



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO A ESCALA LABORATORIO PARA EL
TRATAMIENTO DEL DESECHO LÍQUIDO DEL ANÁLISIS INSTRUMENTAL DE DEMANDA
QUÍMICA DE OXÍGENO -DQO- GENERADO EN EL CONTROL DE LA CALIDAD DEL AGUA**

Paulo Adolfo Vendrell Cabrera

Asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra

Guatemala, mayo de 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO A ESCALA LABORATORIO PARA EL
TRATAMIENTO DEL DESECHO LÍQUIDO DEL ANÁLISIS INSTRUMENTAL DE DEMANDA
QUÍMICA DE OXÍGENO -DQO- GENERADO EN EL CONTROL DE LA CALIDAD DEL AGUA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA

POR

PAULO ADOLFO VENDRELL CABRERA

ASESORADO POR EL ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, MAYO DE 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno
VOCAL II	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayoa
VOCAL IV	Br. Walter Rafael Véliz Muñoz
VOCAL V	Br. Sergio Alejandro Donis Soto
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADORA	Inga. Teresa Lisely de León Arana
EXAMINADOR	Ing. José Manuel Tay Oroxom
EXAMINADOR	Ing. Otto Raúl De León de Paz
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO A ESCALA LABORATORIO PARA EL TRATAMIENTO DEL DESECHO LÍQUIDO DEL ANÁLISIS INSTRUMENTAL DE DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO –DQO- GENERADO EN EL CONTROL DE LA CALIDAD DEL AGUA

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha octubre de 2011.

Paulo Adolfo Vendrell Cabrera

ACTO QUE DEDICO A:

- Dios** Sobre todas las cosa por haberme permitido vivir esta maravillosa experiencia.
- Mis padres** Por darme siempre todo su apoyo incondicional.
- Mi madre** Por ser un ejemplo y haberme enseñado a luchar para alcanzar mis sueños. Este logro es tuyo madre.
- Mis hermanos** Manuel Vendrell, Jorge Vendrell y Melissa Vendrell por siempre apoyarme y motivarme.
- Mis abuelos** Los recordaré para siempre, gracias por haber compartido conmigo momentos muy especiales. Que en paz descansen.

AGRADECIMIENTOS A:

- A mi madre** Por enseñarme a luchar para alcanzar mis metas. Gracias por todo tu apoyo.
- Mi hermana** Melissa Vendrell, gracias por siempre escucharme y apoyarme en todo.
- Mis hermanos** Manuel Vendrell y Jorge Vendrell por apoyarme en todas mis decisiones.
- Mis amigos de la facultad** Adrián Soberanis, Adela Marroquín, Mercedes Roquel, Francisco Carrillo, Carlos Martínez, Sergio Hernández, Juan Pablo García, José Enrique Labin, y todos los amigos del Laboratorio de Química Industrial.
- Mis amigos de la música** Gilberto Suarez, Cristian Gómez, Julio Fajardo, Norman Leche y José Rodrigo Meléndez.
- Mi padrino** Ing. Pablo de León, por todos sus sabios consejos y su gran animo. Gracias por todos esos años de apoyo incondicional.
- Mi asesor** Ing. César García, por haberme permitido ser aprendiz de sus sabios conocimientos en química. Para mí fue un privilegio y un honor.

A mi co-asesora

Lic. Ingrid Benítez, gracias por toda la ayuda que me brindo para la realización de este trabajo de graduación.

Mis compañeros de Trabajo

Ingenieros, Julio Luna y Cecilio Baeza, por brindarme su amistad y compartirme sus experiencias.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	VII
LISTA DE SÍMBOLOS	XV
GLOSARIO	XVII
RESUMEN	XXIII
OBJETIVOS / HIPÓTESIS	XXV
INTRODUCCIÓN	XXVII
1. ANTECEDENTES.....	1
1.1. Investigaciones realizadas	1
1.2. Justificación.....	1
1.3. Determinación del problema.....	4
1.3.1. Definición.....	4
1.3.2. Delimitación.....	5
2. MARCO TEÓRICO	7
2.1. Concepto y definición de demanda de oxígeno	7
2.2. Métodos para medir la demanda de oxígeno	8
2.3. Análisis de Demanda Química de Oxígeno (DQO)	9
2.3.1. Normas oficiales para el análisis DQO	10
2.3.2. Determinación de la DQO según la Norma COGUANOR NGO 29 014 h8, sección 6.1, Método Colorimétrico a Reflujo Cerrado	11
2.3.2.1. Principio del método	11
2.3.2.2. Interferencias y limitaciones	12
2.3.2.3. Reactivos	15

	2.3.2.3.1.	Solución estándar para digestión	15
	2.3.2.3.2.	Reactivo sulfato de plata - ácido sulfúrico.....	15
	2.3.2.3.3.	Ácido sulfámico	15
	2.3.2.3.4.	Ftalato ácido de potasio estándar	16
2.3.2.4.		Aparatos y materiales	16
	2.3.2.4.1.	Recipientes de digestión	16
	2.3.2.4.2.	Plancha de calentamiento.	17
	2.3.2.4.3.	Espectrofotómetro.....	17
2.3.2.5.		Procedimiento.....	17
	2.3.2.5.1.	Tratamiento de las muestras	17
	2.3.2.5.2.	Medición de la reducción del ion dicromato.....	18
	2.3.2.5.3.	Preparación de la curva de calibración.....	19
	2.3.2.5.4.	Cálculos	20
	2.3.2.5.5.	Precisión y desviación...	20
2.4.		Composición química del desecho líquido del análisis DQO	21
	2.4.1.	Ácido sulfúrico (H_2SO_4)	23
	2.4.2.	Sulfato mercurico ($HgSO_4$)	27
	2.4.3.	Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$).....	29
	2.4.4.	Sulfato de plata (Ag_2SO_4)	32

2.4.5.	Mecanismos presentes en los tratamientos de residuos.	34
2.4.6.	Criterios de selección de operaciones unitarias para el tratamiento de residuos.	35
2.4.6.1.	Criterios técnicos.....	37
2.4.6.2.	Criterios ambientales.....	37
2.4.6.3.	Criterios económicos.....	38
2.4.7.	Procesos de tratamiento para la remoción de contaminantes inorgánicos.....	38
2.4.8.	Metodología de selección.....	40
2.4.9.	Selección del proceso de tratamiento de ión dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$) e ión cromato (CrO_4^{-2}).....	41
2.4.10.	Selección del proceso de tratamiento de los iones Ag (I) y Hg (I).....	42
2.4.11.	Selección del proceso de tratamiento del ácido sulfúrico (H_2SO_4).....	43
2.4.12.	Selección del proceso de tratamiento del ión mercurico (Hg^{+2}).....	44
2.4.13.	Selección del proceso de tratamiento del ión crómico (Cr^{+3}).	44
2.5.	Fundamento teórico de los procesos de tratamiento seleccionados.....	45
2.5.1.	Reducción química del ión dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$) e ión cromato (CrO_4^{-2}).....	45
2.5.2.	Precipitación y filtración de cloruros de plata (I) y mercurio (I) formados por adición de cloruro de sodio.....	53
2.5.3.	Neutralización del H_2SO_4 por adición de agentes alcalinos.....	56

2.5.4.	Remoción de iones de mercurio (II) por medio de amalgamación con virutas de cinc	59
2.5.5.	Precipitación química de hidróxido de cromo (III) por adición de agentes alcalinos	60
2.5.6.	Cristalización de sulfato de sodio decahidratado ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$)	63
3.	DISEÑO METODOLÓGICO.....	65
3.1.	Variables y parámetros de medición.....	65
3.2.	Delimitación del campo de estudio	67
3.3.	Recursos humanos disponibles	68
3.4.	Recursos materiales disponibles	68
3.5.	Técnica cuantitativa	69
3.6.	Recolección y ordenamiento de la información.....	70
3.6.1.	Etapa 1: recolección del desecho líquido.....	71
3.6.2.	Etapa 2: reducción química de los iones Cr (VI) a Cr(III) por adición de un agente reductor	74
3.6.3.	Etapa 3: precipitación química de los iones Ag (I) y Hg(I) por adición de iones cloruro	75
3.6.4.	Etapa 4: neutralización de los iones H^+ por adición de diferentes agentes alcalinos.....	78
3.6.5.	Etapa 5: precipitación química de $\text{Cr}(\text{OH})_3$ (s) por adición de agentes alcalinos	80
3.6.6.	Etapa 6: remoción de iones Hg (II) por medio de la formación de una amalgama con cinc	81
3.6.7.	Etapa 7: remoción de Na_2SO_4 por medio de la cristalización por enfriamiento a temperatura ambiente	83

3.6.8.	Etapa 8: análisis de concentración de residuos sólidos y líquidos obtenidos después del proceso de tratamiento	84
3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información.....	85
3.8.	Análisis estadístico.....	86
3.8.1.	Estimación de la varianza dentro de las muestras	87
3.8.2.	Estimación de la varianza entre muestras	88
3.8.3.	Prueba F para la comparación de desviaciones estándar y varianza.....	88
3.9.	Plan de análisis de resultados.	89
3.10.	Programas a utilizar para análisis de datos.	90
4.	RESULTADOS	91
4.1.	Etapa 1	91
4.2.	Etapa 2.....	93
4.3.	Etapa 3.....	98
4.4.	Etapa 4.....	101
4.5.	Etapa 5.....	104
4.6.	Etapa 6.....	107
4.7.	Etapa 7.....	109
4.8.	Etapa 8.....	111
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	121
	CONCLUSIONES.....	129
	RECOMENDACIONES.....	131
	BIBLIOGRAFÍA	133

APÉNDICES..... 135
ANEXOS 139

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Proceso químico global de biodegradación aeróbica.....	8
2.	Etiqueta de seguridad del H_2SO_4 según la normativa internacional de las Naciones Unidas.....	26
3.	Etiqueta de seguridad del $HgSO_4$ según la normativa internacional de las Naciones Unidas.	29
4.	Etiqueta de seguridad del $K_2Cr_2O_7$ según la normativa internacional de las Naciones Unidas.....	32
5.	Etiqueta de seguridad del Ag_2SO_4 según la normativa internacional de las Naciones Unidas.....	33
6.	Esquema de los diferentes mecanismos para tratar un residuo químico peligroso	35
7.	Procesos de tratamiento para la remoción de contaminantes inorgánicos	39
8.	Logaritmo de la constante de equilibrio en función del precio para los agentes químicos que reducen Cr (VI) a Cr (III)	50
9.	Curva potenciométrica teórica para la titulación de 50 mL de solución de $K_2Cr_2O_7$ 0,062 M	51
10.	Gráfica de variación de la solubilidad de los iones Ag^+ y Hg_2^{+2} en función de la concentración de iones Cl^-	55
11.	Curvas de neutralización para 10 mL de desecho líquido de DQO que posee una concentración de H_2SO_4 8,25 M	58
12.	Curva de distribución de especies de Cr (III) en función del pH	62

13.	Curva de saturación del $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ en función de la temperatura ($^{\circ}\text{C}$).....	64
14.	Cajas que contienen el kit para el análisis de DQO de las diferentes marcas disponibles comercialmente	71
15.	Tubos o viales que contienen el reactivo utilizado para el análisis de DQO, antes y después de realizar el análisis	72
16.	Frascos de vidrio utilizados para almacenar el desecho líquido de la DQO	73
17.	Potenciómetro utilizado para la medición del pH y del potencial de óxido-reducción (ORP)	74
18.	Balance de masa para el proceso de reducción química del Cr(VI).....	75
19.	Unidad utilizada para filtrado	76
20.	Balance de masa para el proceso de precipitación química en el cual se forman las sales insolubles de Ag y Hg	77
21.	Balance de masa para el proceso de filtración 1 en el cual se separan las sales insolubles de plata y mercurio	77
22.	Plancha de calentamiento con agitación	79
23.	Balance de masa para el proceso de neutralización de los iones H^+ utilizando diferentes agentes alcalinos	79
24.	Balance de masa para el proceso de precipitación y filtración del $\text{Cr}(\text{OH})_3$	81
25.	Balance de masa para el proceso de remoción de Hg por formación de amalgama de cinc.....	82
26.	Balance de masa para el proceso de cristalización del $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	83
27.	Espectrofotómetro de UV – visible, utilizado para la medición de los metales pesados	84
28.	Procesos físicos y químicos para cada etapa del método de tratamiento.....	85

29.	Etapas del ciclo Deming (PDCA).....	90
30.	Recolección de las cajas que contienen el desecho líquido del análisis de la DQO	91
31.	Volumen total de desecho teórico y experimental para cajas de medición de DQO con 25 tubos.....	92
32.	Volumen total de desecho teórico y experimental para cajas de medición de DQO con 150 tubos.....	93
33.	Titulación de muestras de desecho líquido de la DQO utilizando un agente reductor.....	95
34.	Resultados experimentales para la etapa de reducción de Cr (VI) a Cr (III) utilizando 2-propanol.....	97
35.	Comparación de resultados experimentales con datos teóricos para la reducción de Cr (VI) a Cr (III) utilizando glucosa	98
36.	Etapa de separación de plata y mercurio por adición de cloruro de sodio	99
37.	Resultados experimentales para la etapa 3 para muestras de desecho líquido previamente reducido con 2- propanol	100
38.	Resultados experimentales para la etapa 3 para muestras de desecho líquido previamente reducido con glucosa.....	101
39.	Resultados obtenidos en la etapa 4 para muestras de desecho líquido tratado previamente con 2- propanol	103
40.	Resultados obtenidos en la etapa 4 para muestras de desecho líquido tratado previamente con glucosa	104
41.	Formación del precipitado de hidróxido de cromo (III) al neutralizar ácido sulfúrico hasta un pH 8,5 - 10.....	105
42.	Resultados experimentales de la etapa 5 para muestras de desecho líquido tratado previamente con 2- propanol.....	106
43.	Resultados experimentales de la etapa 5 para muestras de desecho líquido tratado previamente con glucosa	107

44.	Etapa de remoción de iones Hg (II) por adición de Zn.....	108
45.	Etapa de cristalización de sulfato de sodio decahidratado	110
46.	Análisis instrumental para la determinación del contenido total de Ag, Hg y Cr en sólidos finales	112
47.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 3 para muestras tratadas con 2-propanol.....	116
48.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 3 para muestras tratadas con glucosa	117
49.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 5 para muestras tratadas con 2-propanol.....	117
50.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 5 para muestras tratadas con glucosa	118
51.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 7 para muestras tratadas con 2-propanol.....	118
52.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 7 para muestras tratadas con glucosa	119
53.	Diagrama de flujo para el proceso de tratamiento del desecho líquido de la DQO	120

TABLAS

I.	Concentración de los principales componentes de la solución resultante luego de realizar los análisis de DQO	22
II.	Concentración molar de los compuestos iónicos presentes en el residuo líquido de la DQO	22
III.	Operaciones unitarias para la eliminación de contaminantes.....	36
IV.	Matriz comparativa de los diferentes criterios de evaluación de cada técnica de tratamiento	40

V.	Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento del ión dicromato e ion cromato	41
VI.	Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento de los iones Ag^+ y Hg_2^{+2}	42
VII.	Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento del ión hidronio (H^+)	43
VIII.	Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento del ión mercúrico (Hg^{+2})	44
IX.	Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento del ión crómico (Cr^{+3})	45
X.	Potencial estándar mínimo en función del número de electrones intercambiados para la reducción de ión dicromato a un $\text{pH} = 0$	49
XI.	Reactivos químicos reductores del cromo (VI) a cromo (III) en medio ácido	49
XII.	Constantes del producto iónico de solubilidad para las sales de plata y mercurio	54
XIII.	Potenciales estándar de reducción de metales que son buenos agentes reductores	59
XIV.	Parámetros que se medirán en las diferentes etapas del proceso de tratamiento del desecho líquido de la DQO	65
XV.	Variables dependientes e independientes para cada una de las etapas del proceso de tratamiento del desecho del DQO	66
XVI.	Tabla descriptiva de las actividades que se realizarán para el relevamiento de la información necesaria para evaluar la técnica de tratamiento	67
XVII.	Clasificación de los diferentes kits de reactivos disponibles comercialmente para cada rango de medición de DQO	72

XVIII.	Datos recopilados durante el desarrollo de cada etapa del proceso de tratamiento seleccionado	86
XIX.	Resumen de sumas de cuadrados y grados de libertad	89
XX.	Datos recopilados durante la primera etapa de almacenamiento e identificación del desecho líquido	92
XXI.	Datos obtenidos de las mediciones de pH y de potencial redox (ORP) a las muestras de desecho líquido previamente identificadas	94
XXII.	Resultados de la titulación de muestras de 10 ml de desecho de la DQO utilizando agente reductor 2- propanol	96
XXIII.	Resultados de la titulación de muestras de 10 ml de desecho de la DQO utilizando agente reductor solución de glucosa	96
XXIV.	Masa de solido filtrado en la etapa 3 para muestras de desecho líquido previamente reducido con 2- propanol	99
XXV.	Masa de solido filtrado en la etapa 3 para muestras de desecho líquido previamente reducido con glucosa.....	100
XXVI.	Datos obtenidos de las mediciones de pH inicial de las muestras identificadas.....	102
XXVII.	Masa de agente alcalino usada para la neutralización de 10 ml de desecho liquido tratado con 2-propanol.....	102
XXVIII.	Masa de agente alcalino usado para neutralizar 10 ml del desecho líquido reducido con glucosa.....	103
XXIX.	Masa de precipitado obtenido en la etapa 5 para muestras de desecho líquido tratado con 2- propanol	105
XXX.	Masa de precipitado obtenido en la etapa 5 para muestras de desecho líquido previamente tratado con glucosa	106
XXXI.	Masa de precipitados obtenidos en la etapa 6 para muestras de desecho líquido previamente tratado con 2- propanol	108

XXXII.	Masa de precipitados obtenidos en la etapa 6 para muestras de desecho líquido previamente tratado con glucosa	109
XXXIII.	Masa de Na_2SO_4 obtenido en la etapa 7 para muestras de desecho líquido previamente tratado con 2- propanol.....	110
XXXIV.	Masa de Na_2SO_4 obtenido en la etapa 7 para muestras del desecho líquido previamente tratado con glucosa	111
XXXV.	Contenido total de Ag, Cr y Hg en el sólido obtenido en la etapa 3 para muestras tratadas con 2- propanol	112
XXXVI.	Contenido total de Ag, Cr y Hg en el sólido obtenido en la etapa 3 para muestras tratadas con glucosa.....	113
XXXVII.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en etapa 5 para muestras tratadas con NaHCO_3	113
XXXVIII.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 5 para muestras tratadas con Na_2CO_3	114
XXXIX.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 5 para muestras tratadas con NaOH	114
XL.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en los cristales de Na_2SO_4 obtenidos con NaHCO_3	115
XLI.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en los cristales de Na_2SO_4 obtenidos con Na_2CO_3	115
XLII.	Contenido total de Ag, Hg y Cr en los cristales de Na_2SO_4 obtenidos con NaOH	116

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
mol	Cantidad de mol
COT	Carbono orgánico total
cm	Centímetro
cm³	Centímetro cubico
M	Concentración molar expresada como mol/litro
C	Corrosivo
DBO	Demanda bioquímica de oxígeno
DQO	Demanda química de oxígeno
d	Densidad
°C	Grado Celsius
g	Gramo
Xi	Irritante
L	Litro
mg	Miligramo
mL	Mililitro
mV	MiliVolt
T+	Muy tóxico
nm	Nanómetro
N	Nocivo
%	Porcentaje
E°	Potencial estándar de reducción

ORP

Potencial de óxido-reducción

pH

Potencial de hidrogeno

GLOSARIO

Absorbancia	Propiedad física, que poseen las sustancias disueltas en solución, de absorber la luz a una determinada longitud de onda.
Ácido	Sustancia química que, cuando se disuelve en agua, produce una solución con una actividad del catión hidronio mayor a la del agua pura.
Adsorción	Es un proceso físico por el cual partículas como átomos, iones o moléculas son retenidas o atrapadas.
Aerobio	Organismos vivos que pueden desarrollarse en ambientes con presencia de oxígeno diatómico.
Agente alcalino	Son óxidos, hidróxidos y carbonatos de los metales alcalinos que por lo general son bases fuertes y muy solubles.
Agente oxidante	Sustancia química que provoca la oxidación de otra sustancia reactiva.
Agente reductor	Sustancia química que provoca la reducción de otra sustancia reactiva.

Amalgama	Mezcla homogénea de uno o más metales con mercurio líquido.
Amalgamación	Acción y efecto de formación de una amalgama.
Anión	Es un ión con carga negativa, es decir que gana electrones.
Catión	Es un ión con carga positiva, es decir que pierde electrones.
Coefficiente estequiométrico	Número que se antepone a un reactivo o producto para balancear una ecuación química.
Cromo hexavalente	Especie más tóxica y corrosiva del elemento cromo.
Demanda bioquímica de oxígeno	Parámetro que mide la cantidad de materia susceptible de ser consumida u oxidada por medios biológicos que contiene una muestra líquida, disuelta o en suspensión.
Demanda de oxígeno	Parámetro físico-químico que indica una medida aproximada del contenido total de contaminantes orgánicos presentes en el agua.
Demanda química de oxígeno	Parámetro que mide la cantidad de sustancias susceptibles de ser oxidadas por medios químicos que hay disueltas o en suspensión en una muestra líquida.

Diagrama Pourbaix	Diagrama donde se representa gráficamente la variación del potencial redox (Eh) en función del pH para una solución acuosa de un elemento específico.
Electrón	Partícula subatómica con carga negativa que rodea el núcleo de un átomo.
Espectrofotómetro	Instrumento usado en el análisis químico que sirve para medir, en función de la longitud de onda, la relación entre valores de una misma magnitud fotométrica relativos a dos haces de radiaciones y la concentración o reacciones químicas que se miden en una muestra.
Estequiometría	Cálculo entre relaciones cuantitativas entre los reactantes y productos en el transcurso de una reacción química.
Evaporación	Proceso físico que consiste en el pasaje lento y gradual de un estado líquido hacia un estado gaseoso, tras haber adquirido suficiente energía para vencer la tensión superficial.
Filtración	Proceso de separación de sólidos en suspensión en un líquido mediante un medio poroso, que retiene los sólidos y permite el pasaje del líquido.

Floculación	Proceso químico mediante el cual, con la adición de sustancias denominadas floculantes, se aglutinan las sustancias coloidales presentes en el agua, facilitando de esta forma su decantación y posterior filtrado.
Hemirreacción	Parte de una reacción química en donde se muestra la pérdida o ganancia de electrones de uno de los reactivos.
Intercambio iónico	Intercambio de iones entre dos electrolitos o entre una disolución de electrolitos y un complejo.
Ión	Es una partícula cargada eléctricamente constituida por un átomo o molécula que no es eléctricamente neutra.
Ión Hidronio	Es el catión que se forma en agua en presencia de cationes de hidrógeno.
Materia orgánica	Sustancias químicas que poseen en su composición átomos de carbono. La mayoría es sintetizada por los seres vivos.
Mezcla sulfocrómica	Solución de dicromato de potasio disuelto en ácido sulfúrico concentrado.
Neutralización	Reacción química entre un ácido y una base para formar sal y agua.

Osmosis	Fenómeno físico relacionado con el comportamiento de un sólido como soluto de una solución ante una membrana semipermeable para el solvente pero no para los solutos.
Oxidación	Reacción química en la cual uno de los reactivos pierde electrones aumentando su estado de oxidación.
Parámetro Físicoquímico	Magnitud medida de una propiedad física o química de una sustancia.
Precipitación	Fenómeno de formación de un sólido en una disolución por efecto de difusión o reacción química.
Reducción	Reacción química en la cual uno de los reactivos gana electrones disminuyendo su estado de oxidación.
Solución saturada	Concentración máxima de un soluto en solución en el cual existe como una mezcla homogénea a una temperatura y presión dadas.
Titulación	Determinación de la concentración de un soluto en un análisis por medio de una reacción química entre el soluto y un reactivo patrón de concentración conocida.

RESUMEN

La presente investigación consiste en la selección, evaluación y desarrollo de una técnica de tratamiento para los desechos líquidos que se generan después de realizar los análisis de Demanda Química de Oxígeno (DQO) en el control de la calidad del agua.

Para determinar la forma correcta de tratar los desechos líquidos de la DQO se realizó un análisis profundo de todas las posibles formas de tratamiento que existen para cada uno de los componentes del desecho. Luego se establecieron criterios ambientales, técnicos y económicos para poder seleccionar solamente aquellos procesos que cumplieran con la mayoría de dichos criterios.

Para poder evaluar la efectividad del procedimiento de tratamiento seleccionado, se obtuvieron muestras de desecho líquido de la DQO provenientes de cinco diferentes laboratorios que utilizan diferentes marcas de reactivo y diferente rango de medición para los análisis de DQO. Estas muestras fueron recolectadas, identificadas y almacenadas para luego tratarlas utilizando el procedimiento seleccionado.

Los productos sólidos obtenidos fueron analizados para determinar su contenido total de metales y compararlos entre sí para verificar si existe o no una variación significativa entre los datos.

Los resultados obtenidos en esta investigación demuestran que, aunque existe una variación significativa de los datos, el procedimiento de tratamiento

seleccionado es efectivo en la remoción de los metales pesados, cromo, mercurio y plata; y es aplicable a cualquier desecho líquido sin importar la marca del kit, el rango de medición o el origen del desecho.

OBJETIVOS

General

Desarrollar un procedimiento a nivel laboratorio, para el tratamiento de los residuos líquidos provenientes de los análisis de Demanda Química de Oxígeno (DQO), que se llevan a cabo en laboratorios de análisis de calidad de agua.

Específicos

1. Desarrollar un procedimiento específico para la separación y cuantificación del contenido total de ión cromo (VI) presente en el residuo líquido proveniente de los análisis de DQO.
2. Desarrollar un procedimiento específico para la separación y cuantificación del contenido total de ión mercurio (II) presente en el residuo líquido proveniente de los análisis de DQO.
3. Desarrollar un procedimiento específico para la separación y cuantificación del contenido total de ión plata (I) presente en el residuo líquido proveniente de los análisis de DQO.
4. Separar, cuantificar y determinar la variación en el contenido total de ion sulfato presente en el residuo líquido proveniente de los análisis de DQO.

5. Determinar la variación en la concentración de los iones metálicos, removidos en el proceso de tratamiento, en función del desecho proveniente de cada laboratorio evaluado.

HIPÓTESIS

La metodología desarrollada para la separación y recuperación de los iones cromo (VI), mercurio (II), plata (I) y sulfato presentes en el residuo líquido proveniente de los análisis de demanda química de oxígeno DQO es viable debido a que no existe una variabilidad significativa según el origen o procedencia del desecho líquido.

Hipótesis nula:

Existe diferencia significativa en la recuperación porcentual para cada ion en función del origen del residuo de DQO por laboratorio investigado.

Hipótesis alternativa:

No existe diferencia significativa en la recuperación porcentual para cada ion en función del origen del residuo de DQO por laboratorio investigado.

INTRODUCCIÓN

Para realizar el análisis de DQO, es necesario utilizar un reactivo químico fuertemente oxidante que en su composición contiene mercurio (II), plata (I) y cromo (VI) disueltos en ácido sulfúrico al 70 por ciento. Todas estas sustancias son consideradas como muy tóxicas y dañinas para el medio ambiente.

El análisis de DQO constituye un parámetro fundamental de referencia para el control analítico de la calidad del agua (Norma COGUANOR NGO 29 014 h8, sección 6.1). Muchas industrias requieren periódicamente información sobre la DQO de sus aguas de proceso, y debido a esto, los laboratorios analíticos, estatales y privados, ofertan la realización del ensayo de DQO. El volumen, de los desechos líquidos, sobrepasa la capacidad de almacenamiento de desechos que los laboratorios disponen.

Actualmente en Guatemala se da una ausencia de un procedimiento sencillo y económico, para el tratamiento de los desechos generados en los análisis de DQO, lo que trae como consecuencia el impacto ambiental que provocan la descarga de estos desechos de laboratorio debido a los componentes tóxicos y deteriorantes del ambiente y la salud (iones de metales pesados de cromo, mercurio y plata contenidos en el desecho líquido del desecho DQO).

El principal objetivo de la investigación es presentar un procedimiento, a nivel laboratorio, que permita el tratamiento de los desechos líquidos provenientes de los análisis de la DQO y que además también pueda

transformar los componentes presentes en otras sustancias que podrían ser reutilizadas.

1. ANTECEDENTES

1.1. Investigaciones realizadas

Asada Amaya, ha presentado un estudio de tesis sobre la “Evaluación de los procesos de manejo y eliminación de los desechos químicos en los laboratorios de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia”, en el 2000.

El principal logro de este estudio fue el análisis de los diferentes criterios económicos, técnicos y ambientales para la comparación de los distintos procesos de manejo y eliminación de los desechos químicos, específicamente para la eliminación de sales de metales pesados.

Barrera Guevara, ha presentado un estudio de tesis sobre “Elaboración de un método para el tratamiento de desechos líquidos, provenientes de análisis fisicoquímicos realizados a aguas de distinto tipo, en el laboratorio biológico industrial”, en el 2011.

Una de las recomendaciones que hace este estudio es la recuperación y reutilización de sales de metales preciosos obtenidas al tratar los desechos químicos de los laboratorios, así como otros compuestos valiosos.

1.2. Justificación

El análisis de la demanda química de oxígeno –DQO- es un parámetro que se utiliza para evaluar el grado de contaminación orgánica que puede poseer el agua. Es muy importante medir la demanda química de oxígeno

(DQO)¹ para poder llevar un adecuado control ambiental sobre la calidad del agua.

Para realizar el análisis de DQO, es necesario utilizar un reactivo químico que es catalogado como un agente oxidante muy tóxico y corrosivo ya que en su composición contiene, dicromato de potasio (cromo en estado hexavalente), sulfato mercúrico (una sal venenosa) y sulfato de plata; todas estas sales disueltas en una solución muy concentrada de ácido sulfúrico. Debido a su composición, es necesario considerar bastantes medidas de seguridad y precaución en la manipulación del reactivo durante y después de realizar los análisis.

