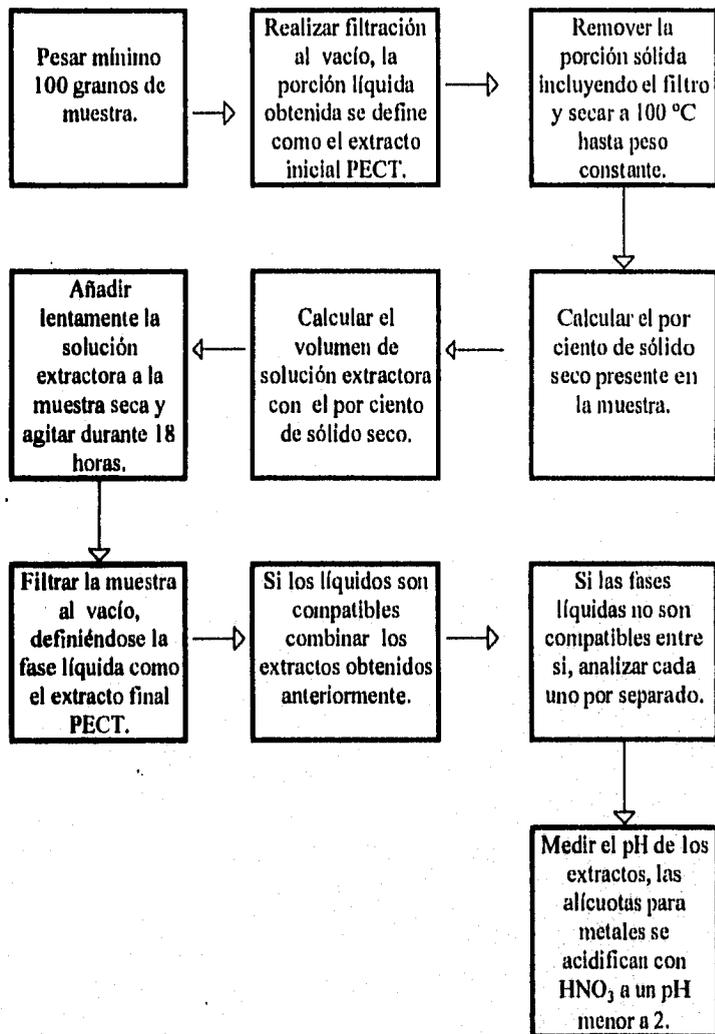
*Cuando contiene toxinas producidas por microorganismos que causen efectos nocivos a seres vivos.

5.3 Prueba de Extracción para Constituyentes Tóxicos (PECT)

La prueba de extracción de los lodos residuales para la determinación de los constituyentes tóxicos se realiza con base a la Norma Oficial Mexicana:

- **NOM-053-ECOL-1993**, que establece el procedimiento para efectuar la **prueba de extracción** mediante la cual se determinan los constituyentes **inorgánicos** que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

Diagrama 6. PRUEBA DE EXTRACCION PARA CONSTITUYENTES TOXICOS



PECT: Prueba de Extracción para Constituyentes Tóxicos.
FUENTE: (Norma Oficial Mexicana NOM-053-ECOL-1993).

5.4 Prueba de Incompatibilidad para Residuos Peligrosos

La prueba de incompatibilidad de los lodos residuales se realizó con base a la Norma Oficial Mexicana:

- **NOM-054-ECOL-1993**, establece el procedimiento para determinar la incompatibilidad entre dos o más residuos considerados como peligrosos por la **NOM-052-ECOL-1993**.

Para determinar la incompatibilidad entre dos o más de los residuos considerados como peligrosos de acuerdo con la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993 se realiza el siguiente procedimiento:

- Se identifican los residuos peligrosos dentro de algunos de los grupos reactivos que se presentan en el listado del anexo 3 de la Norma Oficial Mexicana NOM-054-ECOL-1993.

- Hecha la identificación anterior, con base en la tabla de incompatibilidad (Tabla B), se interceptan los grupos a los que pertenezcan los residuos.

- Si como resultado de las intersecciones efectuadas, se obtiene alguna de las reacciones previstas en el código de reactividad (anexo A), se concluye que los residuos son incompatibles.

Para determinar la incompatibilidad entre dos o más de los residuos comprendidos en los listados de residuos peligrosos previstos en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993 se seguirá el siguiente procedimiento:

- Se identificarán los residuos peligrosos dentro de alguno de los grupos reactivos que se presentan en el listado (anexo 4) de la Norma Oficial Mexicana NOM-054-ECOL-1993.

- Con base en la tabla de incompatibilidad (Tabla A), se interceptarán los grupos a los que pertenezcan los residuos, si se obtiene alguna de las reacciones previstas en el código de reactividad (anexo A) se considerará que los residuos son incompatibles.

- Después de cada extracción obtenida se realizó la prueba de Incompatibilidad (Anexo A y B) y se procedió a realizar los análisis físicos, químicos y biológicos por duplicado.

5.5 Implementación de Técnicas Analíticas para la Caracterización de los Lodos Residuales

Todo método analítico tiene como parte integral de su desarrollo la validación del mismo, es decir, que el método debe probarse para determinar su efectividad. La validación de un método no es más que la secuencia de actividades (pruebas y análisis) debidamente documentadas que permiten demostrar que un método analítico cumple con los objetivos y propósitos para el cual fue diseñado (López, 1996).

Estas actividades generalmente incluyen la evaluación de la precisión, linealidad, exactitud, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación y la estabilidad de la muestra; siendo finalmente, el atributo esencial de toda respuesta analítica la confiabilidad (Carrillo, 1995). Por esta razón, uno de los objetivos de este trabajo fue implementar técnicas analíticas capaces de proporcionar resultados confiables y de fácil aplicación.

En algunos parámetros se utilizó más de un método analítico con el fin de determinar cual de ellos proporcionaba resultados más confiables, así como el de conocer que modificaciones se podrían realizar a dicho método para la obtención de buenos resultados. En la caracterización de lodos residuales se implementaron Normas Oficiales Mexicanas NOM-AA-08-1985, NOM-AA-015-1985 y NOM-AA-052-1985 en materia de residuos sólidos municipales para la realización del muestreo, la preparación de las muestras en el laboratorio y la determinación de pH, debido a que estos métodos utilizados son considerados oficiales.

Se emplearon también, métodos analíticos reportados en el libro de Métodos Normalizados para la caracterización de lodos residuales, así como la técnica analítica de Espectroscopía en el Infrarrojo con Transformadas de Fourier las cuales fueron fundamentales en la identificación y determinación del anillo beta-lactámico.

Dentro de esta caracterización fue necesario el apoyo de técnicas analíticas cualitativas, colorimétricas y también pruebas de comparación visual como el caso de la determinación de aluminio (Ensayo Cuantitativo por Soluciones Patrón, Microquant 14825).

El apoyo de técnicas que implican el uso de instrumentos de alta precisión fue preponderante en este trabajo sobresaliendo entre ellos el Espectrofotómetro de Absorción Atómica (Perkin Elmer, 3110) para la determinación de metales pesados, Espectrofotómetro de Infrarrojo con Transformada de Fourier (Perkin Elmer, 1600 Series FTIR) para la identificación de grupos funcionales que permitan determinar la presencia del anillo beta-lactámico y el Espectrofotómetro de Ultravioleta-Visible (Espectronic 20, Bausch & Lomb), para la cuantificación de especies iónicas tales como NO_3^- , NH_4^+ , PO_4^- y Fósforo Total, así como también, para la determinación de cromo hexavalente.

Las muestras fueron preparadas para su lectura en el infrarrojo utilizando los métodos extracción y de lectura directa (pastilla de KBr) las cuales son detalladas en el apéndice. En el método de extracción se emplearon dos tipos de solventes, uno de características no polares como el Tetracloruro de Carbono (CCl_4) y otro de características polares como el Cloroformo (CHCl_3). Este último solvente se utilizó al comienzo del análisis, pero como los espectros obtenidos presentaron varias interferencias se optó por cambiar el solvente por Acetato de Etilo. La finalidad de utilizar diferentes solventes radica en la importancia de extraer componentes polares y no polares presentes en la muestra, obteniendo con esto una buena determinación. De esta forma, el CCl_4 al ser un compuesto no polar extrae constituyentes no polares y el acetato de etilo (Ac. Et.) por sus características extrae compuestos polares tales como los ácidos carboxílicos y el ácido peniciloico (Tanexu, 1961).

Para el análisis biológico de los lodos residuales y la detección de hongos y microorganismos, se utilizó como referencia la Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos; empleando la prueba de Cilindro-Placa (siembra por espolvoreo) con el fin de detectar el crecimiento de posibles microorganismos capaces de producir daño al ser humano y/o a los seres vivos.

La determinación de los parámetros físicos, químicos y biológicos se llevó a cabo implementando las técnicas analíticas mencionadas a continuación.

Tabla 4. TECNICAS ANALITICAS IMPLEMENTADAS PARA REALIZAR EL ANALISIS FISICO, QUIMICO Y BIOLOGICO DE LOS LODOS RESIDUALES

Parámetro	Técnica Analítica	Referencia
Muestreo de Residuos Sólidos	Método del Cuarteo	Norma Oficial Mexicana (NOM-AA-015-1985)
Preparación de muestras de Residuos Sólidos	Preparación de Muestras en el Laboratorio para su Análisis	Norma Oficial Mexicana (NOM-AA-052-1985)
Potencial de Hidrógeno (pH)	Método Potenciométrico	Norma Oficial Mexicana (NOM-AA-08-1985)
Nitratos	Método del Acido Fenoldisulfónico	Métodos Normalizados
Amonio	Método de la Sal de Fenol o del Fenato	Métodos Normalizados
Fosfatos	Método del Fosfomolibdato	Métodos Normalizados
Fósforo Total	Método del Cloruro Estanoso	Métodos Normalizados
Plomo, Cadmio, Níquel, Bario, Selenio, Arsénico, Plata y Mercurio (Pruebas de Toxicidad)	Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica (Perkin Elmer, 3110)	Métodos Normalizados
Cromo Hexavalente	Método Espectrofotométrico en el Rango Visible (Espectronic 20, Bausch & Lomb)	Métodos Normalizados
Hierro, Cobre y Zinc (Parámetros Adicionales)	Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica (Perkin Elmer, 3110)	Métodos Normalizados
Aluminio (Parámetro Adicional)	Método de Comparación visual (Ensayo Cuantitativo por Soluciones Patrón)	Merck (Microquant, 14825)

Tabla 4. TECNICAS ANALITICAS IMPLEMENTADAS PARA REALIZAR EL ANALISIS FISICO, QUIMICO Y BIOLÓGICO DE LOS LODOS RESIDUALES (Continuación)

Parámetro	Técnica Analítica	Referencia
Anillo Beta-lactámico	Espectroscopía en el Infrarrojo (Solución) (Perkin Elmer, 1600 Series FTIR)	* Pharmaceutical Analysis (Técnica Validada de Apoyo Analítico)
Anillo Beta-lactámico	Espectroscopía en el Infrarrojo (Pastilla de Bromuro de Potasio) (Perkin Elmer, 1600 Series FTIR)	* Pharmaceutical Analysis (Técnica Validada de Apoyo Analítico)
Anillo Beta-lactámico	Espectroscopía en el Infrarrojo (Película) (Perkin Elmer, 1600 Series FTIR)	* Pharmaceutical Analysis (Técnica Validada de Apoyo Analítico)
Detección de Hongos y otros microorganismos	Prueba de Cilindro-Placa (Siembra por Espolvoreo)	Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos

* FUENTE: (Tanexu, 1961).

VI.- RESULTADOS

6.1 Por ciento de Sólidos Secos (Prueba preliminar)

El primer paso dentro de la caracterización de los lodos residuales fue el de establecer por medio de pruebas preliminares el por ciento de sólidos secos a fin de definir el estado físico que presenta el residuo.

Es importante señalar que la prueba del por ciento de sólidos se llevo a cabo en forma objetiva y que el valor de 100 % de sólido se estableció tomando en cuenta que los lodos residuales caracterizados fueron previamente secados en un horno a 100°C (el secado lo realizó la empresa generadora), se adicionaron 100 ml de agua desionizada para llevar a cabo la primera extracción y calcular el por ciento de sólidos secos, obteniendo de esta forma los valores listados en la tabla 5.

Tabla 5. Por ciento de Sólidos Secos en las Seis Muestras Analizadas

Muestra	% de Sólidos Secos
1	88.12
2	88.54
3	82.90
4	83.18
5	81.35
6	84.07

Con base en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993 la cual establece que aquellos residuos que presentan 5% o más de sólidos secos son considerados como residuos sólidos, y analizando los valores de por ciento de sólidos secos obtenidos se establece que los lodos residuales generados en la planta de tratamiento de agua es un residuo 100% sólido.

6.2 Prueba de Incompatibilidad

Después de las pruebas preliminares se procedió a realizar la extracción inicial y final de los constituyentes. A los extractos se les llevo a cabo la determinación de pH, para establecer el grado de incompatibilidad que presentaban entre ellos, encontrándose los siguientes valores de pH (Tabla 6).

Tabla 6. Valores de pH obtenidos en la Extracción Inicial y Final para Determinar el Grado de Incompatibilidad entre los Extractos

Muestra	pH (Extracto Inicial)	pH (Extracto final)
1	5.7	7.0
2	5.7	6.9
3	6.1	7.4
4	6.0	7.5
5	6.0	7.0
6	5.4	6.7

En estos datos se observan diferencias de hasta 1.5 unidades de pH entre un extracto y otro, lo cual es indicativo de variaciones importantes en los constituyentes presentes en cada uno de los extractos.

6.3 Prueba de Corrosividad

Para aplicar el criterio de Corrosividad establecido en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993 en la caracterización de los lodos residuales, se tomo en consideración los valores de pH (Tabla 7) presentes en las muestras a diferentes temperaturas. En el primer caso (25 °C) se buscó determinar si los lodos residuales analizados podrían contener sustancias con características ácidas o básicas capaces de provocar problemas de corrosividad en otros materiales con los cuales entre en contacto. Determinar el pH de la muestra a 55 °C tiene como finalidad establecer si los lodos residuales analizados modifican considerablemente su carácter ácido o básico al exponerlos a cambios bruscos de temperatura, provocando con esto que presenten características potencialmente corrosivas.

Tabla 7. Valores de pH obtenidos para determinar la Corrosividad de los Lodos Residuales

Muestra	pH a 25°C	pH a 55 °C
1	6.4	6.0
2	6.3	5.9
3	6.8	6.4
4	6.8	6.2
5	6.5	5.9
6	6.0	5.6

Los valores de pH encontrados en los extractos permiten observar que los lodos presentan una característica ligeramente ácida y por lo tanto no se consideran corrosivos.

6.4 Prueba de Reactividad

La reactividad de un residuo se establece con base en varios criterios listados en la Norma NOM-052-ECOL-1993.

Para llevar a cabo la aplicación de estos criterios, se realizó la determinación de varios parámetros.

Para determinar si el residuo reacciona violentamente formando gases, vapores o humos, cuando se pone en contacto con agua en relación 5:1, 5:3 y 5:5 (residuo-agua) en condiciones normales de presión (1 Atm) y temperatura (25 °C); se tomó una cantidad pequeña de muestra (extractos líquidos) y se le añadió lentamente dentro de una campana de extracción las cantidades de agua establecidas en la relación antes mencionada. Al llevar a cabo este procedimiento se observó que no se presenta ninguna reacción violenta y por lo tanto el residuo es totalmente compatible con el agua.

Otra prueba que se llevo a cabo dentro del criterio de reactividad consistió en poner en contacto el residuo con soluciones ácidas (HCl 1.0 N) y básicas (NaOH 1.0 N) en relación 5:1, 5:3 y 5:5 (residuo-solución) bajo condiciones normales de presión y temperatura para observar si reaccionaba violentamente formando gases, vapores o humos.

Esta prueba se realizó de dos formas; la primera consistió en determinar la presencia de reacciones violentas capaces de generar gases, vapores o humos al poner en contacto el residuo con las soluciones antes mencionadas; la segunda se realizó simultáneamente utilizando un potenciómetro para evaluar si se presentaban cambios bruscos de pH lo que indicaría la presencia de grupos capaces de reaccionar con cualquiera de las soluciones. Al llevar a cabo la prueba no se presentaron reacciones violentas, ni tampoco cambios significativos de pH con lo que se determina que el residuo no genera gases, vapores o humos.

Para establecer si los lodos residuales poseen en su constitución cianuros o sulfuros se someten a condiciones de pH entre 2.0 y 12.5 y pueden generar gases, vapores o humos tóxicos, se procedió a realizar una prueba cualitativa la cual consistió en añadir lentamente (dentro de una campana de extracción) una cierta cantidad de solución ácida (HCl 1.0 N) y solución básica (NaOH 1.0 N) para provocar cambios bruscos de pH y observar si se generan gases, vapores o humos tóxicos.

Esta determinación resultó negativa, no obstante se llevo la muestra a valores extremos de pH (menor de 2.0 y mayor de 12.5) sin que se observará la presencia de gases, vapores o humos.

Para determinar si el residuo era capaz de producir radicales libres, se implementaron técnicas de laboratorio para la determinación de Nitratos, Fosfatos y Amonio. Esto se realizo con la finalidad de conocer la concentración de los mismos y principalmente para establecer si alguno de estos grupos en caso de encontrarse presente en la muestra, sea considerado por los criterios de reactividad e incompatibilidad establecido por la NOM-054-ECOL-1993 como grupo reactivo con poder oxidante o reductor.

Los resultados obtenidos, permitieron observar que los lodos residuales presentaban en su constitución cierta concentración de amonio (Tabla 8), nitratos (Tabla 9) y fosfatos (Tabla 10), de los cuales solo los nitratos fueron considerados como grupo reactivo con poder oxidante fuerte por la NOM-054-ECOL-1993. Estos valores concuerdan con las concentraciones citadas (Jorgensen, 1979 y Nemerow 1991) para la composición típica de residuos procedentes de la industria farmacéutica productora de antibióticos (penicilinas).

Para el amonio la literatura cita hasta aproximadamente 90 mg/l de nitrógeno en forma de amonio, mientras que los resultados obtenidos muestran que la concentración de amonio (Tabla 8) en los lodos residuales analizados se encuentra entre 37.0 y 67.0 mg/l.

Tabla 8. Concentración de Amonio en las Seis Muestras de Lodos Residuales

Muestra	Concentración de Amonio (mg/l)
1	39.0
2	52.0
3	37.5
4	37.0
5	52.0
6	67.0

En cuanto a nitratos se refiere (Tabla 9) la concentración obtenida fue de 17.1 a 18.3. Esta concentración concuerda con la citada (Jorgensen, 1979 y Nemerow 1991) la cual establece que los residuos sólidos procedentes de la industria farmacéutica contienen hasta 30 mg/l de nitratos.

Tabla 9. Concentración de Nitratos en las Seis Muestras de Lodos Residuales

Muestra	Concentración de Nitratos (mg/l)
1	17.2
2	18.2
3	18.2
4	18.3
5	17.1
6	18.3

Los fosfatos son parte importante dentro de la producción de antibióticos, la literatura cita (Jorgensen, 1979 y Nemerow 1991) de 20 a 140 mg/l de fosfatos (P_2O_5) presentes en los residuos sólidos de tipo farmacéutico. Sin embargo, los resultados obtenidos (Tabla 10) muestran que la concentración de fosfatos presentes en los lodos van de 4.1 a 7.0 mg/l, lo cual se debe posiblemente al alto contenido de fósforo orgánico que presentan los lodos.

Tabla 10. Concentración de Fosfatos en las Seis Muestras de Lodos Residuales

Muestra	Concentración de Fosfatos (mg/l)
1	4.1
2	4.2
3	7.0
4	6.9
5	4.1
6	4.3

Al realizar la determinación de fósforo total (Tabla 11), se encontró que los lodos residuales son ricos en fósforo orgánico presentando concentraciones que van desde 32.8 a 55.6 mg/l de fósforo total. Estos resultados concuerdan con la concentración de 20 a 140 mg/l de fósforo (en forma de fosfatos) citado en la bibliografía (Jorgensen, 1979 y Nemerow 1991).

Tabla 11. Concentración de Fósforo Total en las Seis Muestras de Lodos Residuales

Muestra	Concentración de Fósforo Total (mg/l)
1	32.8
2	33.6
3	55.6
4	54.8
5	32.8
6	34.0

6.5 Prueba de Explosividad

La muestra no presenta características explosivas puesto que los lodos residuales analizados no provienen de algún giro o proceso en el que se utilizan materiales explosivos, y por lo tanto tampoco reacciona violentamente con detonación cuando esta sujeto a 25 °C de temperatura y 1.03 Kg/cm² de presión.

6.6 Prueba de Toxicidad

Para evaluar el criterio de toxicidad de los lodos residuales se empleó la técnica de Espectrofotometría de Absorción Atómica, caracterizando constituyentes inorgánicos y se utilizaron en la preparación de las muestras, digestión ácida simple y digestión ácida Kjeldahl, así como el Espectrofotómetro de Ultravioleta Visible para la determinación de Cromo Hexavalente.