Es muy importante evitar que los desechos del reactivo DQO lleguen a los sistemas de alcantarillado o algún cuerpo receptor de agua debido a que son bastante dañinos para la vida acuática y pueden causar efectos adversos a largo plazo.

Según la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (USEPA)², los componentes químicos que contiene el reactivo, luego de realizar los análisis de DQO, son considerados como desechos tóxicos peligrosos y para su eliminación se deben de tomar todas las medidas de precaución que se establecen en el convenio de Basilea.

Según el convenio de Basilea (Artículo 4, inciso 2a), “la adecuada gestión de los residuos líquidos tóxicos (metales pesados, compuestos orgánicos, sales inorgánicas) y deteriorantes de diversos materiales (lechos de ríos,

¹ DQO: Demanda Química de Oxígeno. Se define como la cantidad de agente químico oxidante que se requiere para oxidar la materia orgánica contenida en el agua

² USEPA: Por sus siglas en inglés “United States Environmental Protection Agency”

colectores municipales, cuerpos o depósitos naturales), generados al realizar manufacturas y análisis fisicoquímicos de control de calidad y ambiental, tales como la demanda química de oxígeno (DQO), dependen de las acciones y las políticas que cada sistema productivo y de apoyo (laboratorios analíticos) apliquen para mitigar el impacto ambiental de los desechos líquidos generados en sus actividades (manufactura y análisis)”.

Existe una gran cantidad de laboratorios analíticos que diariamente realizan ensayos de control de calidad de agua, específicamente la DQO (Norma SMWW 5220D) y que generan un volumen significativo de desecho líquido con alto impacto ambiental y de riesgo en la salud.

La mayoría de laboratorios analíticos almacenan los desechos generados de sus análisis debido a la falta de normas regulatorias y procedimientos validados y adecuados para el tratamiento, previo a la descarga y/o desecho. Esta situación obliga a los laboratorios a buscar técnicas para el tratamiento y reutilización de sus diversos desechos y muchas veces estas técnicas al aplicarlas resultan impactantes económicamente y por lo tanto no ofrecen expectativa de solución inmediata.

La problemática del almacenamiento de desechos sólidos y líquidos conlleva a que siempre exista un volumen de desecho que, al no ser tratado adecuadamente, impacta fuertemente en el ambiente.

Este estudio de investigación de tesis es parte del proyecto FODECYT-047-2009, cuyo objetivo general es el de “Evaluar técnicas de tratamiento químico que permitan procesar el desecho líquido del análisis instrumental de Demanda Química de Oxígeno (DQO) mediante la recuperación del contenido

sólido de metales pesados existentes, y que proceden de diferentes laboratorios analíticos de control ambiental guatemaltecos”

1.3. Determinación del problema

La demanda química de oxígeno (DQO) es un parámetro que permite una medida aproximada del contenido total de materia orgánica presente en una muestra de agua.

1.3.1. Definición

En las pruebas de DQO se acelera artificialmente el proceso de biodegradación que realizan los microorganismos, mediante un proceso redox inducido, utilizando un agente oxidante químico mediante un método debidamente estandarizado, que tienen por objeto garantizar la fiabilidad de las mediciones.

La DQO así determinada se expresa ponderadamente como “los miligramos oxígeno equivalente al contenido de materia orgánica oxidable en la muestra”³. El análisis de DQO constituye un parámetro fundamental de referencia para el control analítico de la calidad del agua (Norma COGUANOR NGO 29 014 h8, sección 6.1).

Muchas industrias requieren periódicamente información sobre la DQO de sus aguas de proceso, y debido a esto, los laboratorios analíticos estatales y privados ofertan la realización del ensayo de DQO. El volumen de los desechos

³ CLESCERÍ, Leonore S., ed. GREENBERG, Arnold., ed. Y EATON, Andrew., ed. “Standard Methods for the examination of Water and Wastewater” p. 926

líquidos generados al realizar dicho análisis, sobrepasa la capacidad de volumen de almacenamiento de desechos que un laboratorio analítico dispone.

Actualmente en Guatemala se da una ausencia de un procedimiento sencillo y económico, para el tratamiento de los desechos generados en los análisis de DQO.

Esto trae como consecuencia el impacto ambiental que provoca la descarga de estos desechos de laboratorio debido a los componentes tóxicos y deteriorantes del ambiente y la salud (iones de metales pesados: cromo (VI), plata (I) y mercurio (I) que se encuentran en el desecho líquido de la DQO).

Es necesario realizar estudios económicos acerca de las alternativas tecnológicas disponibles para el tratamiento de los residuos líquidos generados y así poder desarrollar métodos efectivos que puedan ser aplicados por cualquier laboratorio analítico.

1.3.2. Delimitación

Se recolectaran muestras de desecho líquido procedentes de cinco laboratorios analíticos nacionales ubicados en el departamento de Guatemala.

Se aplicara una técnica de tratamiento efectiva en función de utilizar reactivos de grado industrial previamente evaluados su potencial reactivo (redox, precipitación y neutralización) y se determinará la variación de dicha efectividad.

2. MARCO TEÓRICO

Para el desarrollo de un procedimiento adecuado para el tratamiento de los residuos líquidos que se obtienen luego de realizar los análisis de demanda química de oxígeno, es necesario conocer y comprender los conceptos básicos bajo los cuales se fundamenta dicho análisis; así como también conocer la composición química del desecho para poder diseñar un proceso de tratamiento.

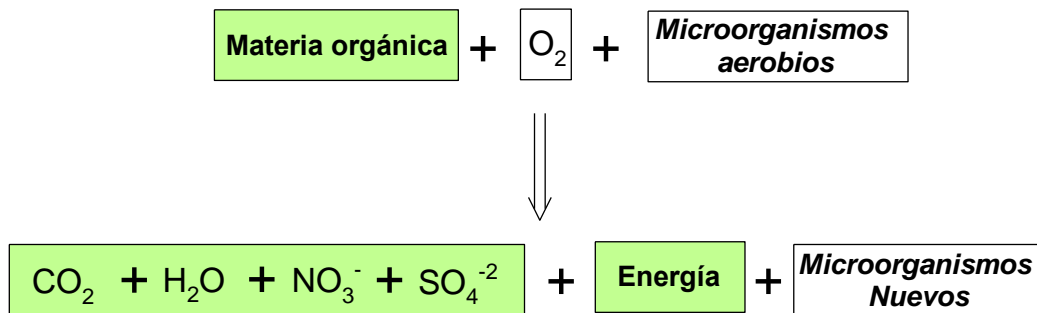
En las siguientes secciones se dan a conocer todos los conceptos teóricos bajo los cuales se fundamenta el análisis de demanda química de oxígeno, así como también los fundamentos para la selección de un proceso de tratamiento adecuado para dichos desechos.

2.1. Concepto y definición de demanda de oxígeno

La demanda de oxígeno es un parámetro físico-químico que indica una medida aproximada del contenido total de contaminantes orgánicos presentes en el agua.

Esta materia orgánica, en condiciones naturales, puede ser biodegradada (esto es oxidada) lentamente a dióxido de carbono y agua mediante un proceso lento que puede tardar desde unos pocos días hasta unos cuantos millones de años, dependiendo del tipo de materia orgánica presente y de las condiciones de biodegradación. La reacción química global se puede representar de la siguiente manera:

Figura 1. **Proceso químico global de biodegradación aeróbica**



Fuente: METCALF & EDDY, INC. Ingeniería de Aguas Residuales. p. 125.

2.2. Métodos para medir la demanda de oxígeno

Existen tres métodos analíticos que permiten cuantificar la demanda de oxígeno, los cuales son:

- Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)
- Demanda Química de Oxígeno (DQO)
- Contenido de Carbono Orgánico Total (COT)

Los primeros dos métodos miden directamente la demanda de oxígeno, mientras que el tercer método lo mide de manera indirecta.

En el análisis DBO los microorganismos consumen compuestos orgánicos como alimento, mientras que al mismo tiempo consumen oxígeno. La prueba estándar de DBO mide la cantidad de oxígeno consumido en una muestra durante un período de cinco días. Debido a la longitud de tiempo requerido para completar la prueba, los resultados proporcionan datos históricos y no se facilita la evaluación rápida de la calidad del agua o el control óptimo del proceso.

La prueba de carbono orgánico total utiliza calor, luz ultravioleta y un oxidante químico fuerte para oxidar los compuestos orgánicos a dióxido de carbono y agua. La demanda de oxígeno se mide indirectamente por medio de la determinación de la cantidad de dióxido de carbono producido usando espectroscopia infrarroja.

La prueba puede durar varios minutos hasta varias horas en completarse, y la información obtenida del análisis de COT es menos útil que la información obtenida de los análisis de DBO y DQO. Además, la determinación del COT no diferencia entre los compuestos con el mismo número de átomos de carbono en diferentes etapas de la oxidación y por lo tanto se producen diferentes resultados de la demanda de oxígeno.

2.3. Análisis de Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Para determinar la demanda química de oxígeno, se utiliza un agente oxidante químico fuerte en solución ácida y en presencia de calor para oxidar el carbono orgánico hasta dióxido de carbono y agua.

Por definición la demanda química de oxígeno es una medida del oxígeno equivalente al contenido de materia orgánica de una muestra que es susceptible a la oxidación por un oxidante químico fuerte.

La demanda de oxígeno se determina por medio de la medición de la cantidad de agente oxidante consumido utilizando ya sea un método volumétrico o fotométrico.

El análisis no se ve afectado por sustancias tóxicas, y los resultados están disponibles entre hora y media y tres horas, proporcionando un control de procesos más rápido y asegura el control de la calidad del agua.

Existe una relación empírica entre la DQO, la DBO y el COT; sin embargo, la relación específica debe de establecerse para cada muestra. Una vez que la correlación ha sido establecida, los resultados del análisis DQO son útiles para el monitoreo y control.

2.3.1. Normas oficiales para el análisis DQO

Según la Comisión Guatemalteca de Normas (COGUANOR), la norma oficial para la determinación de la demanda química de oxígeno es la NGO 29 014 h8, la cual fue publicada en el Diario Oficial el 22 de octubre de 2004 resolución 13-2004.

La norma NGO 29 014 h8 está basada en la norma internacionalmente aceptada y recomendada del manual “Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater” (SMWW) sección 5220.⁴

Según el procedimiento normado y validado, existen cuatro métodos diferentes para la determinación de la DQO.

- Método titrimétrico a reflujo abierto
- Método titrimétrico a reflujo cerrado
- Método colorimétrico a reflujo abierto
- Método colorimétrico a reflujo cerrado

⁴ CLESCERÍ, Leonore S., ed. GREENBERG, Arnold., ed. Y EATON, Andrew., ed. “Standard Methods for the examination of Water and Wastewater” p. 926

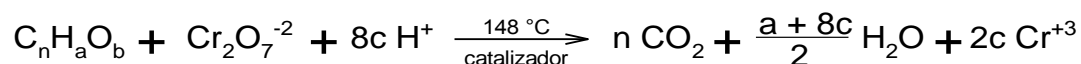
El método colorimétrico a reflujo cerrado es el más utilizado por los laboratorios analíticos del país debido a que utiliza menor cantidad de sales y reactivos que en el método a reflujo abierto. Se utilizan ampollas o tubos de reacción con soluciones preparadas que se encuentran disponibles comercialmente y son distribuidas por las industrias HACH y MERCK por sus respectivos distribuidores en el país.

2.3.2. Determinación de la DQO según la Norma COGUANOR NGO 29 014 h8, sección 6.1, Método Colorimétrico a Reflujo Cerrado

A continuación se presenta una explicación detallada sobre los principios teóricos y la metodología que debe de utilizarse para realizar el análisis de DQO, según se establece en la norma nacional.

2.3.2.1. Principio del método

La mayor parte de la materia orgánica es oxidada por una mezcla de ácidos crómico y sulfúrico. La estequiometría de la reacción es como sigue:



Donde:

$$c = \frac{2}{3} n + \frac{a}{6} - \frac{b}{3}$$

Cuando la muestra es digerida por esta mezcla, el ión dicromato oxida el material de DQO en la muestra. Esto da como resultado un cambio en el estado

de oxidación del cromo, de hexavalente a trivalente. Ambas especies de cromo son coloreadas y absorben en la región visible del espectro.

El ion dicromato absorbe fuertemente en la región de los 400 nanómetros, donde la absorción del ion cromo (III) es mucho menor. El ion cromo (III) absorbe fuertemente en la región de los 600 nanómetros, donde el ion dicromato tiene casi cero de absorción. En una solución de 9 mol por litro de ácido sulfúrico, el ión cromo (III) tiene un mínimo en la región de los 400 nanómetros. Además, tiene una absorción máxima a 420 nanómetros.

Para valores de DQO entre 100 y 900 miligramos por litro, se determina el aumento del Ion cromo (III) en la región de los 600 nanómetros. Valores más altos pueden ser obtenidos por medio de la dilución de la muestra. Los valores de DQO de 90 miligramos por litro o menos pueden ser determinados siguiendo la disminución en el ion dicromato a 420 nanómetros. La correspondiente generación de ion cromo (III) da un pequeño aumento en la absorción a 420 nanómetros, pero esto es compensado en el procedimiento de calibración.

2.3.2.2. Interferencias y limitaciones

Varios compuestos orgánicos (hidrocarburos aromáticos, piridina y compuestos relacionados, compuestos alifáticos volátiles de cadena recta) resisten la oxidación. Estos compuestos no son oxidados en un grado apreciable. Esto ocurre, en parte, debido a que los compuestos orgánicos volátiles están presentes en fase gaseosa y no entran en contacto con el oxidante. La adición de sulfato de plata como catalítico mejora la oxidación de los compuestos alifáticos de cadena recta.

Los haluros (cloruros, fluoruros, yoduros y bromuros) reaccionan con Sulfato de plata formando precipitados (haluros de plata) inhibiendo su actividad catalítica. Esta dificultad puede reducirse antes de iniciar el proceso de digestión, aunque no eliminarse completamente, formando un complejo soluble (haluomercurato) con sulfato de mercurio.

Aunque se especifica 1 gramo de sulfato de mercurio para una muestra de 50 mililitros, una cantidad menor puede usarse cuando se conoce que la concentración de cloruro en la muestra es menor a 2000 miligramos por litro y se mantenga una proporción en peso de 10/1 para la relación sulfato de mercurio/Ion cloruro. Sin embargo, en las pruebas disponibles comercialmente, se deben seguir las instrucciones indicadas por el fabricante.

Las interferencias con haluros pueden ser removidas por medio de la precipitación con el ion plata y su filtración antes de la digestión, lo que puede introducir errores debido a la oclusión y acarreo de material, lo que se evidencia en valores bajos de DQO.

Existen técnicas para medir la DQO en aguas salinas, que pueden consultarse en la bibliografía.

Los agentes inorgánicos reductores, tales como, nitritos, sulfuros y hierro (II) generan valores más altos de DQO. Estos interferentes pueden ser eliminados por medio de una reacción con mercurio. Es necesario hacer cálculos estequiométricos del consumo de oxígeno de estos interferentes y restarlos del valor final de la prueba.

El amoníaco y sus derivados no son oxidados por el dicromato. Sin embargo la presencia de cloro elemental puede oxidar estos compuestos, dando un valor más alto de DQO.

Los nitritos producen una DQO de 1,1 miligramos por miligramo de nitritos. Debido a que la concentración de nitrito en las aguas raramente excede de 1 a 2 miligramos por miligramo de nitrito, la interferencia no es significativa y usualmente se ignora. Para eliminar una interferencia significativa debida al nitrito, se adicionan 10 miligramos de ácido sulfámico por cada miligramo de nitrito presente en el volumen de muestra analizado. Es necesario analizar un blanco con agua destilada, desmineralizada o de pureza equivalente, agregando la misma cantidad de ácido sulfámico.

Los compuestos inorgánicos reducidos, tales como, el hierro (II), sulfuros, manganeso (II), etc., son oxidados cuantitativamente bajo las condiciones del ensayo. Para muestras que contienen cantidades significativas de dichos compuestos se puede calcular una oxidación estequiométrica a partir de concentraciones iniciales conocidas de tales interferentes y luego se hacen las correcciones en el valor de DQO obtenido.

La limitación más importante es la generación de residuos peligrosos debido al uso de sales de plata, cromo hexavalente y mercurio en las determinaciones de DQO. El problema más grande radica en el uso de mercurio. Si la distribución del cloruro a la DQO es mínima, el uso de Sulfato de mercurio puede ser omitido. Muestras más pequeñas (como los volúmenes usados en los métodos de reflujo cerrado) conlleva a una generación menor de residuos. El material de desecho puede ser regenerado siguiendo procedimientos adecuados.

2.3.2.3. Reactivos

A continuación se describen detalladamente los reactivos químicos que se utilizan para realizar el análisis DQO, así como su adecuada preparación y manejo.

2.3.2.3.1. Solución estándar para digestión

Pesar 10,216 gramos de dicromato de potasio grado estándar primario, previamente secado a 150 grados Celsius durante 2 horas, o a la temperatura que indiquen las especificaciones técnicas del reactivo. Agregar 100 mililitros de agua destilada, 167 mililitros de ácido sulfúrico concentrado (precaución) y 33.3 gramos de sulfato de mercurio, disolver, enfriar a temperatura ambiente y diluir con agua destilada a 1 litro en un balón aforado clase A.

2.3.2.3.2. Reactivo sulfato de plata - ácido sulfúrico

Adicionar sulfato de plata grado reactivo, en cristales o en polvo, al ácido sulfúrico concentrado, en una proporción de 5,5 gramos de Sulfato de plata por 1 kilogramo de ácido sulfúrico. Dejar reposar de 1 a 2 días para disolver el sulfato de plata.

2.3.2.3.3. Ácido sulfámico

Utilizar únicamente cuando es necesario eliminar la interferencia del ion nitrito.

2.3.2.3.4. Ftalato ácido de potasio estándar

Pulverizar y secar a 120 grados Celsius o a la temperatura que indiquen las especificaciones técnicas del reactivo, durante 2 horas, hasta lograr un peso constante. Disolver 425 miligramos de ftalato ácido de potasio en agua destilada y diluir a 1 litro en un balón aforado clase A. El ftalato ácido de potasio tiene una DQO teórica de 1,176 miligramos por miligramo de oxígeno y esta solución tiene una DQO teórica de 500 miligramos de oxígeno por litro. Esta solución es estable en refrigeración a 4 grados Celsius al menos una semana, en ausencia de crecimiento biológico visible.

Todas estas soluciones pueden adquirirse comercialmente.

2.3.2.4. Aparatos y materiales

A continuación se describen detalladamente los aparatos y otros materiales que se utilizan para realizar el análisis DQO, así como su adecuado manejo.

2.3.2.4.1. Recipientes de digestión

De preferencia usar tubos de ensayo o reacción de borosilicato de 16 mm x 100mm, 20 mm x 150mm ó 25 mm x 150mm, resistentes a una temperatura de 148 grados Celsius \pm 3 grados Celsius, con tapón de rosca y recubrimiento interior de teflón. Alternativamente se pueden utilizar tubos sellables de borosilicato de 10 mililitros de capacidad y de preferencia con un diámetro de 19 milímetros a 20 milímetros.

2.3.2.4.2. Plancha de calentamiento

Debe de poseer un dispositivo para operar a 148 grados Celsius \pm 3 grados Celsius, con un espesor que garantice que la solución quede inmersa en la plancha y agujeros hechos a la medida de los tubos de reacción o de las ampollas estándar.

2.3.2.4.3. Espectrofotómetro

Para ser usado a 600 nanómetros y 420 nanómetros, con acceso a adaptador abierto para los recipientes de reacción.

Para realizar los análisis se recomienda utilizar guantes y careta protectora.

2.3.2.5. Procedimiento

A continuación se describen detalladamente el procedimiento que se debe de seguir para realizar el análisis DQO según se establece en las normas oficiales.

2.3.2.5.1. Tratamiento de las muestras

Agregar 2 mililitros de muestra a un tubo de reacción que contiene 3 mililitros de reactivo o el volumen que indique las especificaciones técnicas del proveedor.

- Cerrar los tubos firmemente y mezclar por inversión varias veces.

- Colocar los tubos o las ampollas en la plancha de calentamiento en bloque precalentado a 148 ± 3 grados Celsius y refluir por 2 horas dentro de una campana de extracción.
- Enfriar a temperatura ambiente y colocar los tubos de ensayo en una gradilla. Se puede precipitar algo de sulfato mercurico pero esto no afectará el análisis.

Preparar, digerir y enfriar las muestras, el blanco y uno o más de los estándares, siguiendo el procedimiento anteriormente descrito.

2.3.2.5.2. Medición de la reducción del ion dicromato

Enfriar lentamente las muestras a temperatura ambiente para evitar la formación de precipitados. Mezclar suavemente el contenido de los recipientes de reacción para combinar el agua condensada y la materia insoluble. Dejar que la materia suspendida sedimente y asegurarse que las vías ópticas estén claras.

Introducir dentro del espectrofotómetro, a través de la ventana de acceso, las ampollas o los tubos de reacción sin abrir, teniendo cuidado de que estén colocadas en la trayectoria de la luz.

Leer la absorbancia de las muestras en un espectrofotómetro a la longitud de onda seleccionada (420 nanómetros a 600 nanómetros). A 600 nanómetros usar un blanco no digerido como solución de referencia. Analizar un blanco digerido para confirmar que los reactivos analíticos estén bien y para determinar

la DQO del blanco. Alternativamente, usar el blanco digerido como solución de referencia una vez establecido que tiene una baja DQO.

A 420 nanómetros, usar agua como solución de referencia. Medir todas las muestras, blancos y estándares contra esta solución. Las mediciones de absorción de un blanco no digerido que contenga dicromato, con agua destilada en lugar de la muestra, dará la absorción de dicromato inicial; cualquier muestra digerida, blanco o estándar que tenga un valor de DQO dará una absorción menor debido a la disminución del ión dicromato.

Analizar un blanco digerido con agua en lugar de la muestra para asegurarse de la calidad del reactivo y para determinar la contribución de los reactivos a la disminución de la absorción durante una digestión dada.

La diferencia entre las absorbancias de una muestra digerida dada y el blanco digerido es una medida de la DQO de la muestra. Cuando se corren los estándares, graficar las diferencias entre las absorbancias de los blancos digeridos y de los estándares digeridos versus los valores de DQO para cada estándar.

2.3.2.5.3. Preparación de la curva de calibración

Prepara al menos cinco estándares de solución de ftalato ácido de potasio con equivalentes de DQO para cubrir cada rango de concentración, dependiendo de la longitud de onda de trabajo.

Se deben de preparar curvas de calibración para cada lote nuevo de tubos de reacción o ampollas, o cuando los estándares preparados de acuerdo a lo

indicado en la sección anterior difieren en ± 5 por ciento de la curva de calibración.

Las curvas deben de ser lineales. Sin embargo puede ocurrir una no linealidad, dependiendo de los instrumentos utilizados y de toda la exactitud necesaria.

2.3.2.5.4. Cálculos

A continuación se muestra la forma correcta de calcular la DQO en la muestra analizada, tomando como base los datos obtenidos ala realizar el ensayo.

Para el cálculo directo es necesario utilizar la siguiente formula:

$$\text{DQO (mg O}_2\text{/L)} = \frac{M \times 1,000}{V}$$

En donde:

M = masa de oxígeno en el volumen final (mg).

V = Volumen de muestra (ml).

1,000 = factor de conversión de mililitros a litros.

2.3.2.5.5. Precisión y desviación

Cuarenta y ocho muestras sintéticas preparadas con ftalato ácido de potasio y cloruro de sodio fueron analizadas por cinco laboratorios, obteniéndose los resultados siguientes:

- A una DQO promedio de 193 miligramos por litro de oxígeno en ausencia de cloruro, la desviación estándar fue de ± 17 miligramos de oxígeno por litro (coeficiente de variación 8,7 por ciento).
- A una DQO promedio de 212 miligramos de oxígeno por litro y 100 miligramos por litro de ion cloruro, la desviación estándar fue de ± 20 miligramos por litro O_2 (coeficiente de variación 9,6 por ciento).
- De igual manera en Guatemala se trabajaron treinta muestras sintéticas preparadas de ftalato ácido de potasio y una DQO teórica de 1, 000 miligramos por litro. Estas fueron analizadas por 14 laboratorios, obteniéndose los resultados siguientes: A una DQO promedio de 1026 miligramos por litro O_2 en ausencia de cloruro, la desviación estándar fue de ± 33 miligramos por litro de O_2 , desviación estándar relativa de 3 (coeficiente de variación 3,2 por ciento).

2.4. Composición química del desecho líquido del análisis DQO

La composición química del reactivo utilizado para realizar los ensayos de DQO consiste en una mezcla de una solución digestora y una solución catalizadora en proporción 1 a 2, respectivamente.

La solución digestora consiste en una mezcla de dicromato de potasio, sulfato de mercurio (II) y ácido sulfúrico; la solución digestora consiste en una mezcla de sulfato de plata con ácido sulfúrico.

Estas soluciones se mezclan con un volumen de muestra de agua a analizar. En la siguiente tabla se presentan las concentraciones de los

principales componentes de la solución resultante al realizar los análisis de DQO.

Tabla I. **Concentración de los principales componentes de la solución resultante luego de realizar los análisis de DQO**

Reactivo:	Concentración (mol/L)	Concentración (g/L)
Acido Sulfúrico	7,960	780,080
Dicromato de potasio	0,007	2,000
Sulfato de Mercurio (II)	0,022	6,645
Sulfato de Plata (I)	0,013	3,960

Fuente: Merck Inc. www.merck.com/safetycards/cod_reagent.htm. Consulta: 5 de junio 2011.

Todos los componentes del residuo líquido luego de realizar los análisis de la DQO, están presentes en la solución como especies iónicas. Las concentraciones molares de las diferentes especies iónicas contenidas en el desecho líquido se muestran a continuación en la siguiente tabla.

Tabla II. **Concentración molar de los compuestos iónicos presentes en el residuo líquido de la DQO**

Especie iónica:	Concentración (mol/L)
Cationes	
[H ⁺]	15,92
[Hg ⁺²]	0,022
[Ag ⁺]	0,026
[K ⁺]	0,014
Aniones	
[Cr ₂ O ₇ ⁻²]	0,007
[SO ₄ ⁻²]	8,0

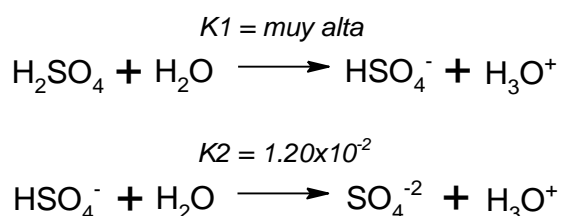
Fuente: elaboración propia, datos calculados obtenidos de la tabla I.

2.4.1. Ácido sulfúrico (H₂SO₄)

A continuación se hace una revisión teórica de las propiedades físicas y químicas del ácido sulfúrico, el cual es el mayor componente del desecho líquido de la DQO.

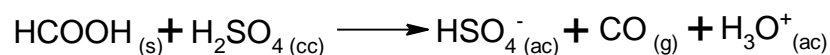
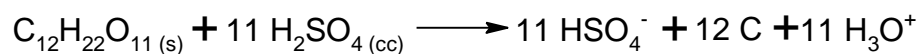
El ácido sulfúrico puro es un líquido aceitoso incoloro, denso (densidad = 1,834 gramos por mililitro), que se congela a 10,37 grados Celsius, dando un sólido cristalino incoloro que hierve a 317 grados Celsius, temperatura a la que la composición del mismo es de 98,54 por ciento de ácido sulfúrico, pues durante el calentamiento desprenden vapores formados al descomponerse en agua y anhídrido sulfúrico. También el óleum alcanza esta concentración cuando es calentado.

Es un ácido fuerte diprótico, es decir que en solución acuosa se disocia produciendo dos iones hidrónio. Experimenta una ionización primaria casi total; la ionización secundaria es menos completa, como se observa por los valores de las correspondientes constantes de ionización:

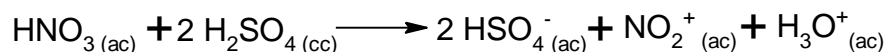


Debido al elevado punto de ebullición del ácido sulfúrico, se utiliza este ácido para desplazar de sus sales a ácidos que hierven a temperaturas más bajas, constituyendo, a veces, un excelente procedimiento para obtenerlos, al menos en el laboratorio.

El ácido sulfúrico, especialmente si es concentrado, tiene una fuerte apetencia por el agua, dando lugar a una serie de hidratos. Esta reacción con el agua es tan pronunciada que no solamente elimina agua de los materiales que la contienen, sino que en ocasiones elimina los dos elementos que la forman (hidrógeno y oxígeno), sobre todo si se encuentran en la misma reacción atómica que en el agua, como ocurre con muchos carbohidratos:

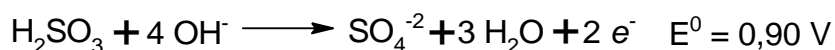
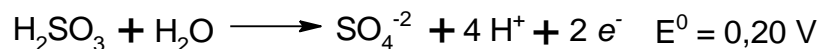


Incluso con ácido nítrico:



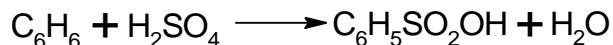
Esta acción deshidratante hace que el ácido sulfúrico se utilice para desecar gases que no reaccionan con él, así como para eliminar el agua que se produce en muchas reacciones químicas, tales como la nitración, en la fabricación de colorantes y explosivos.

El ácido sulfúrico no tiene un poder oxidante particularmente notable. Este poder viene determinado por los valores de los diferentes potenciales redox:

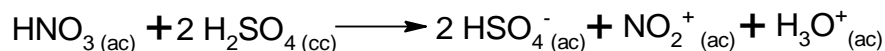


Sólo concentrado y en caliente el potencial es suficiente para oxidar metales como el cobre, a los que disuelve. Los productos de la reducción del ácido sulfúrico pueden ser el dióxido de azufre, azufre elemental y el sulfuro de hidrógeno, según las fuerzas relativas de oxidante-reductor.

El ácido sulfúrico interviene también en numerosas reacciones orgánicas, bien como reactivo o como catalizador. Un ejemplo de ambas actuaciones puede ser la sulfonación de hidrocarburos aromáticos:



También para la nitración de anillos aromáticos:



El ion nitrito es el agente nitrante.


Los efectos encontrados en la toxicidad del ácido sulfúrico obedecen por completo a las interacciones del ion hidrónio con los componentes celulares más que a la interacción del ion sulfato. Es una sustancia corrosiva y provoca efectos directos locales en todos los tejidos corporales aún en bajas concentraciones.

El contacto de cualquier tejido con ácido sulfúrico concentrado provoca quemaduras profundas y de difícil sanado.

Su alta reactividad frente a muchos compuestos lo hace peligroso por la generación de calor, por el potencial de explosión o por la generación de vapores tóxicos o inflamables.

A continuación se presenta un esquema de los pictogramas que deben de utilizarse para su envasado y etiquetado según las normas internacionales:

Figura 2. **Etiqueta de seguridad del H₂SO₄ según la normativa internacional de las Naciones Unidas**

	Símbolo C
	R:35
	S: 1/2-26-30-45
	Clasificación de peligros UN: 8
	Grupo de envasado UN: II

Fuente: Instituto Nacional de Seguridad e Higiene del Trabajo de España.
www.insht.es/FichasTecnicas/FISQ/Ficheros/301a400/nspn0362.pdf.
Consulta: junio 2011.

La inhalación de vapores de ácido sulfúrico concentrado provoca tos aguda y daños severos en los pulmones y en todo el tracto respiratorio. El contacto con los ojos puede provocar pérdida total de la visión.

En la piel genera quemaduras y necrosis severa. La ingestión de ácido sulfúrico concentrado en cantidad aproximada a una cucharada es mortal para adultos; esta ingesta puede provocar perforación del ducto gástrico, peritonitis y un colapso circulatorio posterior. El *shock* es la causa inmediata más común de muertes. La exposición crónica a esta sustancia puede generar traqueo bronquitis, gastritis e irritación cutánea.

Un peligro importante en la manipulación del ácido sulfúrico lo constituye su dilución en agua. Cuando el ácido sulfúrico se mezcla con agua, se produce una gran cantidad de calor, que dependiendo de la cantidad relativa de las dos sustancias puede provocar un incremento considerable en la temperatura de la solución e incluso puede generar ebullición violenta.

Este comportamiento es más marcado y peligroso en procedimientos de mezcla donde se adiciona agua sobre el ácido concentrado y por eso no se recomiendan.

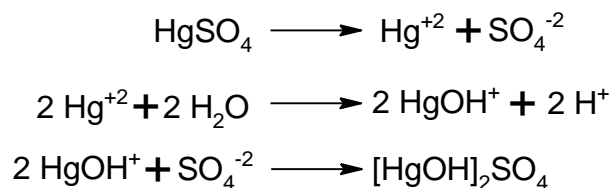
Los peligros más graves de exposición al ácido sulfúrico se dan en derrames accidentales durante su transporte y manipulación. Niveles mucho más bajos están presentes en la atmósfera por oxidación de óxido de azufre generado en plantas donde se libera como emisión. El grado de afectación a los diferentes individuos se ve agravado por enfermedades respiratorias crónicas como asma, a nivel respiratorio; enfermedades gastrointestinales crónicas, como gastritis, a nivel gástrico y enfermedades oculares o cutáneas, como conjuntivitis crónica o dermatitis.

2.4.2. Sulfato mercúrico (HgSO₄)

El sulfato mercúrico es un sólido cristalino blanco que no es soluble en el agua debido a que reacciona con ella. Es un sólido bastante denso (densidad = 6,4 gramos por mililitro) y no posee un punto de fusión ya que se descompone al calentar intensamente produciendo humos tóxicos de mercurio y anhídridos sulfúricos.

Reacciona violentamente con cloruro de hidrógeno. En contacto con laminillas de aluminio, en presencia de humedad, produce una rápida y completa amalgamación.

El sulfato mercúrico reacciona con el agua produciendo sulfato de mercurio básico y ácido sulfúrico, esto debido a la hidrólisis del ion mercurio (II), dada por la siguiente reacción:




El sulfato básico de mercurio es un sólido de color amarillo que se forma al mezclar agua con sulfato de mercurio y es bastante insoluble. El ácido sulfúrico es un subproducto de la formación del complejo.

El sulfato mercúrico está clasificado como sustancia muy tóxica. La inhalación y la ingestión o absorción cutánea en muy pequeña cantidad, pueden conducir a daños de considerable magnitud para la salud, posiblemente con consecuencias mortales.

Se considera un peligro para el medio ambiente debido a que al ser liberado en el medio acuático y no acuático puede producirse un daño del ecosistema por cambio del equilibrio natural, inmediatamente o con posterioridad.

Figura 3. **Etiqueta de seguridad del HgSO₄ según la normativa internacional de las Naciones Unidas.**

	Símbolo T+ y N
	R: 26/27/28-33-50/53
	S: 1/2-13-28-36-45-60-61
	Clasificación de peligros UN: 6,1
	Grupo de envasado UN: II

Fuente: Instituto Nacional de Seguridad e Higiene del Trabajo de España.
www.insht.es/FichasTecnicas/FISQ/Ficheros/301a400/nspn0982.pdf
 Consulta: junio 2011.

Se recomienda almacenar bajo llave y mantenerse fuera del alcance de los niños. Lejos de alimentos, bebidas y piensos. Debe de usarse indumentaria protectora adecuada.

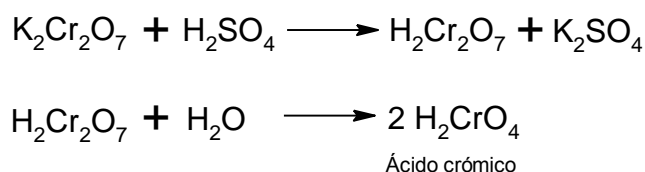
2.4.3. **Dicromato de potasio (K₂Cr₂O₇)**

El dicromato de potasio es un sólido cristalino de color naranja rojizo. Se descompone por debajo de su punto de ebullición a 500 grados Celsius, tiene un punto de fusión de 398 grados Celsius, es un sólido bastante denso (d=2.7 gramos/cm³) y bastante soluble en agua (s= 120 gramos por litro).

El dicromato de potasio reacciona violentamente con ácido y acetona o hidracida, con hidroxilamina, reacciona explosivamente y con etilenglicol a 100 grados Celsius, la reacción es exotérmica.

Las mezclas de este compuesto con hierro metálico, tungsteno metálico y boro son pirotécnicas. En general es incompatible con agentes reductores, materiales orgánicos y con materiales combustibles que se encuentren como partículas pequeñas, por peligro de ignición.

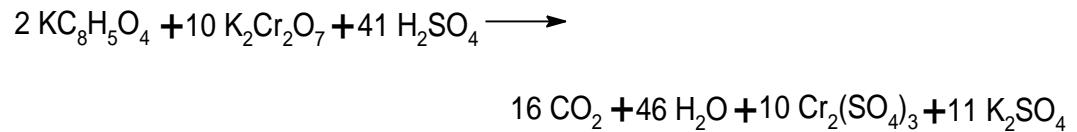
El dicromato de potasio es una sal del hipotético ácido dicrómico, este ácido en sustancia no es estable. Se puede obtener al disolver dicromato de potasio en ácido sulfúrico concentrado, pero rápidamente se convierte en ácido crómico.



El ácido crómico se refiere generalmente a una colección de compuestos generados por la acidificación de las soluciones que contienen aniones cromato o dicromato, y también la disolución de trióxido de cromo en ácido sulfúrico concentrado.

El ácido crómico presenta al cromo en estado de oxidación +6 (o VI), a menudo denominado cromo hexavalente. Una solución de ácido crómico en ácido sulfúrico (también conocida como mezcla sulfocrómica) es un agente oxidante muy potente.

Cuando la materia orgánica se oxida con dicromato de potasio en ácido sulfúrico, la mayoría del carbono se convierte en dióxido de carbono (CO₂). El hidrógeno presente es convertido en agua (H₂O). La reacción se ilustra mejor utilizando el estándar primario ftalato ácido de potasio como ejemplo.



Los iones dicromato forman una solución de color naranja. Cuando el cromo (VI) se reduce a cromo (III), la solución cambia a un color verde. El potencial estándar de reducción es cerca de 1,36 Voltios. El potencial real puede variar con respecto a la temperatura, el pH, y la proporción en concentración molar que haya entre el ion cromo (III) y el ion dicromato en solución, según la siguiente ecuación:

$$E = E^0 + \frac{0.0001983}{6} \times \log \frac{[\text{H}^+] [\text{Cr}_2\text{O}_7]}{[\text{Cr}^{+3}]^2}$$


El dicromato de potasio se puede absorber por inhalación del aerosol, a través de la piel y por ingestión.

La dosis letal en un ser humano es de 0,05 miligramos por litro, y en dosis menores se considera como cancerígeno potencial. Puede causar cáncer por inhalación, puede causar alteraciones genéticas hereditarias. Es nocivo en contacto con la piel, tóxico por ingestión, muy tóxico por inhalación, irrita las vías respiratorias y la piel.

Al contacto con los ojos existe el riesgo de lesiones oculares graves. Existe la posibilidad de sensibilización en contacto con la piel.

A continuación se presenta un esquema de los pictogramas que deben de utilizarse para su envasado y etiquetado según las normas internacionales:

Figura 4. **Etiqueta de seguridad del $K_2Cr_2O_7$ según la normativa internacional de las Naciones Unidas**

	Símbolo T+ y N
	R: 49-46-21-25-26-37/38-41-43-50/53
	S: 53-45-60-61
	Clasificación de peligros UN: 6,1
	Grupo de envasado UN: II

Fuente: Instituto Nacional de Seguridad e Higiene del Trabajo de España.
www.insht.es/FichasTecnicas/FISQ/Ficheros/301a400/nspn1371.pdf.
 Consulta: junio 2011.

El dicromato de potasio es una sustancia muy tóxica para los organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático.

Se recomienda evitar la exposición y evitar su liberación al medio ambiente. Debe de recabarse información específica en las fichas de seguridad.

2.4.4. Sulfato de plata (Ag_2SO_4)

El sulfato de plata es una sustancia que a condiciones ambientales normales es un polvo blanco muy fino, poco soluble en agua (8 gramos por litro a 25 grados Celsius), es sensible a la luz (fotosensible) ya que se descompone en óxido de plata.

El sulfato de plata, debido a que posee una baja solubilidad, es más conocido su uso como catalizador en la oxidación de una amplia variedad de compuestos orgánicos. Algunos metales que poseen múltiples estados de


valencia son generalmente efectivos como catalizadores redox en presencia de iones dicromato. La plata, el manganeso, mercurio, níquel, hierro, cobalto y cobre han demostrado todos tener actividad catalítica, sin embargo, la plata es el catalizador más efectivo para una gran variedad de compuestos orgánicos.

Es bastante conocida la acción catalítica de los iones plata en la oxidación de los aldehídos y en la oxidación de cadenas laterales en compuestos aromáticos, entre ellos la lignina.

El sulfato de plata es una sal considerada como irritante al contacto breve, prolongado o repetido con la piel o en mucosas, al contacto con los ojos existe el riesgo de lesiones oculares graves.

Se recomienda no respirar el polvo. En caso de tener contacto con los ojos, lavarse inmediatamente y con abundante agua, acudir a un médico. Se recomienda utilizar protección para los ojos y la cara.

Figura 5. **Etiqueta de seguridad del Ag_2SO_4 según la normativa internacional de las Naciones Unidas**

	Símbolo Xi
	R: 41
	S: 22-26-39
	Clasificación de peligros UN: 6,1
	Grupo de envasado UN: II

Fuente: Instituto Nacional de Seguridad e Higiene del Trabajo de España.
www.insht.es/FichasTecnicas/FISQ/Ficheros/301a400/nspn1371.pdf.
Consulta: junio 2011.

El primer objetivo de una estrategia de control ambiental en la industria de procesos es prevenir o reducir la generación de los contaminantes en su fuente.

Sin embargo, en la práctica, las limitaciones tecnológicas y las restricciones impuestas por los procesos mismos hace casi inevitable la generación de residuos de producción, los cuales deben ser tratados antes de su descarga a los medios receptores.

Las tecnologías de tratamiento de residuos tienen como objetivo disminuir el impacto ambiental de dichas descargas, y generar residuos finales que cumplan con los flujos y concentraciones de contaminantes estipulados en la legislación vigente, o en las políticas de la empresa.

2.4.5. Mecanismos presentes en los tratamientos de residuos

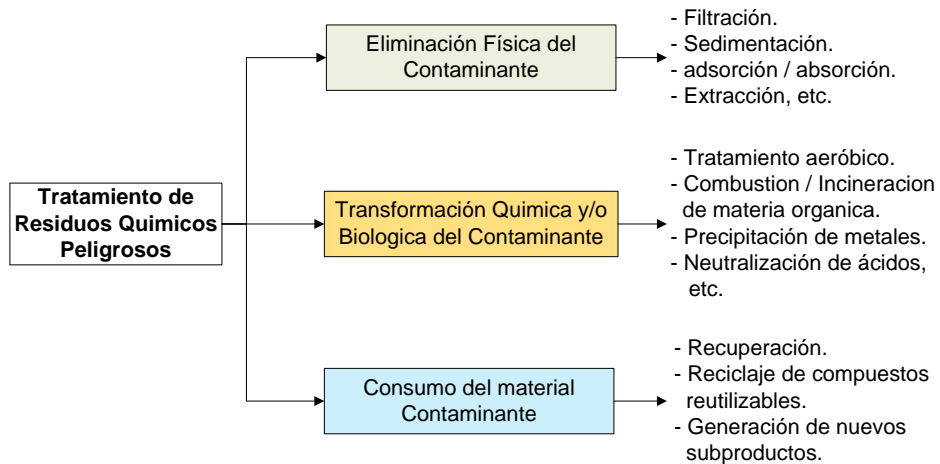
En general, los tratamientos de residuos se basan en diferentes mecanismos los cuales dependen de las propiedades físicas y químicas de las especies contaminantes.

Muchas veces los procesos de tratamiento, simplemente cambian la fase en la que se encuentra presente el contaminante, con lo que el problema ambiental puede persistir (por ejemplo, la adsorción de fenoles en carbón activado; en este caso se traslada el problema, a uno de contaminación en fase sólida).

A veces, dicho cambio de fase permite un mejor manejo del material contaminante, disminuyendo su impacto final. Tal es el caso de los tratamientos aeróbicos, donde los compuestos orgánicos disueltos en el efluente son

utilizados en los procesos de metabolismo celular e incorporados a la biomasa, la cual puede ser separada y desechada con mayor facilidad.

Figura 6. **Esquema de los diferentes mecanismos para tratar un residuo químico peligroso**



Fuente: NEMEROW, Nelson. Tratamiento de Vertidos Industriales y Peligrosos. p. 410.

De este modo, el tratamiento sirve como una etapa de concentración de los residuos.

2.4.6. **Criterios de selección de operaciones unitarias para el tratamiento de residuos**

Existe una amplísima gama de tecnologías que sirven para la remoción, destrucción, transformación o utilización de residuos.

En la siguiente tabla se muestran las operaciones unitarias comúnmente utilizadas en los procesos de tratamiento de desechos industriales. Las operaciones se listan en base a los tipos de contaminantes a remover o tratar.

Tabla III. **Operaciones unitarias para la eliminación de contaminantes**

Contaminante: Grasas y Aceites Libres y Emulsificados.
Separación por gravedad.
Filtración.
Floculación.
Contaminante: Sólidos Suspendidos.
Sedimentación.
Coagulación y sedimentación.
Flotación.
Filtración.
Contaminante: Materia Orgánica Disuelta.
Tratamiento Biológico Aerobio.
Tratamiento Biológico Anaerobio.
Adsorción.
Oxidación Química.
Contaminante: Sólidos Inorgánicos Disueltos.
Evaporación.
Intercambio Iónico.
Ósmosis Inversa.
Electrodiálisis.
Contaminante: Ácidos y Alcalis.
Neutralización.
Contaminante: Gases y material particulado.
Incineración.
Absorción.
Ciclones.
Precipitación electrostática.
Contaminante: Residuos Sólidos y Lodos de Tratamiento.
Tratamiento biológico.
Incineración.
Vertederos Controlados.
Compostado/Fertilizante/Forraje.
Utilización termoquímica (carbón activado, Licuefacción y Gasificación).

Fuente: NEMEROW, Nelson. Tratamiento de Vertidos Industriales y Peligrosos. p. 410.

La selección de las operaciones unitarias que se requiere incluir en un sistema de tratamiento depende de factores técnicos, económicos y ambientales. A continuación, se enumera algunos aspectos que deben ser tomados en consideración:

2.4.6.1. Criterios técnicos

Los criterios técnicos considerados para la selección del proceso de tratamiento son los siguientes:

- CT-1 Insumos de fácil manipulación.
- CT-2 Uso de menor cantidad de insumos por producto recuperado.
- CT-3 Uso de materiales y equipos que se pueden encontrar en el mercado y de fácil manipulación.
- CT-4 Que se requiera el menor tiempo para su desarrollo.
- CT-5 Que se requiera el menor número de personal.
- CT-6 Procesos y operaciones que en lo posible sean sencillas de realizar.
- CT-7 Que no se requiera personal con formación especializada.

2.4.6.2. Criterios ambientales

Los criterios ambientales considerados para la selección del proceso de tratamiento son los siguientes:

- CA-1 Menor riesgo en la manipulación de insumos;
- CA-2 Menor cantidad de residuos;
- CA-3 Reciclado y rehúso de productos o residuos;

2.4.6.3. Criterios económicos

Los criterios económicos considerados para la selección del proceso de tratamiento son los siguientes:

- CE-1 Insumos y equipos de bajo costo;
- CE-2 Bajos costos relativos de inversión y operación;

2.4.7. Procesos de tratamiento para la remoción de contaminantes inorgánicos

La mayor parte de la información y datos disponibles para la remoción de compuestos químicos inorgánicos son referentes a coagulación convencional o ablandamiento con cal, métodos que son utilizados comúnmente en grandes plantas de tratamiento de agua.

Muy pocos estudios se han realizado para la remoción de estos contaminantes en fuentes de agua con bajas concentraciones, así como en el uso de procesos tecnológicos aplicables a pequeños sistemas.

También cabe indicarse que no existe una sola técnica aplicable a la remoción que afecte a todos los contaminantes. En la tabla II se resumen los métodos de tratamiento más eficientes. En general el procedimiento de coagulación convencional es más económico, luego el intercambio iónico. Otros métodos tales como osmosis inversa, destilación y electrodiálisis son igualmente efectivos pero muy costosos y no son considerados en el presente estudio.

Figura 7. **Procesos de tratamiento para la remoción de contaminantes inorgánicos**

		METODOS DE REMOCIÓN
ELEMENTOS METALICOS	Cr(VI)	A. Reducción química de Cr ⁺⁶ a Cr ⁺³ . B. Intercambio iónico. C. Coagulación con sulfato férrico a pH=7-9.
	Ag (I) y Hg(I)	A. Precipitación/Filtración con cloruro de sodio. B. Coagulación con sulfato de hierro a pH=6-8. C. Ablandamiento con cal (exceso).
	Hg(II)	A. Coagulación con sulfato férrico a pH=7-8. B. Remoción con zinc metálico. C. Intercambio iónico (cationico y aniónico).
	Cr(III)	A. Intercambio iónico. B. Precipitación química y filtración como hidróxido crómico por adición de agentes alcalinos a pH=8-10. C. Coagulación con sulfato férrico a pH=6-9.
SUSTANCIAS INORGANICAS	H₂SO₄	A. Neutralización por adición de agentes alcalinos. B. Intercambio iónico.
	Na₂SO₄	A. Cristalización y filtración por enfriamiento de solución saturada.

Fuente: Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos USEPA. Waste Water Technology, Chemical Precipitation, No. de hoja EPA-832-F-00-018.

2.4.8. Metodología de selección

Con base a los criterios de selección, se considera como mejor proceso aquel que cumple con el mayor número de éstos evaluados en una matriz comparativa de los diferentes procesos, donde cada criterio tiene los siguientes niveles de evaluación:

- +1** Cumple con el criterio
- 0** Cumple parcialmente con el criterio.
- 1** No cumple con el criterio

En la siguiente tabla se muestra el esquema de comparación de los diferentes criterios para la evaluación y selección de cada proceso de tratamiento.

Tabla IV. **Matriz comparativa de los diferentes criterios de evaluación de cada técnica de tratamiento**

Proceso de Tratamiento	Criterios Técnicos.				Criterios Ambientales			Criterios Económicos		TOTAL
Método A.										
Método B.										
Método C.										
Método D.										

Fuente: NEMEROW, Nelson. Tratamiento de Vertidos Industriales y Peligrosos. p. 410.

2.4.9. Selección del proceso de tratamiento de ión dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$) e ión cromato (CrO_4^{-2})

En la presente investigación se tomaran en cuenta todos aquellos procesos de tratamiento que son comúnmente utilizados en las Industrias Químicas y que son recomendadas por el Programa Internacional de Seguridad Química de las Naciones Unidas (IPCS)⁵.

A continuación se muestra la matriz comparativa de los criterios de selección en función de los diferentes métodos de tratamiento existentes y se indica el proceso que se seleccionó ya que cumple con la mayoría de criterios:

Tabla V. **Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento del ión dicromato e ion cromato**

Proceso de Tratamiento	Criterios Técnicos.							Criterios Ambientales			Criterios Económicos		TOTAL
	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	1	2	
Reducción Química	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	+1	+1	+10
Intercambio Iónico	+1	0	-1	0	+1	+1	0	+1	0	+1	-1	0	+3
Coagulación	+1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	+1	+1	+6

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Como se puede observar en la matriz comparativa, el proceso que se selecciona para el tratamiento de los iones dicromato y cromato, es la reducción química.

⁵ Por sus siglas en inglés "International Programme on Chemical Safety".

2.4.10. Selección del proceso de tratamiento de los iones Ag (I) y Hg (I)

Los procesos a considerar para el tratamiento del mercurio (I) y de la plata (I), son la coagulación, la precipitación seguida de filtración y el ablandamiento con cal.

A continuación se muestra la matriz comparativa de los criterios de selección en función de los diferentes métodos de tratamiento existentes y se indica el proceso que se seleccionó ya que cumple con la mayoría de criterios:

Tabla VI. **Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento de los iones Ag⁺ y Hg₂⁺²**

Métodos de Remoción	Criterios Técnicos							Criterios Ambientales			Criterios Económicos		TOTAL
	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	1	2	
Coagulación.	+1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	+1	+1	+6
Precipitación/Filtración.	+1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	+1	+1	+1	+8
Ablandamiento con cal.	+1	-1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	0

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Como se puede observar en la matriz comparativa, el proceso que se selecciona para el tratamiento del ión mercúrico es la precipitación química y luego filtración.

2.4.11. Selección del proceso de tratamiento del ácido sulfúrico (H₂SO₄)

El proceso industrial más utilizado en la industria para el tratamiento de vertidos ácidos es la neutralización con piedra caliza debido a que es barato y eficiente, sin embargo este proceso genera muchos lodos y debido a que nuestro desecho posee metales pesados esto solo dificultaría el manejo de estos lodos. Debido a ello se tomaran en cuenta solo los procesos de neutralización con otros álcalis.

A continuación se muestra la matriz comparativa de los criterios de selección en función de los diferentes métodos de tratamiento existentes y se indica el proceso que se seleccionó ya que cumple con la mayoría de criterios:

Tabla VII. **Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento del ión hidronio (H⁺)**

Métodos de Remoción	Criterios Técnicos							Criterios Ambientales			Criterios Económicos		TOTAL
	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	1	2	
Neutralización	+1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	+1	+1	+1	+8
Intercambio Iónico.	+1	-1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	0

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010

Como se puede observar en la matriz comparativa, el proceso que se selecciona para el tratamiento del ión Hidronio es la neutralización por adición de agentes alcalinos.

2.4.12. Selección del proceso de tratamiento del ión mercúrico (Hg^{+2})

A continuación se muestra la matriz comparativa de los criterios de selección en función de los diferentes métodos de tratamiento existentes y se indica el proceso que se seleccionó ya que cumple con la mayoría de criterios:

Tabla VIII. **Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento del ión mercúrico (Hg^{+2})**

Métodos de Remoción	Criterio Técnico.						Criterios Ambientales			Criterios Económicos		TOTAL	
Intercambio Iónico.	+1	-1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	0
Amalgamación.	+1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	+1	+1	+1	+8
Coagulación	+1	-1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	0

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Como se puede observar en la matriz comparativa, el proceso que se selecciona para el tratamiento del ión mercúrico es la amalgamación con cinc metálico.

2.4.13. Selección del proceso de tratamiento del ión crómico (Cr^{+3})

A continuación se muestra la matriz comparativa de los criterios de selección en función de los diferentes métodos de tratamiento existentes y se indica el proceso que se seleccionó ya que cumple con la mayoría de criterios:

Tabla IX. **Matriz comparativa para la selección del proceso de tratamiento del ión crómico (Cr^{+3})**

Métodos de Remoción	Criterios Técnicos.							Criterios Ambientales			Criterios Económicos		TOTAL
	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	1	2	
Intercambio iónico.	+1	-1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	0
Precipitación química.	+1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	+1	+1	+1	+8
Coagulación	+1	-1	-1	-1	+1	-1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	0

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Como se puede observar en la matriz comparativa, el proceso que se selecciona para el tratamiento del ión crómico es la precipitación química y luego filtración.

2.5. Fundamento teórico de los procesos de tratamiento seleccionados

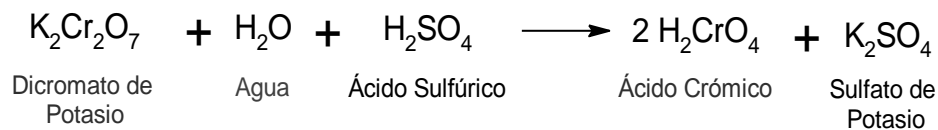
A continuación se presentan los fundamentos teóricos, en los que se basan los procesos seleccionados para cada etapa del tratamiento del desecho líquido de la DQO.

2.5.1. Reducción química del ión dicromato ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$) e ión cromato (CrO_4^{-2})

En las pruebas de DQO se acelera artificialmente el proceso de biodegradación natural mediante un proceso de oxidación forzada, utilizando como agente oxidante el dicromato de potasio disuelto en una solución

concentrada de ácido sulfúrico, esta mezcla se conoce en la industria como mezcla sulfocrómica donde se utiliza para la limpieza de equipos de vidrio.

La mezcla sulfocrómica se realiza mediante la disolución de dicromato de potasio en una solución al 50 por ciento de ácido sulfúrico en agua. Esto genera la protonación del ión dicromato y se produce el ácido crómico, de la manera siguiente:

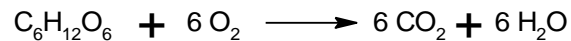


El ácido crómico es un ácido fuerte al igual que el ácido sulfúrico, pero también es un agente oxidante y corrosivo bastante poderoso debido a que posee al átomo de cromo con valencia +6, es decir, cromo hexavalente.

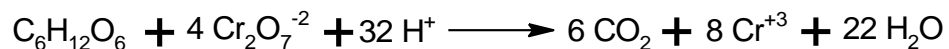
El potencial estándar de reducción del dicromato es de alrededor de 1,36 Volts. El potencial real, varía con respecto a la temperatura, el pH y la proporción de concentraciones en la que se encuentren el dicromato y el ión crómico, de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$E = E^0 + \frac{0,0001983}{6} \times \log \frac{[\text{H}^+] [\text{Cr}_2\text{O}_7]}{[\text{Cr}^{+3}]^2}$$

La biodegradación biológica (oxidación) de un carbohidrato, en condiciones aeróbicas puede expresarse como:



Mientras que la degradación química de esta misma sustancia (acelerada con dicromato de potasio y medida bajo la forma de DQO), puede expresarse como:



Las condiciones oxidantes en las pruebas de DQO pueden ser, la ebullición de una alícuota de muestra con mezcla sulfocrómica 0,25 normal, en un sistema reaccionante a reflujo abierto (conocido como macro método), o la digestión de la muestra a 150 grados Celsius durante dos horas con mezcla sulfocrómica 0,1 normal en un sistema cerrado (conocido como micro método).

Debido a que durante el análisis de demanda química de oxígeno se reduce el estado de oxidación del cromo (de +6 a +3), lo que se mide en el espectrofotómetro es la concentración formada de cromo trivalente o la concentración residual de cromo hexavalente.

Las formas más comunes en las que se puede encontrar el cromo son las especies más estables, las cuales son cromo (0), cromo (III) y cromo (VI), pero de estas el cromo (VI) es la forma más tóxica y cancerígena, por lo contrario, el cromo (III) es la forma más estable y menos tóxica.

La agencia de protección ambiental de los Estados Unidos (USEPA) establece como límite máximo permisible el valor de 0,1 miligramos por litro en agua potable de cromo (VI) y cromo (III). Es recomendable que el tratamiento

Tabla X. **Potencial estándar mínimo en función del número de electrones intercambiados para la reducción de ión dicromato a un pH = 0**

n2	n1	c	d	Log Keq	ΔE^0_{min} (V)
6	2	1	1	60	0,295
6	4	1	1	84	0,206

Fuente: DICK, John G. Química Analítica. p. 201.

Existe una amplia gama de compuestos químicos que tienen el suficiente poder reductor para reducir el cromo hexavalente.

En la siguiente tabla se muestran los compuestos químicos que son los más utilizados en la industria para la reducción del cromo (VI) en un medio ácido, mostrando su potencial estándar de reducción así como su precio en el que se encuentra actualmente en el mercado.