En la primera digestión, los resultados obtenidos (Tablas 12 y 13) muestran que para el Arsénico, Bario, Plata y Selenio no se detectó concentración alguna. Para el Cadmio se detectó una concentración promedio de 0.5 mg/l la cual se encuentra por debajo del Límite Máximo Permisible (1.0 mg/l) establecido en la norma NOM-052-ECOL-1993. La concentración promedio del Níquel fue de 1.4 mg/l, la cual tampoco rebasa el Límite Máximo Permisible (5.0 mg/l). Finalmente, aunque el Plomo presenta una concentración promedio de (3.0 mg/l) no rebasa lo establecido (5.0 mg/l) por la norma correspondiente. En el caso del Cromo hexavalente no se detectó concentración alguna en los lodos residuales.

Tabla 12. Concentración de Constituyentes Tóxicos (Digestión Ácida Simple) en las Seis Muestras de Lodos Residuales.

Constituyentes Inorgánicos	Concentración (mg/l)						Límite Máximo Permisible (mg/l) NOM-052-ECOL-1993
	1	2	3	4	5	6	
Arsénico	ND	ND	ND	ND	ND	ND	5.0
Bario	ND	ND	ND	ND	ND	ND	100.0
Cadmio	0.4	0.5	0.5	0.5	0.6	0.5	1.0
Cromo Hexavalente	ND	ND	ND	ND	ND	ND	5.0
Níquel	1.5	1.5	1.0	1.4	1.5	1.4	5.0
Mercurio	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.2
Plata	ND	ND	ND	ND	ND	ND	5.0
Plomo	3.7	3.9	2.7	3.0	2.0	2.7	5.0
Selenio	ND	ND	ND	ND	ND	ND	1.0

ND: No Detectado

Tabla 13. Concentración Promedio de Constituyentes Tóxicos (Digestión Ácida Simple) Para Determinar la Toxicidad de los Lodos Residuales con Base a la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993

Constituyentes Inorgánicos	Resultados	Límite Máximo Permitido (mg/l)
Arsénico	N D	5.0
Bario	N D	100.0
Cadmio	0.5	1.0
Cromo Hexavalente	N D	5.0
Níquel	1.4	5.0
Mercurio	N D	0.2
Plata	N D	5.0
Plomo	3.0	5.0
Selenio	N D	1.0

N D: No Detectado

Al igual que en los resultados anteriores, empleando una digestión Kjeldahl no se detectó Arsénico, Bario, Mercurio, Plata y Selenio (Tablas 14 y 15). El Cadmio presentó una concentración promedio de 0.031 mg/l, el cual lo ubica por debajo del Límite Máximo Permisible (1.0 mg/l) establecido en la Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993.

Tabla 14. Concentración de Constituyentes Tóxicos (Digestión Ácida Kjeldahl) en las Seis Muestras de Lodos Residuales

Metales	Concentración (mg/l)						Límite Máximo Permitido (mg/l) NOM-052-ECOL-1993
	1	2	3	4	5	6	
Arsénico	N D	N D	N D	N D	N D	N D	5.0
Bario	N D	N D	N D	N D	N D	N D	100.0
Cadmio	0.03	0.03	0.03	0.03	0.05	0.04	1.0
Cromo Hexavalente	N D	N D	N D	N D	N D	N D	5.0
Níquel	0.11	0.12	0.08	0.10	0.14	0.08	5.0
Mercurio	N D	N D	N D	N D	N D	N D	0.2
Plata	N D	N D	N D	N D	N D	N D	5.0
Plomo	0.31	0.53	0.54	0.21	0.78	0.21	5.0
Selenio	N D	N D	N D	N D	N D	N D	1.0

N D: No Detectado

El Níquel presentó una concentración de 0.11 mg/l, permaneciendo por debajo del Límite Máximo Permisible (5.0 mg/l) establecido en la norma correspondiente. Finalmente, el Plomo presentó un valor de 0.43 mg/l que se encuentra debajo del límite máximo permitido (5.0 mg/l) establecido en la Norma Oficial Mexicana respectiva.

Tabla 15. Concentración Promedio de Constituyentes Tóxicos (Digestión Ácida Kjeldahl) Para Determinar la Toxicidad de los Lodos Residuales con Base a la Norma Oficial Mexicana NOM-052--ECOL-1993

Parámetros	Resultados	Límite Máximo Permisible (mg/l)
Arsénico	N D	5.0
Bario	N D	100.0
Cadmio	0.03	1.0
Cromo Hexavalente	N D	5.0
Níquel	0.11	5.0
Mercurio	N D	0.2
Plata	N D	5.0
Plomo	0.43	5.0
Selenio	N D	1.0

N D: No Detectado

Simultáneamente se evaluó la presencia del Hierro, Cobre, y Zinc debido a que estos son parte importante dentro del medio de cultivo empleado en la producción de los beta-lactámicos (penicilina), así como también la determinación de Aluminio el cual se utiliza como catalizador dentro del proceso de producción.

Al utilizar la digestión simple (Tabla 16), el valor del hierro fue de 7.3 mg/l que indica un alto contenido en la muestra. El Cobre presentó una concentración de 0.41 mg/l y el Aluminio de 0.18 mg/l, que indica concentraciones bajas de dichos elementos. Por último el Zinc presenta concentraciones altas en la muestra, obteniéndose una concentración promedio de 6.3 mg/l.

**Tabla 16. Concentración de Metales Pesados (Digestión Ácida Simple)
Considerados como Parámetros Adicionales Para Determinar las
Características Químicas de los Lodos Residuales**

Metales	Concentración (mg/l)						Concentración Promedio (mg/l)
	1	2	3	4	5	6	
Fierro	7.0	7.3	7.5	7.5	8.0	6.5	5.0
Cobre	0.39	0.32	0.23	0.97	0.17	0.40	0.41
Aluminio	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.18
Zinc	6.9	6.9	4.8	4.4	7.3	7.5	6.30

En la digestión Kjeldahl (Tabla 17), el valor de fierro fue de 11.5 mg/l lo que hace referencia a un alto contenido del metal en los lodos residuales. La concentración de Cobre fue de 0.2 mg/l, Aluminio 0.16 mg/l y Zinc de 1.62 mg/l (Tabla 17).

**Tabla 17. Concentración de Metales Pesados (Digestión Ácida Kjeldahl)
Considerados como Parámetros Adicionales Para Determinar las
Características Químicas de los Lodos Residuales**

Metales	Concentración (mg/l)						Concentración Promedio (mg/l)
	1	2	3	4	5	6	
Fierro	14.78	15.35	7.11	7.51	17.34	6.78	11.5
Cobre	0.28	0.23	0.16	0.15	0.23	0.15	0.20
Aluminio	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.16
Zinc	2.77	2.87	0.44	0.41	2.76	0.49	1.62

6.7 Prueba de Inflamabilidad

En cuanto al criterio de Inflamabilidad, los lodos residuales no se presentan en estado líquido y con punto de inflamación menor a 60 °C, no se tratan de gases comprimidos inflamables o agentes oxidantes fuertes que estimulen la combustión, y aunque se trata de residuos sólidos, los lodos residuales no son capaces de provocar fuego por fricción, absorción de humedad o cambios químicos espontáneos.

6.8 Prueba de Biológico-infeccioso

En el criterio de Biológico-Infeccioso se utilizaron pruebas microbiológicas para la detección de hongos y microorganismos infecciosos. Estas pruebas permitieron observar que en los lodos residuales no existe la presencia de microorganismos capaces de causar daños a seres vivos, y sólo se detectaron colonias de hongos del género Penicillium y Cephalosporium los cuales no producen ningún tipo de infección a los hombres, ni tampoco generan toxinas que causen daño a otros organismos, por lo cual se establece que los lodos residuales no presentan características biológico-infecciosas.

6.9 Prueba para la Identificación del Anillo Beta-lactámico

Para la determinación del anillo beta-lactámico presente en los lodos residuales se realizaron 39 espectros en el Infrarrojo, los cuales proporcionaron los siguientes resultados.

El espectro 1 pertenece a la bencilpenicilina mostrando la banda característica que se asigna a la vibración del grupo carbonilo ($>C=O$) del anillo beta-lactámico en 1779.4 cm^{-1} ($1770\text{-}1780\text{ cm}^{-1}$, según la literatura). Se observan también tres bandas a 3486.2 , 1694.0 y 1601.7 las cuales indican la presencia del grupo amida. La primera de ellas se asigna al alargamiento N-H, la segunda a la vibración del carbonilo y la última a la deformación N-H. La banda ancha ubicada por arriba de 3200 cm^{-1} indica la presencia de algún grupo carboxilo (COOH) en la molécula.

Los siguientes espectros (2 al 39) pertenecen a las seis muestras analizadas de lodos residuales. Las bandas que se observan en los espectros permiten establecer la presencia tanto de anillos beta-lactámicos así como de productos que resultan de la desactivación de beta-lactámicos. En general, los espectros obtenidos muestran las siguientes características.

En las muestras 1 y 2 (espectros 2 al 15) se observa en el espectro de la muestra original las bandas típicas del grupo carboxilo a 3420 y 1650 cm^{-1} . En los diferentes extractos se confirma la presencia del grupo COOH como consecuencia de la desactivación del anillo beta-lactámico. En los extractos de moléculas polares realizados con acetato de etilo se observan bandas a 1712 cm^{-1} que se asignan al grupo carbonilo. La ausencia de bandas típicas de cetonas y la presencia de ciertas bandas de amina hacen notar que el anillo beta-lactámico ha sido desactivado.

En la muestra 3 (espectros 16, al 21), el espectro de la muestra original (espectro 16) y los espectros 17 y 21 presentan una banda a 1773.9 cm^{-1} que indica la presencia de residuos del antibiótico con el anillo beta-lactámico sin desactivar. Aunque la señal sea apenas detectable, esta banda se corrobora en los extractos realizados con acetato de etilo en donde se obtiene una banda similar a 1776 cm^{-1} y la cual corresponde al grupo carbonilo del anillo beta-lactámico. Se presenta también en el espectro 18, una banda a 1741 cm^{-1} la cual se podría asignar a residuos del anillo beta-lactámico.

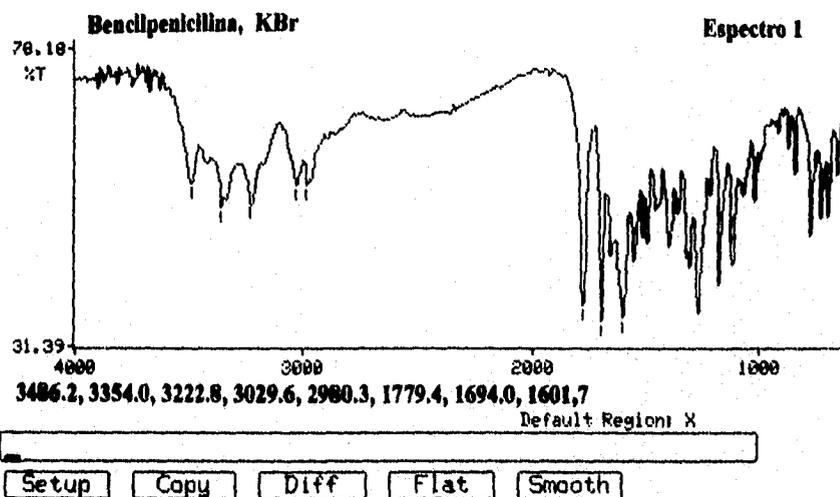
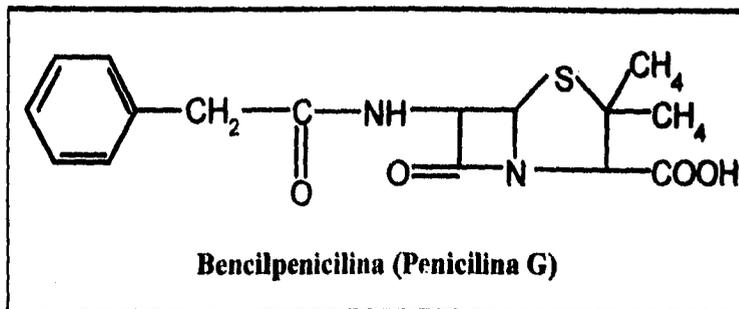
En la muestra 4 al igual que en la muestra 5 (espectros 22 al 33), y por semejanza de la asignación de bandas, se presenta la degradación del anillo beta-lactámico. Esta aseveración se fundamenta en la ausencia de la banda típica del anillo beta-lactámico. Esto se corrobora con la presencia de bandas para ácido carboxílico (1417 y 1718 cm^{-1}), aminas (bandas de deformación N-H a 1504 y 1607.9 cm^{-1}) y cetonas (banda a 1718.2 cm^{-1}) presentes en los espectros. En los espectros 29 y 30 se observa la banda del grupo carbonilo a 1716 cm^{-1} la cual puede asignarse a una cetona o un éster alifático presente en alguna de las estructuras resultantes de la degradación del anillo beta-lactámico.

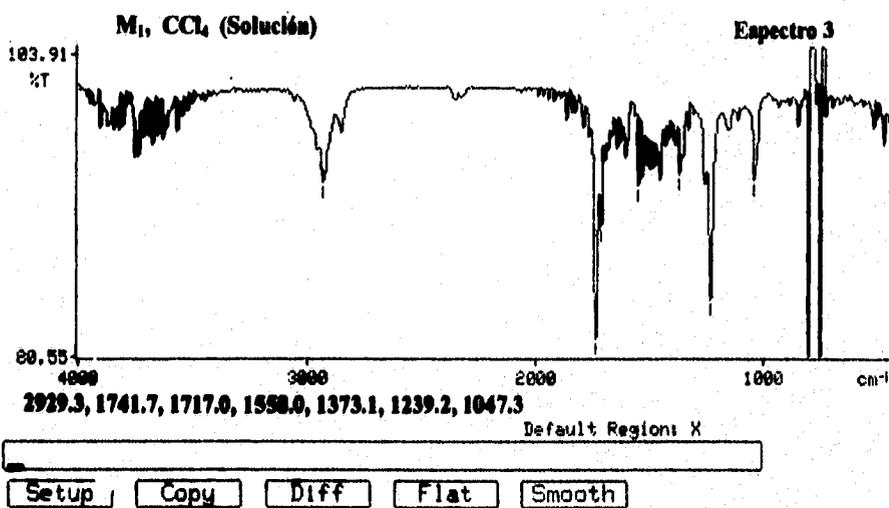
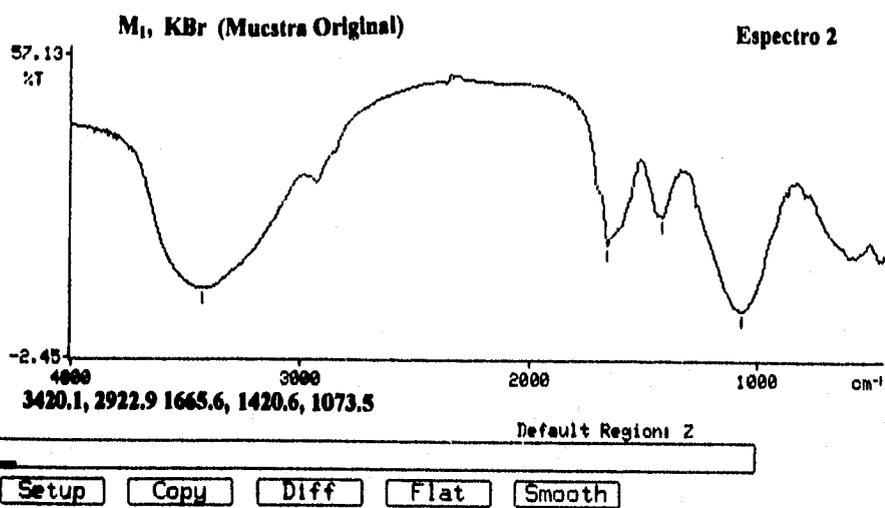
En la muestra 6 (espectro 34) se observa una banda ancha a 3416 cm^{-1} que junto con la de 1705 cm^{-1} se asigna al grupo carboxilo. En este espectro, de acuerdo al espectro de la bencilpenicilina y a lo citado en la literatura no se observa la banda del carbonilo beta-lactámico a 1779 cm^{-1} con lo cual se determina que el beta-lactámico ha sido desactivado. Esto se corrobora con los espectros (35 al 39) de las extracciones con acetato de etilo y tetracloruro de carbono. Con el tetracloruro de carbono se extrajeron los componentes no polares y no se observa la banda ancha a $\pm 3500\text{ cm}^{-1}$ típica del OH del ácido carboxílico, la señal a 1779 cm^{-1} es intensa y se puede asignar a algún tipo de cetona o éster alifático presente en la muestra.

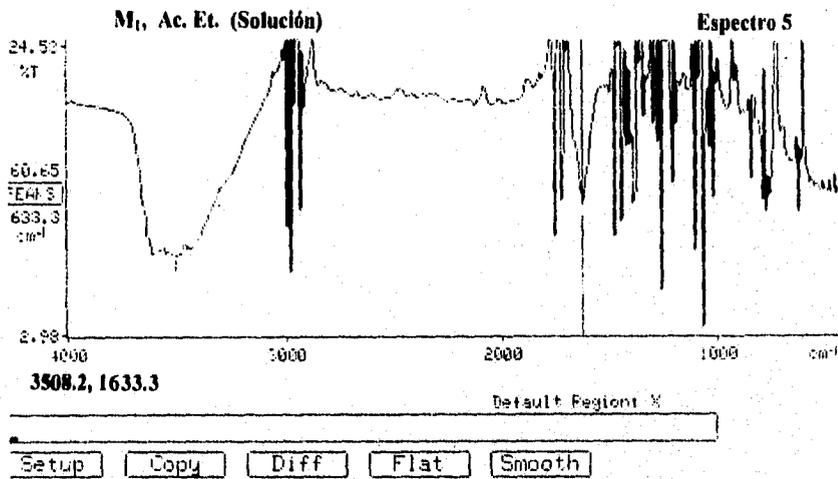
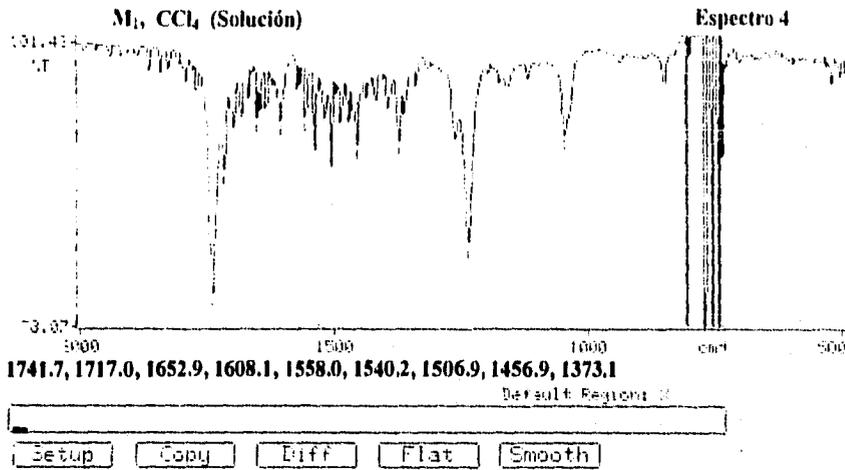
Para el caso del espectro 37 los componentes polares como el ácido peniciloico se obtuvieron por extracción con acetato de etilo observándose bandas por arriba de 3200 cm^{-1} lo que indican la presencia de ácido carboxílico y aminas primarias y secundarias como resultado de la desactivación del anillo beta-lactámico.

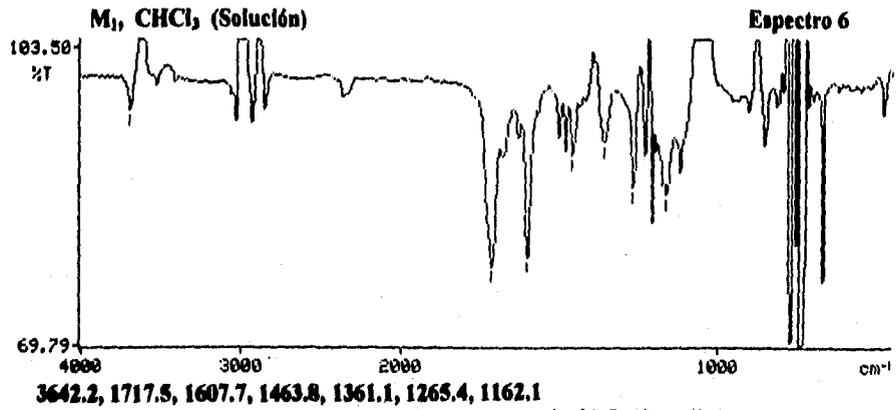
El espectro 39 muestra las bandas que identifican al ácido carboxílico a 3343 cm^{-1} y 1712 cm^{-1} , están presentes también grupos amina tanto secundarias como primarias asignándose las bandas de deformación N-H a 1504 y 1606 cm^{-1} respectivamente. La presencia de estas bandas permite determinar que el anillo beta-lactámico ha sido desactivado.