Tabla XI. **Reactivos químicos reductores del cromo (VI) a cromo (III) en medio ácido**

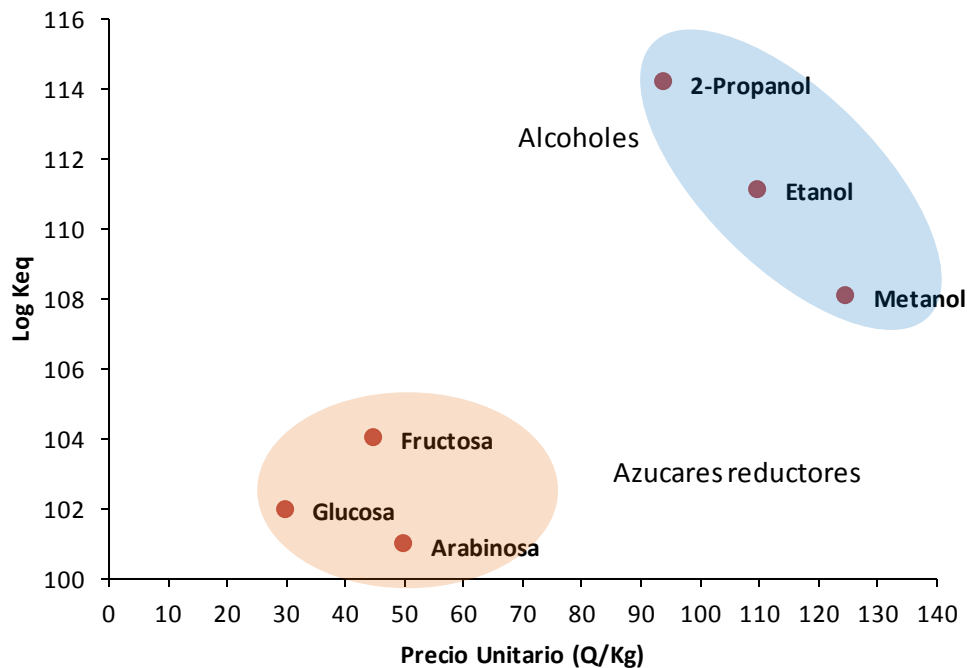
Reactivo:	Fórmula:	$E^0_{\text{Red1/Ox1}}$ (V)	Precio Unitario (Q/Kg)	ΔE (V)	Log Keq
2-Propanol	C ₃ H ₈ O (l)	0,32	Q94,00/Kg	1,04	114,2
Etanol	C ₂ H ₆ O (l)	0,37	Q110,00/Kg	1,01	111,1
Metanol	CH ₄ O (l)	0,40	Q125,00/Kg	0,98	108,1
Glucosa	C ₆ H ₁₂ O ₆ (s)	0,44	Q11,00/Kg	0,92	102,0
Fructosa	C ₆ H ₁₂ O ₆ (s)	0,30	Q175,00/Kg	0,94	104,0
Arabinosa	C ₅ H ₁₀ O ₅ (s)	0,33	Q250,00/Kg	0,91	100,9

Fuente: NAVARRO, Vicente. Manual de Química de las Disoluciones. p 149.

Los reactivos que se evaluarán en el presente trabajo serán aquellos que sean económicamente más accesibles.

En la siguiente figura se muestra el precio unitario de cada agente reductor en función del valor logarítmico de la constante de equilibrio para la reacción de reducción de cromo (VI). En esta gráfica se puede apreciar la diferencia que existe en precios para cada tipo de agente reductor entre alcoholes simples y azúcares reductores.

Figura 8. **Logaritmo de la constante de equilibrio en función del precio para los agentes químicos que reducen Cr (VI) a Cr (III)**

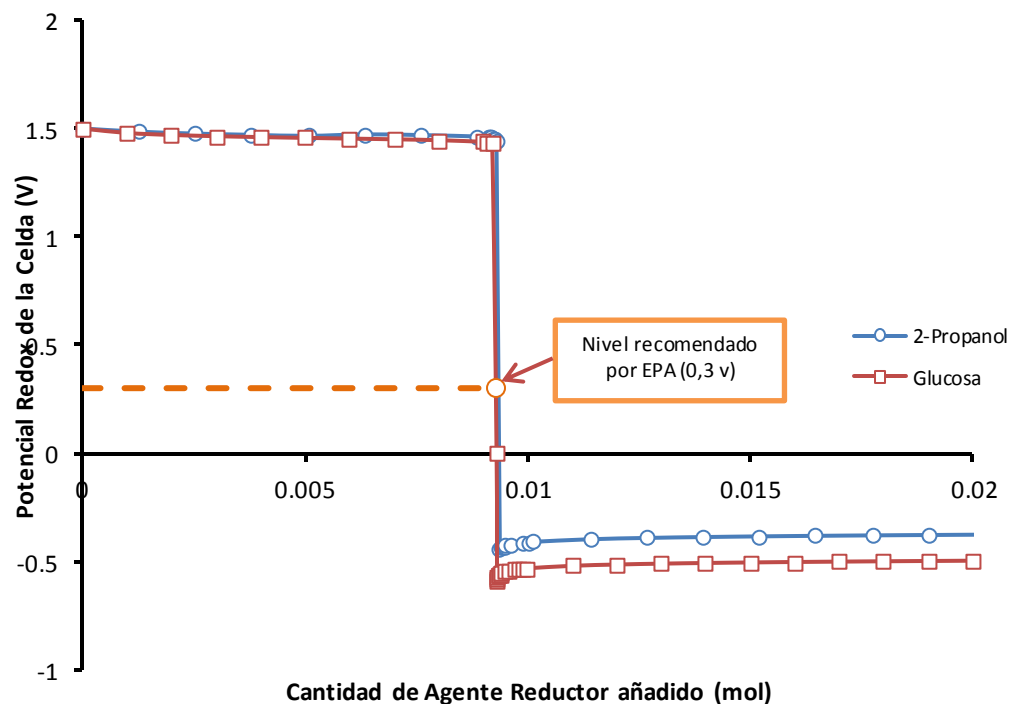


Fuente: elaboración propia, utilizando datos de la tabla XI.

El reactivo más económico de entre los alcoholes es el 2-propanol, mientras que de los azúcares reductores, la glucosa es el más barato. Para los fines de esta investigación, se seleccionan estos dos reactivos debido a que son los más económicos y que tienen un poder reductor diferente.

En la figura 7 se muestran las curvas de titulación potenciométrica teóricas para la reducción química de 50 mililitros de una solución 0,062 mol por litro de dicromato de potasio a un pH = 0.

Figura 9. **Curva potenciométrica teórica para la titulación de 50 mL de solución de $K_2Cr_2O_7$ 0,062 M**



Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

La Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (USEPA) recomienda que la reducción del cromo hexavalente se lleve hasta un potencial redox (ORP) de 300 mV (ó 0,3 V).

Es recomendable agregar siempre la cantidad suficiente de agente reductor para garantizar que la reducción del cromo hexavalente se lleve a un grado de completitud del 99,9 por ciento, es decir que la conversión sea casi completa.

Es importante señalar que al momento de reducir el cromo (VI) a su forma menos tóxica y dañina de cromo (III), debe tomarse siempre en consideración la necesidad de agregar la cantidad suficiente de agente reductor para garantizar que el potencial redox se mantenga al nivel recomendado y no se formen otras especies de cromo, al aumentar el pH hasta la neutralidad ya que hay que recordar que el potencial de reducción del cromo (VI) es función de la acidez del medio y de su poder reductor.

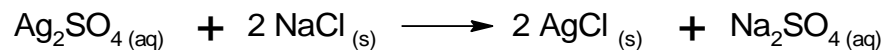
Para poder visualizar la forma en que varían las especies de cromo que pueden existir al equilibrio a diferentes valores de pH y potencial de reducción, es necesario construir gráficas y diagramas donde se exprese la variación del pH en función del potencial (Eh). Dichos diagramas son conocidos como diagramas de Pourbaix. En estos diagramas son ampliamente utilizados por los geoquímicos para poder visualizar las diferentes especies que pueden existir con solo saber el pH y el potencial redox (ORP).

En la sección de anexos se puede encontrar el diagrama Pourbaix del Cromo.

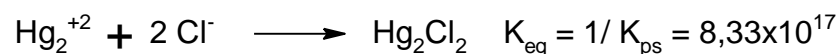
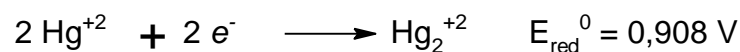
2.5.2. Precipitación y filtración de cloruros de plata (I) y mercurio (I) formados por adición de cloruro de sodio

Los iones plata (I) y los iones mercurio (I) forman ambos, sales insolubles de cloruros blancos, siempre que se encuentren en solución con iones cloruro. Es por esta razón que ambos iones se analizan juntos en la marcha de cationes del grupo 1 junto con el plomo.

En el reactivo químico utilizado para el análisis de DQO se utiliza como catalizador el sulfato de plata, una sal bastante soluble. La precipitación por adición de cloruro de sodio viene dada por la siguiente reacción:



El reactivo químico también contiene sulfato mercúrico como inhibidor de la interferencia que puede existir con los cloruros. Sin embargo el ión mercurio (I) en solución es susceptible a la reducción al igual que el ión dicromato, debido a su potencial de reducción, por lo que es posible reducir fácilmente el ión mercurio (I) a ión mercurio (II) por la adición de un agente reductor fuerte.



En la siguiente tabla se muestran las fórmulas y los valores de las constantes del producto iónico de solubilidad para el cloruro de plata y el cloruro de mercurio.

Tabla XII. **Constantes del producto iónico de solubilidad para las sales de plata y mercurio**

Nombre:	Formula:	Constante de solubilidad (Kps)	Solubilidad (mg/L).
Sulfato de Plata	Ag ₂ SO ₄	1,5x10 ⁻⁵	4844,17
Cloruro de Plata	AgCl	1,8x10 ⁻¹⁰	1,923
Cloruro Mercurioso	Hg ₂ Cl ₂	1,2x10 ⁻¹⁸	0,316

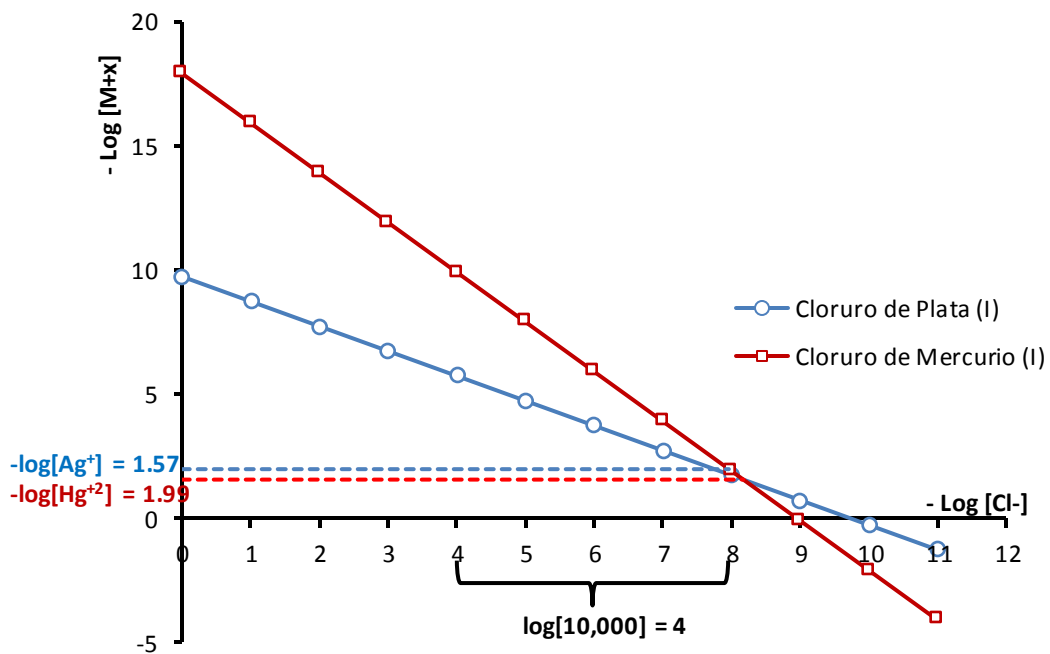
Fuente: HARRIS, Daniel C. Análisis Químico Cuantitativo. p 819.

Como se observa en la tabla anterior, el cloruro mercurioso es más insoluble que el cloruro de plata, lo que indica que es el producto que se forma primero al reaccionar con el ión cloruro.

Teóricamente las concentraciones iniciales de iones plata en el reactivo utilizado en el análisis de DQO es de aproximadamente 0,0266 mol por litro y la concentración de iones mercurio es de 0,0101 mol por litro.

En la siguiente figura se muestra una gráfica donde se observa la variación de las concentraciones de iones plata y de iones mercurio en la solución, en función de la concentración de iones cloruro.

Figura 10. **Gráfica de variación de la solubilidad de los iones Ag^+ y Hg_2^{+2} en función de la concentración de iones Cl^-**



Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tomando en consideración las concentraciones iniciales de los iones plata y mercurio en la solución, se puede observar en la gráfica anterior que al tener una concentración de cloruros mayor a 1×10^{-8} mol por litro, comienza la precipitación de los iones plata y mercurio en forma de sales de cloruros.

Para lograr una precipitación cuantitativa mayor del 99,99 por ciento, es necesario aumentar la concentración de cloruros en este punto más de diez mil veces; lo que equivale a una diferencia logarítmica de la concentración mayor a cuatro unidades.

Lo anterior demuestra que para lograr una precipitación cuantitativa mayor del 99,99 por ciento de los iones plata y mercurio, en forma de cloruros, es

necesario añadir una cantidad de moles de cloruro de sodio que sea mayor a 1×10^{-4} mol por litro, lo que equivale a añadir más de 5,8 miligramos de cloruro de sodio por litro de solución.

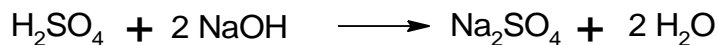
2.5.3. Neutralización del H_2SO_4 por adición de agentes alcalinos

El reactivo químico utilizado para el análisis de demanda química de oxígeno DQO posee una alta concentración de ácido sulfúrico, la cual supera los 8 mol por litro, es decir aproximadamente 784 gramos por litro de solución lo que equivale a un 60 por ciento en peso.

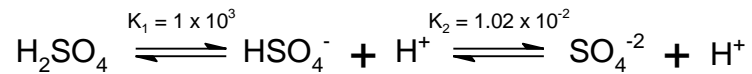
Por lo general, cuando un desecho posee más del 1,5 por ciento en peso de ácido sulfúrico se considera extremadamente contaminante, por lo cual debe tratarse antes de poderse arrojar en los cursos de aguas. Es necesario controlar que el pH de estos efluentes se encuentre en un rango entre 6 a 9.

El principal método que se emplea para estos efluentes es la neutralización con agentes alcalinos como la cal, el hidróxido de sodio y el carbonato o bicarbonato de sodio que son los más comunes.

La reacción de neutralización de ácido sulfúrico utilizando hidróxido de sodio, es la siguiente:



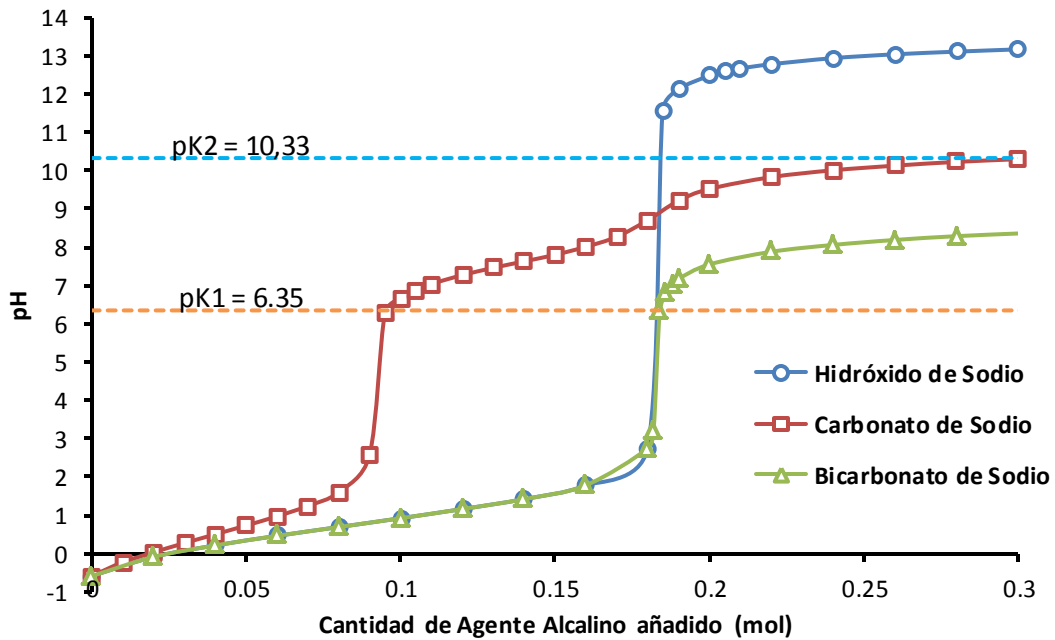
Sin embargo, cabe recordar que el ácido sulfúrico es un ácido diprótico fuerte, es decir que posee dos etapas en su disociación, las cuales son las siguientes:



La primera etapa de disociación es la etapa predominante debido a que posee una constante de acidez muy alta, mientras que la segunda etapa es mucho más pequeña que la primera lo que significa que es la segunda especie la que será predominante en un rango amplio de pH.

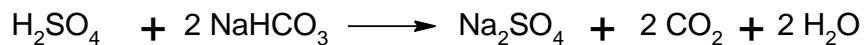
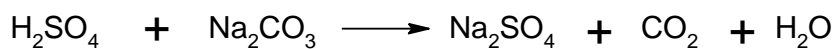
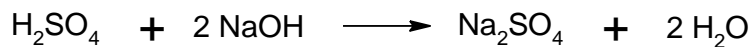
En la siguiente figura se muestran las curvas de titulación teóricas para la neutralización de 10 mililitros de desecho químico del análisis DQO que posee una concentración aproximada de 8,25 mol por litro de ácido sulfúrico utilizando como agentes alcalinos hidróxido de sodio, carbonato de sodio y bicarbonato de sodio.

Figura 11. **Curvas de neutralización para 10 mL de desecho líquido de DQO que posee una concentración de H₂SO₄ 8,25 M**



Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Las reacciones de neutralización del ácido sulfúrico utilizando los agentes alcalinos antes mencionados son las siguientes:



Cabe resaltar que en todas las reacciones de neutralización el producto de la neutralización es siempre el sulfato de sodio, el cual se producirá

abundantemente debido a la concentración tan alta en la que se encuentra el ácido sulfúrico en la solución.

2.5.4. Remoción de iones de mercurio (II) por medio de amalgamación con virutas de cinc

Cierto número de metales son buenos agentes reductores y han sido utilizados para la pre-reducción de sustancias a analizar. Entre estos se incluyen el cinc, aluminio, cadmio, plomo, níquel, cobre y plata. En la siguiente tabla se muestran los potenciales estándar de reducción de los metales mencionados.

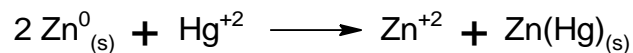
Tabla XIII. Potenciales estándar de reducción de metales que son buenos agentes reductores

Semirreacción de reducción:	E^0 (V)
$\text{Al}^{+3} + 3 e^- \rightleftharpoons \text{Al}^0_{(s)}$	-1,66
$\text{Cu}^{+2} + 2 e^- \rightleftharpoons \text{Cu}^0_{(s)}$	+0,337
$\text{Ni}^{+2} + 2 e^- \rightleftharpoons \text{Ni}^0_{(s)}$	-0,25
$\text{Ag}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}^0_{(s)}$	+0,799
$\text{Pb}^{+2} + 2 e^- \rightleftharpoons \text{Pb}^0_{(s)}$	-0,126
$\text{Zn}^{+2} + 2 e^- \rightleftharpoons \text{Zn}^0_{(s)}$	-0,763
$\text{Hg}^{+2} + 2 e^- \rightleftharpoons \text{Hg}^0_{(l)}$	0,854

Fuente: HARRIS, Daniel C. Análisis Químico Cuantitativo. p 1080.

El cinc metálico se utiliza en la química analítica para la pre-reducción de sustancias para analizar en una valoración redox. El cinc metálico amalgamado

forma un reductor fuerte utilizado que se conoce como reductor de Jones. La amalgamación del cinc metálico se logra permitiendo que virutas de cinc entren en contacto con una solución de cloruro de mercurio (II) o cualquier sal soluble de mercurio (II), en donde se da la siguiente reacción:



La amalgama de cinc es casi tan efectiva para las reducciones como el metal puro y tiene la importante virtud de inhibir la reducción de los iones hidronio mediante el cinc. Esta reacción secundaria o colateral consume innecesariamente el agente reductor y además contamina la solución de la muestra con una gran cantidad de iones de cinc (II).

En el caso del desecho líquido de la DQO, la concentración en la que se encuentra el mercurio (II) puede ser variable, por lo que para determinar la cantidad de cinc que se debe agregar se asume que todo el sulfato de mercurio (II) se encuentra soluble formando iones mercurio (II) en solución.

Los iones mercurio (II) se remueven de la solución primero reduciéndose a mercurio metálico por medio de la adición de cinc metálico en exceso. El mercurio metálico formado se amalgama con el cinc que no reaccionó y el sólido formado se separa de la solución por medio de filtración.

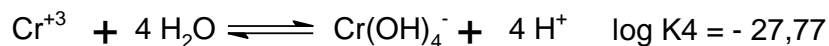
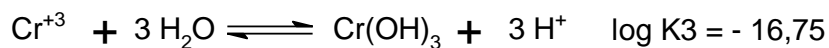
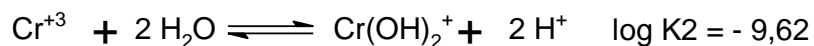
2.5.5. Precipitación química de hidróxido de cromo (III) por adición de agentes alcalinos

La precipitación química del hidróxido de cromo (III) es posible con cualquier agente alcalino que eleve el pH del medio hasta un rango entre 8,5 a

10. La solubilidad del hidróxido de cromo (III) en el agua, a ese rango de pH, es de 0,0016 miligramos por litro de solución.

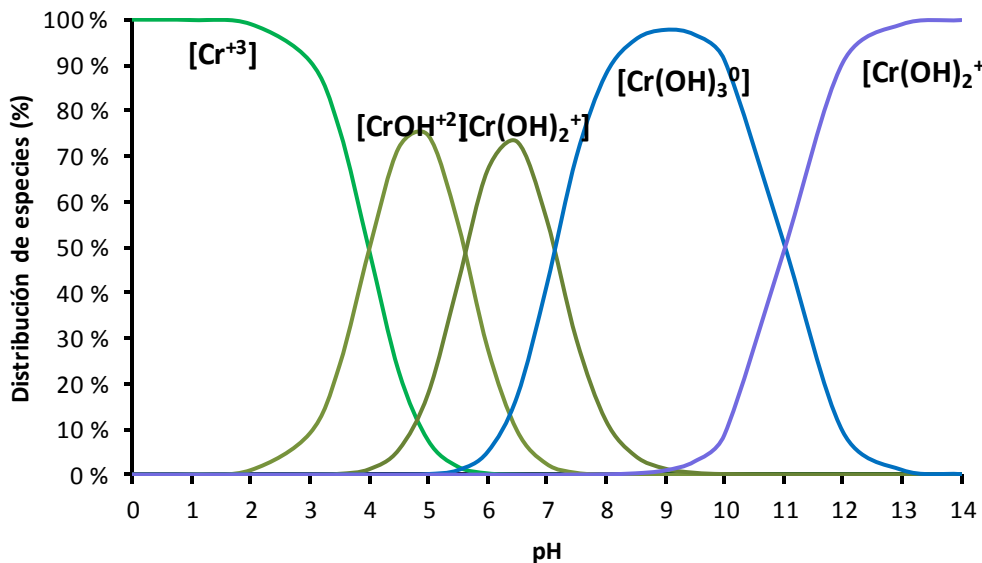
Al inicio del proceso de tratamiento del desecho líquido de la DQO, el contenido total de cromo consiste en la suma de las especies cromo (VI) y cromo (III). Luego del proceso de reducción química en el cual el cromo (VI) se reduce a su forma menos tóxica cromo (III), esta será por consecuencia la única especie que estará presente en la solución.

El cromo en este estado de oxidación, y dependiendo del pH del medio, se puede encontrar formando varias especies con el ión hidróxido. La contribución de estas especies como función del pH es posible calcular a partir de las siguientes ecuaciones:



Con los valores de las constantes de formación, es posible calcular los porcentajes en que están distribuidas las especies de cromo (III) en función del pH. En la figura 12 se muestra el diagrama de la distribución de especies de cromo (III) en función del pH.

Figura 12. Curva de distribución de especies de Cr (III) en función del pH



Fuente: HARRIS, Daniel C. Análisis Químico Cuantitativo. p 89.

En la figura 12 se puede observar que el rango de precipitación del Hidróxido de cromo (III) es entre un pH de 8 a 10, siendo el valor óptimo de 9. Para valores de pH menores a 7 y mayores a 10 empiezan a predominar especies solubles, por lo que es necesario monitorear el pH para lograr una completa precipitación del cromo.

El precipitado de hidróxido de cromo (III), por retener grandes cantidades de agua, forma sólidos amorfos, gelatinosos y voluminoso, por lo que para su separación de la fase acuosa se debe recurrir a períodos de envejecimiento o a tratamiento térmico que permitan desarrollar sólidos con estructura cristalina que faciliten el proceso de decantación y filtración.

En este entendido, la precipitación del hidróxido de cromo (III) debe ocurrir en caliente, a una temperatura mayor de 50 grados Celsius para lograr una completa precipitación del sólido formado.

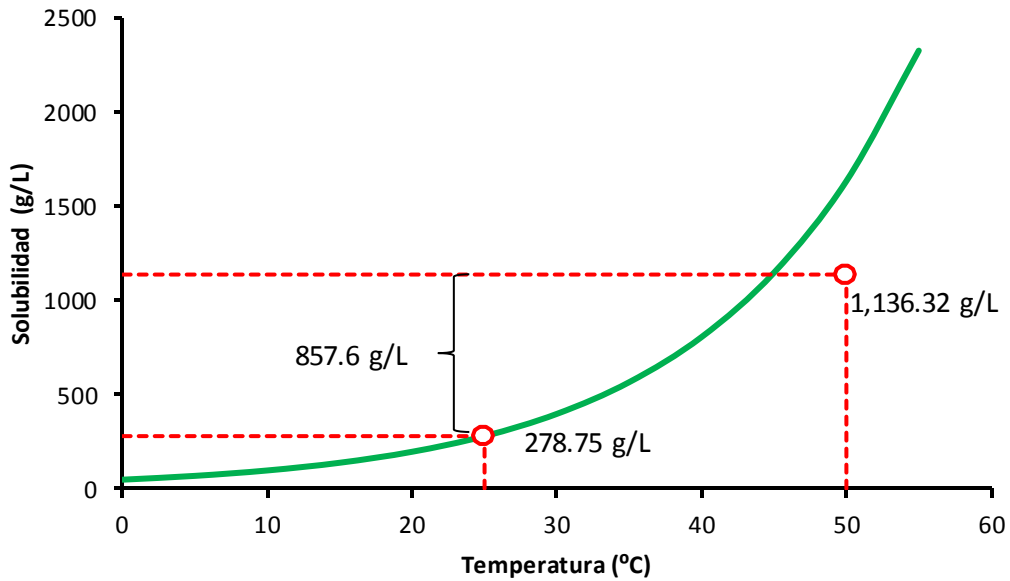
2.5.6. Cristalización de sulfato de sodio decahidratado ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$)

Debido a la elevada concentración en la que se encuentra el ácido sulfúrico en el desecho líquido de la DQO, luego de la neutralización de este por adición de agentes alcalinos, existirá como consecuencia una elevada concentración de sulfato de sodio formado por neutralización de aproximadamente 8 mol de sulfato de sodio por litro de solución. De esta manera se genera una condición de sobresaturación a una temperatura elevada, la cual permite la cristalización por enfriamiento de la solución.

En la siguiente figura se muestra la curva de saturación del sulfato de sodio decahidratado en función de la temperatura. Cualquier punto que se encuentre debajo de la curva se encuentra soluble en la solución, mientras que los que están por encima de la gráfica se encuentran sobresaturados, es decir, insolubles.

Como se puede observar en la figura 13, a una temperatura de 50 grados Celsius, el sulfato de sodio se encuentra completamente soluble en la solución, pero cuando disminuye la temperatura, la condición de sobresaturación se alcanza a una temperatura menor a 45 grados Celsius, lo que indica que es a esa temperatura aproximada que comenzarán a formarse los primeros cristales de sulfato de sodio decahidratado.

Figura 13. **Curva de saturación del $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ en función de la temperatura ($^{\circ}\text{C}$)**



Fuente: PERRY, Robert H. Manual del Ingeniero Químico. Tomo I sección 3-120.

Finalmente a una temperatura de 25 grados Celsius, habrán cristalizado aproximadamente 857,6 gramos por litro y solo se encontrarán en solución 278,75 gramos por litro. Esto demuestra que es posible separar en gran medida el sulfato de sodio decahidratado.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Variables y parámetros de medición

En la siguiente tabla se pueden observar los diferentes parámetros de medición que se llevan a cabo en las diferentes etapas del tratamiento del desecho líquido.

Tabla XIV. **Parámetros que se medirán en las diferentes etapas del proceso de tratamiento del desecho líquido de la DQO**

Parámetro a medir	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	Etapa 4	Etapa 5	Etapa 6
Volumen de desecho (mL)	+	+	+			
pH		+		+		+
Potencial redox (mV)		+				+
Volumen de reactivo (mL)		+				
Masa de reactivos (g)			+	+	+	
Masa de productos (g)		+	+		+	+
Volumen de Productos (mL)				+		+
Temperatura (°C)				+		
Concentración (mg/L)			+		+	+

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Los parámetros que se van a medir pueden ser dependientes o independientes uno de otro. Esto va a depender de qué tipo de proceso físico o químico se lleve a cabo en cada etapa del tratamiento del desecho.