ESTRUCTURA QUIMICA DE UN ANTIBIOTICO BETA-LACTAMICO



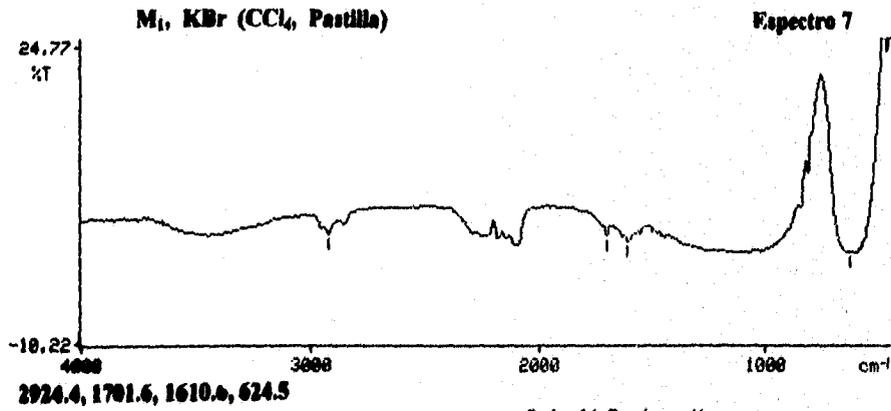




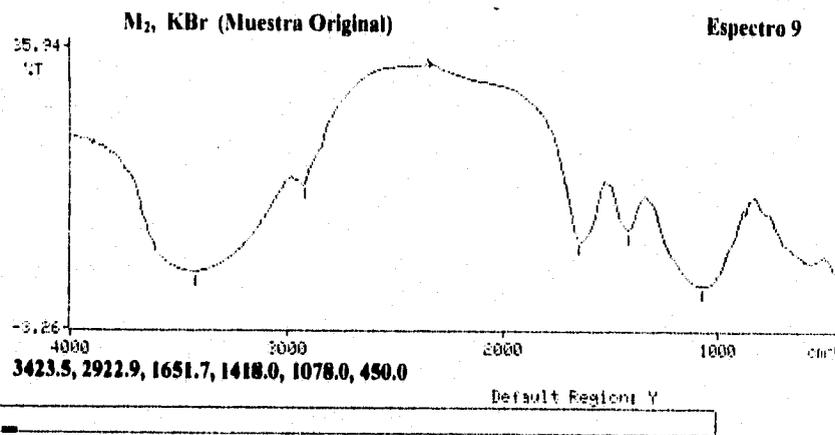
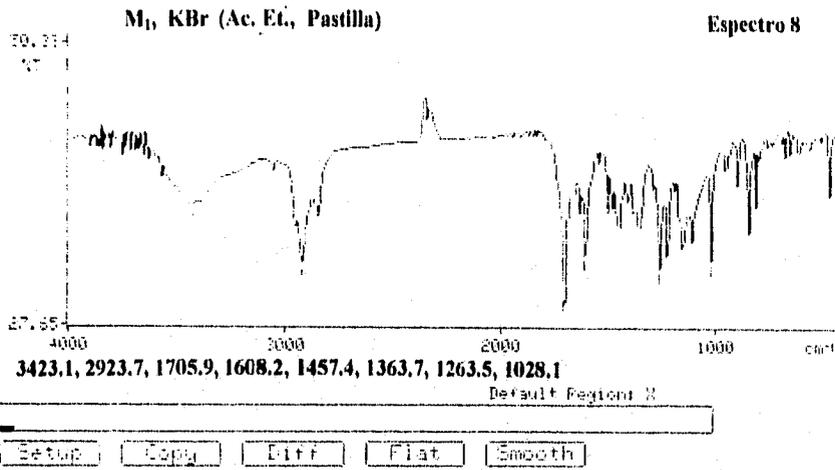


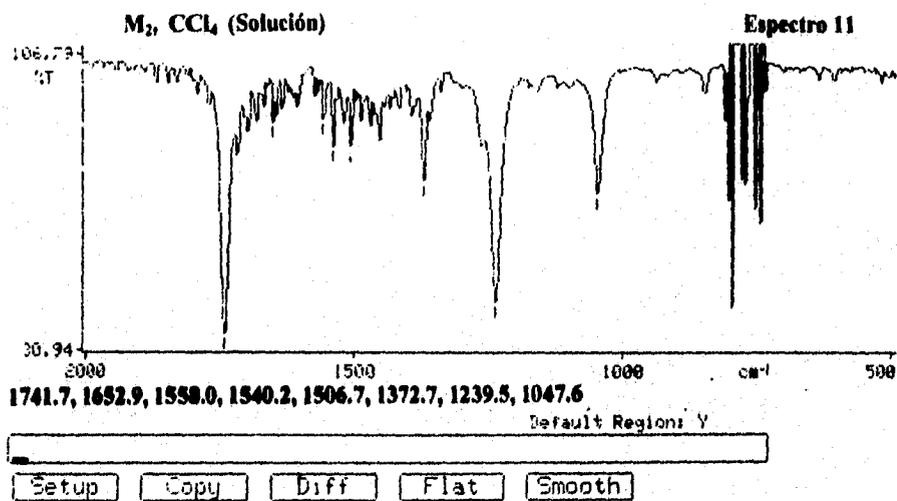
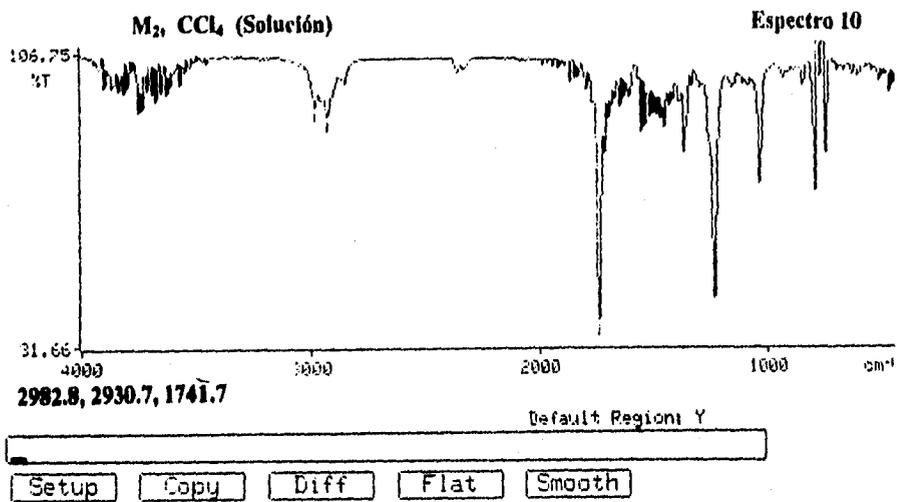
Default Region: X

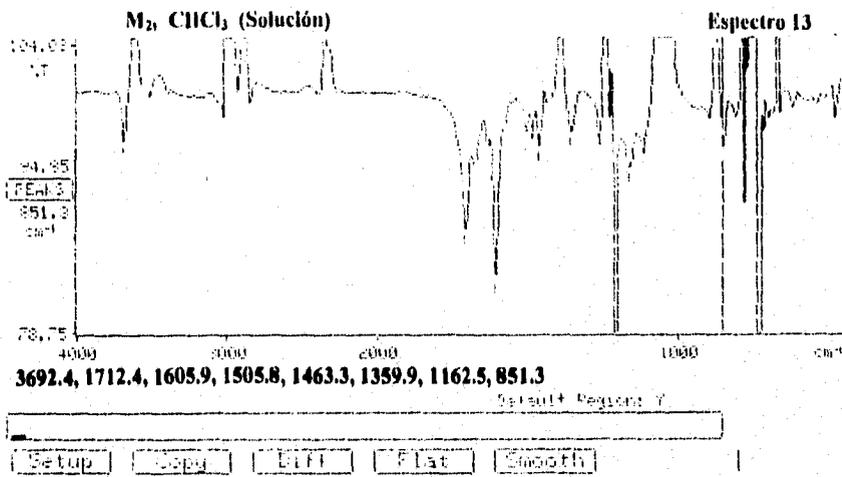
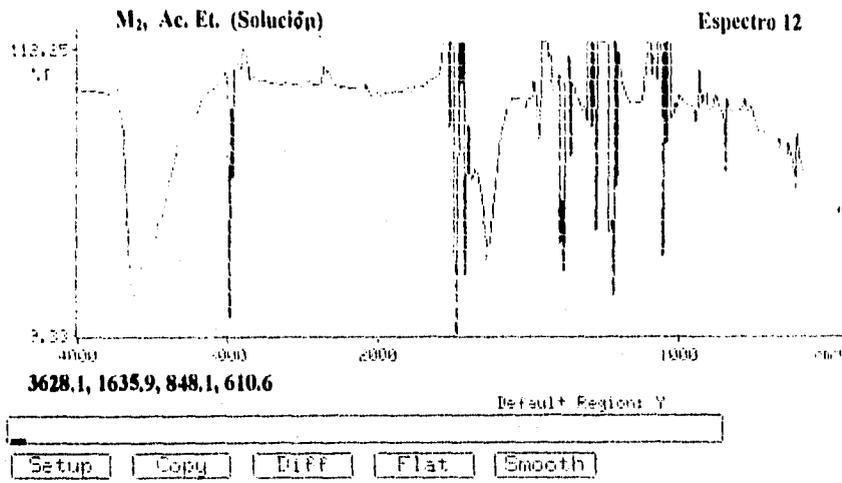
Setup Copy Diff Flat Smooth

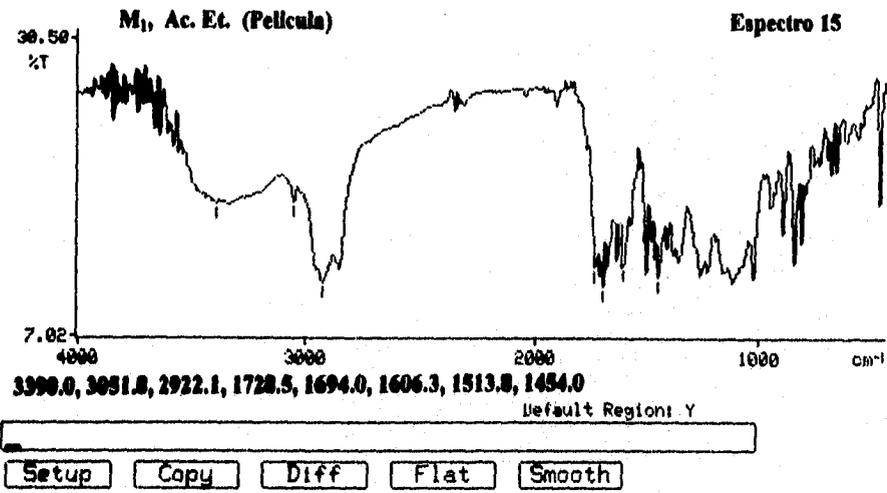
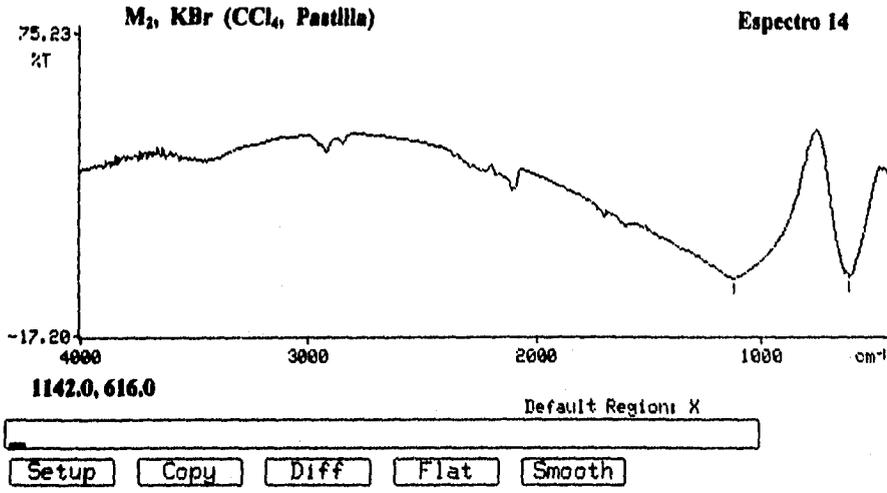


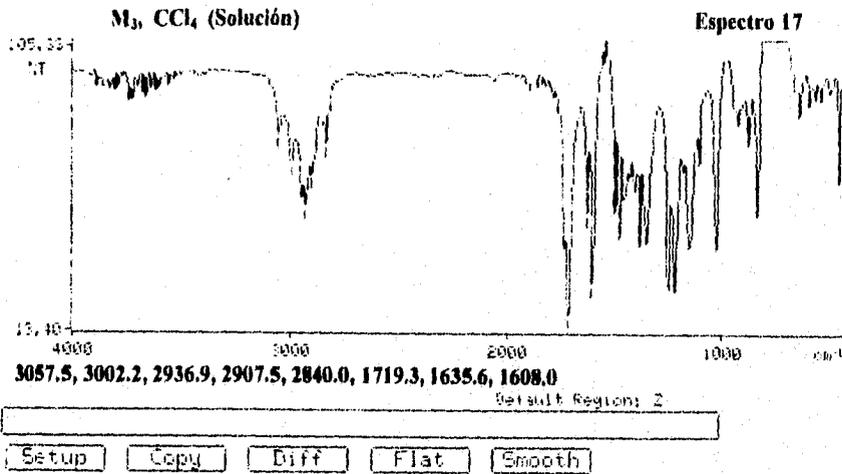
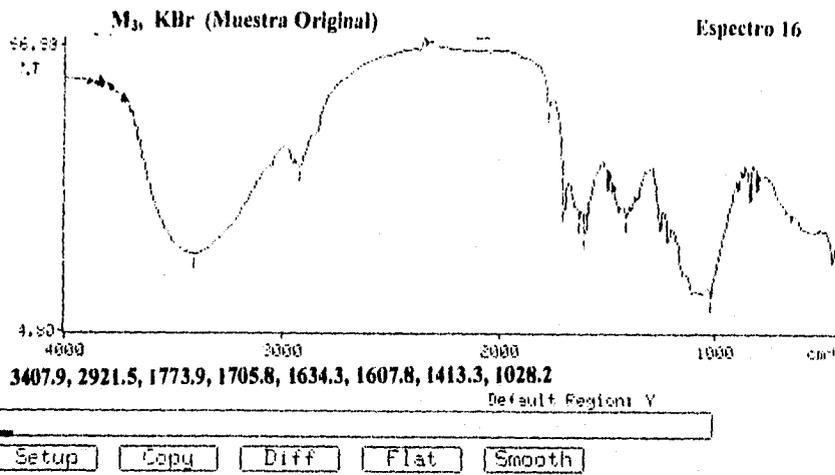
Default Region: Y

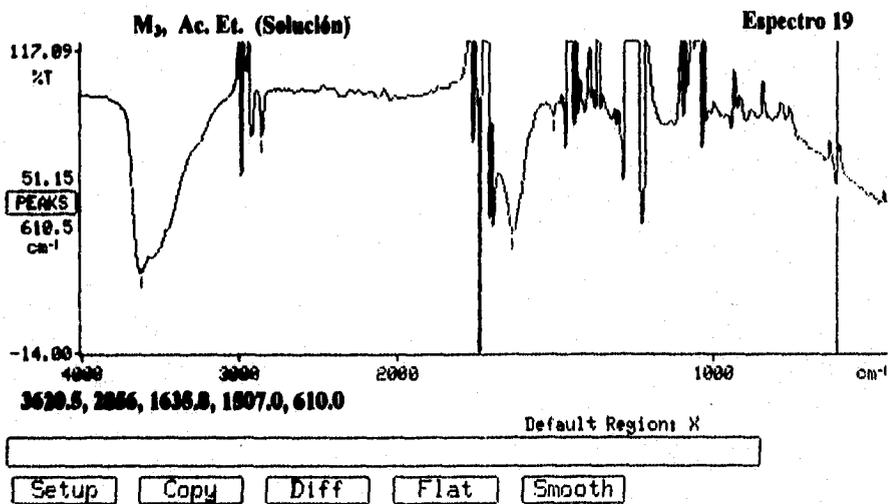
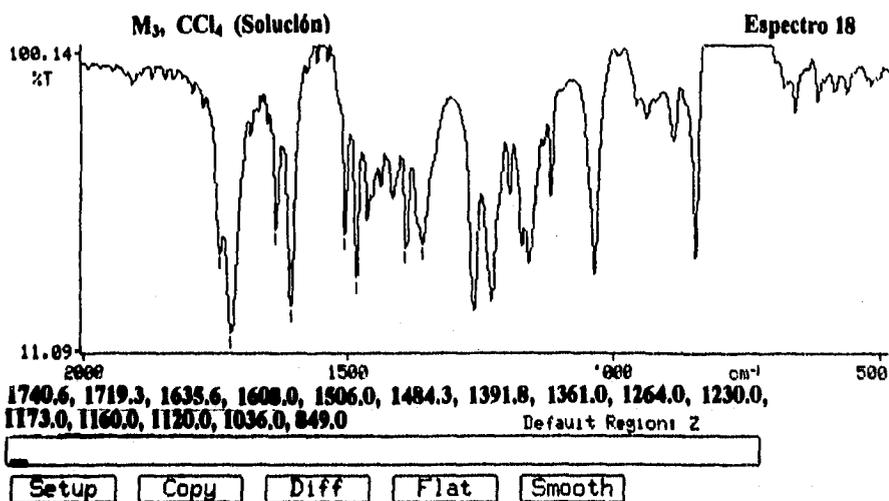


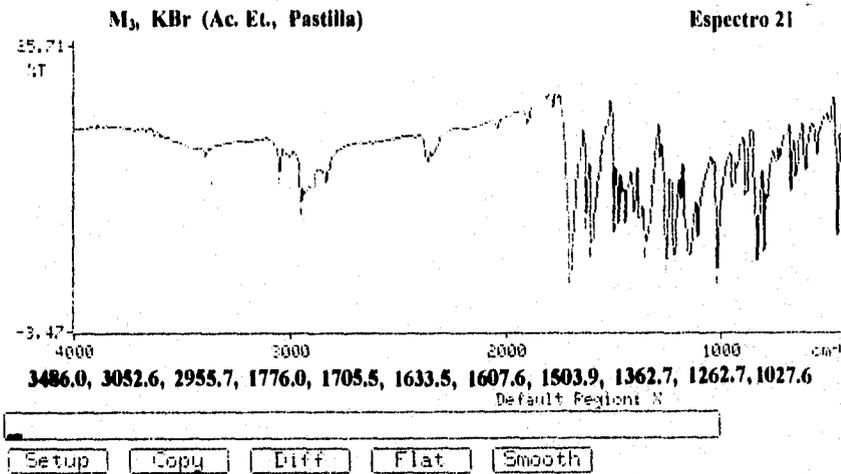
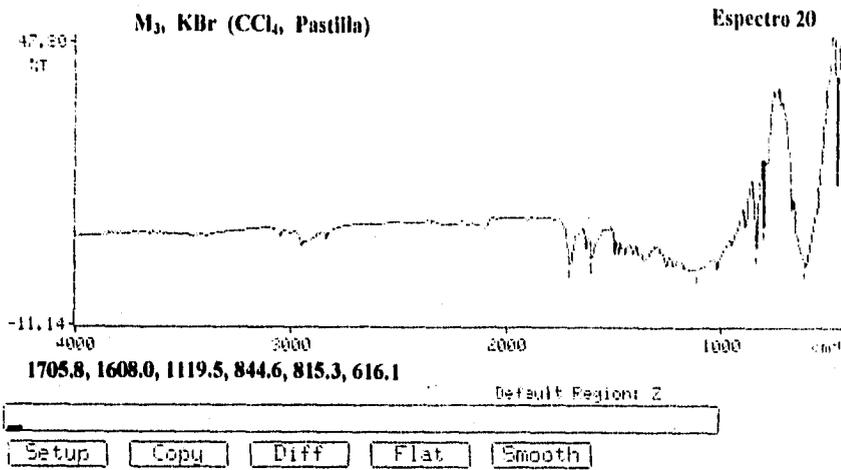


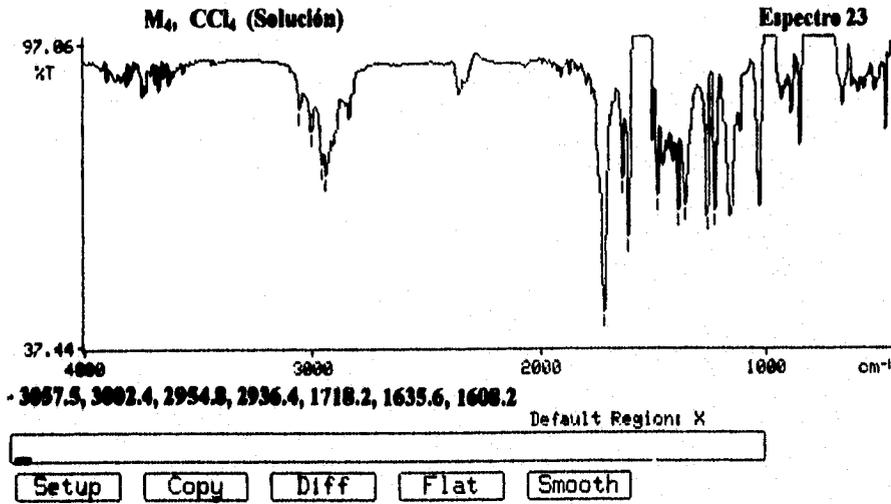
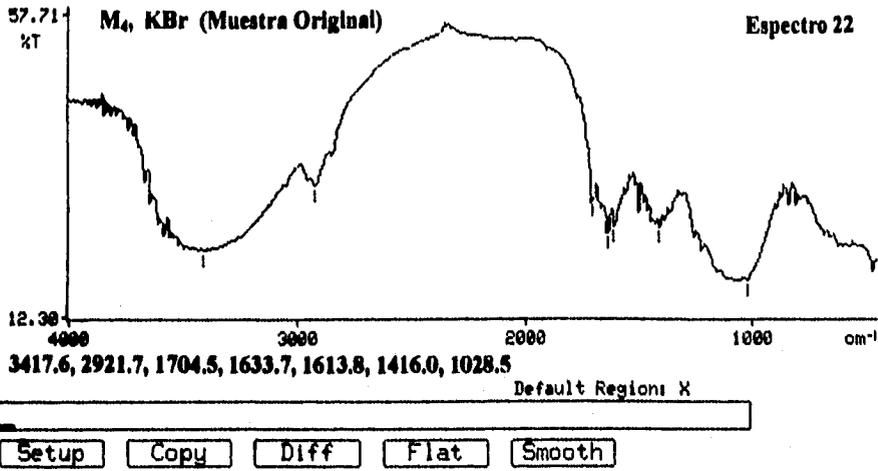


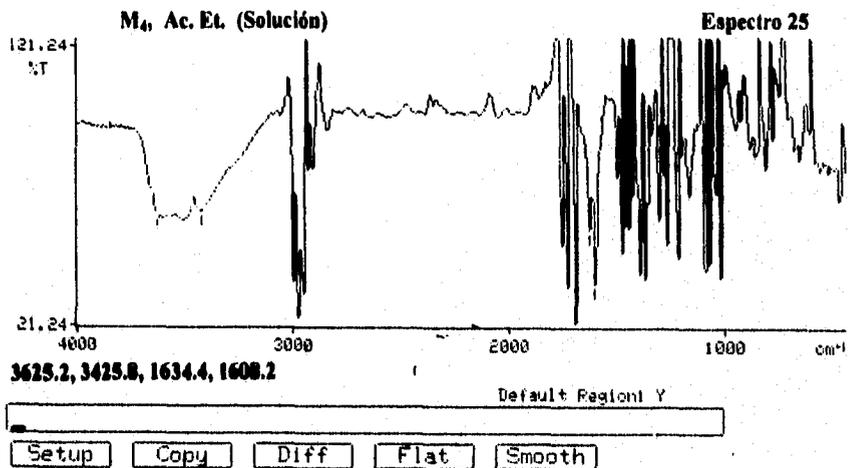
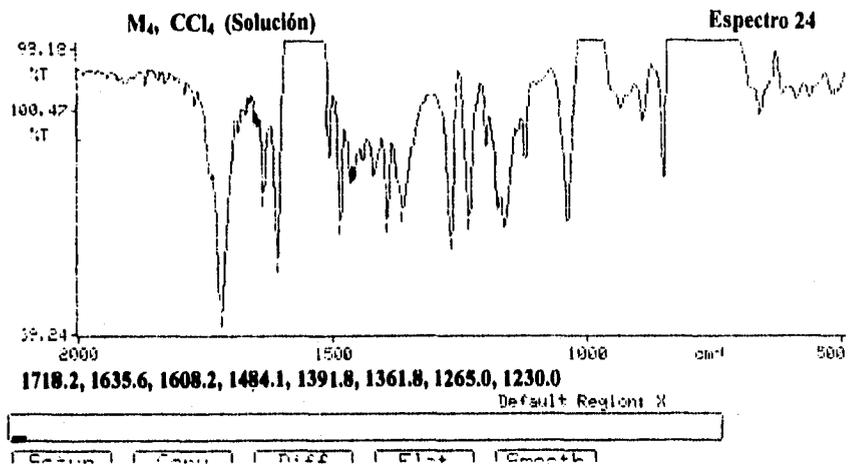


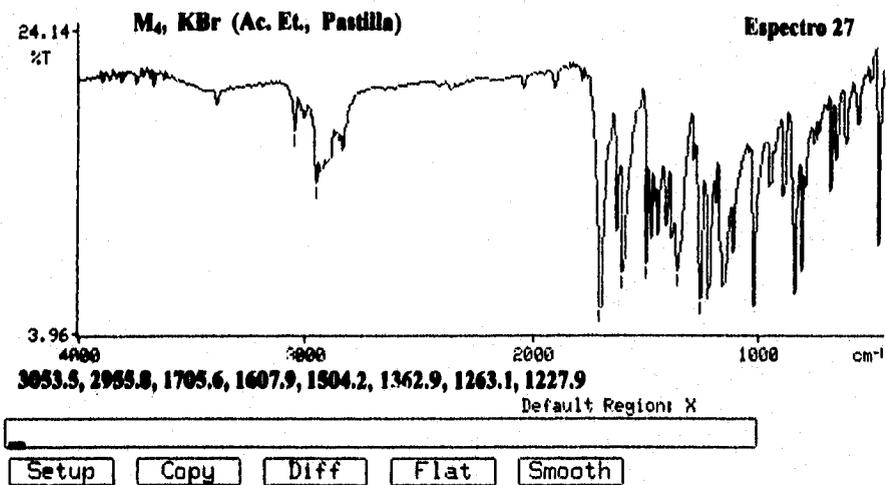
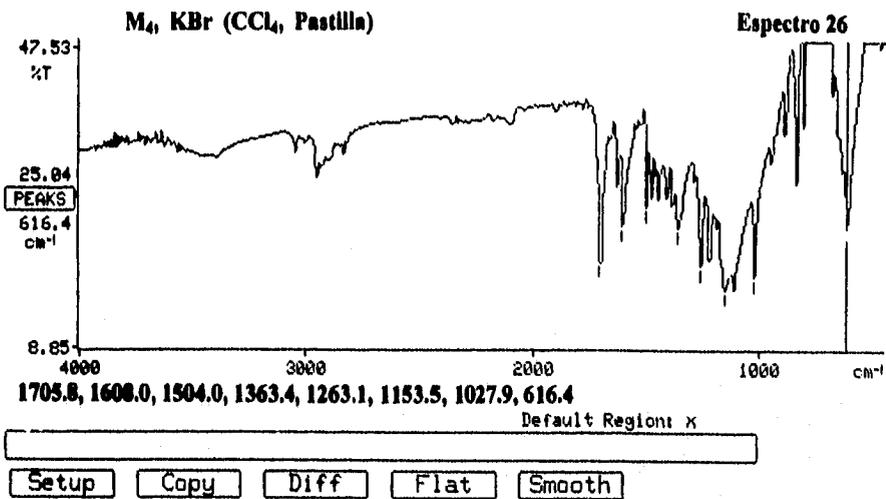


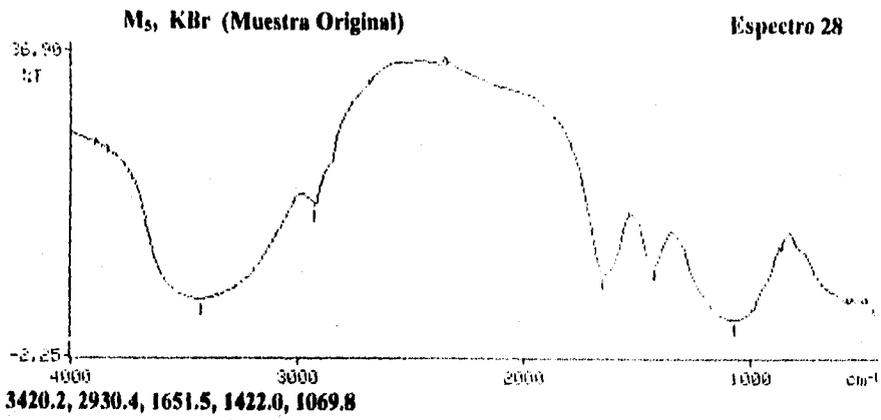






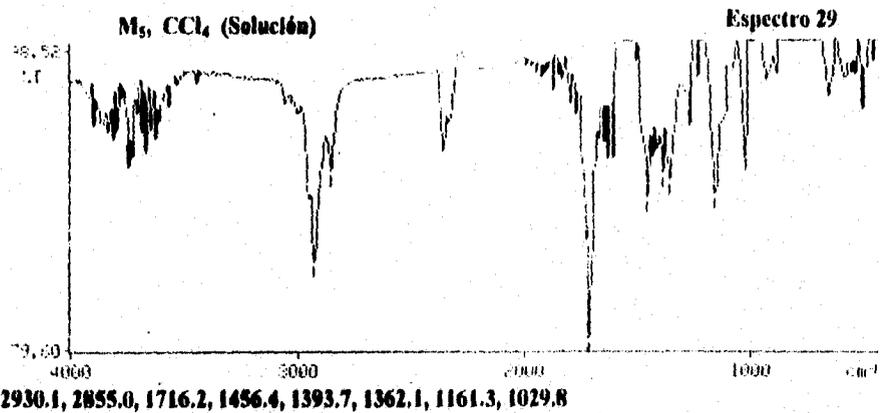






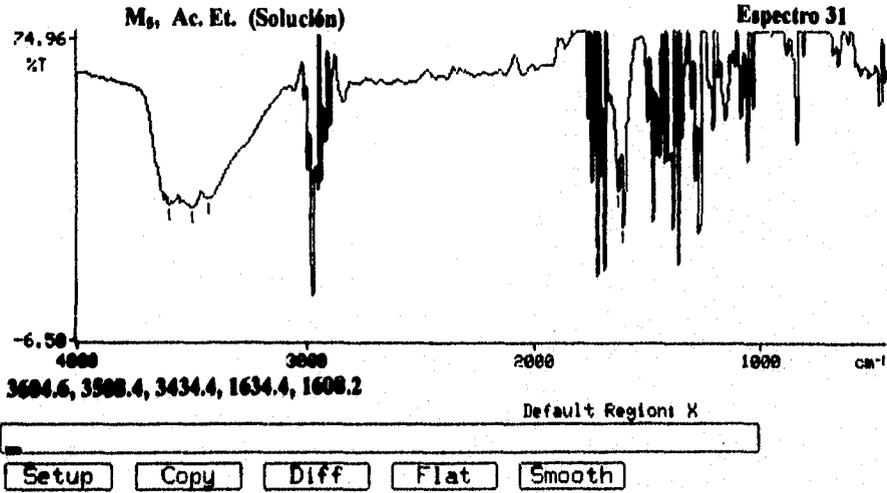
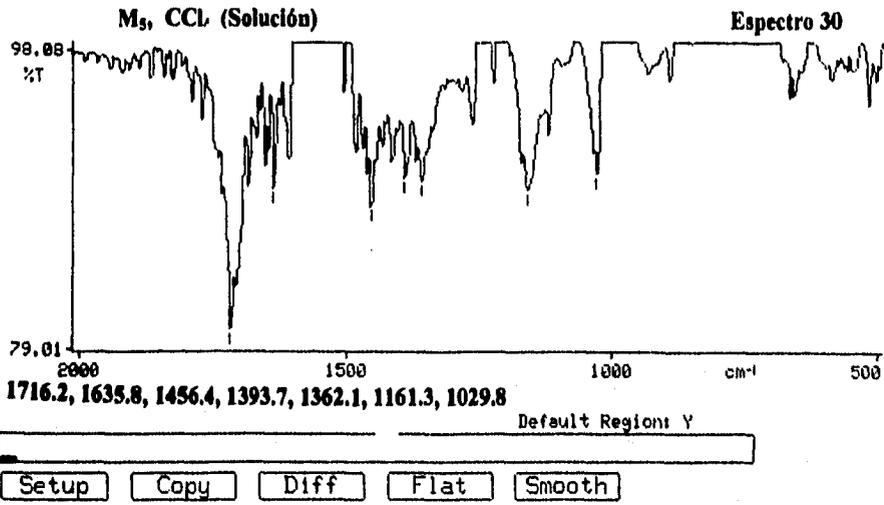
Default Region: 1

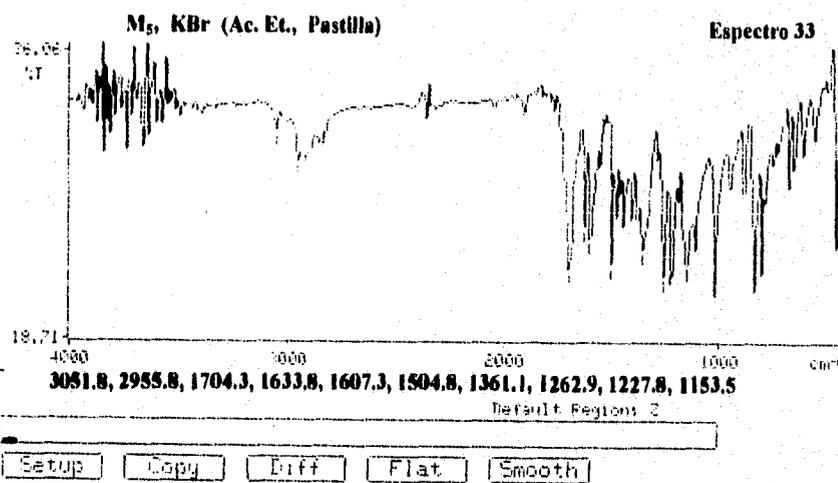
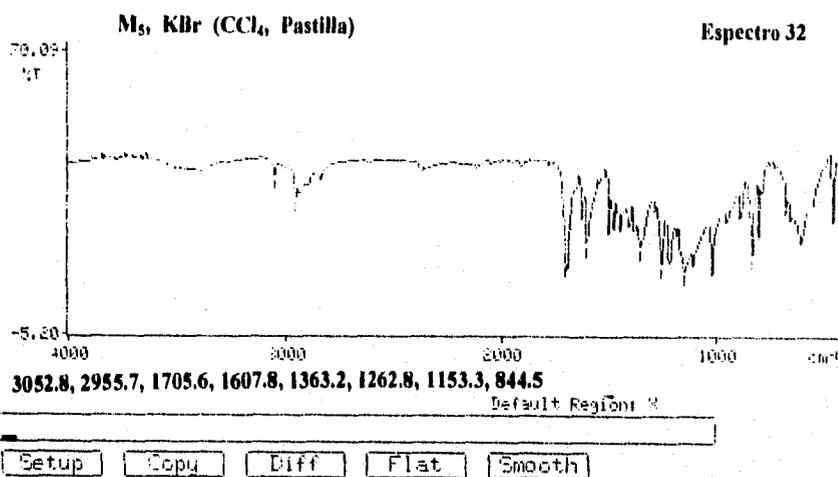
Setup Copy Diff Flat Smooth

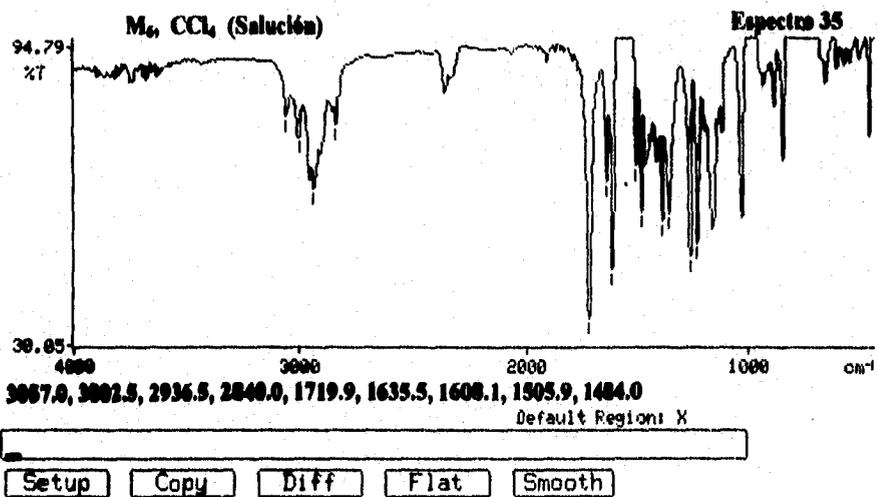
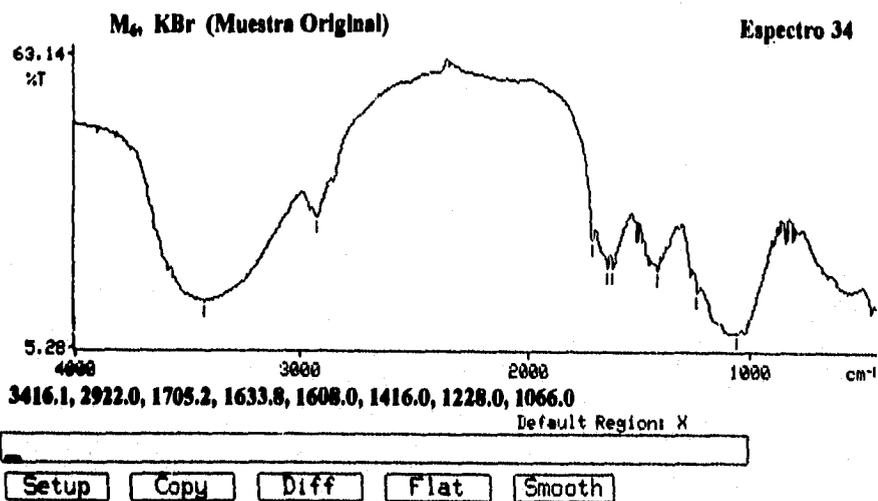


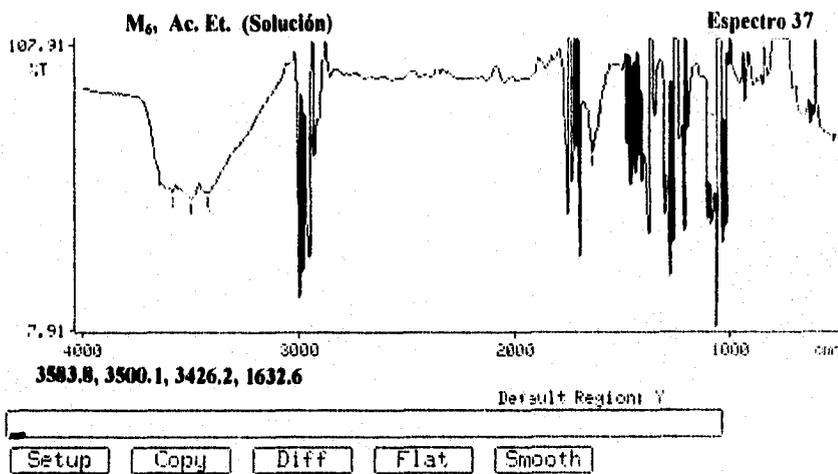
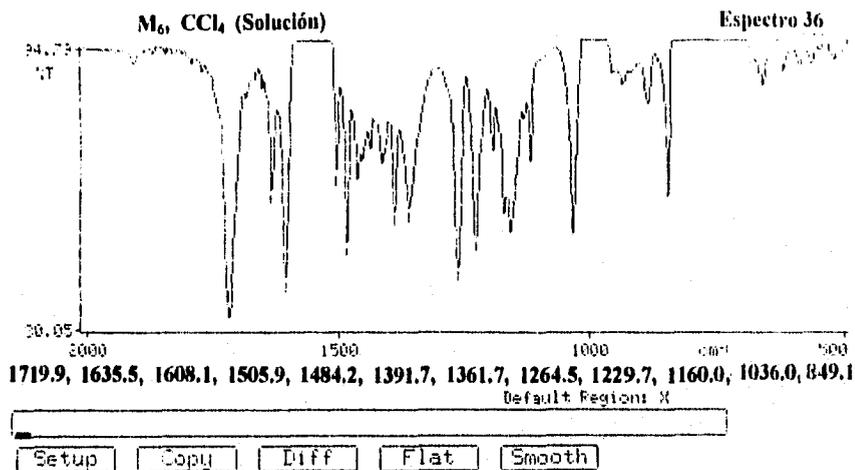
Default Region: 1

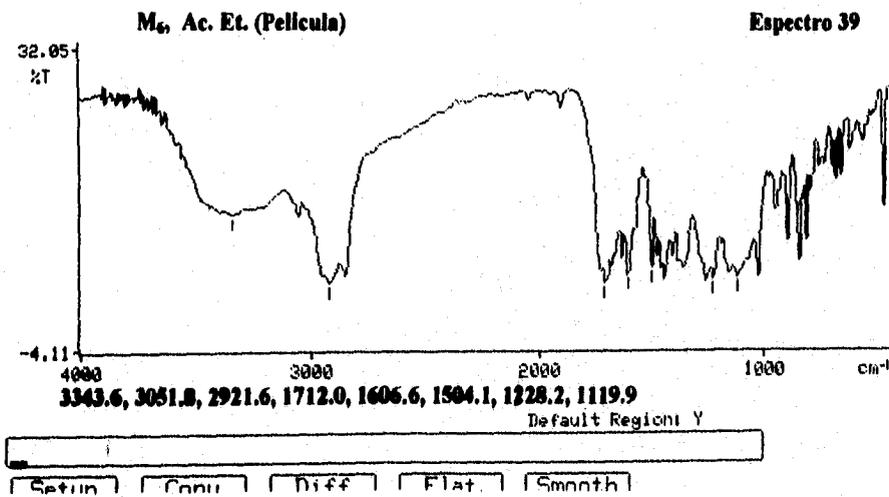
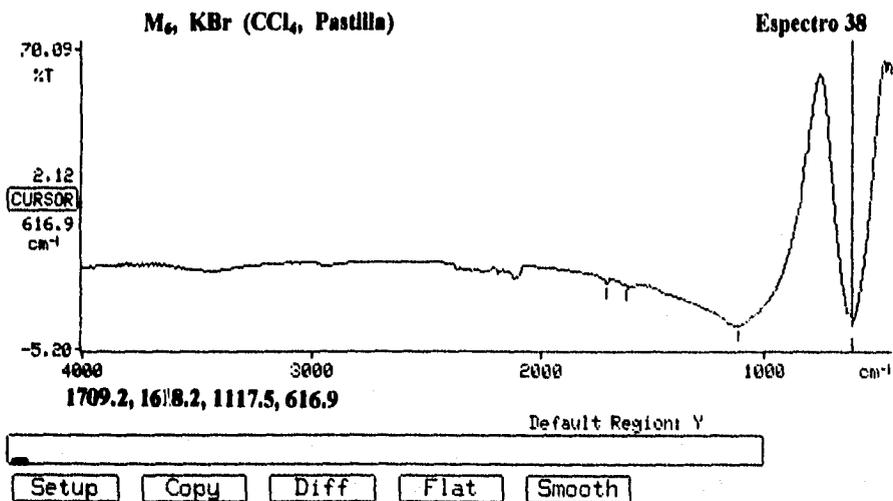
Setup Copy Diff Flat Smooth











VII.- ANALISIS DE RESULTADOS

Las pruebas preliminares llevadas a cabo dentro de la caracterización de los lodos residuales son de gran importancia porque con base a ellas se puede determinar el verdadero estado físico de una amplia gama de residuos. Estas pruebas sirven también, como base para determinar la cantidad de residuo necesario para llevar a cabo la prueba de extracción para constituyentes volátiles (PECT), así como para calcular la cantidad de reactivo de extracción que se debe utilizar para realizar la segunda extracción (extracción final) de los constituyentes a evaluar. Estas dos extracciones se realizaron con la finalidad de determinar si en los extractos se presentaban características diferentes entre sí.