En la tabla siguiente se muestra un cuadro donde se indican las variables dependientes e independientes para cada una de las etapas del procedimiento de tratamiento a evaluar.

Tabla XV. **Variables dependientes e independientes para cada una de las etapas del proceso de tratamiento del desecho del DQO**

	Dependientes.	Independientes.
ETAPA 1 Recolección	Volumen de muestra de desecho(mL)	Rango de medición de DQO (mg/L)
ETAPA 2 Reducción	pH, potencial de óxido-reducción (ORP), masa de productos (g).	Volumen y clasificación de muestra de desecho (mL).
ETAPA 3 Precipitación	Masa de productos (g).	Volumen y clasificación de muestra de desecho (mL).
ETAPA 4 Neutralización	pH	Masa de reactivo añadido (g).
ETAPA 5 Filtración	Masa de producto filtrado (g)	Volumen y clasificación de muestra de desecho (mL).
ETAPA 6 Precipitación	pH, potencial de óxido-reducción (ORP), masa de productos (g).	Volumen y clasificación de muestra de desecho (mL).
ETAPA 7 Análisis	Concentración de metales pesados en sólidos y líquidos (mg/L)	Origen de las muestras de desecho
ETAPA 8 Encapsulamiento	Masa total de sólidos a encapsular (g)	Origen de las muestras de desecho

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

3.2. Delimitación del campo de estudio

Se analizarán y evaluarán muestras de desecho líquido del análisis de DQO proporcionados por 5 laboratorios nacionales dedicados al análisis de la calidad del agua.

Tabla XVI. **Tabla descriptiva de las actividades que se realizarán para el relevamiento de la información necesaria para evaluar la técnica de tratamiento**

Relevamiento de información	Trabajo de Laboratorio	Trabajo de escritorio o de gabinete
Requisitos Académicos	Centro de Investigaciones (CII), laboratorio de química industrial.	Registro de Datos.
Visitas a los 5 laboratorios nacionales que proporcionaran las muestras a analizar. Consultas con Ing. Cesar García. Centros de Información. Bibliotecas e Internet.	Medición de volumen. Laboratorio de Química industrial, Centro de Investigaciones (CII)	Recolección y análisis de datos.
Laboratorio Nacional de salud. Laboratorio de AMSA. Laboratorio UNEPAR - INFOM. Laboratorio de Empagua. Laboratorios Ajemaya.	Mediciones de pH, concentraciones y masas de precipitados. Centro de Investigaciones (CII), laboratorio de química industrial.	Informe Final.

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

3.3. Recursos humanos disponibles

Para lograr el desarrollo de la investigación, se contará con la colaboración de un investigador principal que se encargara de llevar a la práctica el diseño metodológico planteado, y un asesor experto que calificará los resultados obtenidos y sus conclusiones.

Se contara con la ayuda de las siguientes personas:

Investigador: Paulo Adolfo Vendrell Cabrera.

Asesor: Ing. César Alfonso García.

3.4. Recursos materiales disponibles

A continuación se presenta un listado de materias primas que se utilizaran para el desarrollo de la metodología planteada.

- 2 litros de desecho líquido proveniente de los análisis DQO
- 1 galón de alcohol isopropílico grado industrial (IPA)
- 2 litros de solución de glucosa
- 1 kilogramo de cloruro de sodio
- 5 kilogramos de hidróxido de sodio
- 5 kilogramos de carbonato de sodio
- 5 kilogramos de bicarbonato de sodio
- 250 g. de virutas de cinc
- 18,5 litros de agua desmineralizada

A continuación se presenta un listado de la cristalería de laboratorio necesaria para el desarrollo de la metodología.

- 2 probetas de 100 mililitros
- 5 beackers de 1 litro
- 1 bureta de 10 mililitros
- 1 balón de Aforado de 1 litro
- 5 matraz Erlenmeyer de 25 mililitros
- 5 embudos de vidrio pyrex

A continuación se presenta un listado de los equipos e instrumentos de medición que se utilizaran en el desarrollo del procedimiento.

- Espectrofotómetro spectroquant NOVA 60 marca Merck.
- Termoreactor TR-300 marca Merck.
- Titulador automático marca BOECO DCB500.
- Potenciómetro multiparametros marca HANNA.
- Plancha de calentamiento con agitación (rango de temperatura de 0 a 40 grados Celsius y agitación de 0 a 1200 revoluciones por minuto).
- Termómetro de Mercurio marca Brannan con escala de 0 a 110 grados Celsius.
- 1 agitador magnético.
- Soporte universal con anillo.
- Bandeja de plástico.
- 3 pliegos de papel filtro.
- 1 pizeta con agua desmineralizada de 500 mL

3.5. Técnica cuantitativa

Para la tabulación de los datos obtenidos de las mediciones hechas al aplicar el proceso de tratamiento químico a las muestras, se utilizará la técnica

de análisis de varianza (ANOVA) para separar y estimar las diferentes causas de variación de los resultados obtenidos.

3.6. Recolección y ordenamiento de la información

Para poder desarrollar un método de tratamiento adecuado para los desechos que se obtienen luego de realizar los análisis de Demanda Química de Oxígeno (DQO), es necesario seleccionar y proponer una metodología que después se lleve a cabo a nivel experimental y así poder evaluar que tan eficaz y que tan factible económicamente es dicho procedimiento.

El procedimiento experimental que se analizará en esta investigación se seleccionó a partir de los diferentes métodos de tratamiento de desechos tóxicos que recomiendan los organismos internacionales encargados de desarrollar guías para mitigar impactos ambientales, tales como la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (USEPA) y la organización mundial de la salud (OMS). De esta manera se seleccionó toda una metodología para poder tratar y remover los componentes del desecho que causan mayor impacto en el ambiente.

El método de tratamiento seleccionado que se evaluará experimentalmente, consiste en diferentes etapas; cada una de ellas relacionada con la remoción de los diferentes componentes perjudiciales que el desecho posee. Las diferentes etapas del método de tratamiento son las siguientes:

3.6.1. Etapa 1: recolección del desecho líquido

El reactivo químico utilizado para realizar los ensayos de demanda química de oxígeno se encuentra disponible comercialmente en pequeños tubos o viales de vidrio cerrados que contienen cada uno un volumen de 3 mililitros de reactivo. Las marcas de reactivos que son distribuidas comercialmente en Guatemala son los Kits de MERCK y HACH, como se observan en la siguiente figura. Cada caja contiene entre 25 a 150 tubos, y se encuentran disponibles para diferentes rangos de concentración de DQO.

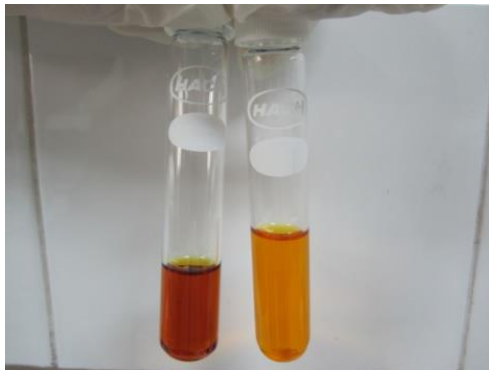
Figura 14. **Cajas que contienen el kit para el análisis de DQO de las diferentes marcas disponibles comercialmente**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Al realizar el ensayo se añade a cada tubo un volumen de 2 mililitros de muestra a analizar resultando de esta manera un volumen total de residuo líquido de 5 mililitros. En la siguiente figura se pueden observar los tubos o viales que contiene el reactivo para el ensayo de DQO antes y después de realizar el análisis.

Figura 15. **Tubos o viales que contienen el reactivo utilizado para el análisis de DQO, antes y después de realizar el análisis**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Luego de completar la medición de la DQO, el tubo que contiene el reactivo con la muestra analizada se coloca de nuevo en la caja del kit. De esta manera todos los desechos que están contenidos en estas cajas se pueden separar por marca y por rango de DQO.

Tabla XVII. **Clasificación de los diferentes kits de reactivos disponibles comercialmente para cada rango de medición de DQO**

Marca del Kit	Rango de Medición de DQO (mg/L)	Numero de Determinaciones.
MERCK	25 – 1,500	25
	300 – 3,500	25
	500 – 10,000	25
HACH	0 – 15,000	25 a 150
	0 – 1,500	25 a 150
	0 – 150	25 a 150

Fuente: Hach industries. www.hach.com/hc/view.parameter.range.reagent.info.

Consulta: 4 de junio 2010.

Los diferentes laboratorios que colaborarán con esta investigación, entregarán las cajas que contienen el desecho del análisis de DQO. Al recibir las cajas se separarán en base al origen de las muestras, la marca y el rango de medición.

Luego de recibir las cajas que contiene el desecho y clasificarlas, se procederá a colectar todo el desecho en frascos de vidrio debidamente identificados.

Figura 16. **Frascos de vidrio utilizados para almacenar el desecho líquido de la DQO**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Se vacían los tubos que contienen el desecho en frascos de vidrio y se lavan bien los viales con una pizeta con agua desmineralizada, para no dejar ningún solido sedimentado en los tubos y estos queden completamente limpios. Se tapan los frascos y se identifican por su origen, marca y rango de medición.

3.6.2. Etapa 2: reducción química de los iones Cr (VI) a Cr(III) por adición de un agente reductor

Luego de coleccionar el desecho líquido en frascos de vidrio, lo siguiente es comenzar el procedimiento de tratamiento con la reducción química del cromo hexavalente, que se encuentra en forma de iones dicromato, a la forma de cromo trivalente que es menos tóxica y menos peligrosa para el medio ambiente.

Primero se toma una alícuota de 10 mililitros del desecho químico y se colocan en un earlenmeyer de 25 mililitros. Se mide el pH y el potencial redox utilizando un potenciómetro como el que se muestra en la siguiente figura.

Figura 17. **Potenciómetro utilizado para la medición del pH y del potencial de óxido-reducción (ORP)**



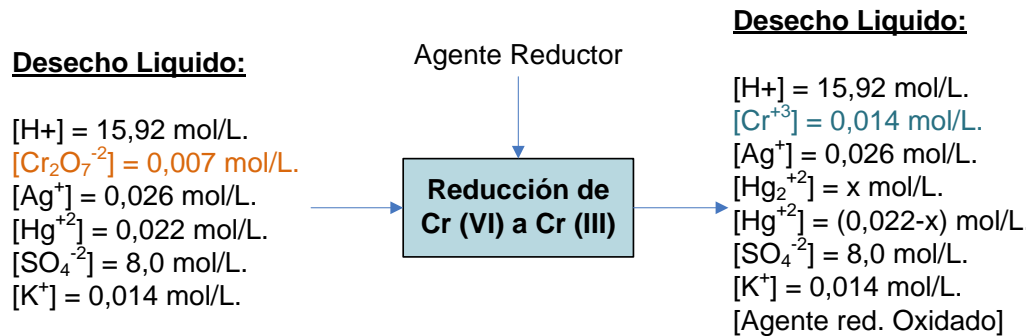
Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Posteriormente se titula la alícuota de 10 mililitros utilizando como agente titulante ya sea una solución de Glucosa con una concentración de 1mol/litro o alcohol isopropílico grado industrial. Se mide el volumen añadido hasta alcanzar

un potencial redox de -300 milivoltios. Se puede observar un cambio de color de naranja hasta un verde turquesa, lo que indica que todo el Cr (VI) se redujo a la forma Cr (III).

A continuación se muestran los balances de masa que fueron hechos tomando en cuenta las concentraciones teóricas de cromo, mercurio y plata que hay en el desecho líquido.

Figura 18. **Balance de masa para el proceso de reducción química del Cr(VI)**



Fuente: elaboración propia, utilizando datos obtenidos de la tabla II.

3.6.3. Etapa 3: precipitación química de los iones Ag (I) y Hg(I) por adición de iones cloruro

Luego de reducir el cromo (VI) del desecho líquido, ahora es conveniente separar los iones plata (I) y mercurio (I) por medio de la adición de cloruro de sodio.

Primero se añaden 0,08 gramos de cloruro de sodio grado reactivo por cada 10 mililitros del desecho líquido filtrado. Se agita durante 5 minutos y se observa la formación de un precipitado de color blanco que contiene el cloruro de plata y el cloruro de mercurio.

Luego se pesa un papel filtro Whatman No. 40 y se coloca en una unidad de filtrado como se muestra en la figura.

Figura 19. **Unidad utilizada para filtrado**

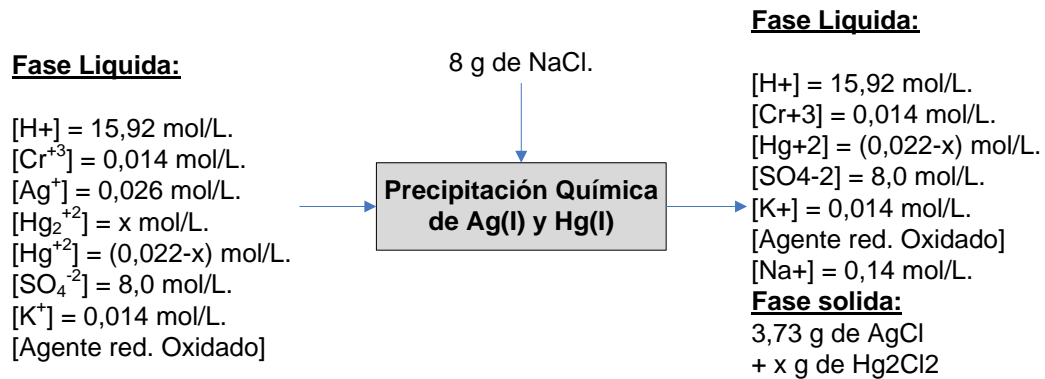


Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Finalmente se seca el papel filtro en una desecadora y luego se mide su masa en una balanza analítica.

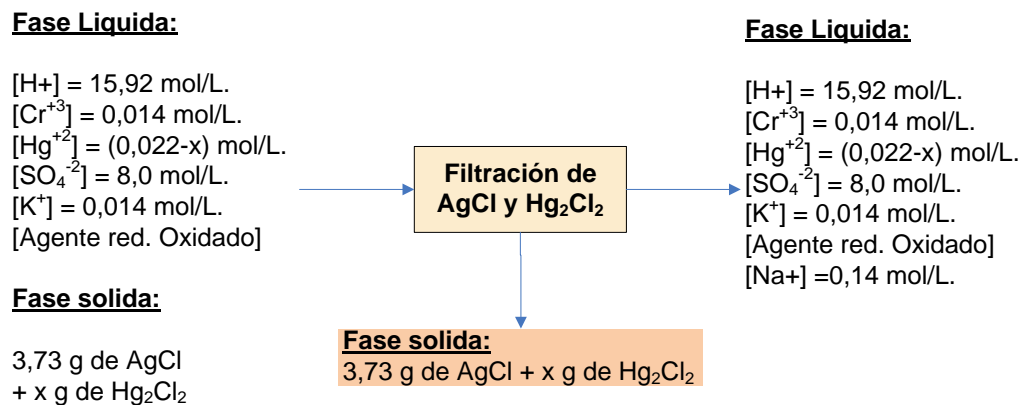
A continuación se muestran los balances de masa para la etapa 3.

Figura 20. **Balance de masa para el proceso de precipitación química en el cual se forman las sales insolubles de Ag y Hg**



Fuente: elaboración propia, utilizando datos obtenidos de la figura 17.

Figura 21. **Balance de masa para el proceso de filtración 1 en el cual se separan las sales insolubles de plata y mercurio**



Fuente: elaboración propia, utilizando datos obtenidos de la figura 19.

3.6.4. Etapa 4: neutralización de los iones H^+ por adición de diferentes agentes alcalinos

Después de separar las sales de plata y mercurio del desecho líquido, el siguiente paso consiste en la neutralización del ácido sulfúrico. Se evaluarán tres diferentes agentes alcalinos los cuales son el hidróxido de sodio (NaOH), bicarbonato de sodio ($NaHCO_3$) y carbonato de sodio (Na_2CO_3). El procedimiento es el siguiente:

Primero se toma una alícuota de 1 mililitro del desecho líquido, tratado y filtrado en la etapa 3, y colocarlo en un earlenmayer junto con 10 mililitros de agua destilada, titular la muestra con una solución estándar de hidróxido de sodio. Adicionar la solución estándar poco a poco midiendo con un potenciómetro el pH hasta alcanzar un valor aproximado de 10,

Con el dato obtenido en el paso 1, neutralizar el volumen de desecho restante utilizando como agentes alcalinos ya sea el hidróxido, el bicarbonato o el carbonato de sodio hasta alcanzar un pH neutro.

Luego se coloca el agente alcalino en un beacker y se añade gota a gota y con agitación al desecho líquido. Si se utiliza bicarbonato de sodio la neutralización es endotérmica por lo que ésta se enfría y es necesario calentar la muestra por medio de un equipo de calentamiento con agitación, como el que se muestra en la siguiente figura.

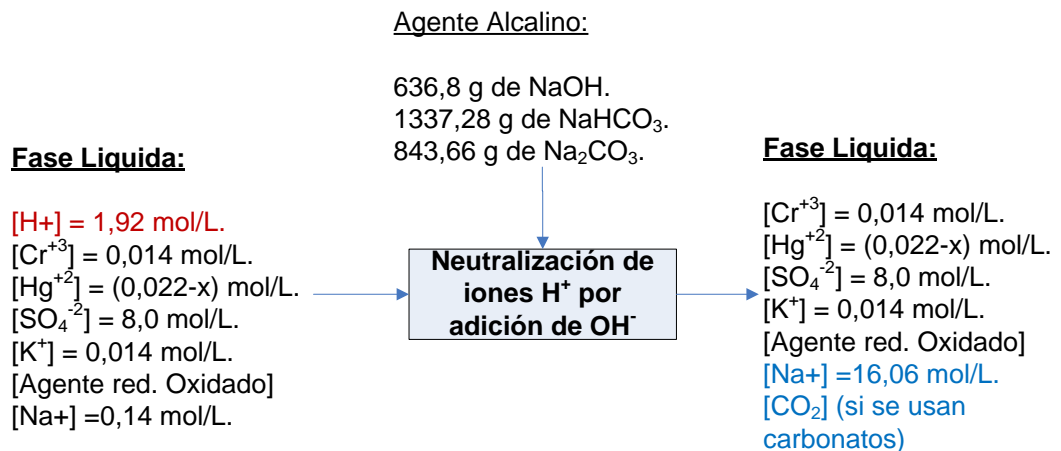
Figura 22. **Plancha de calentamiento con agitación**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Es necesario añadir una cantidad suficiente de agente alcalino para neutralizar todo el volumen de desecho líquido ácido; lo suficiente para alcanzar un nivel de pH entre 8 y 10, Por lo tanto es necesario monitorear la neutralización utilizando un medidor de pH o potenciómetro.

Figura 23. **Balance de masa para el proceso de neutralización de los iones H^+ utilizando diferentes agentes alcalinos**



Fuente: elaboración propia, utilizando datos obtenidos de la figura 20.

3.6.5. Etapa 5: precipitación química de $\text{Cr}(\text{OH})_3(s)$ por adición de agentes alcalinos

Luego de neutralizar el desecho líquido es necesario aumentar el pH de la solución hasta un rango entre 8,5 a 10 para asegurarse de que precipiten todos los iones de Cr (III) en forma de hidróxido de cromo (III). Para esto se añade a la solución una cantidad suficiente del agente alcalino a utilizar.

Este proceso debe de realizarse a una temperatura mayor de 50 grados Celsius para asegurarse que el sulfato de sodio formado, como producto de la neutralización del ácido sulfúrico, se encuentre completamente soluble ya que al enfriarse se forman rápidamente cristales de sulfato de sodio decahidratado.

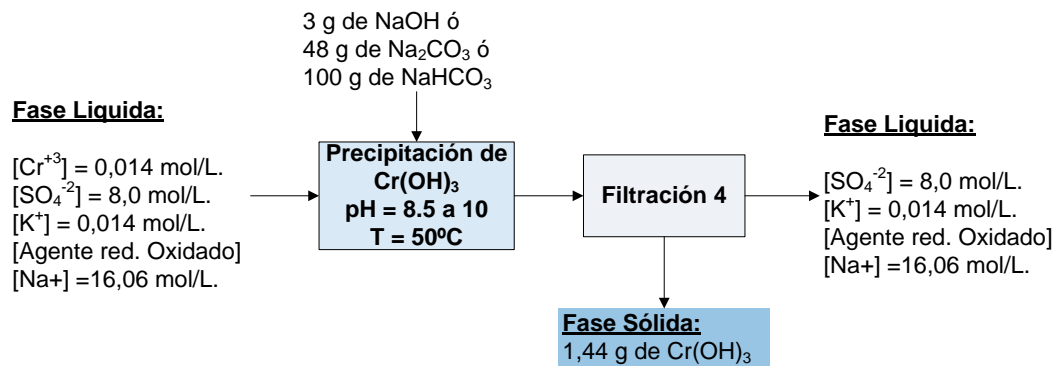
Por lo tanto es necesario realizar la filtración en caliente para evitar la formación de cristales de sulfato de sodio; se debe de seguir el siguiente procedimiento:

Primero se mide con un potenciómetro el pH y el potencial redox de la solución neutralizada para asegurarse de que se llegó al nivel establecido.

Luego se pesa un papel filtro y se coloca en una unidad para filtrado en donde se separa el hidróxido de cromo (III) a una temperatura de 50 grados Celsius.

Se coloca la solución filtrada y caliente en una bandeja plástica en donde se deja enfriar hasta que alcance la temperatura ambiente. Observar la formación de cristales de sulfato de sodio decahidratado.

Figura 24. **Balance de masa para el proceso de precipitación y filtración del $\text{Cr}(\text{OH})_3$**



Fuente: elaboración propia, utilizando datos obtenidos de la figura 22.

3.6.6. **Etapa 6: remoción de iones $\text{Hg}(\text{II})$ por medio de la formación de una amalgama con cinc**

En esta etapa se prosigue con la remoción de los iones Hg^{+2} que estén disueltos en la solución por medio de la adición de virutas de cinc.

Según la literatura consultada, el cinc metálico forma rápidamente amalgamas con soluciones de sales mercúricas, es decir soluciones que contengan al ion Hg^{+2} para que el cinc metálico lo reduzca a mercurio metálico y forme una amalgama sólida.

Esta amalgama después se decanta y se separa del resto de la solución removiendo de esta forma el mercurio presente en la solución.

El procedimiento a seguir es el siguiente:

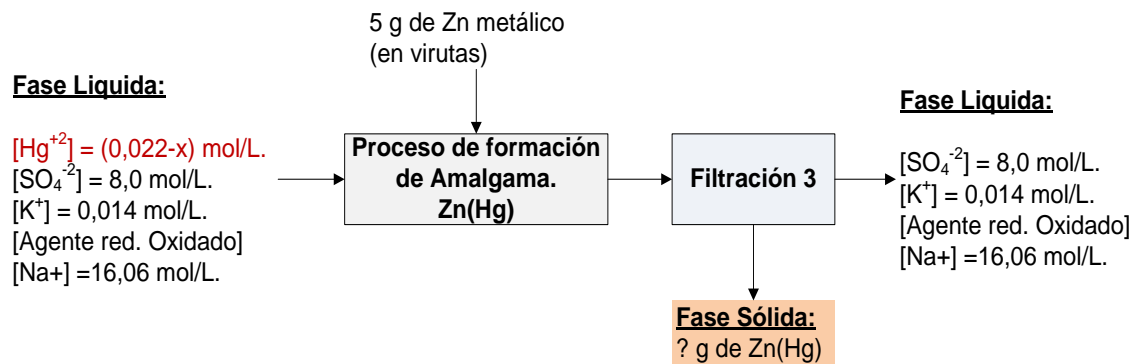
A la solución neutralizada del desecho líquido, se le agregan virutas de cinc metálico a una razón de 5 gramos por cada litro de desecho líquido neutralizado. Se agita la mezcla durante un período de 10 minutos.

Luego se pesa un papel filtro Whatman No. 40 y se coloca en una unidad de filtrado y se procede a filtrar la solución que contiene la amalgama de cinc.

Finalmente el papel filtro se coloca dentro de una desecadora y luego se mide su masa en una balanza analítica.

A continuación se muestran los balances de masa para la etapa 4.

Figura 25. **Balance de masa para el proceso de remoción de Hg por formación de amalgama de cinc**



Fuente: elaboración propia, utilizando datos obtenidos de la figura 22.

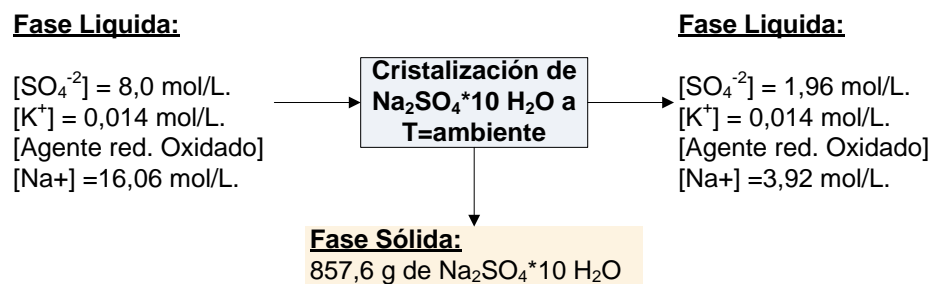
3.6.7. Etapa 7: remoción de Na₂SO₄ por medio de la cristalización por enfriamiento a temperatura ambiente

El líquido, que se obtiene luego de filtrar el sólido en la etapa anterior, se encuentra a una temperatura aproximada de 50 grados Celsius, esto permite que todo el sulfato de sodio, formado como producto de la neutralización del ácido sulfúrico, se encuentre totalmente soluble; sin embargo al extender el líquido sobre una bandeja plástica y dejando que se enfríe a temperatura ambiente se puede observar la formación de cristales de sulfato de sodio decahidratado.

Luego de dejar secar el sólido cristalizado en la bandeja plástica, este se pesa en una balanza analítica y se mide su masa, luego se coloca dentro de una bolsa y se identifica para su posterior análisis.

A continuación se muestra el balance de masa para esta etapa del proceso de tratamiento.

Figura 26. Balance de masa para el proceso de cristalización del Na₂SO₄*10H₂O



Fuente: elaboración propia, utilizando datos obtenidos de la figura 22.

3.6.8. Etapa 8: análisis de concentración de residuos sólidos y líquidos obtenidos después del proceso de tratamiento

Se medirán las concentraciones de los metales cromo, mercurio y plata en todos los residuos sólidos obtenidos en las etapas 2,3 y 4 así como también del líquido obtenido en la etapa 5 luego de la cristalización del sulfato de sodio. Esto se llevará a cabo utilizando un espectrofotómetro de UV- Visible como el que se muestra en la siguiente figura.

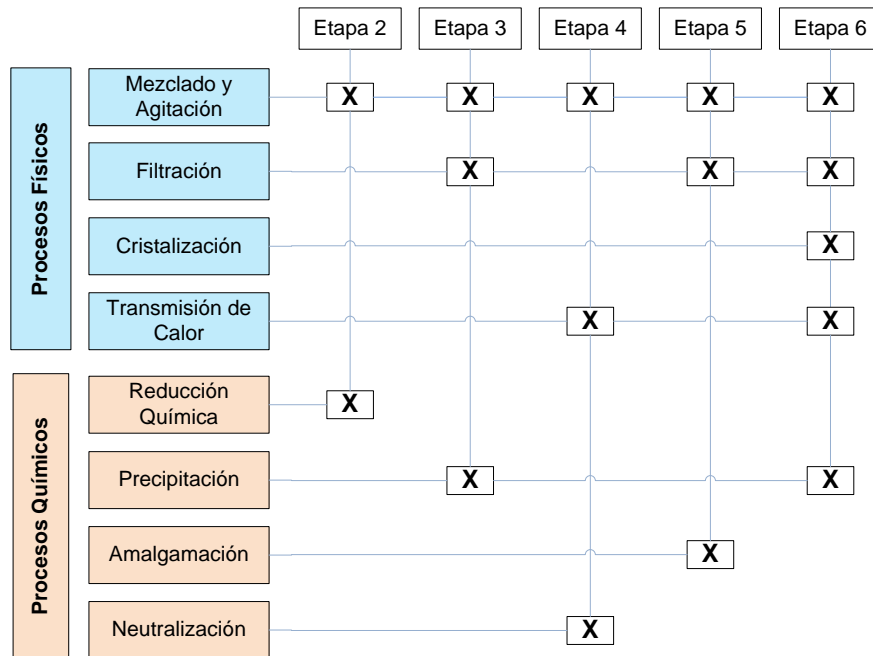
Figura 27. **Espectrofotómetro de UV – visible, utilizado para la medición de los metales pesados**



Fuente: laboratorio de química industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

En la figura 28 se muestra un esquema general de todos los procesos físicos y químicos involucrados en cada una de las etapas del procedimiento de tratamiento del desecho líquido de la DQO.

Figura 28. **Procesos físicos y químicos para cada etapa del método de tratamiento**



Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

La información necesaria para evaluar y analizar la efectividad del proceso de tratamiento del desecho líquido, proveniente del ensayo de DQO, se recolectará según se desarrollen las diferentes etapas de la técnica de tratamiento seleccionada.

En la siguiente tabla se muestran los datos que se obtendrán en el desarrollo de cada una de las etapas del proceso de tratamiento seleccionado.

Tabla XVIII. **Datos recopilados durante el desarrollo de cada etapa del proceso de tratamiento seleccionado**

Etapa 1	Nombre del laboratorio; Marca del kit utilizado; Rango de medición de la DQO; Volumen total de muestra (mL); Cod. ID de la muestra
Etapa 2	Cod. ID; ORP inicial; Volumen de reductor añadido (mL); ORP final
Etapa 3	Cod. ID; masa de precipitado filtrado (g)
Etapa 4	Cod. ID; pH inicial; masa de álcali añadido (g); pH final
Etapa 5	Cod. ID; masa de precipitado filtrado (g)
Etapa 6	Cod. ID; masa de sólido filtrado (g)
Etapa 7	Cod. ID; masa de sólido cristalizado (g)
Etapa 8	Cod. ID; % de contenido total de Plata, Cromo y Mercurio de cada sólido.