Después de la prueba preliminar se procedió a calcular los valores de pH de cada uno de los extractos, para establecer la compatibilidad entre los mismos.

La compatibilidad entre los extractos, es un criterio muy importante dentro de la caracterización ya que permite inferir la presencia de constituyentes similares en los extractos y por consecuencia los posibles componentes que conforman a cada uno de ellos.

Los valores de pH encontrados para el primer extracto oscilan entre 5.4 a 6.1 y de 6.7 a 7.5 para el extracto final. Analizando estos valores podemos determinar que aunque los extractos presentan diferencias significativas de pH y por consiguiente variaciones importantes en la constitución de los mismos, tanto los constituyentes del extracto inicial como los del extracto final presentan cierta tendencia hacia la neutralidad lo cual permite inferir que existe cierta compatibilidad entre los extractos analizados.

A pesar de que los extractos analizados presentan en su constitución componentes que difieren de un extracto a otro, es importante mencionar que la posibilidad de que se presenten reacciones secundarias al combinar un extracto con otro es prácticamente nula, debido a que ambos expresan cierta compatibilidad.

Otra forma de establecer la incompatibilidad entre los extractos analizados, fue mezclar 100 ml de cada uno de ellos en un mismo recipiente (como lo indica la NOM-054-ECOL-1993) para observar si no se formaban fases múltiples en la mezcla que pudieran indicar la presencia en cada una de las fases de constituyentes totalmente heterogéneos y por lo tanto incompatibles entre sí. Al mezclar los distintos extractos se observó que fueron totalmente miscibles uno con otro y que no hubo formación de fases múltiples, con lo cual se reafirmaba el grado de compatibilidad existente entre los extractos.

Finalmente, estas dos pruebas de incompatibilidad que fueron realizadas, sirvieron para proporcionar la información suficiente para concluir que no existen grupos reactivos diferentes entre los extractos, y por lo tanto al llevarlos a la tabla de incompatibilidad publicada en la NOM-054-ECOL-1993 se observó que no hubo intersección entre grupos reactivos que diera origen a una reacción peligrosa y/o una posible incompatibilidad.

Para llevar a cabo la aplicación de los criterios de corrosividad establecidos en la NOM-052-ECOL-1993, se consideró necesario obtener el pH de los residuos a temperaturas de 25 °C y 55 °C. Conociendo que todas las sustancias químicas existentes presentan un cierto poder corrosivo que radica principalmente en las características propias de los constituyentes y en consecuencia en su clasificación de acidez y/o basicidad; en el primer caso se pretendió obtener el valor de pH a temperatura ambiente, con la finalidad de determinar si los lodos residuales analizados presentaban características ácidas o básicas que les confirieran la capacidad de provocar problemas de corrosividad en cualquier material que entrara en contacto con ellos.

Al establecer que a condiciones normales de presión y temperatura los lodos residuales no serían corrosivos, faltaba determinar si por efecto de un aumento en la temperatura del residuo, las características ácidas y/o básicas de los componentes presentes en los lodos se verían afectadas provocando con ello que los valores de pH se modificaran significativamente (fuertemente ácidos o fuertemente básicos) generando con ello que los lodos residuales adquirieran características potencialmente corrosivas. Esta determinación se llevó a cabo debido a que el aumento en la temperatura de una sustancia puede afectar directamente los valores de pH al modificar la concentración de iones hidrógeno libres capaces de degradar químicamente otros materiales con los que entran en contacto.

Analizando los valores de pH obtenidos, se observa que en ninguno de los casos se presentan valores de pH menores a 2 o mayores a 12, y que el rango encontrado a 25 °C varía de 6.0 a 6.8 (ligeramente ácidos) y que para muestras analizadas a 55 °C se observan valores de 5.6 a 6.4, con lo cual se determina que los lodos residuales presentan un carácter moderadamente ácido y por lo tanto en ningún momento se consideran corrosivos.

El método empleado para realizar la determinación de pH fue el método potenciométrico recomendado por la Norma Oficial Mexicana NOM-AA-08-1985. El equipo fue calibrado con soluciones buffer de pH 4, pH 7 y pH 10. Esta calibración se realizó considerando que se desconocía totalmente el rango de pH que presentaban los lodos residuales.

La reactividad de los lodos residuales fue también evaluada con base en los criterios establecidos por la NOM-052-ECOL-1993. Los resultados encontrados permiten determinar que los lodos residuales, aunque no tienen la capacidad de reaccionar violentamente generando gases, vapores o humos cuando entran en contacto con agua, ácidos, bases, o cuando poseen en su constitución cianuros o sulfuros; presentan cierto contenido de nitratos, los cuales están considerados por los criterios de reactividad e incompatibilidad establecidos en la NOM-054-ECOL-1993 como grupo reactivo con fuerte poder oxidante.

Para determinar si los lodos residuales tenían la capacidad de generar radicales libres, se utilizaron métodos normalizados para la determinación de especies iónicas tales como nitratos, fosfatos, amonio y fósforo total los cuales son elementos importantes dentro de la producción de beta-lactámicos. Los análisis se realizaron a los extractos líquidos obtenidos en la extracción preliminar de los constituyentes presentes.

Los resultados muestran que en general las especies iónicas evaluadas se encuentran en altas concentraciones en la muestra, esto concuerda ampliamente con lo citado (Jorgensen, 1979 y Nemerow 1991). No obstante, es necesario enfatizar que la baja concentración de fosfatos detectada en la muestras, se debe a que los lodos residuales tienen un alto contenido de fósforo orgánico por lo cual habría que oxidar primero estos últimos para poder detectar el fósforo en forma de ortofosfatos.

Dentro de los criterios de explosividad se maneja la presencia de materiales detonantes y explosivos y el poder de detonación de los mismos. Sin embargo, estos criterios no fueron aplicados en forma específica, debido, a que los lodos residuales analizados fueron generados en una planta de tratamiento de agua de una industria farmacéutica productora de beta-lactámicos, por lo cual la presencia de materiales con poder detonante en los lodos es prácticamente nula.

En la evaluación de metales pesados, los resultados obtenidos muestran que en la digestión húmeda simple en relación a la digestión húmeda Kjeldahl se obtienen concentraciones más altas de metales (excepto fierro y cadmio). Esto se debe básicamente a que durante la digestión Kjeldahl no sólo se degrada la materia orgánica, sino que también se liberan vapores metálicos peligrosos que son recolectados y desechados por el condensador del sistema, existe también una proyección de muestra en el cuello del matraz y que es difícil controlarla lo que origina una pérdida en la concentración de los metales.

En el caso de la digestión simple, la muestra se encuentra en un sistema de reflujo continuo en el cual la materia orgánica se va degradando paulatinamente favoreciendo con esto la concentración de los metales y provocando la liberación de iones hidrógeno lo que permite una evaluación confiable.

Para el caso del hierro, en la digestión Kjeldahl los lodos residuales presentan altas concentraciones del mismo en relación a la digestión simple. Esto se debe a que los lodos fueron previamente secados en un horno a 100 °C el cual se encontraba en estado de oxidación provocando con esto la contaminación de las muestras con este elemento. En digestión Kjeldahl los lodos residuales presentaron altas concentraciones de hierro debido a que las partículas del metal que se depositaron en los lodos secos incrementaron considerablemente la concentración del metal en las muestras; caso contrario de la digestión simple, donde la extracción líquida realizada a los lodos permitió que las partículas de hierro quedaran atrapadas en los poros del filtro provocando que la concentración del metal fuera menor en relación a la digestión Kjeldahl.

A pesar de que las concentraciones de metales pesados difieren mucho de una técnica a otra, los resultados obtenidos se pueden considerar aceptables. La literatura (Jorgensen, 1979) establece que los residuos generados en la industria farmacéutica productora de antibióticos, normalmente no presentan en su constitución grandes cantidades de metales pesados, por lo que la literatura en muchos casos no los considera como constituyentes de los residuos y por lo tanto no establece un posible rango de concentración de metales.

Analizando los resultados se observa que ninguno de los metales pesados considerados como constituyentes inorgánicos por la NOM-052-ECOL-1993, rebasa los Límites Máximos Permisibles establecidos. El hecho de utilizar al Zinc como catalizador y al mismo tiempo como elemento traza dentro del proceso de producción, genera que las muestras presenten en su constitución altas concentraciones de dicho metal. El cobre y el aluminio se encuentran en bajas concentraciones debido a que el primero solo participa como elemento traza en el medio de cultivo, mientras que el aluminio es utilizado en algunas ocasiones como catalizador sustituyendo al zinc, o como sal de penicilina en lugar de las penicilinas típicas conocidas donde los elementos predominantes son el sodio y potasio.

La importancia de conocer en este trabajo la concentración de zinc, cobre y hierro se debe principalmente, a que son utilizados como elementos traza dentro del proceso de producción. La presencia de estos elementos en las cantidades ya mencionadas le confieren a los lodos residuales provenientes de las plantas de tratamiento de aguas residuales de la industria farmacéutica características aceptables para ser depositados en rellenos sanitarios.

En la caracterización de constituyentes orgánicos volátiles no se pudo utilizar la técnica de Cromatografía de gases para la determinación de los mismos, debido principalmente, a que las muestras se encontraban completamente secas (a 100 °C) provocando que los constituyentes orgánicos de bajo punto de ebullición se volatizaran fácilmente.

Finalmente, realizando el análisis de resultados de los constituyentes inorgánicos se llega a la conclusión de que los lodos residuales no pueden ser considerados peligrosos por su toxicidad. Sin embargo, es muy importante que cualquier tipo de residuo analizado, sea caracterizado a partir del estado físico real bajo el cual fueron generados.

En el criterio de inflamabilidad se presentó la misma problemática de los constituyentes orgánicos volátiles, esto provocó que no fuera posible detectar si la muestra contenía más del 24 % de alcohol impidiendo de esta forma que el criterio de inflamabilidad fuera aplicado en su totalidad. No obstante, se logró determinar que los lodos residuales al encontrarse en estado sólido no generan fuego por fricción a condiciones normales de presión y temperatura por lo cual no se consideran peligrosos por su inflamabilidad.

Al analizar los resultados obtenidos en los pruebas biológicas, se puede determinar que los lodos residuales no presentan características biológico-infecciosas por lo cual no se consideran residuos peligrosos de tipo biológico. Sin embargo, aunque la empresa que genera estos lodos emplea la hidrólisis alcalina para romper el anillo beta-lactámico, la presencia de hongos en los cultivos realizados hacen notar que los anillos beta-lactámicos procedentes de los residuos de micelio no se encuentran totalmente desactivados.

Se utilizó la técnica analítica de espectroscopía en el infrarrojo con sus diferentes métodos, la cual proporciona información acerca de la naturaleza de los grupos funcionales en la estructura molecular de los componentes presentes en una muestra cualquiera, el uso de esta técnica resultó de gran importancia para determinar la presencia del anillo beta-lactámico en los lodos residuales así como también para verificar la completa desactivación del antibiótico mencionado. La determinación por infrarrojo se basa en la identificación de bandas típicas (señales) del grupo funcional que caracteriza al componente buscado y las cuales se localizan en rangos específicos del espectro. Para el caso del anillo beta-lactámico la banda típica del grupo carbonilo ($>C=O$) se localiza a $1770-1780\text{ cm}^{-1}$ (Tanexu, 1961).

Realizando el análisis de los espectros obtenidos, se concluye que sólo la muestra tres presenta residuos de anillos beta-lactámicos sin desactivar, mientras que en las otras muestras sólo están presentes las bandas que podrían ser asignadas a aquellos grupos funcionales derivados de la desactivación del antibiótico. Sin embargo, a pesar de que en la muestra tres se presentan moléculas del anillo beta-lactámico sin desactivar, la cantidad encontrada de los mismos se considera pequeña si se compara con el número y volumen de muestras tomadas.

Este análisis permite confirmar que los lodos residuales no están completamente desactivados y que posiblemente el tratamiento de hidrólisis alcalina se está aplicando en forma heterogénea e incompleta, por lo cual se tendría que modificar la concentración del compuesto utilizado en la hidrólisis, el tiempo de retención del mismo, así como la agitación empleada en la desactivación del antibiótico.

A pesar que los lodos residuales presentan altas cantidades de nitratos, esta característica no resulta del todo negativa, debido a que existen alternativas apropiadas de manejo y disposición. No obstante, la verdadera peligrosidad de los lodos residuales radica en que poseen en su constitución ciertas cantidades de beta-lactámicos que por efectos de temperatura al ser expuestos al ambiente pudieran ser liberados a la atmósfera provocando con ello que algunos microorganismos (bacterias gram positivas y gram negativas) pudieran mutar consecuentemente hasta lograr una inmunización a los beta-lactámicos y por lo tanto mayor resistencia a este tipo de antibiótico lo que se reflejaría definitivamente en la salud de los hombres y organismos expuestos a estas bacterias. Por esta razón es importante que se realice una buena desactivación de los antibióticos evitando la presencia de efectos adversos a la salud y al ambiente.

VIII.- CONCLUSIONES

1) Bajo la condiciones experimentales en que fueron analizados, los lodos residuales **NO** presentan características de Corrosividad, Explosividad, Toxicidad, Inflamabilidad y Biológica-infecciosas.

2) Los lodos residuales presentan en su constitución altas cantidades de nitratos de acuerdo a los criterios de Reactividad e Incompatibilidad establecidos en la NOM-054-ECOL-1993, por lo cual se concluye que estos lodos residuales se consideran Peligrosos por su Reactividad.

3) No existe una desactivación completa y homogénea del anillo beta-lactámico en los lodos residuales, de donde el tratamiento de hidrólisis alcalina empleada en la desactivación de beta-lactámicos no ha sido el adecuado.

4) A pesar de ser considerados peligrosos por su Reactividad, la gran cantidad de materia orgánica, nutrimentos y elementos traza presentes en los lodos residuales, permite determinar que estos lodos presentan las características propias para ser dispuestos en rellenos sanitarios y no abandonarlos en sitios o tiraderos clandestinos.

5) Con los resultados obtenidos en la caracterización de los lodos residuales se establece que las técnicas analíticas implementadas en los análisis físicos, químicos y biológicos, proporcionan datos confiables que pueden ser comparados con los descritos en la literatura.

IX.- SUGERENCIAS

1) En este trabajo, no se realizó la determinación de los constituyentes orgánicos volátiles (como criterio de toxicidad) y el de contenido de alcohol (24% de alcohol, como criterio de inflamabilidad), debido a que los lodos residuales fueron previamente secados (100 °C) provocando con esto que los constituyentes orgánicos volátiles y los grupos OH se eliminaran al presentarse un aumento en la temperatura. Por lo tanto, es importante recomendar que cualquier residuo a analizar, debe ser caracterizado en el estado físico original bajo el cual fueron generados.

2) Una buena desactivación del anillo beta-lactámico se obtiene hidrolizando el antibiótico para generar en su lugar una sal de ácido llamada Acido Peniciloico, o provocando por tratamiento térmico la ruptura del enlace carbono-nitrógeno; por lo cual resulta fundamental enfatizar que para romper la estructura beta-lactámica existen varios factores de desactivación:

- a) consiste en provocar por medio de hidrólisis un cambio brusco en el pH de la solución utilizando principalmente una solución concentrada de Hidróxido de Sodio (NaOH) obteniéndose así ácido peniciloico al romper el enlace carbono-nitrógeno.
- b) provocar la inestabilidad del anillo por efecto de calor lo que desencadena la ruptura del enlace carbono-nitrógeno obteniendo de esta forma la completa degradación de la materia orgánica y por consecuencia la desactivación del antibiótico.
- c) el uso de la enzima (producida por algunas bacterias gram positivas y gram negativas) llamada penicilinasas que tiene la capacidad de romper el enlace carbono-nitrógeno del anillo beta-lactámico.
- d) utilizar la enzima llamada amidasa (generada por bacterias tales como *Escherichia coli*) la cual hidroliza la cadena lateral del anillo dejando el esqueleto intacto como Acido 6-Amino Penicilánico.

3) El empleo adecuado de cualquiera de los métodos antes mencionados permite asegurar la desactivación completa del anillo beta-lactámico, sin embargo, debe hacerse énfasis en el uso del método más eficiente, económico y sencillo para la desactivación del antibiótico. Es por esta razón que se recomienda utilizar como alternativa para la desactivación completa del anillo beta-lactámico la técnica de pirólisis ya que permite realizar por efectos de calor la degradación total de la materia orgánica, así como también, minimizar la generación de residuos secundarios y de emisiones a la atmósfera.

4) Los lodos residuales procedentes de las plantas de tratamiento de agua y los residuos de micelio generados en la producción de antibióticos, pueden ser sometidos a digestión para producir metano logrando reducir con esto hasta un 55 % de la materia orgánica presente y utilizando la producción de biogas como fuente de calor para calderas y otros equipos de combustión.

5) Así mismo, los lodos residuales (previa y adecuadamente tratados) generados en la producción de penicilinas y otros antibióticos pueden ser secados y triturados para ser utilizados como suplemento en alimentos para ganado.

6) La determinación de nitratos, fosfatos, fósforo total y amonio hace evidente que los lodos residuales analizados presentan gran cantidad de nutrientes y materia orgánica y que a pesar de las altas cantidades de nitratos, los residuos pueden presentar alternativas de manejo, tales como: mejoradores, formadores o acondicionadores de suelos, fertilizantes para optimizar el crecimiento de las plantas, y/o, como enriquecedores para fertilizantes comerciales. Aunque los lodos residuales pueden ser adicionados en forma directa al suelo preparándolos previamente con otros elementos necesarios de los que carecen, pueden utilizarse también, estableciendo relaciones de uso (Suelo-Lodos Residuales) expresadas en por ciento de peso seco de sólidos.

7) Es recomendable continuar la búsqueda y desarrollo de técnicas analíticas que permitan el uso de pruebas sencillas y prácticas que proporcionen datos confiables en las determinaciones, pero sobre todo que sean validadas y estandarizadas para ser aplicadas en su totalidad a la caracterización de residuos sólidos, líquidos y gaseosos, peligrosos y no peligrosos.

X.- APORTACIONES A LA NORMATIVIDAD

1) La NOM-052-ECOL-1993, clasifica los residuos que provienen de la industria farmacéutica como peligrosos por su toxicidad, pero no toma en cuenta que los residuos generados en la producción de antibióticos contienen restos de principios activos (beta-lactámicos y otros antibióticos) que al ser depositados al medio ambiente sin tratamiento alguno pueden causar en forma indirecta daños a la salud; por lo cual, aunque no contienen microorganismos que produzcan toxinas y no presentan propiedades infecciosas, podrían ser considerados como residuos peligrosos del tipo biológico-infeccioso por los efectos indirectos que ocasionan al hombre.

2) La NOM-052-ECOL-1993 establece dentro de sus criterios de peligrosidad, que un residuo puede considerarse peligroso por su reactividad por presentar la capacidad de producir radicales libres. Sin embargo, si se realiza un análisis detallado de este criterio se puede observar que por reacciones químicas no cualquier residuo es capaz de producir radicales libres, por lo cual debe puntualizarse debidamente que tipos de radicales libres pueden considerarse peligrosos por su reactividad.

XI.- APENDICE

11.1 Muestreo y Preparación de Muestras

11.1.1 Muestreo, Método del Cuarteo (NOM-AA-015-1985).

- La NOM-AA-015-1985, establece:

a) El **METODO DEL CUARTEO** para el muestreo de residuos sólidos municipales.

c) Que para realizar el cuarteo, la muestra debe ser representativa de la zona, o sustrato que se trabaje.

b) Tomar seis muestras y analizar tan pronto como sea posible. Si se requiere preservar las muestras, refrigerar a 4 °C y por un período máximo de 14 días.

Material y Equipo

Bolsas de Polietileno de 1.10 m X 0.90 m y calibre mínimo del No. 200.

Palas Curvas

Bieldos

Equipo de Protección Personal

Procedimiento

a) Llenar las bolsas de polietileno con el residuo a analizar para su posterior homogeneización.

b) Para realizar el cuarteo, tomar las bolsas de polietileno que contienen los residuos sólidos.

c) Vaciar el contenido de dichas bolsas, formando un montón sobre un área plana horizontal de 4 m x 4 m de cemento pulido o similar y bajo techo.

d) Remover los residuos sólidos hasta homogeneizarlos, y a continuación dividir en cuatro partes aproximadamente iguales (A, B, C, D) y eliminar las partes opuestas A y C ó B y D, repetir esta operación hasta dejar un mínimo de muestra posible.

e) De las partes eliminadas del primer cuarteo, tomar una muestra representativa de residuos sólidos para realizar los análisis físicos, químicos y biológicos.

f) Trasladar las muestras al laboratorio en bolsas de polietileno debidamente selladas e identificadas evitando que queden expuestas al sol durante su transporte, cuidando el manejo de la bolsa para que no sufra roturas y evitando que el tiempo máximo de transporte de la muestra al laboratorio no exceda de 8 horas.

NOTAS: Como el volumen de residuos manejados en la **NOM-AA-015-1985** es muy grande, para el caso del presente estudio, se modificó la cantidad de residuo a muestrear con base en los requerimientos para realizar las pruebas y los análisis físicos, químicos y biológicos en el laboratorio.

Las muestras se preparan para su extracción inmediatamente después de su llegada al laboratorio conforme lo indica la **NOM-AA-52-1985** y los extractos obtenidos de las mismas se analizan tan pronto como sea posible.

11.1.2 Preparación de Muestras en el Laboratorio para su Análisis (NOM-AA-52-1985).

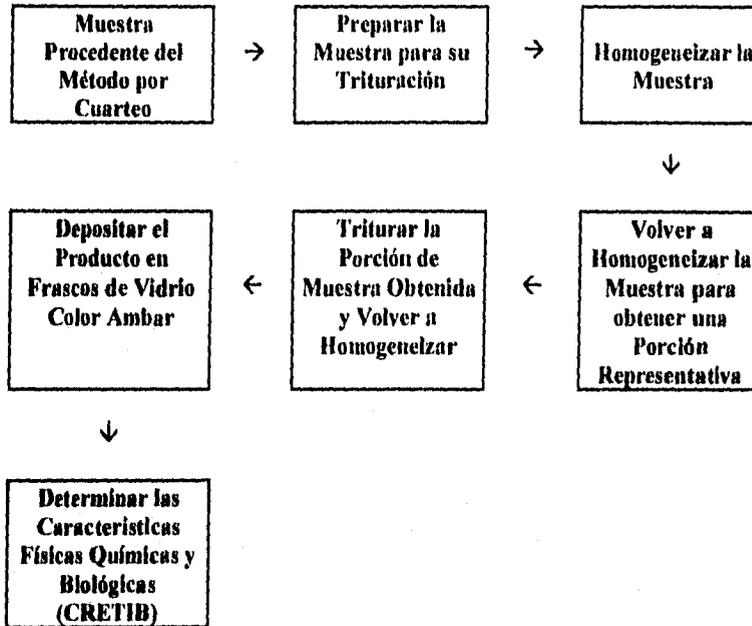
Material y Equipo

Equipo de Protección Personal
Mortero y Pistilo
Pala de Jardinero
Frascos de Vidrio de Color Ambar y Cuello Esmerilado de 2 Litros

Procedimiento

- a) Verter en un área limpia y seca del laboratorio cada muestra a analizar y triturar en forma adecuada cuando sea necesario.
- b) Con una pala de jardinero, homogeneizar los residuos sólidos y obtener mediante el método del cuarteo una muestra representativa.
- c) Triturar esta última porción de muestra para obtener un producto más homogéneo y guardar en frascos de vidrio de color ámbar para realizar posteriormente los análisis físicos, químicos y biológicos.

Diagrama 7. Preparación de Muestras para su Análisis en el Laboratorio



11.2 Evaluaciones Preliminares

11.2.1 Determinación del Por ciento de Sólidos (NOM-053-ECOL-1993).

Material y Equipo

Matraz Kitazato de 500 ml
 Embudo Buchner
 Mangueras para Vacío
 Filtro de Fibra de Vidrio Borosilicato sin Aglutinantes de 0.6 a $0.8 \pm m$
 Agitadores de Vidrio
 Vaso de Precipitados de 500 ml
 Balanza Analítica con Precisión de 0.001 g y un Rango de 100 g
 Balanza Granataria con Precisión de 0.1 g y un Rango de 1000 g

Procedimiento

- a) Pesarse el recipiente donde se manipula el residuo para su filtración.
- b) Pesarse 100 gramos de residuo como mínimo.
- c) Pesarse el filtro (a peso constante) y el recipiente que recibió el filtrado.
- d) Realizarse una filtración sólido-líquido para llevar a cabo la prueba preliminar del porcentaje de sólidos, utilizando para ello un filtro único de fibra de vidrio y agregando la muestra de residuo en forma uniforme sobre la superficie del filtro.
- e) Si más del 1% de la muestra se ha adherido al recipiente usado para transferirla al aparato de filtración, determinar el peso de este residuo y restar del peso inicial de la muestra para conocer el peso efectivo del residuo que se filtró.
- f) Si el residuo no produce líquidos o lixiviados cuando está sujeto a la presión de filtración (es decir es 100% sólido), triturar o moler el residuo en caso de que este requiera reducción del tamaño de partícula y realizar posteriormente la selección del reactivo de extracción.
- g) Si el residuo produce líquidos o lixiviados, detener la filtración cuando el vacío empiece a pasar por el filtro y/o cuando cese el flujo de líquido y, cuando durante un periodo mínimo de 2 minutos o más no exista un filtrado adicional.
- h) Definir el material retenido en el filtro la fase sólida del residuo y el filtrado como la fase líquida.
- i) Determinar el peso de la fase líquida, restando el peso del recipiente vacío del peso total del recipiente con el filtrado. Obtener el peso de la fase sólida restando el peso de la fase líquida del peso original de la muestra filtrada.
- j) Calcular el porcentaje de sólidos como sigue:

$$\text{Por ciento de Sólidos} = \frac{\text{Peso de la Fase Sólida}}{\text{Peso Real del Residuo Filtrado}} \times 100$$

k) Si el porcentaje de sólidos es igual o mayor que 0.5%, proseguir con la reducción del tamaño de la partícula (en caso de ser necesario) o con la determinación del porcentaje de sólidos secos.

l) Si el porcentaje de sólidos es menor que 0.5% continuar con la extracción y determinación de los constituyentes inorgánicos.

NOTA: Algunos residuos como los aceitosos y de pintura, contienen material que tiene la apariencia de líquido, pero si después de someter a vacío o presión el residuo no pasa a través del filtro, clasificarlo como sólido.

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

11.2.2 Determinación del Por ciento de Sólidos Secos (NOM-053-ECOL-1993).

Material y Equipo

Desecador
Pinzas para Crisol
Balanza Analítica con Precisión de 0.001 g y un Rango de 100 g
Estufa con Control de Temperatura para Trabajar a ± 100 °C

Procedimiento

- a) Remover la fase sólida y el filtro del aparato de filtración.
- b) Secar el sólido con el filtro a 100 ± 5 °C hasta que dos pesadas sucesivas no varíen en $\pm 1\%$. Registrar el peso final.
- c) Calcular el por ciento de sólidos secos como sigue:

$$\text{Por ciento de Sólido Seco} = \frac{\text{Peso del Residuo Seco con Filtro} - \text{Peso del Filtro}}{\text{Peso Real del Residuo Filtrado}} \times 100$$

d) Si el por ciento de sólidos secos es menor que 0.5% proseguir con la prueba para constituyentes inorgánicos. Si el porcentaje de sólidos es mayor o igual a 0.5% y si la prueba de constituyentes inorgánicos se lleva a cabo, tomar una porción fresca del residuo, determinar si la reducción del tamaño de la partícula es necesaria y seleccionar el reactivo de extracción apropiado.

e) Si el residuo requiere reducción del tamaño de la partícula se debe moler o triturar los sólidos obtenidos después de calcular el por ciento de sólidos secos.
- Solo triturar el residuo, si presenta partículas que no logren pasar por un tamiz estandar de 9.5 mm.

11.2.3 Selección del Reactivo de Extracción (NOM-053-ECOL-1993).

Material y Equipo

Probeta de 100 ml
Matraz Erlenmeyer de 250 ml
Vaso de Precipitados de 200 ml
Vidrio de Reloj

Pipeta Volumétrica de 10 ml
Termómetro de -10 a 150 °C
Agitador Magnético
Tamiz Estandar de 9.5 mm (0.6 a 0.8 ± m)
Potenciómetro con Exactitud de 0.05 Unidades a 25 °C
Parrilla de Calentamiento con Agitador
Balanza Analítica con Precisión de 0.001 g y un Rango de 100 g
Balanza Granataria con Precisión de 0.1 g y un Rango de 1000 g

Reactivos

Agua Desionizada
Acido Clorhídrico 1 N
Solución Buffer pH 7
Solución Buffer pH 10

Reactivo de Extracción Uno: Añadir 5.7 ml de ácido acético glacial a 500 ml de agua desionizada, agregar 64.3 ml de NaOH 1 N y aforar a un litro. Cuando se prepara en forma correcta el pH de la solución es de 4.93 ± 0.05 .

Reactivo de Extracción Dos: Diluir 5.7 ml de ácido acético glacial con agua desionizada a y aforar a un litro. Cuando se prepara en forma correcta el pH de este reactivo es de 2.88 ± 0.05 .

NOTA: Verificar frecuentemente los reactivos de extracción, cuidando antes de usarlo que el pH de la solución sea el correcto y que no presenten impurezas.

Procedimiento

a) Pesar una fracción de la fase sólida, reducir si es necesario a un tamaño de partícula de aproximadamente 1 mm de diámetro o menos y transferir 5.0 g a un matraz erlenmeyer o vaso de precipitados.

b) Añadir 96.5 ml de agua desionizada al matraz, cubrir con vidrio de reloj y agitar vigorosamente con un agitador magnético durante 5 minutos.

c) Medir el pH, si el pH es menor de 5.0 usar el reactivo de extracción 1 y proseguir con el procedimiento para la extracción de constituyentes inorgánicos.

d) Si el pH es mayor de 5.0, añadir 3.5 ml de HCl 1 N, mezclar y cubrir con vidrio de reloj, calentar a 50 °C y mantener esta temperatura durante 10 minutos.

e) Dejar la solución enfriar a temperatura ambiente y medir el pH, si es menor de 5.0 usar el reactivo de extracción uno, si es mayor de 5.0 usar el reactivo de extracción dos y proseguir con la extracción de los constituyentes inorgánicos.

11.2.4 Extracción de los Constituyentes Inorgánicos (NOM-053-ECOL-1993).

Material y Equipo

Matraz Kitazato de 500 ml
Embudo Buchner
Mangueras para Vacío
Filtro de Fibra de Vidrio Borosilicato sin Aglutinantes de 0.6 a $0.8 \pm m$
Agitadores de Vidrio
Vaso de Precipitados de 500 ml
Tamiz Estandar de 9.5 mm
Balanza Granataria con Precisión de 0.1 g y rango de 1000 g

Reactivos

Agua Desionizada
Acido Nítrico 1 N

Procedimiento

Extracción Inicial de los Constituyentes Inorgánicos

- a) Pesar el vaso de precipitados que se utilizara para el manejo de la muestra a filtrar.
- b) Pesar el matraz que recibira el filtrado.
- c) Ensamblar el embudo con su filtro (a peso constante) al aparato de extracción.
 - Si se va a evaluar la movilidad de los metales es necesario realizar a los filtros un lavado ácido antes de usarse, enjuagando con ácido nítrico 1 N seguido por tres enjuagues consecutivos de un litro de agua desionizada. Se recomienda utilizar un solo filtro para las extracciones.
- d) Con base a las evaluaciones preliminares:
 - Si el residuo contiene menos del 0.5% de sólidos secos, la porción líquida del residuo después de la filtración se define como el extracto PECT. Filtrar suficiente muestra para que la cantidad de líquido filtrado alcance para realizar todos los análisis requeridos.
 - Si el residuo contiene más del 0.5% de sólidos secos, usar la información del porcentaje de sólidos (obtenida en las evaluaciones preliminares) para determinar el tamaño óptimo de la muestra que se llevara a filtración.
- e) Pesar y registrar la cantidad de muestra que se llevara a filtración.

f) Permitir que la fase sólida sedimente. Si el residuo sedimenta lentamente utilizar la centrifugación antes de la filtración.

g) Transferir cuantitativamente la muestra de residuo (fase líquida y sólida) al equipo de filtración y verter la muestra en forma uniforme sobre la superficie del filtro.

h) Realizar la filtración al vacío verificando que la presión sea constante y sin fugas.

i) Si el residuo no produce líquido cuando está sujeto a la presión de filtración (es decir, es 100% sólido), triturar el residuo en caso de que este requiera una reducción del tamaño de la partícula. Realizar posteriormente la selección del reactivo de extracción.

- Algunos residuos tales como los aceitosos y de pintura, contienen material que tienen la apariencia de líquido, pero si después de aplicar el vacío este residuo no pasa a través del filtro, clasificar como sólido y continuar con la selección del reactivo de extracción.

j) Si el residuo produce líquido, detener la filtración cuando el vacío empiece a pasar por el filtro ó cuando cese el flujo de líquido y durante un período mínimo de 2 minutos o más, no haya un filtrado adicional.

- Definir el material retenido en el filtro como la fase sólida del residuo y la fase líquida como el extracto inicial PECT.

k) Pesar el filtrado, la fase líquida puede ser analizada o preservada a 4 °C y durante un período máximo de 14 días.

l) Si el residuo contiene menos del 0.5% de sólidos secos proceder a la preparación del extracto para su análisis químico.

m) Si el residuo contiene más del 0.5% de sólidos secos prosiga con la selección del reactivo de extracción y con la extracción final del residuo.

Extracción Final de los Constituyentes Inorgánicos

a) Triturar y tamizar (en caso de ser necesario) la porción sólida obtenida de la primera filtración para realizar la reducción de la partícula.

b) Transferir cuantitativamente el material sólido junto con el filtro (utilizado para la filtración) a un frasco de extracción.

c) Determinar la cantidad del reactivo de extracción seleccionado, por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{Peso del Reactivo de Extracción} = \frac{20 \times \% \text{ de Sólidos} \times \text{Peso de la Muestra Filtrada}}{100}$$

d) Añadir lentamente la cantidad del reactivo de extracción al frasco y cerrar herméticamente el mismo (es recomendable utilizar una cinta de teflón para asegurar un buen sello).

e) Colocar el recipiente de extracción en el equipo de agitación rotatoria y agitar la muestra durante 18 ± 2 horas, manteniendo la temperatura a 23 ± 2 °C durante el período de extracción.

f) Después de 18 ± 2 horas de extracción, separar el material en sus componentes líquido y sólido por medio de filtración al vacío a través de un filtro de fibra de vidrio nuevo (el filtro deberá tener un lavado ácido antes de usarse).

g) Si el residuo no contiene fase líquida inicial, definir el líquido obtenido en esta filtración como el extracto PECT, y proceder a realizar los análisis físicos, químicos y biológicos para la caracterización del residuo.

h) Si el residuo contiene fase líquida inicial, entonces, determinar si el extracto inicial es compatible (por medio de la tabla de incompatibilidad B para residuos peligrosos) con el extracto obtenido en la última filtración (extracto final PECT).

i) Si los líquidos son compatibles, combinar el extracto inicial con el extracto final y realizar los análisis requeridos para la caracterización del residuo. A este líquido combinado, se le denomina como el extracto PECT.

j) Si la fase inicial del residuo no es compatible con la fase final, entonces los extractos deben ser analizados por separado y combinar los resultados matemáticamente como se indica en el apartado de cálculos.

k) Después de colectar el extracto PECT, se deberá medir el pH y realizar la prueba de precipitación. En caso de ser necesario preservar la muestra, deberá hacerse a 4 °C y durante un período máximo de 14 días.

Cálculos

a) Si las fases individuales van a ser analizadas por separado, determinar el volumen de la fase inicial y final ($\pm 0.5\%$).

b) Realizar los análisis requeridos y combinar los resultados matemáticamente usando un promedio volumen-peso, como se indica a continuación.

$$\text{Concentración Final del Constituyente} = \frac{[V_1] [C_1] + [V_2] [C_2]}{V_1 + V_2}$$

Donde:

V₁: Volumen del primer extracto (litros)

V₂: Volumen del segundo extracto (litros)

C₁: Concentración del constituyente de interés en el primer extracto (mg/l)

C₂: Concentración del constituyente de interés en el segundo extracto (mg/l)

c) Comparar la concentración encontrada de los constituyentes inorgánicos analizados para la caracterización de los residuos, con los niveles máximos permisibles señalados en la **NOM-052-ECOL-1993**.

11.2.5 Prueba para Detectar Precipitación (NOM-053-ECOL-1993).

a) A una pequeña cantidad del extracto agregar cinco gotas de ácido nítrico concentrado, si se presenta precipitación el resto del extracto no se debe acidificar y deberá analizarse lo antes posible.

b) En caso de que no se presente precipitación, preservar las demás alícuotas deberán a 4 °C y durante un período máximo de 14 días.

c) Los extractos PECT que se analizan para metales, deben digerirse en ácido nítrico excepto en aquellos casos donde la digestión cause la pérdida de constituyentes metálicos. Si antes de la digestión el extracto muestra que cualquier constituyente controlado según la NOM-052-ECOL-1993 excede el nivel de tolerancia, automáticamente el residuo se considera peligroso y no es necesaria la extracción.

11.3 Técnicas Analíticas Implementadas para la Evaluación Física, Química y Biológica de los Lodos Residuales

11.3.1 Determinación de pH, Método Potenciométrico (NOM-AA-08-1985).

La medición del pH es una de las pruebas más importantes y frecuentes utilizada en el análisis químico, prácticamente todas las fases de los tratamientos químicos como la neutralización ácido-base, suavizado, precipitación, coagulación, desinfección y control de la corrosión, dependen del pH, el cual se utiliza en las determinaciones de alcalinidad y bióxido de carbono y en muchos otros equilibrios ácido-base. A una temperatura determinada, la intensidad del carácter ácido o básico de una solución viene dada por la actividad del ion hidrógeno o pH.

El método se determina, al poner en contacto dos soluciones de diferente concentración de iones hidrógeno, se establece una fuerza electromotriz. Si una de las soluciones (solución de referencia) tienen una concentración de iones conocida (pH) por medio de la fuerza electromotriz producida, se puede conocer el pH de la segunda solución (solución problema), ya que esta fuerza electromotriz es proporcional al pH de la solución problema.

Material y Equipo

Potenciómetro con Exactitud de 0.05 Unidades a 25 °C
Vaso de Precipitados
Agitadores de Vidrio

NOTA: El potenciómetro debe ser capaz de medir el pH del agua en un intervalo de 0 a 14 por medio de un electrodo de vidrio y otro de referencia; o bien, un electrodo combinado.

Reactivos

Agua Desionizada
Solución Buffer pH 4
Solución Buffer pH 7
Solución Buffer pH 10
Fosfato Potásico
Fosfato Monosódico

Solución de Bórax y Fosfatos: Para preparar soluciones de bórax y fosfatos, se debe calentar el agua desionizada y posteriormente enfriar a temperatura ambiente con la finalidad de eliminar el CO₂ y obtener así un pH de 6.7 a 7.3.

NOTAS: Los reactivos que se mencionan anteriormente deben ser grado analítico (R. A.) y preparados con agua desionizada que presente una conductividad específica de 2 mS/cm a 25 °C y un pH de 5.6 a 6.0.

Secar el fosfato potásico y el fosfato monosódico en una estufa a 110-130 °C durante 24 horas.

Las cantidades de los reactivos indicados deben prepararse antes de realizar la determinación disolviendo el material en agua a 25 °C y aforando la solución a 1000 ml.

Procedimiento

a) Calibrar el potenciómetro con una solución reguladora patrón cuyo pH se encuentre cerca de aquel que se desea medir y comprobar su calibración usando cuando menos otras dos soluciones de pH diferente, uno mayor y otro menor de aquel en que se hizo la calibración.

- La diferencia entre cualquiera de las tres lecturas y el pH propio de la solución patrón no debe exceder de 0.1 unidades.

b) Emplear para la calibración del potenciómetro soluciones patrón o soluciones preparadas, verificando siempre su correcta concentración.

c) Calibrar el potenciómetro utilizando cualquiera de los patrones de calibración recomendados a continuación:

- Una doble calibración utilizando soluciones Buffer de pH 4 y pH 7 para soluciones o sustancias con carácter ácido.

- Una doble calibración utilizando soluciones Buffer de pH 7 y pH 10 para soluciones o sustancias con carácter básico.

Cálculos

Leer el resultado directamente en la pantalla del instrumento. La diferencia máxima permisible en pruebas efectuadas por duplicado no debe exceder de 0.1 unidades.