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Se realizaron 5 repeticiones de cada parámetro medido en cada una de las etapas del proceso de tratamiento y de estos datos se calcula el promedio con su desviación estándar. De esta forma se puede hacer un análisis estadístico de la varianza entre los resultados de cada laboratorio.

3.8. Análisis estadístico

Los resultados obtenidos al evaluar las diferentes etapas del método de tratamiento aplicado se analizarán por medio de un análisis de varianza (ANOVA), debido a que este tipo de análisis estadístico permite determinar las posibles fuentes de variación del proceso de tratamiento seleccionado.

El objetivo del ANOVA es comparar los diversos valores medios para determinar si alguno de ellos difiere significativamente del resto. Para ello se

utiliza la siguiente estrategia: si los resultados obtenidos de los diferentes laboratorios no contienen errores sistemáticos, los valores medios respectivos no diferirán mucho los unos de los otros y su dispersión, debida a los errores aleatorios, será comparable a la dispersión presente individualmente en cada laboratorio.

De esta manera es que el Análisis de la Varianza se utilizará para determinar las posibles fuentes de variación al aplicar el método de tratamiento seleccionado para los desechos del análisis DQO.

3.8.1. Estimación de la varianza dentro de las muestras

Para poder comenzar a realizar un ANOVA, es necesario calcular primero la varianza que existe dentro de las muestras.

La fórmula general para la estimación de σ_0^2 dentro de las muestras es:

$$\sigma_1^2 = \sum_i \sum_j \frac{(x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{h(n-1)}$$

En donde:

x_{ij} = la j -ésima medida de la i -ésima muestra.

\bar{x}_i = media de la i -ésima muestra.

h = cantidad de muestras.

n = número de elementos o corridas.

3.8.2. Estimación de la varianza entre muestras

Luego de haber calculado la varianza que existe dentro de los grupos, es necesario determinar la varianza que existe dentro de las muestra. La fórmula general para la estimación de σ_0^2 entre muestras es:

$$\sigma_2^2 = n \sum_i \frac{(\bar{x}_i - \bar{x})^2}{h - 1}$$

En donde:

\bar{x}_i = media de la i -ésima muestra.

\bar{x} = media de todos los valores agrupados juntos.

h = cantidad de muestras.

n = numero de elementos o corridas.

Nótese que esta estimación no depende de la variabilidad dentro de cada muestra, ya que se calcula de las medias muestréales.

3.8.3. Prueba F para la comparación de desviaciones estándar y varianza

En la prueba F se considera la razón de las dos varianzas muestrales, es decir, la razón de los cuadrados de las desviaciones estándar. La cantidad calculada (F) está dada por:

$$F = \frac{\sigma_1^2}{\sigma_2^2}$$

Y se disponen los valores de σ_1^2 y σ_2^2 en la expresión anterior, de manera que F sea siempre ≥ 1 .

En la siguiente tabla se resumen las sumas de cuadrados y los grados de libertad en donde se muestra la relación entre las fuentes de variación.

Tabla XIX. **Resumen de sumas de cuadrados y grados de libertad**

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad
Entre Muestras	$n \sum_i (\bar{x}_i - \bar{x})^2$	$h - 1$
Dentro de las Muestras	$\sum_i \sum_j (\bar{x}_{ij} - \bar{x}_i)^2$	$h(n - 1)$
Total	$\sum_i \sum_j (\bar{x}_{ij} - \bar{x})^2$	$hn - 1$

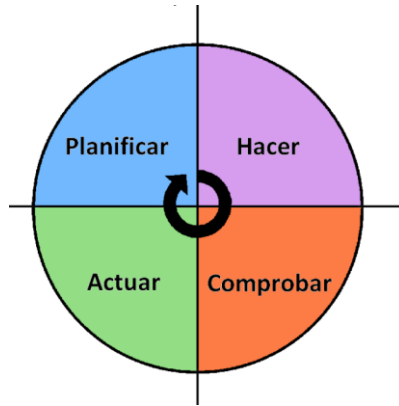
Fuente: MILLER, John C. Estadística para Química Analítica. p. 50.

Los resultados obtenidos del análisis estadístico de los datos, se presentan en la sección de anexos.

3.9. Plan de análisis de resultados

El diseño de la metodología para la evaluación de los datos obtenidos luego de aplicar el método de tratamiento al desecho líquido de la DQO, se basó en el flujo de procesos PDCA (planificar, hacer, comprobar y actuar) también conocido como círculo de Deming. Elegido por ser un modelo muy utilizado por los sistemas de gestión de seguridad de la información (SGSI).

Figura 29. **Etapas del ciclo Deming (PDCA)**



Fuente: CASTELLS, Xavier. Reciclaje de Residuos Industriales. p. 90.

3.10. Programas a utilizar para análisis de datos

Se utilizará como herramienta de análisis de datos, el programa Microsoft Office Excel 2007.

4. RESULTADOS

Los resultados obtenidos al evaluar cada una de las etapas del proceso de tratamiento propuesto para el desecho líquido de la DQO se muestran en la presente sección. Los resultados se detallan para cada una de las etapas de la técnica de tratamiento propuesta.

4.1. Etapa 1

Las muestras de desecho líquido fueron proporcionadas por cinco laboratorios nacionales que colaboraron en la realización del proyecto.

Figura 30. **Recolección de las cajas que contienen el desecho líquido del análisis de la DQO**



Fuente: Laboratorio Nacional de Salud, Ministerio de Salud Pública.

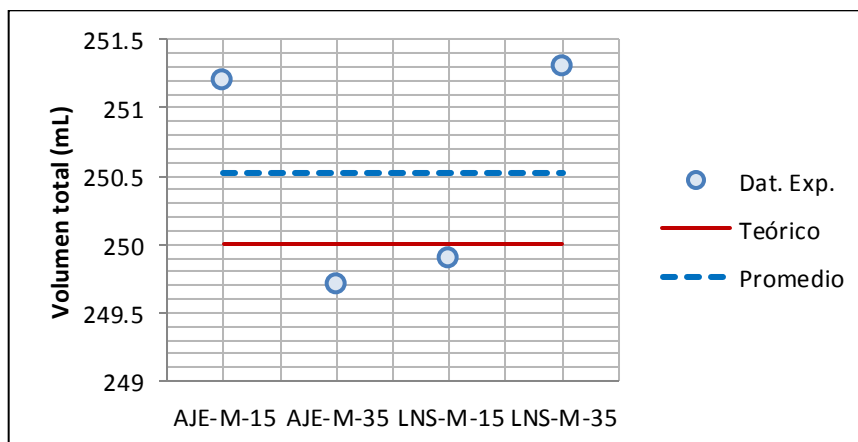
Luego de recolectar las muestras, se mide el volumen total de desecho líquido que contiene cada caja y se identifica asignándole un código único.

Tabla XX. **Datos recopilados durante la primera etapa de almacenamiento e identificación del desecho líquido**

No.	Nombre del Laboratorio:	Marca del Kit	Rango de DQO (mg/L)	tubos por caja	Volumen Total (mL)	No. de ID
1	AJE	Merck	25-1,500	25	251,2	AJE-M-15
2	AJE	Merck	300-3,500	25	249,7	AJE-M-35
3	AMS	Hach	0-150	150	750,2	AMS-H-1,5
4	AMS	Hach	0-1,500	150	750,0	AMS-H-15
5	AMS	Hach	0-15,000	150	749,6	AMS-H-150
6	EMP	Hach	0-150	150	750,3	EMP-H-1,5
7	EMP	Hach	0-1,500	150	748,7	EMP-H-15
8	INF	Hach	0-150	150	750,3	INF-H-1,5
9	INF	Hach	0-1,500	150	751,1	INF-H-15
10	INF	Hach	0-15,000	150	750,5	INF-H-150
11	LNS	Merck	25-1,500	25	249,9	LNS-M-15
12	LNS	Merck	300-3,500	25	251,3	LNS-M-35

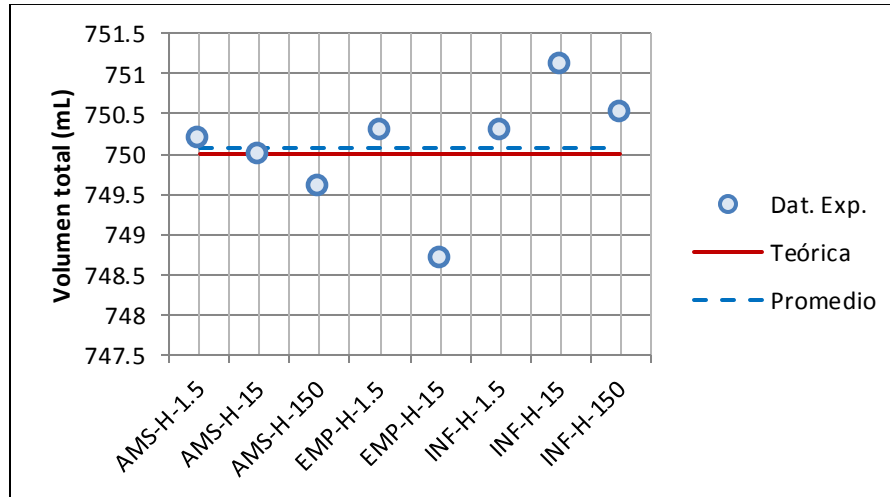
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Figura 31. **Volumen total de desecho teórico y experimental para cajas de medición de DQO con 25 tubos**



Fuente: elaboración propia, datos obtenidos de la tabla XXI.

Figura 32. **Volumen total de desecho teórico y experimental para cajas de medición de DQO con 150 tubos**



Fuente: elaboración propia, datos obtenidos de la Tabla XXI.

4.2. Etapa 2

En la siguiente etapa del proceso de tratamiento, el contenido de cromo (VI) del desecho químico es reducido a su forma menos tóxica de cromo (III) por medio de la adición de un agente reductor. Los resultados obtenidos al evaluar dos diferentes agentes reductores se muestran en las siguientes tablas y figuras.

Tabla XXI. **Datos obtenidos de las mediciones de pH y de potencial redox (ORP) a las muestras de desecho líquido previamente identificadas**

No. de identificación	pH inicial	ORP inicial (mV)
AJE-M-15	-0,84	1167
AJE-M-35	-0,86	1223
LNS-M-15	-0,78	1010
LNS-M-35	-0,63	1148
AMS-H-1,5	-0,81	1004
AMS-H-15	-0,78	987
AMS-H-150	-0,85	1113
EMP-H-1,5	-0,87	936
EMP-H-15	-0,91	997
INF-H-1,5	-0,65	1093
INF-H-15	-0,71	993
INF-H-150	-0,91	1221

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Luego de realizar las mediciones de los primeros parámetros a las muestras que fueron identificadas, estas se separan según el rango de medición de DQO y la marca del kit utilizado.

Figura 33. **Titulación de muestras de desecho líquido de la DQO utilizando un agente reductor**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Se tomaron 5 alícuotas de un volumen de 10 mililitros de cada una de las muestras de desecho identificadas y se procedió a titularlas utilizando dos agentes reductores, en este caso, alcohol isopropílico grado industrial y una solución de glucosa.

Los resultados obtenidos al evaluar la etapa de reducción de cromo (VI) a cromo (III), se presentan en las siguientes tablas y figuras.

Tabla XXII. **Resultados de la titulación de muestras de 10 ml de desecho de la DQO utilizando agente reductor 2- propanol**

No. Id.	Volumen (mL)	ORP final (mV)	pH final
AJE-M-15	0,59 ± 0,008	-222,6 ± 2,1	-0,79 ± 0,01
LNS-M-15	0,54 ± 0,055	-330,6 ± 1,5	-0,75 ± 0,02
AJE-M-35	0,10 ± 0,004	-299,4 ± 0,9	-0,80 ± 0,01
LNS-M-35	0,13 ± 0,029	-297,6 ± 1,5	-0,60 ± 0,01
AMS-H-1,5	0,01 ± 0,02	-115,4 ± 0,5	-0,77 ± 0,01
INF-H-1,5	0,01 ± 0,007	-184,4 ± 0,9	-0,63 ± 0,00
EMP-H-1,5	0,03 ± 0,005	-209,4 ± 1,1	-0,84 ± 0,01
AMS-H-15	0,05 ± 0,009	-221,0 ± 1,2	-0,75 ± 0,01
INF-H-15	0,05 ± 0,009	-213,4 ± 0,5	-0,67 ± 0,01
EMP-H-15	0,19 ± 0,013	-210,4 ± 0,5	-0,82 ± 0,02
AMS-H-150	1,70 ± 0,187	-185,4 ± 0,5	-0,80 ± 0,01
INF-H-150	1,44 ± 0,055	-200,4 ± 0,5	-0,88 ± 0,01

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

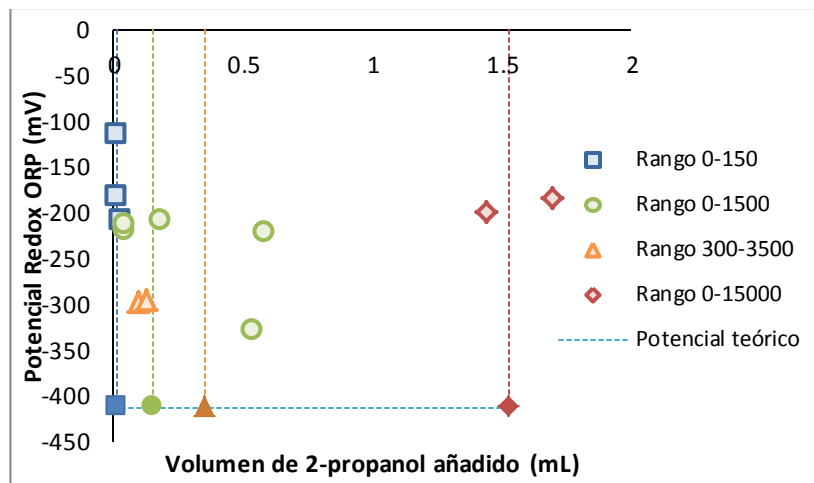
Tabla XXIII. **Resultados de la titulación de muestras de 10 ml de desecho de la DQO utilizando agente reductor solución de glucosa**

No. Identificación	Volumen (mL)	ORP final (mV)	pH final
AJE-M-15	0,72 ± 0,24	-200,4 ± 0,5	-0,80 ± 0,00
LNS-M-15	0,90 ± 0,00	-199,8 ± 0,8	-0,77 ± 0,01
AJE-M-35	1,06 ± 0,09	-200,8 ± 0,8	-0,81 ± 0,01
LNS-M-35	0,86 ± 0,05	-204,0 ± 1,0	-0,61 ± 0,01
AMS-H-1,5	0,11 ± 0,01	-230,8 ± 0,4	-0,80 ± 0,00
INF-H-1,5	0,14 ± 0,05	-200,4 ± 0,5	-0,65 ± 0,01
EMP-H-1,5	0,16 ± 0,05	-221,0 ± 1,2	-0,85 ± 0,01
AMS-H-15	0,62 ± 0,04	-238,6 ± 0,5	-0,78 ± 0,01
INF-H-15	0,72 ± 0,04	-222,6 ± 0,5	-0,69 ± 0,00
EMP-H-15	1,12 ± 0,08	-220,4 ± 0,5	-0,82 ± 0,01
AMS-H-150	2,12 ± 0,08	-200,2 ± 0,8	-0,81 ± 0,01
INF-H-150	1,74 ± 0,05	-210,6 ± 0,5	-0,88 ± 0,00

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

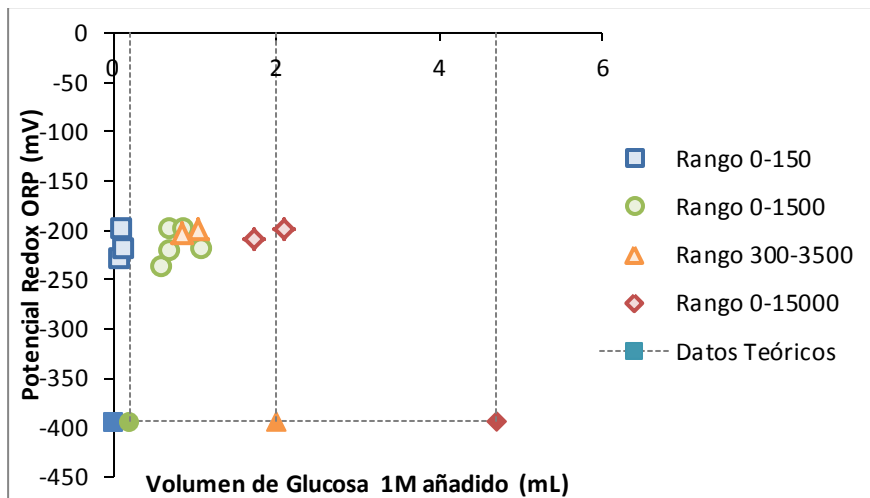
En las siguientes figuras se pueden observar la comparación de los resultados obtenidos experimentalmente con respecto a los datos teóricos esperados para la titulación potenciométrica de las muestras de desecho líquido de la DQO en función de los diferentes rangos de medición del reactivo utilizado.

Figura 34. **Resultados experimentales para la etapa de reducción de Cr (VI) a Cr (III) utilizando 2-propanol**



Fuente: elaboración propia, datos graficados de tabla XXIII.

Figura 35. **Comparación de resultados experimentales con datos teóricos para la reducción de Cr (VI) a Cr (III) utilizando glucosa**

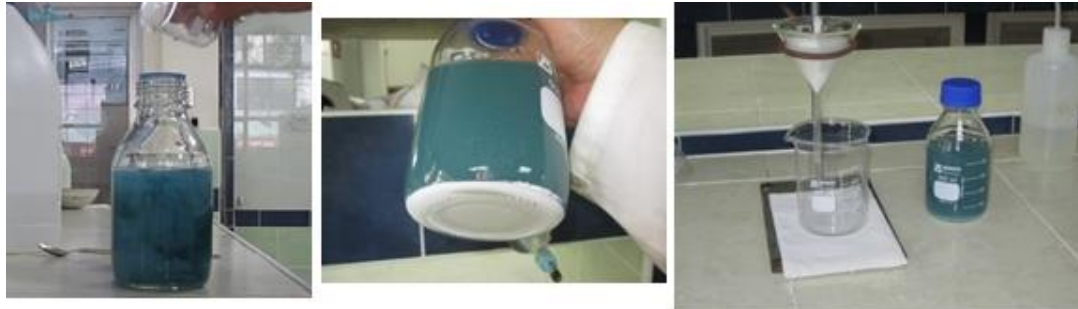


Fuente: elaboración propia, datos graficados de tabla XXIV.

4.3. Etapa 3

En esta etapa se evalúa la efectividad en la separación de los iones plata presentes en el desecho líquido por medio de la adición de 0,4 gramos de cloruro de sodio a un volumen de 50 mililitros de muestra de desecho líquido de la DQO.

Figura 36. **Etapa de separación de plata y mercurio por adición de cloruro de sodio**



Fuente: laboratorio de química industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Los resultados obtenidos, luego de tabular las mediciones hechas experimentalmente, se presentan en las siguientes tablas y figuras.

Tabla XXIV. **Masa de sólido filtrado en la etapa 3 para muestras de desecho líquido previamente reducido con 2- propanol**

No. de ID	Masa de Precipitado filtrado (g)
AMS-H-1,5	0,000 ± 0,0000
EMP-H-1,5	0,466 ± 0,0119
INF-H-1,5	0,508 ± 0,0047
AJE-M-15	0,535 ± 0,0028
LNS-M-15	0,571 ± 0,0076
AMS-H-15	0,493 ± 0,0018
EMP-H-15	0,520 ± 0,0071
INF-H-15	0,607 ± 0,0043
AJE-M-35	0,548 ± 0,0270
LNS-M-35	0,517 ± 0,0057
AMS-H-150	0,570 ± 0,0055
INF-H-150	0,566 ± 0,0056

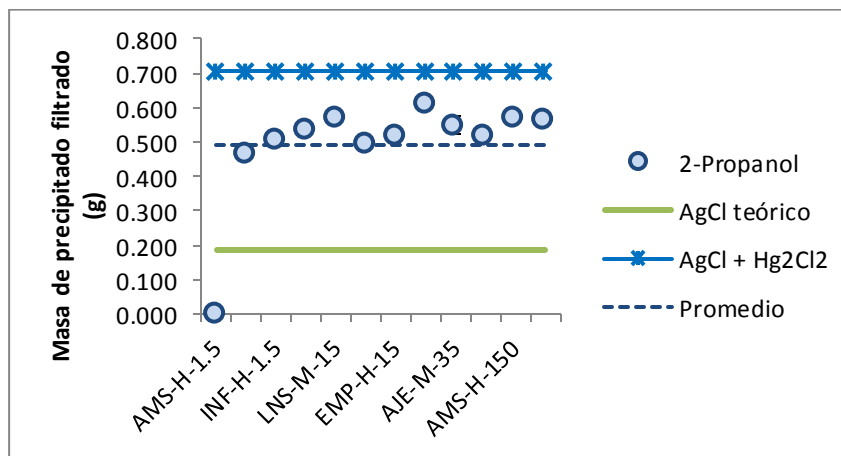
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXV. **Masa de sólido filtrado en la etapa 3 para muestras de desecho líquido previamente reducido con glucosa**

No. de ID	Masa de Precipitado filtrado (g)
AMS-H-1,5	0,000 ± 0,0000
EMP-H-1,5	0,368 ± 0,0033
INF-H-1,5	0,408 ± 0,0040
AJE-M-15	0,439 ± 0,0152
LNS-M-15	0,451 ± 0,0165
AMS-H-15	0,416 ± 0,0030
EMP-H-15	0,329 ± 0,0055
INF-H-15	0,484 ± 0,0024
AJE-M-35	0,261 ± 0,0163
LNS-M-35	0,413 ± 0,0046
AMS-H-150	0,456 ± 0,0044
INF-H-150	0,453 ± 0,0045

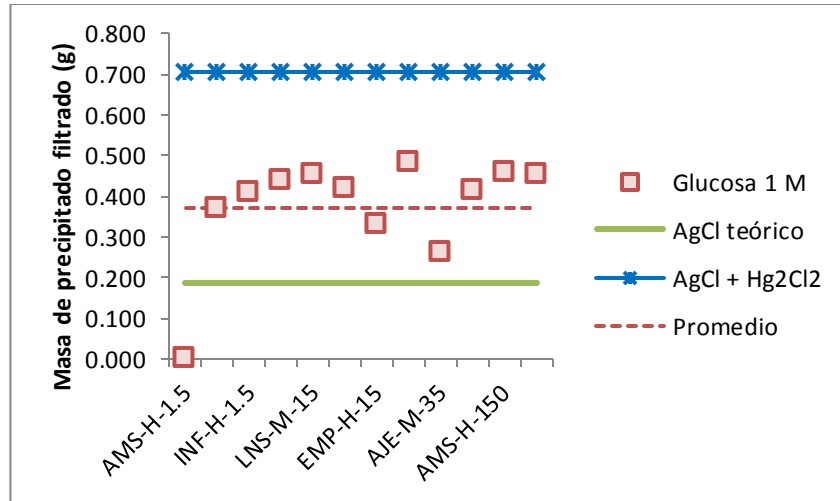
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Figura 37. **Resultados experimentales para la etapa 3 para muestras de desecho líquido previamente reducido con 2- propanol**



Fuente: elaboración propia, datos graficados de Tabla XXV

Figura 38. **Resultados experimentales para la etapa 3 para muestras de desecho líquido previamente reducido con glucosa**



Fuente: elaboración propia, datos graficados de Tabla XXVI

4.4. Etapa 4

El procedimiento para evaluar la técnica utilizada para la neutralización del contenido total de acidez del desecho líquido de la DQO consiste en tomar muestras de un volumen total de 10 mililitros y luego medir la cantidad de masa de agente alcalino añadido hasta llegar a un pH arriba de la neutralidad (preferiblemente arriba de la neutralidad para facilitar luego la precipitación del hidróxido crómico).

Los resultados obtenidos se muestran en las siguientes tablas.

Tabla XXVI. **Datos obtenidos de las mediciones de pH inicial de las muestras identificadas**

No. de identificación	pH inicial
AJE-M-15	-0,84
AJE-M-35	-0,86
LNS-M-15	-0,78
LNS-M-35	-0,63
AMS-H-1,5	-0,81
AMS-H-15	-0,78
AMS-H-150	-0,85
EMP-H-1,5	-0,87
EMP-H-15	-0,91
INF-H-1,5	-0,65
INF-H-15	-0,71
INF-H-150	-0,91

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXVII. **Masa de agente alcalino usada para la neutralización de 10 ml de desecho líquido tratado con 2-propanol**

No. de ID	Bicarbonato de sodio		Carbonato de sodio		Hidróxido de sodio	
	Masa (g)	pH final	Masa (g)	pH final	Masa (g)	pH final
AMS-H-1,5	11,60 ± 0,4301	8,1	7,29 ± 0,2204	9,2	5,83 ± 0,1763	10,1
EMP-H-1,5	10,78 ± 0,2280	8,2	6,77 ± 0,1172	9,1	5,42 ± 0,0937	10,2
INF-H-1,5	11,48 ± 0,2683	8,5	7,21 ± 0,2281	9,3	5,77 ± 0,1825	10,1
AJE-M-15	12,42 ± 0,2168	9,1	7,80 ± 0,1867	8,8	6,24 ± 0,1493	10,5
LNS-M-15	11,74 ± 0,2302	8,1	7,39 ± 0,1415	9,3	5,92 ± 0,1132	10,5
AMS-H-15	12,28 ± 0,1789	8,4	7,68 ± 0,2066	8,8	6,15 ± 0,1653	10,6
EMP-H-15	11,52 ± 0,1789	8,3	7,26 ± 0,1105	8,7	5,81 ± 0,0884	11,1
INF-H-15	12,60 ± 0,1225	8,2	7,92 ± 0,1281	9,2	6,34 ± 0,1025	10,7
AJE-M-35	12,08 ± 0,3493	8,5	7,61 ± 0,2095	9,3	6,09 ± 0,1676	10,9
LNS-M-35	13,00 ± 0,1000	8,4	8,20 ± 0,0771	9,4	6,56 ± 0,0617	11,2
AMS-H-150	10,84 ± 0,1673	8,1	6,81 ± 0,0602	9,5	5,45 ± 0,0481	11,1
INF-H-150	11,78 ± 0,0837	8,5	7,41 ± 0,0586	9,1	5,93 ± 0,0469	11,0

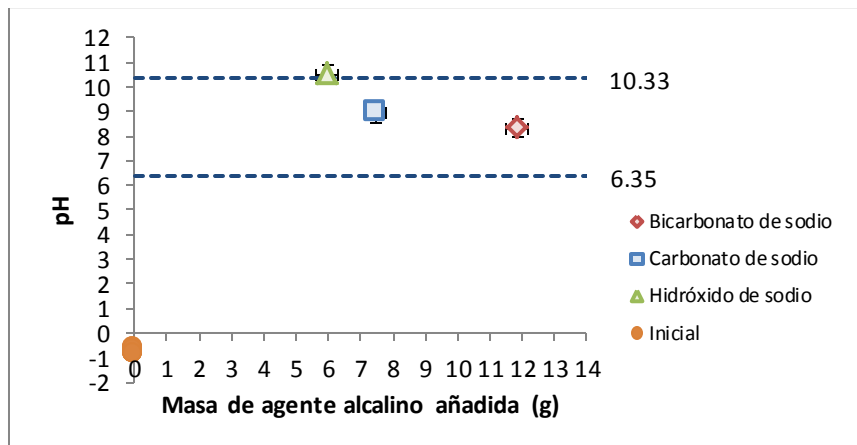
Fuente: Datos obtenidos experimentalmente.

Tabla XXVIII. **Masa de agente alcalino usado para neutralizar 10 ml del desecho líquido reducido con glucosa**

No. de ID	Bicarbonato de sodio		Carbonato de sodio		Hidróxido de sodio	
	Masa (g)	pH final	Masa (g)	pH final	Masa (g)	pH final
AMS-H-1,5	12,21 ± 0,4528	8,3	7,94 ± 0,2943	9,1	6,11 ± 0,2266	10,3
EMP-H-1,5	11,35 ± 0,2400	8,1	7,38 ± 0,1560	8,9	5,68 ± 0,1201	10,0
INF-H-1,5	12,08 ± 0,2825	8,4	7,85 ± 0,1836	8,7	6,05 ± 0,1414	10,1
AJE-M-15	13,07 ± 0,2282	8,9	8,50 ± 0,1483	8,8	6,54 ± 0,1142	10,3
LNS-M-15	12,36 ± 0,2423	8,2	8,03 ± 0,1575	9,1	6,19 ± 0,1213	10,3
AMS-H-15	12,93 ± 0,1883	8,3	8,40 ± 0,1224	8,8	6,47 ± 0,0942	10,4
EMP-H-15	12,13 ± 0,1883	8,1	7,88 ± 0,1224	8,7	6,07 ± 0,0942	10,1
INF-H-15	13,26 ± 0,1289	8,2	8,62 ± 0,0838	9,2	6,64 ± 0,0645	10,7
AJE-M-35	12,72 ± 0,3677	8,1	8,27 ± 0,2390	9,0	6,36 ± 0,1840	10,9
LNS-M-35	13,68 ± 0,1059	8,5	8,89 ± 0,0684	9,1	6,85 ± 0,0527	11,1
AMS-H-150	11,41 ± 0,1761	8,3	7,42 ± 0,1145	9,2	5,71 ± 0,0882	10,9
INF-H-150	12,40 ± 0,0881	8,4	8,06 ± 0,0572	9,1	6,21 ± 0,0441	10,7

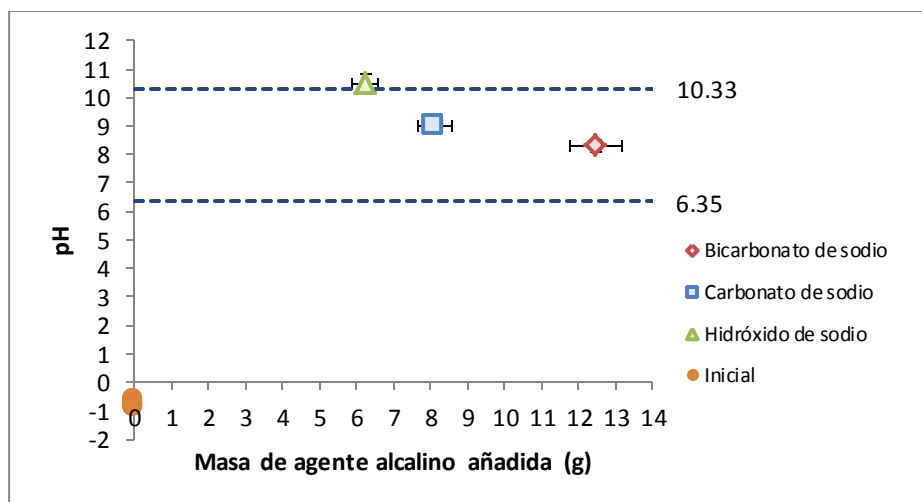
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Figura 39. **Resultados obtenidos en la etapa 4 para muestras de desecho líquido tratado previamente con 2- propanol**



Fuente: elaboración propia, datos graficados de tabla XXVIII.