11.3.2 Determinación de Nitratos, Método del Ácido Fenoldisulfónico (4500, Métodos Normalizados).

Material y Equipo

Embudo de Vidrio
Anillo de Fierro
Papel Watman No. 40
Cápsulas de Porcelana
Pipetas de 5 y 10 ml
Vasos de Precipitados de 100 ml
Tubos Nessler (Celdas para Espectrofotómetro)
Varillas de Vidrio
Parrilla de Calentamiento
Espectrofotómetro de Ultravioleta Visible

Reactivos

Solución de Ácido Fenoldisulfónico: Disolver 25 g de fenol puro (cristales blancos) en 150 ml de H_2SO_4 concentrado, agregar 75 ml de ácido sulfúrico fumante y calentar a $100\text{ }^\circ\text{C}$ en baño maría durante 2 horas, enfriar a temperatura ambiente y almacenar en frasco ambar.

Hidróxido de Sodio Concentrado.

Solución Stock de Nitratos, 100 mg/l de Nitrógeno: Disolver 0.722 g de nitrato de potasio anhidro y diluir a un litro.

Solución Estandar de Nitratos, 10 g/ml de Nitrógeno (44 g/ml NO_3^-): Diluir 50 ml de solución Stock en 500 ml de agua desionizada.

Procedimiento

- a) Filtrar 100 ml de muestra con papel filtro Watman No. 40 y colocando una cápsula de porcelana para la captación del filtrado.
- b) Evaporar a sequedad evitando que se proyecte fuera de la cápsula.
- c) Enfriar la muestra a temperatura ambiente.
- d) Adicionar 2 ml de ácido fenoldisulfónico mezclando con un agitador de vidrio. Si es necesario calentar en baño maría para ayudar a disolver la muestra.
- e) Diluir en 20 ml de agua desionizada y agregar hidróxido de amonio (6 a 7 ml aproximadamente) hasta obtener un color amarillo definitivo.

f) Si se forma un floculado de hidróxido, añadir solución de EDTA y agitar hasta que desaparezca el floculado. Como alternativa, la muestra puede ser filtrada nuevamente.

g) Transferir a un matraz y aforar en 50 ml con agua desionizada.

h) Tomar una alícuota y leer su absorbancia en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 410 nm.

i) Leer simultáneamente la absorbancia de un blanco (agua desionizada) tratada con hidróxido de amonio.

j) Rectificar la lectura de la muestra problema restando la lectura del blanco a cada lectura obtenida.

k) Preparar una curva patrón de nitratos tratada de la misma manera que la muestra en un rango de 0.0 a 10.0 mg/l.

l) Calcular la concentración de nitratos presentes en la muestra utilizando la curva patrón como se indica a continuación.

Cálculos

$$\text{mg/l de NO}_3^- = \frac{(A_2) (C)}{(A_1)}$$

Donde:

A₁: Lectura de absorbancia de la curva patrón

A₂: Lectura de absorbancia de la muestra problema

C: Concentración obtenida de la curva patrón

11.3.3 Determinación de Amonio, Método de la Sal de Fenol o del Fenato (450-D, Métodos Normalizados).

Material y Equipo

Parrilla de Calentamiento

Espectrofotómetro de Ultravioleta Visible con filtro

Agitador Magnético

Reactivos

Agua Exenta de Amoníaco (Agua desionizada)

Reactivo de Acido Hipocloroso: Añadir 40 ml de solución de NaOCl al 5% preparada a partir de lejía comercial (blanqueador casero) a 40 ml de agua libre de amoníaco, ajustar a pH de 6.5 a 7.0 con HCl concentrado. Preparar semanalmente.

Solución Oxidante: Obtener blanqueador casero que contenga 5% de cloro y mezclar 20 ml de blanqueador con 80 ml de agua libre de amoníaco, ajustar a pH de 6.5 a 7.0 con HCl 1:3. Preparar cada 4 o 5 días.

Solución de Sulfato Manganoso. Disolver 50 mg de $MnSO_4$ en 100 ml de agua libre de amoníaco.

Reactivo de Sal de Fenol o Solución del Fenato: Disolver 2.5 g de NaOH y 10 g de Fenol (C_6H_5OH).

Solución Patrón de Amonio: Preparar esta solución utilizando cualquiera de los siguientes procedimientos:

- a) Disolver 381.9 g de NH_4Cl anhidro (secado a 100 °C) en agua y diluir a 1000 ml (1.0 ml = 100 μg N = 122 μg NH_3).

Diluir 5 ml de la solución anterior en 1000 ml de agua exenta de amoníaco (1.0 ml = 0.5 μg N = 0.607 μg NH_3).

- b) Disolver 1.9079 g NH_4Cl en agua desionizada y aforar a 500 ml para obtener una solución con 1000 mg NH_4^+/l .

Tomar 5 ml de esta solución y diluir en 500 ml de agua.

Tomar 15 ml de la solución anterior y aforar a 500 ml de agua para obtener una solución cuya concentración sea de 0.3 mg NH_4^+/l .

Procedimiento:

a) Filtrar 25 ml de muestra en papel whatman No. 40.

b) Colocar 10 ml de muestra en un vaso de precipitados de 50 ml y agitar con agitador magnético.

c) Adicionar durante la agitación 0.05 ml (una gota) de $MnSO_4$, 0.5 ml de reactivo de hipoclorito o solución oxidante y añadir inmediatamente (gota a gota) 0.6 ml de solución de fenato.

d) Agitar durante 15 minutos para obtener un desarrollo máximo del color.

e) Realizar el mismo proceso con 10 ml de agua libre de amoníaco y con 10 ml de solución estándar (0.3 mg de NH_4^+/l).

Cálculos

Calcular la concentración de amonio de la siguiente manera:

$$\text{mg NH}_4^+/\text{l (11.1 ml de Volumen Final)} = \frac{A \times B}{C \times S}$$

Donde:

- A: Absorbancia de la muestra
- B: mg de NH_4^+ en la solución patrón
- C: Absorbancia del patrón
- S: Volumen (ml) de muestra usada en la determinación

NOTA: Aunque en algunas bibliografías citan el método de la sal de fenol como un sinónimo de la solución de fenato, esta última solución (solución del fenato) no existe y en realidad el nombre exacto de la misma es fenolato o fenolato de sodio. Sin embargo, como la literatura la refiere como solución de fenato, se optó por citarlo de esta forma con la finalidad de evitar posibles confusiones.

11.3.4 Determinación del Fósforo Total y Fosfatos. Método del Fosfomolibdato o Cloruro Estanoso (4500-Métodos Normalizados).

Material y Equipo

- Matraz Erlenmeyer
- Cuentagotas
- Bureta
- Autoclave
- Espectrofotómetro de Ultravioleta Visible

Reactivos

Solución de Molibdato de Amonio. Disolver 25 g de molibdato de amonio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ en 175 ml de agua desionizada. Agregar cuidadosamente 280 ml de H_2SO_4 concentrado a 400 ml de agua desionizada. Enfriar a temperatura ambiente, agregar la solución de molibdato y finalmente aforar a un litro.

Solución de Cloruro Estanoso. Disolver 2.5 g de cloruro estanoso dihidratado ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 100 ml de glicerol, calentar en baño maría y agitar con un agitador de vidrio.

Solución Estandar de Fosfato: Disolver 0.2195 g de fosfato de potasio dihidrogenado (KH_2PO_4) en agua desionizada y diluir a un litro. Esta solución presenta una concentración de 50 mg $\text{PO}_4^{3-}/\text{l}$ por lo cual se debe preparar una segunda solución que contenga 5 mg de $\text{PO}_4^{3-}/\text{l}$. Diluir 50 ml de la primera solución en 500 ml de agua desionizada y utilizar esta solución para preparar estandares de concentración conocida.

Solución Acuosa de Indicador de Fenolftaleína: Disolver 0.5 g de fenolftaleína en 50 ml de etanol al 95% y 50 ml de agua, agregar NaOH 0.02 N gota a gota hasta la aparición de una coloración rosa tenue.

Solución de Hidróxido de Sodio 1 N: Disolver 40 g de NaOH en agua desionizada y diluir a un litro.

Solución de Ácido Sulfúrico: Añadir 300 ml de ácido sulfúrico concentrado a 600 ml de agua desionizada y aforar a un litro.

Solución de Persulfato de Potasio: Disolver 10 g de persulfato de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) en 200 ml de agua desionizada. Preparar esta solución antes de utilizarse.

Procedimiento:

Fósforo Total

Digestión con Persulfato:

a) A 100 ml de muestra o una porción diluida a 100 ml añadir 0.05 ml (una gota) de solución indicadora de fenolftaleína. Si aparece un color rosa tenue, agregar solución ácida gota a gota hasta que se pierda el color y agregar un ml de ácido sulfúrico y 15 ml de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.

b) Cubrir el matraz con papel aluminio, colocar en el autoclave y calentar durante 30 minutos a una presión de 98-137 KPa o 15 a 20 lb/m^2 .

c) Enfriar la muestra a temperatura ambiente, agregar una gota de fenolftaleína y neutralizar la muestra adicionando con una bureta solución de hidróxido de sodio hasta alcanzar un color rosa pálido.

Cálculos:

Calcular la concentración de fósforo total aplicando la siguiente ecuación.

$$\text{mg P total/l} = (\text{Concentración de Fósforo Obtenido de la Curva}) (A/B)$$

Donde:

A: Volumen de la solución digerida en ml (muestra más NaOH)

B: Volumen de la muestra utilizada para la aplicación del método del fosfomolibdato

Fosfatos

a) Tomar 50 ml de la muestra que neutralizo con NaOH (muestra más NaOH) y añadir 4.0 ml de molibdato de amonio y 0.5 ml (10 gotas) de cloruro estano, mezclar la solución durante la adición de los reactivos.

b) Al cabo de 10 minutos pero antes de los 12, medir la absorbancia a 690 nm con el mismo intervalo específico para todas las determinaciones y comparar con una curva de calibración.

c) Preparar una curva de calibración aplicando a una serie de soluciones patrón el mismo procedimiento utilizado para las muestras.

d) Preparar un blanco de reactivos y agua desionizada, y restar el valor del blanco a la lectura de las muestras para su corrección de absorbancia.

Cálculos

$$\text{mg PO}_4/\text{l} = \frac{\text{mg P (Calculado en Base a la Curva de Calibración)} \times 1000}{\text{Volumen Original de la Muestra}}$$

11.3.5 Determinación de Metales Pesados (Cu, Fe, Zn, Cd, Ni, Pb, Se, Ba, As, Hg y Ag). Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica (3110, Métodos Normalizados).

Material Y Equipo

Parrilla de Calentamiento

Vaso de Precipitados

Espectrofotómetro de Absorción Atómica

Digestor

Matraz Kjeldahl

Lámparas de Catodo Hueco de Cu, Fe, Zn, Cd, Ni, Pb, Se, Ba, As, Hg y Ag

Reactivos

Agua Desionizada
Acido Clorhídrico
Acido Nítrico
Acido Perclórico
Solución Estandar de Metales
Aire
Acetileno
Oxido Nitroso
Borohidruro Sódico

Procedimiento

Eliminación de Impurezas

- a) Limpiar cuidadosamente los recipientes para muestras con una solución detergente no iónica libre de metales, enjuagar con agua desionizada sumergir en ácido y enjuagar después con agua libre de metales.
- b) Utilizar siempre agua libre de metales en el análisis y en la preparación de reactivos. Emplear para la inmersión del material HNO_3 (1 + 1), HCl (1 + 1), o agua regia (3 partes de HCl concentrado más una parte de HNO_3 concentrado).
- c) Llevar a cabo el análisis de un blanco a lo largo de todo el procedimiento con cada serie de muestras y en todas las etapas de la determinación incluyendo la digestión.

Digestión Ácida Simple

- a) Llevar las muestras a pH menor a 2 utilizando ácido nítrico concentrado.
- b) Tomar 100 ml de muestra para su digestión.
- c) Añadir cuidadosamente 5 ml de mezcla ácida ($\text{HNO}_3 + \text{HClO}_3$, 3:1), cubrir con un vidrio de reloj y evaporar lentamente sobre una parrilla de calentamiento para concentrar la muestra.
- d) Dejar enfriar la muestra a temperatura ambiente y resuspender en 5 ml más de mezcla ácida.
- e) Calentar lentamente hasta que aparezcan humos blancos y densos de HClO_4 .
- f) Añadir mezcla ácida cuantas veces sea necesario para lograr un buena digestión calentando nuevamente después de cada adición.
- g) Si la solución no es transparente, mantener en calentamiento hasta que se haya digerido totalmente la materia orgánica.

- h) Enfriar la muestra y aforar a 100 ml con agua desionizada.
- i) Filtrar y conservar las muestras en frascos de polietileno.
- j) Preparar una curva de calibración de concentración estandar conocida.
- k) Leer las muestras en el equipo de absorción atómica y calcular la concentración.

Digestión Ácida Kjeldahl

- a) Secar una porción de muestra en la estufa a 100 °C.
- b) Colocar 0.1 g de muestra en un matraz Kjeldahl exento de humedad.
- c) Añadir cuidadosamente 5 ml de la mezcla ácida ($\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$, 3:1), colocar el matraz en un digestor y evaporar lentamente la muestra evitando llegar a sequedad.
- d) Dejar enfriar la muestra a temperatura ambiente y añadir 5 ml más de mezcla ácida.
- e) Volver a calentar lentamente hasta que aparezcan humos blancos y densos de HClO_4 .
- f) Añadir mezcla ácida cuantas veces sea necesario para lograr un buena digestión calentando nuevamente después de cada adición.
- g) Si la solución no es transparente, mantener en calentamiento hasta que se haya digerido totalmente la materia orgánica.
- h) Enfriar la muestra y aforar a 100 ml con agua desionizada.
- i) Filtrar y conservar las muestras en frascos de polietileno.
- j) Preparar una curva de calibración de concentración estandar conocida para la determinación de cada metal.
- k) Leer las muestras en el equipo de absorción atómica y calcular la concentración.

Lectura de las Muestras

Realizar la Determinación del Cobre, Hierro, Zinc, Cadmio, Níquel, Plomo y Plata con base al método directo de Espectrofotometría de Absorción Atómica de flama de Aire-Acetileno.

Para el caso del Bario, realizar la determinación con base al método directo de Espectrofotometría de Absorción Atómica de flama de Oxido Nitroso-Acetileno.

Determinar la concentración de Arsénico y Selenio con base al método de Generación de Hidruros con reactivo de borohidruro sódico y en flama de Argón-Hidrógeno o de Nitrógeno-Hidrógeno.

Realizar la determinación del Mercurio por la técnica del Vapor Frio.

Cálculos

Calcular la concentración de metal como se indica a continuación:

$$\text{Concentración del Metal (mg/l)} = A \times \frac{B}{C}$$

Donde:

A: Concentración del metal en la solución digerida (mg/l)

B: Volumen final de la solución digerida en ml (volumen de aforo)

C: Volumen de muestra original

11.3.6 Determinación de Cromo Hexavalente por Colorimetría, Método Espectrofotométrico en el Rango Visible (3500-C, Métodos Normalizados).

Material y Equipo

Vaso de Precipitados
Tubos de Nessler (Celdas para Espectrofotómetro)
Matraz Aforado
Espectrofotómetro de Ultravioleta Visible
Potenciómetro

Reactivos

Agua Desionizada
Acido Nítrico Concentrado
Acido Sulfúrico 0.2 N
Solución Estandar de Cromo
Acetona
Solución de Difenilcarbazida (Fenilcarbazida). Disolver 250 mg de 1,5-difenilcarbazida (1,5-difenilcarbohidrazida) en 50 ml de acetona. Conservar en frasco ambar y eliminar cuando la solución se decolora.

Procedimiento

- a) Filtrar la muestra en caso de ser necesario y acidular con ácido nítrico concentrado hasta un pH menor a 2.
- b) Ajustar la muestra a pH de 1.0 ± 0.3 con solución de ácido sulfúrico 0.2 N.
- c) Tomar una volumen dado de muestra y aforar a 100 ml con agua desionizada.
- d) Anadir 2 ml de solución de difenilcarbazida, mezclar y dejar reposar de 5 a 10 minutos para el total desarrollo de color.
- e) Realizar curvas de calibración con estandares de concentración conocida.
- f) Tratar las soluciones patrón con el mismo procedimiento seguido en las muestras.
- g) Tomar alicuotas de las muestras y de las soluciones patrón, y leer su absorbancia a 540 nm en el espectrofotómetro.

Cálculos

Calcular la concentración de cromo hexavalente a partir de la absorbancia corregida por referencia a la curva de calibración y utilizando la siguiente formula.

$$\text{mg Cr}^{6+}/\text{l} = \frac{\text{mg Cr (en 102 ml de Volumen Final)}}{A \times B} \times 100$$

Donde:

A: Volumen (ml) de muestra original

B: Volumen de 100 ml de muestra tratada

11.3.7 Determinación de Aluminio por Colorimetría. Método de Comparación Visual - Ensayo Cuantitativo por Soluciones Patrón - (Merck, Microquant)

Material y Equipo

Matraz Erlenmeyer
 Matraz Aforado
 Parrilla de Calentamiento
 Celdas para Desarrollo de Color
 Disco Comparador de Color

Reactivos

Acido Sulfúrico
Hidróxido de Sodio
Solución Estandar Al-1A
Solución Estandar (Solución Tampón) Al-2A
Solución Estandar Al-3A

Procedimiento

Eliminación de Interferencias (Fosfatos)

- a) Añadir 1.7 ml de H_2SO_4 6 N a 100 ml de muestra en un matraz erlenmeyer de 200 ml.
- b) Calentar durante al menos 90 minutos manteniendo la temperatura de la solución justo por debajo del punto de ebullición.
- c) Al terminar el periodo de calentamiento, el volumen de la solución deberá ser de aproximadamente 25 ml. En caso de ser necesario adicionar agua desionizada para mantener el volumen requerido.
- d) Enfriar la solución a temperatura ambiente y neutralizar hasta pH 4.3 a 4.5 utilizando NaOH 1 N al principio y 0.1 N para un ajuste final.
- e) Aforar a 100 ml con agua desionizada, mezclar y emplear una porción de 25 ml para el ensayo de aluminio.
- f) Tratar un blanco de la misma manera que la muestra, empleando 100 ml de agua desionizada y 1.7 ml de H_2SO_4 6 N.
- g) Restar la lectura del blanco a la lectura de la muestra.

Comparación Visual

- a) Añadir 3.0 ml de muestra a temperatura ambiente (15 - 40 °C) al tubo número uno y 1.5 ml del blanco al tubo número dos.
- b) Agregar una microcucharada de reactivo Al-1A a cada tubo y agitar para disolver el mismo.
- c) Añadir con una jeringa 1.5 ml de solución Al-2A a cada uno de los tubos.
- d) Adicionar 2 gotas de Solución Al-3A a los tubos y esperar 7 minutos para el desarrollo del color.

Cálculos

- a) Realizar la comparación del color con el disco de colores para determinar la concentración del metal.
- b) Determinar la concentración del blanco y restarlo a la muestra para obtener la concentración final de aluminio presente en la muestra.

11.3.8 Determinación de Beta-lactámicos, Método de Espectroscopía en el Infrarrojo con Transformada de Fourier (Pharmaceutical Analysis, Tanexu 1961).

Material y Equipo

Equipo de Extracción
Soporte Universal
Vaso de Precipitados
Mortero y Pistilo de Marmol
Probeta
Prensa Hidráulica Mini-Press
Espectrofotómetro en el Infrarrojo con Transformada de Fourier (Perkin Elmer, 1600 Series FTIR)

Reactivos

Cloroformo
Tetracloruro de Carbono
Acetato de Etilo
Bromuro de Potasio

Procedimiento

Lectura Directa de la Muestra Original

- a) Secar la muestra de residuo a temperatura ambiente y en forma homogénea.
- b) Realizar la lectura de la muestra utilizando el método de pastilla de bromuro de potasio.

Extracción de los Constituyentes

- a) Lavar el material de vidrio con agua desionizada y purgar con el mismo disolvente que se utilizara para la extracción.
- b) Colocar la muestra en el embudo y añadir 20 ml de disolvente.
- c) Agitar la muestra abriendo la llave de paso para liberar los vapores producidos.
- d) Dejar reposar la solución y obtener el primer extracto.
- e) Realizar este procedimiento varias ocasiones hasta reunir 50 ml de extracto final.
- f) Realizar en el infrarrojo la lectura del extracto obtenido.

Notas: Las extracciones realizadas fueron llevadas a evaporación para obtener una pasta homogénea la cual fue analizada posteriormente por el método de pastilla de bromuro de potasio. Es importante mencionar, que debido a que dos de las muestras sometidas a evaporación presentaron como sustrato final una pasta húmeda y pegajosa con cierto contenido de grasas, fue necesario analizar las mismas por el método de formación de película.

Lectura de Extracciones

Para realizar la lectura de las extracciones, utilizar cualquiera de los siguientes métodos de Espectroscopía en el Infrarrojo:

Lectura en Solución en Celda Sellada

- a) Colocar en una celda desmontable un volumen pequeño de muestra empleando para el llenado una jeringa.
- b) Colocar la celda en el portamuestras del instrumento y realizar la lectura de la muestra.

Lectura en Película

- a) Colocar una gota grande de muestra entre dos ventanas de cloruro de sodio y colocar en el portamuestras adecuado para obtener el espectro correspondiente.
- b) No es necesario que las placas esten perfectamente pulidas, pero si deben ser planas para evitar distorsiones del espectro.
- c) Para polímeros, resinas y sólidos amorfos, disolver la muestra en cualquier disolvente medianamente volátil, verter sobre una placa de cloruro de sodio y evaporar el disolvente. Si el sólido no es cristalino colocar un depósito homogéneo y delgado sobre la ventana y examinar directamente. Algunas veces se pueden pensar placas en "caliente" de los polímeros.