Figura 40. **Resultados obtenidos en la etapa 4 para muestras de desecho líquido tratado previamente con glucosa**



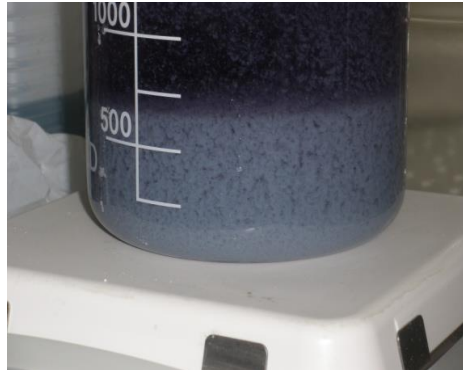
Fuente: elaboración propia, datos graficados de Tabla XXIX.

4.5. Etapa 5

Luego de terminar la etapa de neutralización del contenido de ácido sulfúrico se mide el pH de la solución para verificar que este se encuentre entre un rango de 8,5 a 10 y de esta manera asegurar la precipitación completa del hidróxido de cromo (III).

La solución se encuentra a una temperatura aproximada de 50 grados Celsius, lo cual permite que el sulfato de sodio formado por la neutralización del ácido sulfúrico se encuentre soluble. Luego de filtrar y remover el hidróxido de cromo precipitado este se deja secar y se pesa en una balanza.

Figura 41. **Formación del precipitado de hidróxido de cromo (III) al neutralizar ácido sulfúrico hasta un pH 8,5 - 10**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Tabla XXIX. **Masa de precipitado obtenido en la etapa 5 para muestras de desecho líquido tratado con 2- propanol**

	Bicarbonato de sodio	Carbonato de sodio	Hidróxido de sodio
No. de ID	Cr(OH) ₃ (g)	Cr(OH) ₃ (g)	Cr(OH) ₃ (g)
AMS-H-1,5	0,08 ± 0,0055	0,04 ± 0,0152	0,04 ± 0,0151
EMP-H-1,5	0,09 ± 0,0071	0,05 ± 0,0089	0,04 ± 0,0089
INF-H-1,5	0,12 ± 0,0241	0,06 ± 0,0045	0,05 ± 0,0059
AJE-M-15	0,21 ± 0,0297	0,16 ± 0,0130	0,13 ± 0,0100
LNS-M-15	0,16 ± 0,0179	0,17 ± 0,0167	0,13 ± 0,0122
AMS-H-15	0,23 ± 0,0207	0,16 ± 0,0241	0,12 ± 0,0207
EMP-H-15	0,15 ± 0,0148	0,14 ± 0,0110	0,11 ± 0,0110
INF-H-15	0,23 ± 0,0084	0,17 ± 0,0167	0,14 ± 0,0130
AJE-M-35	0,40 ± 0,0152	0,36 ± 0,0187	0,28 ± 0,0152
LNS-M-35	0,42 ± 0,0110	0,38 ± 0,0212	0,30 ± 0,0179
AMS-H-150	2,06 ± 0,0673	1,75 ± 0,0647	1,40 ± 0,0522
INF-H-150	1,83 ± 0,0654	1,71 ± 0,0339	1,37 ± 0,0261

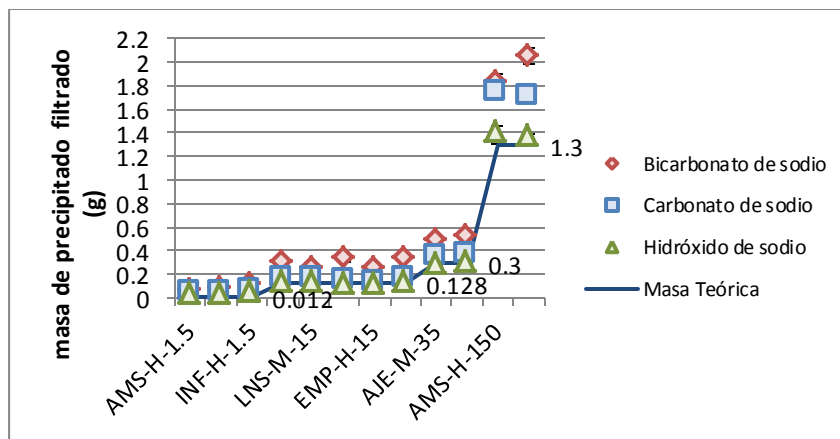
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXX. **Masa de precipitado obtenido en la etapa 5 para muestras de desecho líquido previamente tratado con glucosa**

	Bicarbonato de sodio	Carbonato de sodio	Hidróxido de sodio
No. de ID	Cr(OH) ₃ (g)	Cr(OH) ₃ (g)	Cr(OH) ₃ (g)
AMS-H-1,5	0,09 ± 0,0066	0,05 ± 0,0167	0,05 ± 0,0181
EMP-H-1,5	0,11 ± 0,0085	0,05 ± 0,0098	0,04 ± 0,0107
INF-H-1,5	0,14 ± 0,0289	0,07 ± 0,0049	0,06 ± 0,0071
AJE-M-15	0,26 ± 0,0356	0,18 ± 0,0143	0,16 ± 0,0120
LNS-M-15	0,19 ± 0,0215	0,18 ± 0,0184	0,16 ± 0,0147
AMS-H-15	0,28 ± 0,0249	0,17 ± 0,0265	0,15 ± 0,0249
EMP-H-15	0,18 ± 0,0178	0,16 ± 0,0120	0,13 ± 0,0131
INF-H-15	0,28 ± 0,0100	0,19 ± 0,0184	0,17 ± 0,0156
AJE-M-35	0,48 ± 0,0182	0,40 ± 0,0206	0,34 ± 0,0182
LNS-M-35	0,50 ± 0,0131	0,42 ± 0,0233	0,36 ± 0,0215
AMS-H-150	2,47 ± 0,0808	1,93 ± 0,0711	1,68 ± 0,0626
INF-H-150	2,20 ± 0,0785	1,88 ± 0,0373	1,64 ± 0,0313

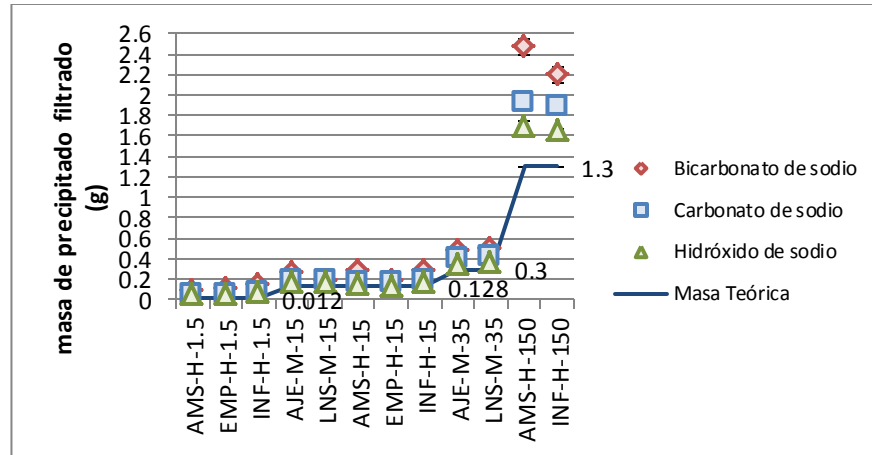
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Figura 42. **Resultados experimentales de la etapa 5 para muestras de desecho líquido tratado previamente con 2- propanol**



Fuente: elaboración propia, datos graficados de la tabla XXX.

Figura 43. **Resultados experimentales de la etapa 5 para muestras de desecho líquido tratado previamente con glucosa**



Fuente: elaboración propia, datos graficados de la tabla XXXI.

4.6. Etapa 6

Luego de filtrar el sólido precipitado en la etapa anterior, la solución se mantiene todavía a una temperatura de alrededor de 50 grados Celsius lo que permite que el líquido se mantenga homogénea como una solución sobresaturada de sulfato de sodio.

En esta etapa del proceso de tratamiento se añaden 5 gramos de virutas de cinc metálico o en polvo y se mezclan con 1 litro de la solución durante un tiempo de 10 minutos para que se forme una amalgama sólida de cinc-mercurio. Después el sólido se filtra y la solución se deja enfriar en una bandeja plástica lo que acelera la cristalización del sulfato de sodio.

Figura 44. **Etapa de remoción de iones Hg (II) por adición de Zn**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

En las siguientes tablas se muestran los resultados obtenidos de las masas de sólidos filtrados obtenidos luego de la adición de cinc.

Tabla XXXI. **Masa de precipitados obtenidos en la etapa 6 para muestras de desecho líquido previamente tratado con 2- propanol**

	Bicarbonato de sodio	Carbonato de sodio	Hidróxido de sodio
No. de ID	Zn(Hg) (g)	Zn(Hg) (g)	Zn(Hg) (g)
AMS-H-1,5	0,23	0,20	0,21
EMP-H-1,5	0,22	0,21	0,28
INF-H-1,5	0,21	0,21	0,27
AJE-M-15	0,25	0,23	0,23
LNS-M-15	0,23	0,25	0,24
AMS-H-15	0,28	0,24	0,23
EMP-H-15	0,24	0,21	0,26
INF-H-15	0,26	0,26	0,27
AJE-M-35	0,29	0,23	0,21
LNS-M-35	0,21	0,24	0,28
AMS-H-150	0,23	0,26	0,21
INF-H-150	0,25	0,21	0,26

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXXII. **Masa de precipitados obtenidos en la etapa 6 para muestras de desecho líquido previamente tratado con glucosa**

	Bicarbonato de sodio	Carbonato de sodio	Hidróxido de sodio
No. de ID	Zn(Hg) (g)	Zn(Hg) (g)	Zn(Hg) (g)
AMS-H-1,5	0,26	0,21	0,24
EMP-H-1,5	0,27	0,26	0,26
INF-H-1,5	0,21	0,23	0,29
AJE-M-15	0,21	0,28	0,24
LNS-M-15	0,23	0,21	0,26
AMS-H-15	0,25	0,26	0,21
EMP-H-15	0,23	0,2	0,21
INF-H-15	0,22	0,21	0,28
AJE-M-35	0,21	0,21	0,27
LNS-M-35	0,23	0,23	0,25
AMS-H-150	0,25	0,24	0,23
INF-H-150	0,24	0,23	0,28

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

4.7. Etapa 7

La última etapa del proceso de tratamiento consiste en enfriar la solución sobre-saturada de sulfato de sodio sobre una bandeja plástica para acelerar la formación de cristales. Los cristales formados al inicio son de sulfato de sodio decahidratado los cuales al secarse por completo forman un polvo de color blanco.

Se deja enfriar la solución hasta que en la bandeja solamente quede una masa de cristales sólidos de sulfato de sodio decahidratado.

Figura 45. **Etapa de cristalización de sulfato de sodio decahidratado**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

En las siguientes tablas se muestran los resultados obtenidos de las mediciones de masa total de cristales de sulfato de sodio.

Tabla XXXIII. **Masa de Na_2SO_4 obtenido en la etapa 7 para muestras de desecho líquido previamente tratado con 2- propanol**

	Bicarbonato de sodio	Carbonato de sodio	Hidróxido de sodio
No. de ID	Masa total (g)	Masa total (g)	Masa total (g)
AMS-H-1,5	315,5	308,1	324,5
EMP-H-1,5	326,3	315,6	312,6
INF-H-1,5	321,5	321,5	337,6
AJE-M-15	323,6	334,2	328,4
LNS-M-15	318,4	301,2	319,7
AMS-H-15	321,3	317,4	324,8
EMP-H-15	318,6	326,1	319,8
INF-H-15	323,1	312,5	321,7
AJE-M-35	319,5	327,6	332,4
LNS-M-35	320,8	313,5	321,5
AMS-H-150	331,2	336,2	328,7
INF-H-150	328,5	329,5	331,2

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXXIV. **Masa de Na₂SO₄ obtenido en la etapa 7 para muestras del desecho líquido previamente tratado con glucosa**

	Bicarbonato de sodio	Carbonato de sodio	Hidróxido de sodio
No. de ID	Masa total (g)	Masa total (g)	Masa total (g)
AMS-H-1,5	327,6	334,2	323,6
EMP-H-1,5	313,5	301,2	318,4
INF-H-1,5	312,6	317,4	321,3
AJE-M-15	337,6	321,7	323,1
LNS-M-15	312,5	308,1	315,5
AMS-H-15	324,5	321,5	321,5
EMP-H-15	328,4	326,1	318,6
INF-H-15	319,7	336,2	331,2
AJE-M-35	324,8	329,5	328,5
LNS-M-35	319,8	332,4	319,5
AMS-H-150	328,7	321,5	320,8
INF-H-150	331,2	315,6	326,3

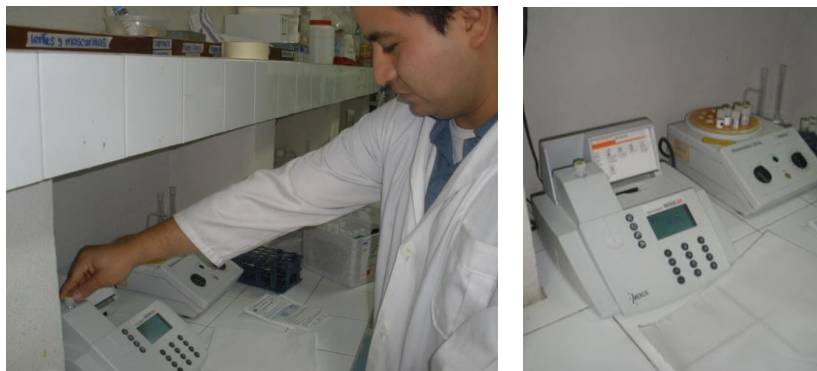
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

4.8. Etapa 8

Al terminar de tratar todo el desecho líquido de la DQO, utilizando el procedimiento seleccionado, se obtienen residuos sólidos que contienen altas concentraciones de los metales plata, mercurio y cromo.

Para poder determinar las concentraciones de estos tres metales en cada uno de los sólidos obtenidos al final del proceso de tratamiento se llevaron a cabo determinaciones espectrofotométricas para poder determinar la proporción de cada metal en los diferentes sólidos.

Figura 46. **Análisis instrumental para la determinación del contenido total de Ag, Hg y Cr en sólidos finales**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Los resultados de los análisis para cada uno de los sólidos se muestran en las siguientes tablas.

Tabla XXXV. **Contenido total de Ag, Cr y Hg en el sólido obtenido en la etapa 3 para muestras tratadas con 2- propanol**

No. de ID	Ag total (% p/p)	Cr total (% p/p)	Hg total (% p/p)
AMS-H-1,5	0	0	0
EMP-H-1,5	33,2	<0,001	66,8
INF-H-1,5	23,5	<0,001	76,5
AJE-M-15	25,7	<0,001	74,3
LNS-M-15	23,8	<0,001	76,2
AMS-H-15	26,4	<0,001	73,6
EMP-H-15	25,3	<0,001	74,7
INF-H-15	27,5	<0,001	72,5
AJE-M-35	24,3	<0,001	75,7
LNS-M-35	25,4	<0,001	74,6
AMS-H-150	28,4	<0,001	71,6
INF-H-150	27,9	<0,001	72,1

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXXVI. **Contenido total de Ag, Cr y Hg en el sólido obtenido en la etapa 3 para muestras tratadas con glucosa**

No. de ID	Ag total (% p/p)	Cr total (% p/p)	Hg total (% p/p)
AMS-H-1,5	0	0	0
EMP-H-1,5	42,3	<0,001	57,7
INF-H-1,5	33,5	<0,001	66,5
AJE-M-15	35,2	<0,001	64,8
LNS-M-15	33,2	<0,001	66,8
AMS-H-15	36,4	<0,001	63,6
EMP-H-15	33,6	<0,001	66,4
INF-H-15	36,8	<0,001	63,2
AJE-M-35	34,7	<0,001	65,3
LNS-M-35	36,8	<0,001	63,2
AMS-H-150	45,2	<0,001	54,8
INF-H-150	30,2	<0,001	69,8

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXXVII. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en etapa 5 para muestras tratadas con NaHCO₃**

No. de ID	2- Propanol			Glucosa 1M		
	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)
AMS-H-1,5	<0,001	99,99	0,01	<0,001	99,7	0,1
EMP-H-1,5	<0,001	99,7	0,30	<0,001	99,8	0,15
INF-H-1,5	<0,001	99,63	0,37	<0,001	99,1	0,25
AJE-M-15	<0,001	99,79	0,21	<0,001	99,15	0,15
LNS-M-15	<0,001	99,77	0,23	<0,001	99,89	0,11
AMS-H-15	<0,001	99,79	0,21	<0,001	99,87	0,13
EMP-H-15	<0,001	99,72	0,28	<0,001	99,85	0,15
INF-H-15	<0,001	99,69	0,31	<0,001	99,88	0,12
AJE-M-35	<0,001	99,75	0,25	<0,001	99,5	0,5
LNS-M-35	<0,001	99,73	0,27	<0,001	99,5	0,5
AMS-H-150	<0,001	99,49	0,51	<0,001	99,4	0,6
INF-H-150	<0,001	99,39	0,61	<0,001	99,3	0,7

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXXVIII. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 5 para muestras tratadas con Na₂CO₃**

No. de ID	2- Propanol			Glucosa 1M		
	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)
AMS-H-1,5	<0,001	99,8	0,25	<0,001	99,7	0,32
EMP-H-1,5	<0,001	99,65	0,35	<0,001	99,8	0,33
INF-H-1,5	<0,001	99,57	0,43	<0,001	99,1	0,31
AJE-M-15	<0,001	99,65	0,35	<0,001	99,15	0,25
LNS-M-15	<0,001	99,69	0,31	<0,001	99,79	0,21
AMS-H-15	<0,001	99,64	0,36	<0,001	99,77	0,23
EMP-H-15	<0,001	99,68	0,32	<0,001	99,63	0,37
INF-H-15	<0,001	99,57	0,43	<0,001	99,74	0,26
AJE-M-35	<0,001	99,68	0,32	<0,001	99,53	0,47
LNS-M-35	<0,001	99,63	0,37	<0,001	99,47	0,53
AMS-H-150	<0,001	99,37	0,63	<0,001	99,42	0,58
INF-H-150	<0,001	99,43	0,57	<0,001	99,39	0,61

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XXXIX. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 5 para muestras tratadas con NaOH**

No. de ID	2- Propanol			Glucosa 1M		
	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)
AMS-H-1,5	<0,001	99,8	0,16	<0,001	99,7	0,23
EMP-H-1,5	<0,001	99,73	0,27	<0,001	99,8	0,43
INF-H-1,5	<0,001	99,64	0,36	<0,001	99,1	0,41
AJE-M-15	<0,001	99,57	0,43	<0,001	99,15	0,35
LNS-M-15	<0,001	99,74	0,26	<0,001	99,69	0,31
AMS-H-15	<0,001	99,65	0,35	<0,001	99,67	0,33
EMP-H-15	<0,001	99,54	0,46	<0,001	99,53	0,47
INF-H-15	<0,001	99,57	0,43	<0,001	99,64	0,36
AJE-M-35	<0,001	99,7	0,3	<0,001	99,45	0,55
LNS-M-35	<0,001	99,71	0,29	<0,001	99,37	0,63
AMS-H-150	<0,001	99,41	0,59	<0,001	99,32	0,68
INF-H-150	<0,001	99,29	0,71	<0,001	99,29	0,71

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XL. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en los cristales de Na₂SO₄ obtenidos con NaHCO₃**

No. de ID	2- Propanol			Glucosa 1M		
	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)
AMS-H-1,5	<0,001	0,55	0,013	<0,001	0,41	0,028
EMP-H-1,5	<0,001	0,38	0,015	<0,001	0,32	0,025
INF-H-1,5	<0,001	0,45	0,017	<0,001	0,51	0,026
AJE-M-15	<0,001	0,32	0,021	<0,001	0,23	0,021
LNS-M-15	<0,001	0,56	0,016	<0,001	0,38	0,023
AMS-H-15	<0,001	0,41	0,018	<0,001	0,47	0,028
EMP-H-15	<0,001	0,31	0,013	<0,001	0,26	0,027
INF-H-15	<0,001	0,57	0,015	<0,001	0,35	0,021
AJE-M-35	<0,001	0,43	0,020	<0,001	0,58	0,020
LNS-M-35	<0,001	0,53	0,018	<0,001	0,37	0,026
AMS-H-150	<0,001	0,33	0,013	<0,001	0,25	0,021
INF-H-150	<0,001	0,25	0,015	<0,001	0,33	0,023

Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XLI. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en los cristales de Na₂SO₄ obtenidos con Na₂CO₃**

No. de ID	2- Propanol			Glucosa 1M		
	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)
AMS-H-1,5	<0,001	0,41	0,011	<0,001	0,23	0,018
EMP-H-1,5	<0,001	0,31	0,010	<0,001	0,38	0,017
INF-H-1,5	<0,001	0,57	0,012	<0,001	0,47	0,018
AJE-M-15	<0,001	0,26	0,013	<0,001	0,26	0,017
LNS-M-15	<0,001	0,35	0,010	<0,001	0,55	0,016
AMS-H-15	<0,001	0,58	0,014	<0,001	0,38	0,015
EMP-H-15	<0,001	0,51	0,013	<0,001	0,45	0,018
INF-H-15	<0,001	0,23	0,013	<0,001	0,32	0,019
AJE-M-35	<0,001	0,38	0,012	<0,001	0,41	0,021
LNS-M-35	<0,001	0,56	0,011	<0,001	0,31	0,018
AMS-H-150	<0,001	0,41	0,013	<0,001	0,57	0,016
INF-H-150	<0,001	0,31	0,010	<0,001	0,53	0,021

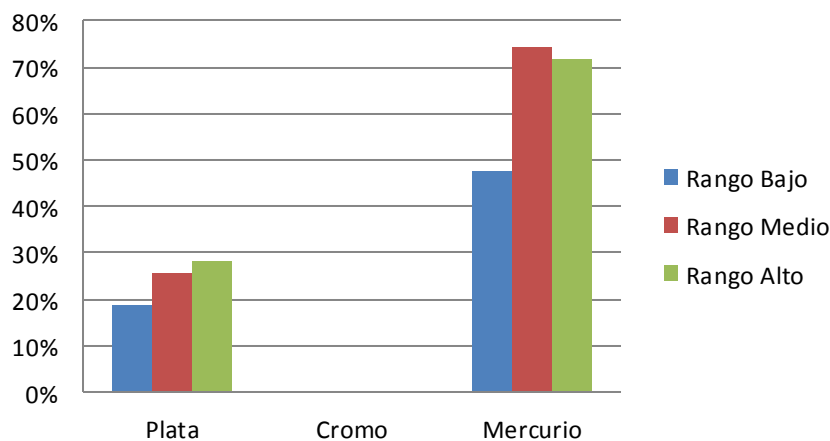
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010.

Tabla XLII. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en los cristales de Na₂SO₄ obtenidos con NaOH**

No. de ID	2- Propanol			Glucosa 1M		
	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)	Ag (% p/p)	Cr (% p/p)	Hg (% p/p)
AMS-H-1,5	<0,001	0,31	0,013	<0,001	0,56	0,016
EMP-H-1,5	<0,001	0,57	0,015	<0,001	0,41	0,018
INF-H-1,5	<0,001	0,43	0,020	<0,001	0,31	0,013
AJE-M-15	<0,001	0,31	0,018	<0,001	0,57	0,015
LNS-M-15	<0,001	0,57	0,016	<0,001	0,43	0,020
AMS-H-15	<0,001	0,53	0,021	<0,001	0,51	0,026
EMP-H-15	<0,001	0,51	0,026	<0,001	0,23	0,021
INF-H-15	<0,001	0,23	0,021	<0,001	0,38	0,023
AJE-M-35	<0,001	0,38	0,023	<0,001	0,32	0,021
LNS-M-35	<0,001	0,47	0,028	<0,001	0,56	0,016
AMS-H-150	<0,001	0,26	0,027	<0,001	0,41	0,018
INF-H-150	<0,001	0,35	0,021	<0,001	0,31	0,013

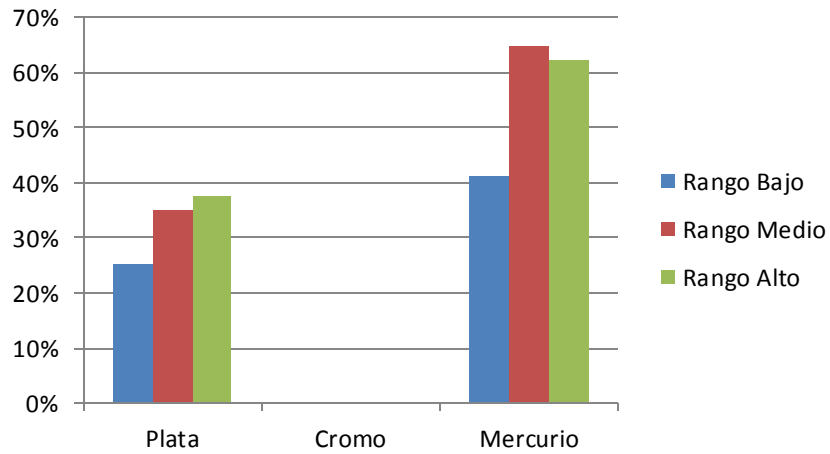
Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Excel 2010

Figura 47. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 3 para muestras tratadas con 2-propanol**



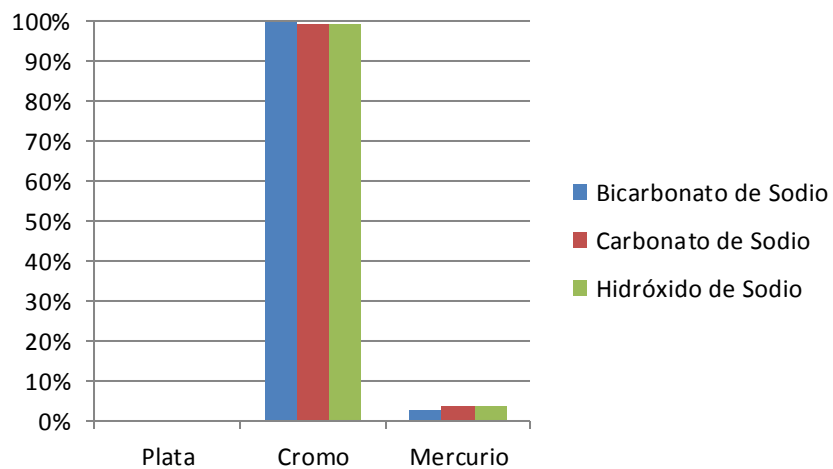
Fuente: elaboración propia, datos graficados de la tabla XXXVI.

Figura 48. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 3 para muestras tratadas con glucosa**



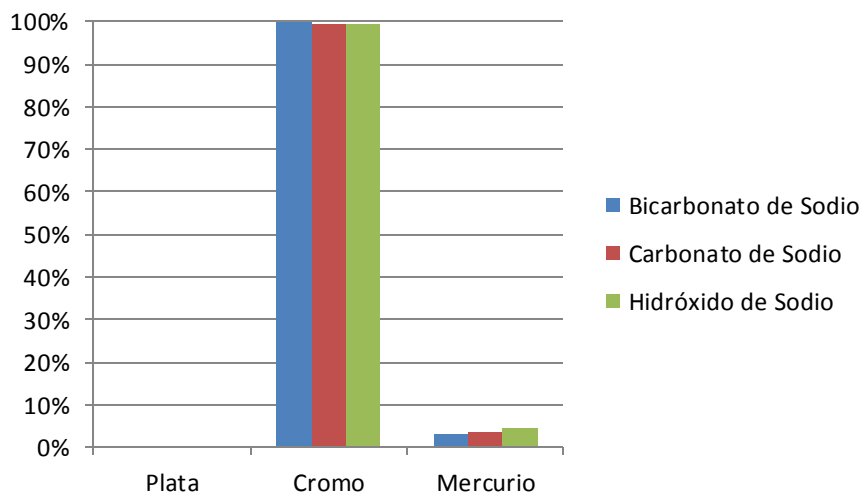
Fuente: elaboración propia, datos graficados de la tabla XXXVII.