Lectura en Pastilla de Bromuro de Potasio

a) Mezclar 10 mg de la muestra seca y finamente molida con bromuro de potasio para prensarla en un troquel al vacío a una presión suficientemente alta (60,000 a 100,000 lb/Pulg²) y producir un disco o tableta completamente transparente.

b) El proceso de Molienda-Mezclado se puede hacer muy convenientemente en un molino de bolas vibratorio (Wig-L-Bug), o también, en un mortero de mármol se macera cierta cantidad de bromuro de potasio seco e inmediatamente después adicionar la muestra en una cantidad que no rebase el 10% de la cantidad añadida de bromuro de potasio volviendo a moler hasta homogeneizar la mezcla.

c) Las pastillas de KBr pueden formarse sin necesidad de un vacío usando una prensa mini-press.

d) Preparar la muestra usando dos pernos que se presionan uno contra el otro dentro de un cilindro de acero.

e) Aplicar la presión por medio de llaves de tuercas durante un minuto a unos 75-100 mg de polvo, retirar los pernos y el cilindro, y colocar la pastilla obtenida en el portamuestras del instrumento para su lectura.

11.3.9 Detección de Hongos y Microorganismos. Método de Prueba de Cilindro-Placa "Siembra por Espolvoreo" (Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos, 1988).

Material y Equipo

Matraz Erlenmeyer de 1000 ml

Cajas de Petri

Pipetas Pasteur

Autoclave con capacidad para 98-137 KPa o 15 a 20 lb/m² de presión.

Agitador Rotatorio

Reactivos

- Para la preparación del medio de cultivo utilizar cualquiera de los siguientes medios:

*Agar de Czapek (o de Czapek Dox): Utilizar una preparación estandar. En caso de carecer de este, disolver 30.0 g de sacarosa, 3.0 g de nitrato de sodio (NaNO₃), 1.0 g de fosfato de hidrógeno dipotasio (K₂HPO₄), 0.5 g de sulfato de magnesio (MgSO₄), 0.5 g de cloruro de potasio (KCl), 0.01 g de sulfato ferroso (FeSO₄) y 15.0 g de agar en un litro de agua desionizada; el pH debe ser 7.3 después de la esterilización.

Agar de Extracto de Levadura-Extracto de Malta-Glucosa: Disolver 3.0 g de extracto de levadura, 3.0 g de extracto extracto de malta, 5.0 g de noepeptona (o equivalente), 10.0 g de glucosa y 20.0 g de agar en un litro de agua desionizada. No es necesario ajustar el pH.

NOTA: *Este medio es útil para cultivar especies de *Aspergillus*, *Penicillium*, *Paecilomyces* y algunos otros hongos con necesidades fisiológicas similares.

Procedimiento

a) En un Matraz Erlenmeyer de 1000 ml, agregar 13 g de Agar de Czapek o Agar de Extracto de Levadura-Extracto de Malta-Glucosa y disolver en un litro de agua desionizada.

b) Agitar el medio durante 30 minutos en agitador rotatorio a una velocidad de 120 a 150 oscilaciones/minuto, cubrir y mezclar a baja velocidad durante un minuto.

c) Esterilizar el medio de cultivo calentando durante 15 minutos en autoclave a una presión de 98-137 KPa o 15 a 20 lb/m².

d) Enfriar el medio de cultivo a temperatura ambiente pero sin retirar la cubierta.

e) Preparar para la determinación un mínimo de dos placas (cajas de Petri) por cada dilución a estudiar.

f) A cada una de las cajas de Petri agregar en medio esteril 10 ml de medio de cultivo esterilizado.

g) Con una pipeta pasteur añadir a cada una de las placas un mililitro de muestra, procurando realizar una siembra homogénea y completa en toda la superficie del medio de cultivo.

h) Sellar las cajas de Petri para evitar derrames durante la incubación.

i) Incubar las placas a temperatura ambiente (20 a 40 °C) y luz habitual, evitando la exposición de las placas a la luz directa del sol.

j) Colocar las placas unas encima de otras pero jamás deben invertirse.

k) Examinar las placas y realizar su determinación al cabo de 3, 5 y 7 días.

NOTA: Para la caracterización de los lodos residuales se aplico durante el cultivo la técnica de Siembra por Espolvoreo debido a que los lodos analizados se encontraban en estado sólido.

Tabla A. INCOMPATIBILIDAD PARA RESIDUOS PELIGROSOS

Grupo Reactivo	1								
1		2							
2	H,S		3						
3	E,gt,S	E,gt,S		4					
4	H,gt F,E,gt	H,gt F,E,gt			5				
5						6			
6	H,F,E	H,F,E	H,F,E	H,F,E gt,gt			7		
7		gt						8	
8			H,F,E			H,F,E			9
9									
Grupo Reactivo	1	2	3	4	5	6	7	8	9

* Para el Conocimiento de Grupos Reactivos, Consultar el Listado Citado en el Anexo 4 de la NOM-054-ECOL-1993.

*1 Para el Conocimiento de los Códigos de Reactividad, Consultar la "Tabla C" Citada en el Presente Trabajo.

FUENTE: (NOM-054-ECOL-1993).

Tabla C. CODIGO DE REACTIVIDAD PARA RESIDUOS PELIGROSOS

Código de Reactividad	Consecuencias de la Reacción
H	Genera calor por reacción química.
F	Produce fuego por reacciones exotérmicas violentas y por ignición de mezclas o de productos de la reacción.
G	Genera gases en grandes cantidades y puede producir presión y ruptura de los recipientes cerrados.
gt	Genera gases tóxicos.
gf	Genera gases inflamables.
E	Produce explosión debido a reacciones extremadamente vigorosas o suficientemente exotérmicas para detonar compuestos inestables o productos de reacción.
P	Produce polimerización violenta, generando calor externo y gases tóxicos e inflamables.
S	Solubilización de metales y compuestos de metales tóxicos.
D	Produce reacción desconocida. Sin embargo, debe considerarse como incompatible la mezcla de los residuos correspondientes a este código, hasta que se determine la reacción específica.

FUENTE: (NOM-054-ECOL-1993).

XII.- BIBLIOGRAFIA CITADA

- 1.- Abraham E. (1981). Antibióticos Beta-lactámicos. *Investigación y Ciencia* 54 : 30-41.
- 2.- Aharonowitz Y. y Cohen G. (1981). Producción Microbiológica de Farmacos. *Investigación y Ciencia*, 62. D. F., México; pp: 79-91.
- 3.- APHA, AWWA Y WPCF (1992). Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales. Diaz Santos, S. A. Decimoséptima Edición. Madrid, España; pp: 187-169.
- 4.- Batstone R., et al. (1994). *The Safe, Disposal of Hazardous Wastes*, Word Bank. Wiley Interscience. United States of America; PP: 170-210.
- 5.- Carrillo A. (1995). Desarrollo y Validación de un Método Analítico para la Determinación de Plomo en Sangre por Espectrofotometría de Absorción Atómica. Tesis para Obtener el Título de Químico Farmacéutico Biólogo. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Estudios Superiores Zaragoza. D. F., México; pp: 24-34.
- 6.- Cortinas N. y Vega G. (1993). Residuos Peligrosos en el Mundo y en México. Series Monografías No. 3, Instituto Nacional de Ecología, SEDESOL. Edigraf Watson-Gómez, S. C., D. F., México; pp: 3-88.
- 7.- Cortinas N., Maffey L. y Ortiz M. (1989). Manejo de los Residuos Industriales Peligrosos en México. Fundación Universo Veintiuno, A. C., D. F., México; pp: 19-139.
- 8.- Diario Oficial de la Federación (1993). Norma Oficial Mexicana NOM-052-ECOL-1993, que Establece las Características de los Residuos Peligrosos, el Listado de los Mismos y los Límites que Hacen a un Residuo Peligroso por su Toxicidad al Ambiente. Secretaría de Desarrollo Social. México; pp: 2-30.

- 9.- Diario Oficial de la Federación (1993). Norma Oficial Mexicana NOM-053-ECOL-1993, que Establece el Procedimiento para Llevar a Cabo la Prueba de Extracción para Determinar los Constituyentes que Hacen a un Residuo Peligroso por su Toxicidad al Ambiente. Secretaría de Desarrollo Social. México; pp: 31-42.
- 10.- Diario Oficial de la Federación (1993). Norma Oficial Mexicana NOM-054-ECOL-1993, que Establece el Procedimiento para Determinar la Incompatibilidad Entre Dos o Más Residuos Considerados como Peligrosos. Secretaría de Desarrollo Social. México; pp: 43-71.
- 11.- Diario Oficial de la Federación (1994). Acuerdo que en su Artículo Cuarto Reforma la Nomenclatura de las Normas Oficiales Mexicanas NOM-CRP-001-ECOL/1993 a NOM-CRP-007-ECOL/1993 Publicadas en el Diario Oficial de la Federación el Día 22 de Octubre de 1993 por las Normas NOM-052-ECOL-1993 a NOM-058-ECOL-1993. Secretaría de Desarrollo Social. D. F., México; pp: 17-21.
- 12.- Diario Oficial de la Federación (1995). Leyes y Códigos de México. Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente (y Disposiciones Complementarias). Decimoprimer Edición Actualizada. Editorial Porrúa S. A., México; pp: 5-9, 68-70, 196-242, 537-540.
- 13.- Dirección General de Normatividad Ambiental (1994). Reflexiones para una Política de Residuos Peligrosos en México. Documento de Trabajo para Discusión. Instituto Nacional de Ecología. Memorias; pp: 1-26.
- 14.- Fundación Natura (1991). Potencial Impacto Ambiental de las Industrias en el Ecuador. Exploración Preliminar y Soluciones. EDUNAT III, US-AID; pp: 213-226.
- 15.- Jorgensen S. (1979). Industrial Waste Water Management. Studies in Environmental Sciences. Elsevier Scientific Publishing Company. P. P. T. 388, Amsterdam Netherlands; pp: 283-285.

- 16.- López J. (1996). Desarrollo y Validación de un Método Analítico para la Cuantificación de Naproxen en Tabletas por Espectroscopía en el Infrarrojo. Tesis para Obtener el Título de Químico Farmacéutico Biólogo. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Estudios Superiores Zaragoza. D. F., México; pp: 28-37.

- 17.- Miller W. y Miller M. (1991). Environmental Hazards, Toxic Waste and Hazardous Material. A Reference Handbook. Contemporary World Issues. United States of America; pp: 5-63.

- 18.- Morales C. (1994). Contaminación por Sustancias Tóxicas, de Origen Industrial en México y su Relación con la Frontera. Organó Oficial de la Asociación Mexicana de Higiene y Seguridad, A.C. 35:12, 3-9.

- 19.- Nemerow N. and Avijit D. (1991). Industrial and Hazardous Waste Treatment. Environmental Engineering Series. Van Nostrand Reinhold. New York, United States of America; pp: 431-434.

- 20.- Parmeggiani (1983). Encyclopedia of Occupational Health and Safety. Third Edition Volumen I (A-K). Italy; pp: 170-173.

- 21.- PUMA (1993). Residuos Peligrosos. Coordinación de la Investigación Científica, Universidad Nacional Autónoma de México. D.F., México; pp: 1-33.

- 22.- Raper and Thom (1994). Manual of the Penicillia. The Williams & Wilkins Company. Waverly Press, INC. Baltimore, United States of America; pp: 61-64, 92.

- 23.- Secretaría de Comercio y Fomento Industrial (1985). Norma Oficial Mexicana NOM-AA-015-1985. Protección al Ambiente, Contaminación del Suelo-Residuos Sólidos Municipales, Muestreo-Método de Cuarteo. Dirección General de Normas. D. F., México; pp: 1-7.

24.- Secretaria de Comercio y Fomento Industrial (1985). Norma Oficial Mexicana NOM-AA-052-1985. Protección al Ambiente, Contaminación del Suelo-Residuos Sólidos Municipales, Preparación de Muestras en el Laboratorio para su Análisis. Dirección General de Normas. D. F., México; pp: 1-5.

25.- Secretaria de Comercio y Fomento Industrial (1985). Norma Oficial Mexicana NOM-AA-08-1985. Determinación de pH, Método Potenciométrico. Dirección General de Normas. D. F., México; pp: 1-6.

26.- Secretaria de Salud (1988). Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. 5ta. Ed. D. F., México; pp: 186-192.

27.- Tanexu H. and Einar B. (1961). Pharmaceutical Analysis. A Wiley Interscience Publication John Wiley & Sons. New York, United States of America; pp: 593-612.

28.- Webb F. (1966). Ingeniería Bioquímica. Editorial Acribia. Zaragoza, España; pp: 684-705.

XIII.- BIBLIOGRAFIA CONSULTADA

- 1.- Environmental Protection Agency (EPA). (1990). Test Methods for Evaluating Solid Waste (EPA). Volumen IC: Laboratory Manual Physical/Chemical Methods, SW-846. Third Edition. United States of America; pp: 1320-1330.

- 2.- Griffin R. (1991). Principles of Hazardous Materials Management. Lewis Publishers, Fifth Printing. United States of America; pp: 133-177.

- 3.- Abraham I., Dawis E. CH. y Fierer J. (1984). Microbiología clínica. Editorial Médica Panamericana S. A. Buenos Aires, Argentina; pp: 237-241.

- 4.- Agemian H. and Chau A. (1975). An Atomic Absorption Method for the Determination of 20 Elements in Lake Sediments After Acid Digestion. Analytical Chemical Acta, Number 80, Elsevier Scientific Publishing Company. Amsterdam, Netherlands; pp: 61-62.

- 5.- Altamirano P. (1989). Residuos Industriales en México. Secretaría de la Defensa Nacional. Departamento del Distrito Federal. Reunión Sobre Salud y Ambiente en la Ciudad de México, Memorias. D. F., México; pp: 384-385.

- 6.- Besselievre E. and Schwartz M. (1976). The Treatment of Industrial Wastes. Second Edition. McGraw-Hill. United States of America; pp: 151-226, 296-336.

- 7.- Brewer S. (1987). Solución de Problemas de Química Analítica. Editorial Limusa. D. F., México; pp: 271-281.

- 8.- Cher Y., Ng W. and Yap M. (1994). Performance of Upflow Anaerobic Biofilter Process in Pharmaceutical Wastewater Treatment. Resources, Conservation and Recycling, Number II, Elsevier Science B. V., Singapore; pp: 83-91.

- 9.- Emil R., Bart P., Stephens D. and Storm L. (1980). Samplers and Sampling Procedures for Hazardous Waste Streams, EPA-600/2-80-08. Municipal Environmental Research Laboratory Office of Research and Development. U. S. Environmental Protection Agency. Cincinnati, United States of America; pp: 1-69.

- 10.- Environmental Protección Agency (EPA) (1989). **Stabilitation/Solidification of Cercland RCRA Wastes. Physical Tests, Chemical Testing, Procedures Technology Screening and Field Activities.** Center for Environmental Research Information and Risk Engineering Laboratory. United States of America; pp: 2-12.
- 11.- Eveleigh E. (1981). **Elaboración Microbiológica de Productos Químicos Industriales.** Investigación y Ciencia, 62. D. F., México; pp: 95-104.
- 12.- Freeman H. (1988). **Standard Handbook of Hazardous Waste Treatment and Disposal.** McGraw-Hill Book Company. United States of America; pp: 2.1-3.39, 5.1-5.29, 12.2-12.53, 13.1-14.1.
- 13.- Gary C. (1994). **Analytical Chemistry.** Quinta Edición. John Wiley & Sons, WC. United States of America; pp: 724-726.
- 14.- Geyer F. y Okun (1989). **Purificación de Aguas y Tratamiento y Remosión de Aguas Residuales, Ingeniería sanitaria y de Aguas Residuales.** Editorial Limusa. México; pp: 646-663.
- 15.- González C., Christian M. y Sosa F. (1990). **Una Alternativa en la Recolección y Disposición de los Desechos Biomédicos. Memorias del IV Curso y Simposio Internacional Sobre Biología de la Contaminación.** Universidad Nacional Autónoma de México. Escuela Nacional de Estudios Profesionales Iztacala. D. F., México; pp: 182-183.
- 16.- Goth A. (1977). **Farmacología Médica. Principios y Conceptos.** Interamericana S. A. de C. V. Sexta Edición. D. F., México; pp: 464-483.
- 17.- Gutierrez P. y Estrada R. (1994). **Indicadores Sobre los Servicios de Asco Urbano y el Control de los Residuos Sólidos y Peligrosos (Segunda Parte).** 1:4, **Notas. Asociación Mexicana para el Control de los Residuos Sólidos y Peligrosos, A. C. (AMCRESPAC).** D. F., México; pp: 1-8.

- 18.- Gutiérrez P. y Estrada R. (1994). Sistemas de Recuperación de Subproductos Reciclables Contenidos en los Residuos Sólidos Municipales, para su Aprovechamiento. 1:5, Notas. Asociación Mexicana para el Control de los Residuos Sólidos y Peligrosos, A. C. (AMCRESPEC). D. F., México; pp: 1-8.
- 19.- Harold A. and Bryan G. (1991). Productos Químicos Orgánicos Industriales. Noriega Editores, Editorial Limusa. D. F., México; pp: 237-302.
- 20.- Hawkes K. (1991). Toxic Waste and Recycling. Gloucester Press. New Jersey, United States of America; pp: 4-9, 18-23.
- 21.- Ibeas D. (1978). Fisiología de los Microorganismos. H. Blume Ediciones. Madrid, España; pp: 42-91.
- 22.- Jack B. (1976). Microbiología de Laboratorio. El Manual Moderno S. A. de C. V. D. F., México; pp: 62-107.
- 23.- Jackson A. (1991). Process Engineering in Biotechnology. Prentice Hall International. Series in the Physical and Chemical Engineering Sciences. New Jersey, United States of America; pp: 1-141.
- 24.- Jeffrey L. (1994). Tratamiento y Disposición de Residuos Peligrosos. Memorias-Curso. Instituto Politécnico Nacional (IPN). Escuela Nacional de Ciencias Biológicas. D. F., México; pp: 44-98.
- 25.- Kaufman J. (1990). Waste Disposal in Academic Institute Lewis Publishers, INC. Michigan, United States of America; pp: 103-168.
- 26.- Koning; H., Cantanhede A., y Benavides L. (1994). Desechos Peligrosos y Salud en América Latina y el Caribe. Organización Panamericana de la Salud (OPS), Organización Mundial de la Salud (OMS). Washington, DC; pp: 42-57.

27.- Lachr R., William J., Joseph D., William W. and Gerald S. (1979). Land Application of Wastes. Volumen 1, Van Nostrand Reinhold, Environmental Engineering Series. Van Nostrand Reinhold Company. United States of America; pp: 1-78.

28.- Madroñero P. (1980). Química Médica. Métodos Fundamentales en la Búsqueda de Nuevos Fármacos. Editorial Alhambra. España; pp: 225-253.

29.- Manahan S. (1990). Hazardous Waste Chemistry, Toxicology and Treatment. Lewis Publisher, United States of America; pp: 1-12, 27-55, 267-341.

30.- National Center for Resource Recovery (1977). Outlook, Garbage is a Waste is a Hazard is a Resource. Environmental Science & Technology. II:3, 230-232.

31.- Organización Panamericana de la Salud (OPS) y Organización Mundial de la Salud (OMS) (1992). Evaluación de Riesgos en Salud por la Exposición a Residuos Peligrosos. Universidad Autónoma de San Luis. México; pp: 78-89.

32.- Ortiz M. (1989). Impacto Ambiental de los Desechos Industriales Peligrosos en México. Secretaría de la Defensa Nacional. Departamento del Distrito Federal. Reunión Sobre Salud y Ambiente en la Ciudad de México, Memorias. D. F., México; pp: 384-385.

33.- Pfeffer T. (1992). Solid Waste Management Engineering. Prentice Hall. New Jersey, United States of America; pp: 1-83.

34.- Sans F. y Ribas J. (1988). Ingeniería Ambiental: Contaminación y Tratamientos. Marcombo Boixareu Editores, Productiva. D. F., México; pp: 5-27.

35.- Secretaría de Desarrollo Social (1994). Bases para una Política Nacional de Residuos Peligrosos. Instituto Nacional de Ecología. D. F., México; pp: 2-7.

36.- Secretaría de Desarrollo Social (1994). México, Informe de la Situación General en Materia de Equilibrio Ecológico y Protección al Ambiente (1993-1994). Capítulo de Residuos Industriales Peligrosos. Instituto Nacional de Ecología. D. F., México; pp: 248-259.

37.- Sell N. (1992). Industrial Pollution Control. Issues and Techniques. Van Nostrand Reinhold. New York, United States of America; pp: 23-25, 30-35, 96-113.

38.- Seoanez C. (1995). Ecología Industrial: Ingeniería Medio Ambiental Aplicada a la Industria y a la Empresa. Manual para Responsables Medio Ambientales. Colección Ingeniería Medio Ambiental. Ediciones Mundiprensa. Madrid, España; pp: 55-90, 103-141, 163-269, 287-305, 319-349.

39.- Turk A., Turk J. and Janet T. (1984). Ecología-Contaminación-Medio Ambiente. Interamericana S. A. de C. V. D. F., México; pp: 57-151.

40.- Willard H., Merritt L. and Dean J. (1981). Métodos Instrumentales de Análisis. Cuarta Impresión. Compañía Editorial Continental, S. A. D. F., México; pp: 592-635.