Figura 49. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 5 para muestras tratadas con 2-propanol**



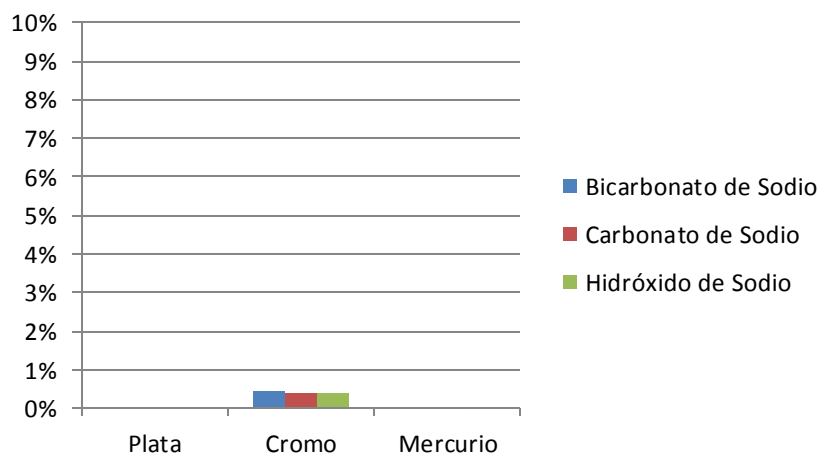
Fuente: elaboración propia, datos graficados de las tablas XXXVIII, XXXIX y XL.

Figura 50. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 5 para muestras tratadas con glucosa**



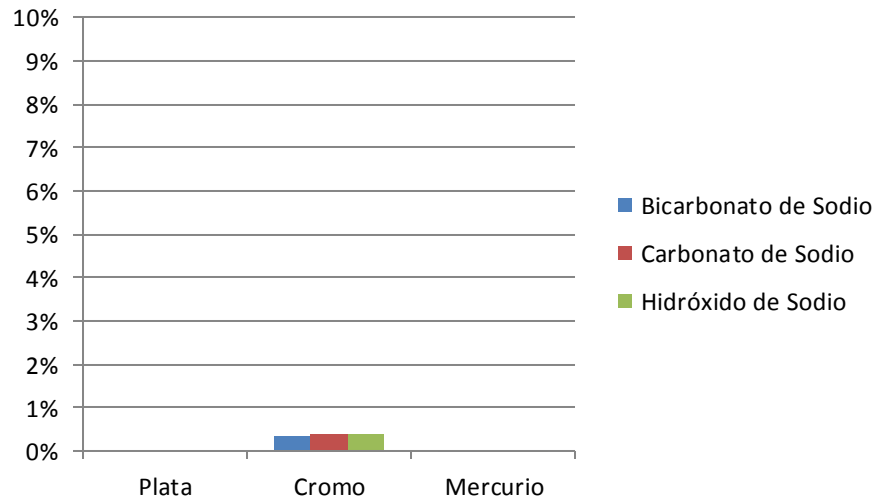
Fuente: elaboración propia, datos graficados de las tablas XXXVIII, XXXIX y XL.

Figura 51. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 7 para muestras tratadas con 2-propanol**



Fuente: elaboración propia, datos graficados de las tablas XLI, XLII y XLIII.

Figura 52. **Contenido total de Ag, Hg y Cr en el sólido obtenido en la etapa 7 para muestras tratadas con glucosa**

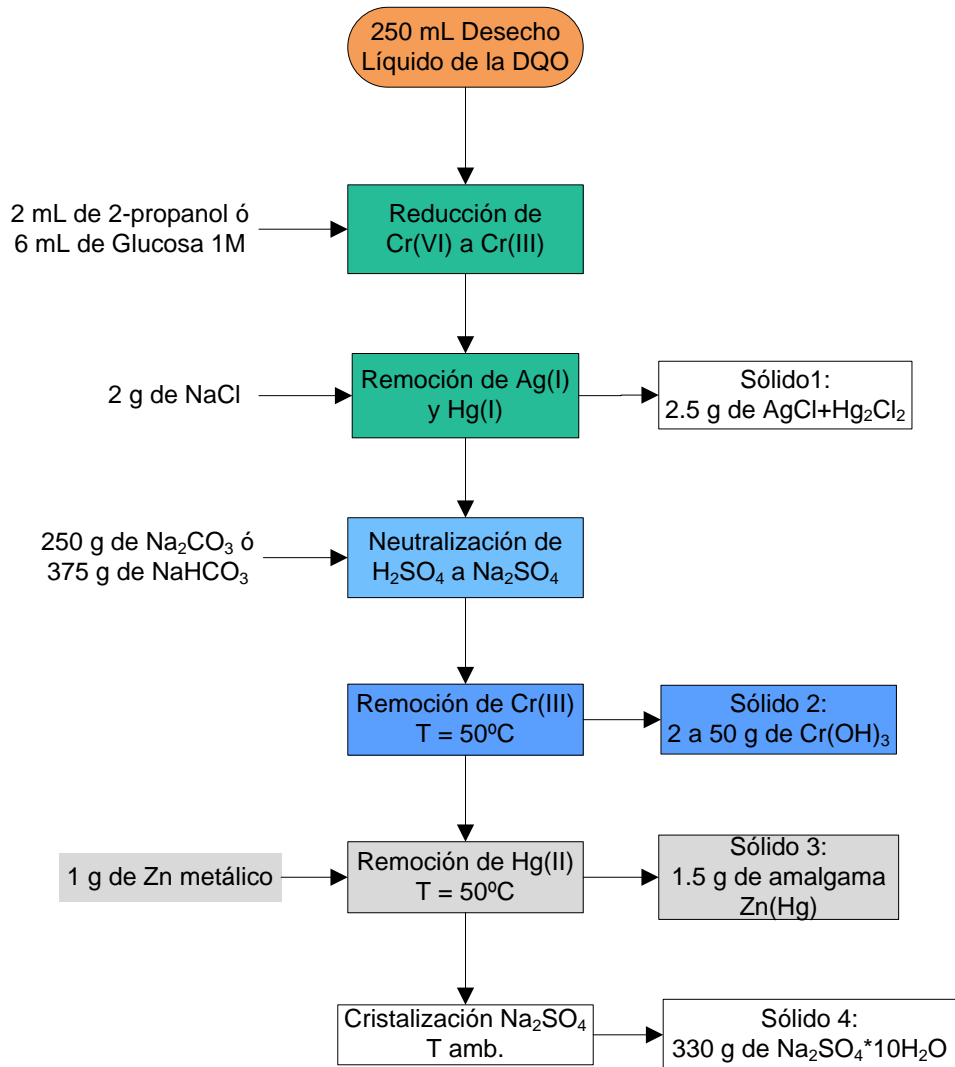


Fuente: elaboración propia, datos graficados de las tablas XLI, XLII y XLIII.

Finalmente, tomando en consideración los resultados obtenidos en la fase experimental, se puede presentar detalladamente un diagrama para el proceso de tratamiento que se recomienda para el desecho líquido de la DQO.

En la figura 53 se presenta el diagrama de flujo para el proceso de tratamiento del desecho líquido de la DQO.

Figura 53. Diagrama de flujo para el proceso de tratamiento del desecho líquido de la DQO



Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Visio 2010.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

En la sección anterior se presentaron los resultados obtenidos al aplicar cada una de las etapas, del proceso de tratamiento seleccionado, a los desechos líquidos de la DQO. Toda la información recopilada durante la fase experimental, es tabulada y analizada comparándola con el comportamiento predicho teóricamente y así poder determinar la eficacia del proceso de tratamiento. De igual manera, se analiza el grado de dispersión o variabilidad, que existe entre los datos recopilados experimentalmente, al realizar varias repeticiones o corridas sobre la misma muestra.

Como se puede observar en la tabla XXI, de la sección de resultados, los datos obtenidos en la primera etapa del proceso de tratamiento demuestran que el reactivo químico más utilizado por los laboratorios evaluados es el de rango medio de DQO (de 0 a 1 500 o 3 500 ppm) de las marcas Merck y Hach.

En las figuras 30 y 31 se observa que los volúmenes de desecho líquido recolectado para cada caja de reactivo, ya sea de 25 o 150 tubos, solamente varían en unas décimas de mililitro entre sí. El volumen promedio se encuentra bastante cerca del volumen teórico. Esto demuestra que el volumen de desecho líquido total contenido en cada caja es prácticamente el mismo y las variaciones en el volumen pueden ser causadas por cambios en la densidad del líquido al agregar la muestra de agua al reactivo.

En la siguiente etapa del proceso de tratamiento (etapa 2), se hicieron mediciones del volumen de agente químico reductor necesario para la reducción del contenido de cromo (VI) a su forma menos toxica de cromo (III).

Los agentes reductores utilizados fueron el 2-propanol y una solución de glucosa a una concentración de 1 mol por litro.

Como se puede observar en la tabla XXI, los datos obtenidos de las mediciones potenciométricas del pH y del ORP, en las condiciones iniciales en las que se encuentra el desecho líquido, muestran que todos los desechos poseen un nivel de acidez y un poder oxidante bastante altos, lo que indica la necesidad de añadir un agente químico reductor para asegurar que todo el Cromo hexavalente se transforme a su forma trivalente menos toxica.

En la figura 32 se muestra la variación de color de naranja a verde-azulado que se produce en el desecho líquido luego de añadir el agente reductor. El color anaranjado del reactivo químico se debe a la presencia del cromo (VI) en forma de ácido crómico el cual actúa como un oxidante muy fuerte, el cual al reducirse se transforma en iones de cromo (III) los cuales poseen un color verde-azulado al estar en solución acida. En la sección de anexos se puede observar un diagrama de potencial de reducción en función del pH para todas las especies del elemento cromo, en este diagrama se pueden apreciar los colores de las distintas especies de cromo que existen a determinados valores de pH y de ORP.

Los resultados que se presentan en la tabla XXII demuestran que para reducir por completo el cromo (VI) a cromo (III), contenido en una muestra de 10 mililitros de desecho líquido, es necesario añadir un volumen de 2-propanol que varía entre 0,01 mililitros, para kit de rango bajo, hasta 1,4 mililitros para rango alto. Esto indica que para cualquier desecho líquido es necesario utilizar al menos 10 mililitros de 2-propanol por cada litro de desecho líquido.

Los resultados que se presentan en la tabla XXIII demuestran que para la reducción del cromo (VI) de muestras de 10 mililitros de desecho líquido utilizando solución de glucosa, es necesario añadir un volumen que varía entre 0,1 mililitros para kit de rango bajo, hasta 2,7 mililitros para rango alto. Esto indica que para cualquier desecho líquido es necesario utilizar al menos 100 mililitros de solución de glucosa por cada litro de desecho líquido.

Los resultados de la tabla XXII también muestran que los niveles de ORP que se alcanzan al final de la reducción se encuentran muy por debajo del potencial mínimo necesario para alcanzar un grado de completitud de la reacción del 99,9% del cromo (VI). Estos niveles de ORP también se encuentran muy por debajo del límite recomendado por la agencia de protección ambiental de los Estados Unidos (USEPA).

En las figuras 33 y 34 se muestran los potenciales de reducción en función del pH experimentales y teóricos para cada uno de los rangos de DQO del desecho líquido. En estas dos figuras se puede apreciar que, en la reducción del cromo (VI), tanto con 2-propanol como con glucosa, los potenciales de reducción son mayores a los valores teóricos predichos. Esto se debe a que las condiciones iniciales de la mayoría de las muestras era bastante variable y en la mayoría de los casos, mucho menor al teórico esperado para una muestra de reactivo de DQO puro.

En la etapa 3 del proceso de tratamiento, se tomaron muestras del desecho líquido, tratado previamente con agente reductor, y a cada una se le agregó una cantidad medida de 0,4 gramos de cloruro de sodio a muestras de 50 mililitros de desecho líquido de la DQO. Luego de esto se observó la formación de un precipitado de color blanco en todas la muestras (ver figura 35), el cual fue separado del medio líquido por medio de un proceso de filtrado.

Los resultados obtenidos en la etapa 3 se muestran en las tablas XXIV y XXV en las cuales se puede observar que la masas de precipitados obtenidos varían muy poco entre sí, sin importar el rango de medición de la DQO o la marca del reactivo. Esto se debe a que la concentración de sulfato de plata en el reactivo para el análisis de la DQO es la misma para todos, por lo tanto la cantidad de producto formado en la reacción de precipitación debe de ser la misma para todas las muestras.

En la figura 36 se puede observar que la cantidad de masa de precipitado obtenido se encuentra entre los 0,46 gramos a 0,6 gramos para muestras tratadas previamente con 2-propanol, con una masa promedio para todas las muestras de 0,49 gramos por cada muestra de 50 mililitros. También se observa que el valor promedio se encuentra muy por encima del valor teórico esperado. Esto se debe a la posible co-precipitación de algunas otras sustancias insolubles en presencia de iones cloruro como lo son los iones de mercurio (I), los cuales son aún más insolubles que los iones de plata (I). El cloruro mercurioso tiene una solubilidad en agua de aproximadamente 0,3 miligramos por litro.

De igual manera en las muestras tratadas con glucosa también se pudo observar que la cantidad de masa de precipitado obtenida para todas las muestras fue siempre mayor a la teórica, sin embargo la masa promedio para todas las muestras fue de 0,37 gramos por cada muestra de 50 mililitros, el cual es menor que con el 2-propanol. Esto se debe posiblemente a que para la mayoría de las sales su solubilidad disminuye en el agua en presencia de un solvente orgánico, como el 2-propanol, lo cual no sucede con la glucosa.

En la etapa 4 del proceso de tratamiento, se prosiguió añadiendo una cantidad de agente alcalino a muestras de desecho líquido con un volumen de

10 mililitros hasta lograr la neutralización completa del ácido sulfúrico presente en el desecho midiendo para esto el pH final. Se evaluaron tres diferentes agentes alcalinos, los cuales fueron el bicarbonato de sodio, carbonato de sodio e hidróxido de sodio.

Los resultados obtenidos en esta etapa se presentan en las tablas XXVII y XXVIII, en las cuales se puede observar que las cantidades añadidas varían significativamente para cada agente alcalino utilizado; sin embargo, la cantidad utilizada de cualquier agente alcalino varían en solo decimas de gramo según la marca del reactivo o el rango de medición de la DQO.

También se puede notar que estos resultados tampoco varían significativamente según el agente reductor utilizado, ya sea el 2-propanol o la glucosa.

En las figuras 38 y 39 se puede observar que el pH alcanzado para cada uno de los agentes alcalinos varía significativamente, ya que utilizando Hidróxido de sodio, el pH final que se alcanza es en promedio 10,5, el cual es un nivel muy alto. Utilizando carbonato de sodio se alcanza un pH final promedio de aproximadamente 9,6 y con bicarbonato de sodio el pH promedio es de 8,5. Esto demuestra que los tres reactivos pueden facilitar posteriormente la precipitación del hidróxido de cromo (III) en la siguiente etapa, pero utilizando el hidróxido de sodio para neutralizar el ácido sulfúrico, el pH final que se alcanza es demasiado alcalino, ya que se sale de la zona de pH en la que precipita el hidróxido de cromo (ver sección de anexos).

En la siguiente etapa del proceso de tratamiento (etapa 5), se observa la precipitación del hidróxido de cromo (III) luego de neutralizar el contenido de ácido sulfúrico del desecho en la etapa 4. Los resultados obtenidos de las

masas de precipitado filtrados en esta etapa se presentan en las tablas XXIX y XXX.

En las figuras 42 y 43 se puede observar una comparación entre las masas obtenidas experimentalmente con cada agente alcalino utilizado, y la masa teórica esperada. Estas figuras demuestran que, con todos los agentes alcalinos se obtuvieron masas mayores a lo esperado debido a que pueden existir otros iones metálicos presentes en las muestras que sean sensibles a la precipitación alcalina.

La mayor cantidad de masa se obtuvo utilizando el carbonato de sodio, ya que con el bicarbonato de sodio el pH que se alcanza no permite toda la precipitación del hidróxido de cromo (III) y con el hidróxido de sodio el precipitado obtenido es todavía menor ya que el pH que se alcanza al final es demasiado alto por lo que el cromo (III) se re disuelve para formar un complejo alcalino de color púrpura. Por lo tanto el carbonato de sodio es el agente alcalino que da mejores resultados ya que también permite llevar un mejor control del pH en la neutralización del ácido sulfúrico.

En la etapa 6 del proceso de tratamiento se añade cinc metálico en polvo a las muestras filtradas con el objetivo de remover el mercurio que pueda estar presente todavía en el desecho. Se midió la masa de cinc añadido a las muestras, luego de filtrar y secar el sólido, se volvió a pesar para determinar si había una diferencia de peso. Los resultados se muestran en las tablas XXXI y XXXII y se puede observar que las masas aumentan lo que demuestra que se añadió masa al sólido proveniente de la muestra, probablemente el mercurio.

Finalmente en la etapa 7, el líquido residual final se colocó en una bandeja plástica y se dejó enfriar hasta la temperatura ambiente. En esta etapa se pudo observar la formación de cristales de sulfato de sodio decahidratado producto

de la neutralización el ácido sulfúrico. Los resultados se muestran en las tablas XXXIII y XXXIV en las que se observa que la masa de cristales obtenidos es muy similar a la cantidad esperada teóricamente.

En la etapa 8 del proceso de tratamiento, se analizó el contenido de cromo, plata y mercurio en cada uno de los sólidos obtenidos en cada etapa del proceso de tratamiento. Los resultados se presentan en las tablas XXXV a la XLII y se expresan mejor en las figuras 46 a la 51.

En la figura 46 y 47 se puede observar que el sólido está compuesto en su mayoría por mercurio y luego plata, lo que demuestra la presencia de cloruro de mercurio (I). En las figuras 48 y 49 se puede observar que el sólido de hidróxido de cromo (III) obtenido en la etapa 5 aun contiene una cantidad pequeña de mercurio. En las figuras 50 y 51 se puede observar que en los cristales de sulfato de sodio obtenidos al final de proceso aún persiste una pequeña cantidad de cromo para todas las muestras.

CONCLUSIONES

1. El desecho químico, que se obtiene del análisis de la DQO, contiene una concentración alta de cromo en estado hexavalente y es un residuo bastante ácido por lo que representa un riesgo medio ambiental.
2. Al inicio, en todas las muestras de desecho líquido se pudo observar la presencia de un sólido sedimentado el cual consiste en sulfato de mercurio (II) que es insoluble a temperatura ambiente.
3. El 2-propanol y la solución de glucosa son sustancias químicas que pueden reducir eficientemente el cromo (VI) a cromo (III) en todos los desechos líquidos de la DQO.
4. El agente reductor que se utilizó en menor cantidad fue el 2-propanol y además facilitó la formación del precipitado de sales de cloruros en la etapa posterior. Esto demuestra que el reactivo que funciona de manera más efectiva en la reducción del contenido de cromo (VI) en el desecho líquido es el 2-propanol.
5. Los iones plata (I) y mercurio (I), presentes en el desecho líquido, pueden ser removidos eficientemente utilizando cloruro de sodio; sin embargo, no todo el mercurio es removido ya que las masas que se obtuvieron fueron siempre menores a las teóricas.

6. La neutralización del ácido sulfúrico se puede lograr mediante cualquiera de los agentes alcalinos utilizados sin embargo el carbonato de sodio es el agente alcalino que dio mejores resultados ya que permitió un mejor control del pH y una mayor precipitación del hidróxido de cromo.

7. Las masas de amalgama de cinc formada en la etapa 6 y los resultados de los análisis de mercurio en los cristales de sulfato de sodio demuestran la efectiva remoción del mercurio (II) utilizando el cinc metálico.

8. Las variaciones del contenido total de sulfato de sodio obtenido al final del proceso de tratamiento son muy pequeñas lo que demuestra que el contenido de ácido sulfúrico en todas las muestras sin importar el rango de medición es el mismo.

RECOMENDACIONES

1. Los desechos líquidos de la DQO no deben almacenarse en recipientes de plástico, ya que el alto contenido de ácido sulfúrico y de cromo hexavalente reacciona con la mayoría de plásticos.
2. En la remoción de los iones de plata (I) y mercurio (I) es recomendable añadir al desecho líquido la masa de cloruro de sodio previamente disuelta en un poco de agua, ya que en algunos casos el 2-propanol dificulta la disolución del cloruro de sodio cuando se añade en forma sólida.
3. Se recomienda utilizar carbonatos o mezclas de carbonatos para la neutralización del ácido sulfúrico, que muestran una acción amortiguadora más fuerte que el hidróxido de sodio.
4. Deben buscarse formas de reutilizar los sólidos obtenidos al final del proceso de tratamiento, que tienen porcentajes de pureza bastante elevados como lo es el caso de los cristales de sulfato de sodio que se obtienen en grandes cantidades, aproximadamente 1,2 kilogramos por kilogramo de desecho líquido.

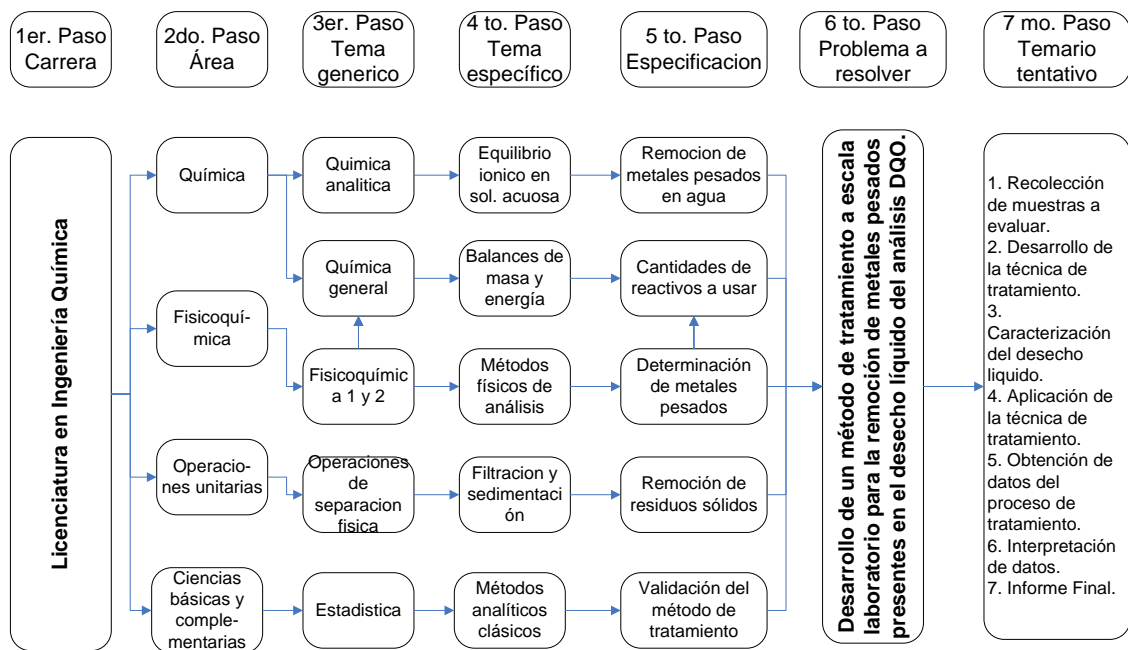
BIBLIOGRAFÍA

1. BARD, Allen J.; PARSONS, Roger; JORDAN, Joseph. *Potenciales estándar en solución acuosa*. 2a ed. New York: Marcel Dekker, 1983. 483 p. ISBN: 0-8247-7291-1.
2. CLESCERÍ, Leonore S; GREENBERG, Arnold; EATON, Andrew. *Standard methods for the examination of water and wastewater*. 20a ed. Washington, D.C.: APHA, 1998. 937 p. ISBN: 0-87553-235-7.
3. ELÍAS CASTELLS, Xavier. *Reciclaje de residuos industriales*. Madrid: Díaz de Santos, 2000, 370 p. ISBN: 84-7978-437-7.
4. HARRIS, Daniel C. *Análisis químico cuantitativo*. 3a ed. Barcelona: Reverté, 2007. p. 770, ISBN: 84-291-7224-6.
5. JENKINS, David. *Química del agua*. México, D.F: Limusa, 1991. 396 p. ISBN: 968-18-1608-0.
6. MANAHAN, Stanley E. *Introducción a la química ambiental*. México D.F: Reverté, 2007. 560 p. ISBN: 968-6708-67-7.
7. MILLER, John C. *Estadística para química analítica*. 2a ed. Wilmington: Addison-Wesley Iberoamericana, 1993. 234 p. ISBN: 0-201-60140-0.

8. NEMEROW, Nelson; DASGUPTA, Avijit. *Tratamiento de vertidos industriales y peligrosos*. Madrid: Díaz de Santos, 1998. 696 p. ISBN: 84-7978-337-0.
9. SANCHEZ GÓMEZ, Jorge, et al. *Manejo de residuos industriales*. México, D.F.: CCapama, 2003. 231p. ISBN: 968-507381-3.
10. SINCERO, Arcadio; SINCERO, Gregoria. *Physical-Chemical treatment of water and wastewater*. Boca Raton, Florida: CRC Press, 2002. 342 p. ISBN: 1-58716-124-9.
11. SOÁNEZ CALVO, Mariano. *Tratado de reciclado y recuperación de productos de los residuos*. Madrid: Mundi 2000. 256 p. ISBN: 84-7114-901-X.

APÉNDICES

Diagrama de requisitos académicos



ANEXOS

Equipos utilizados para la medición de la concentración.

Potenciómetro multiparámetros marca HANNA para la medición de pH y potencial redox (ORP)



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Espectrofotómetro UV-Visible, marca MERCK, spectroquant NOVA 60



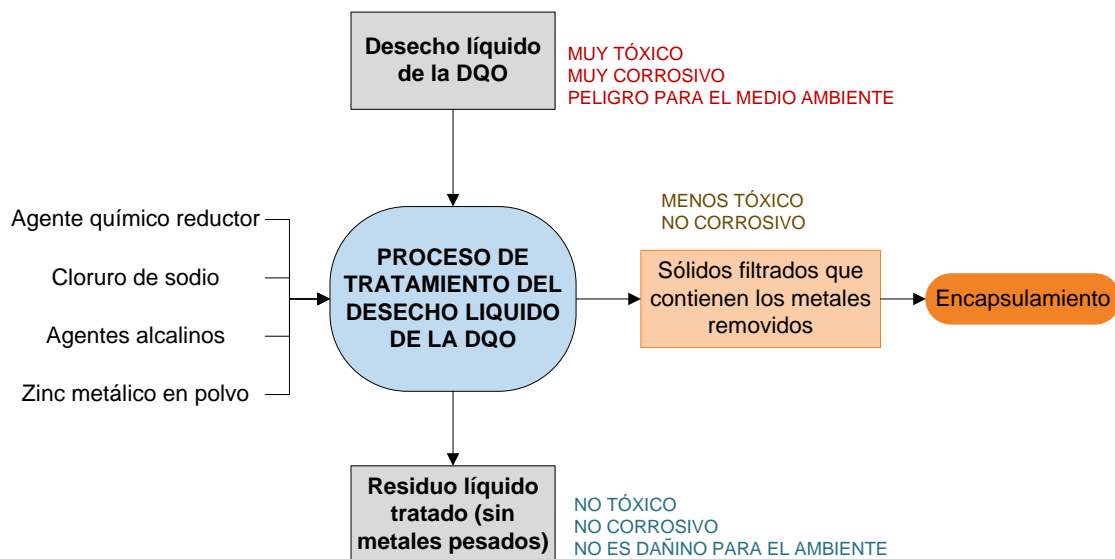
Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

Titulador automático, marca BOECO (precisión de 0,01 mL).



Fuente: Laboratorio de Química Industrial, T-5, Facultad de Ingeniería.

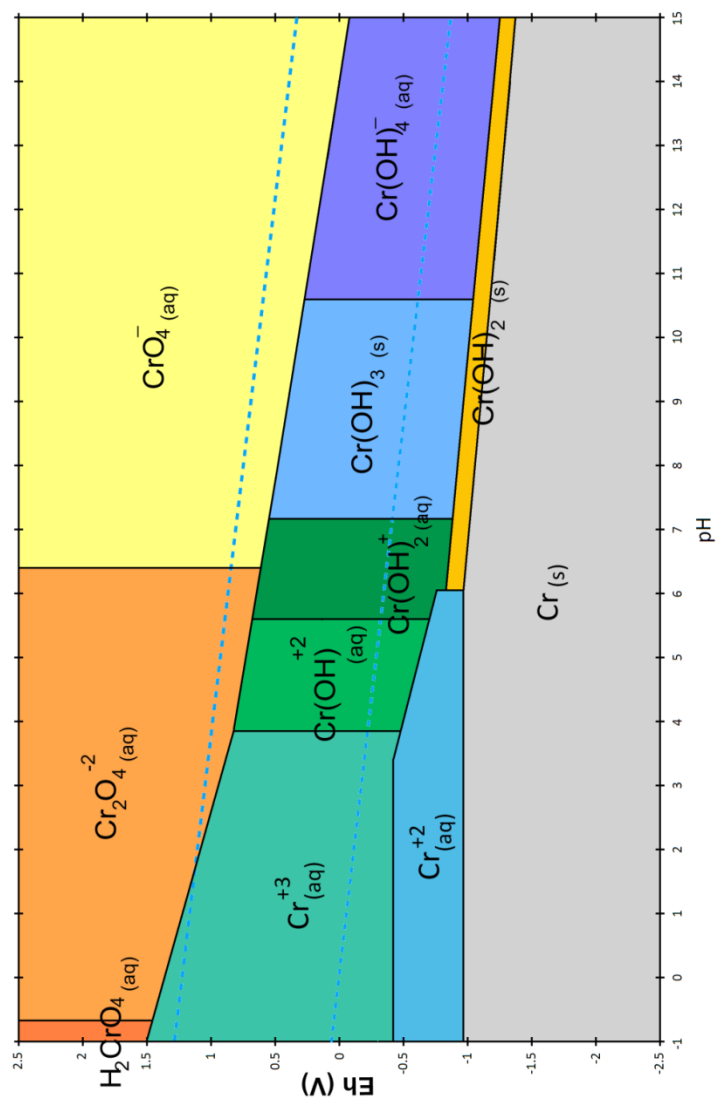
Esquema global del proceso de tratamiento del desecho líquido de la DQO



Fuente: elaboración propia, usando Microsoft Office Visio 2010.

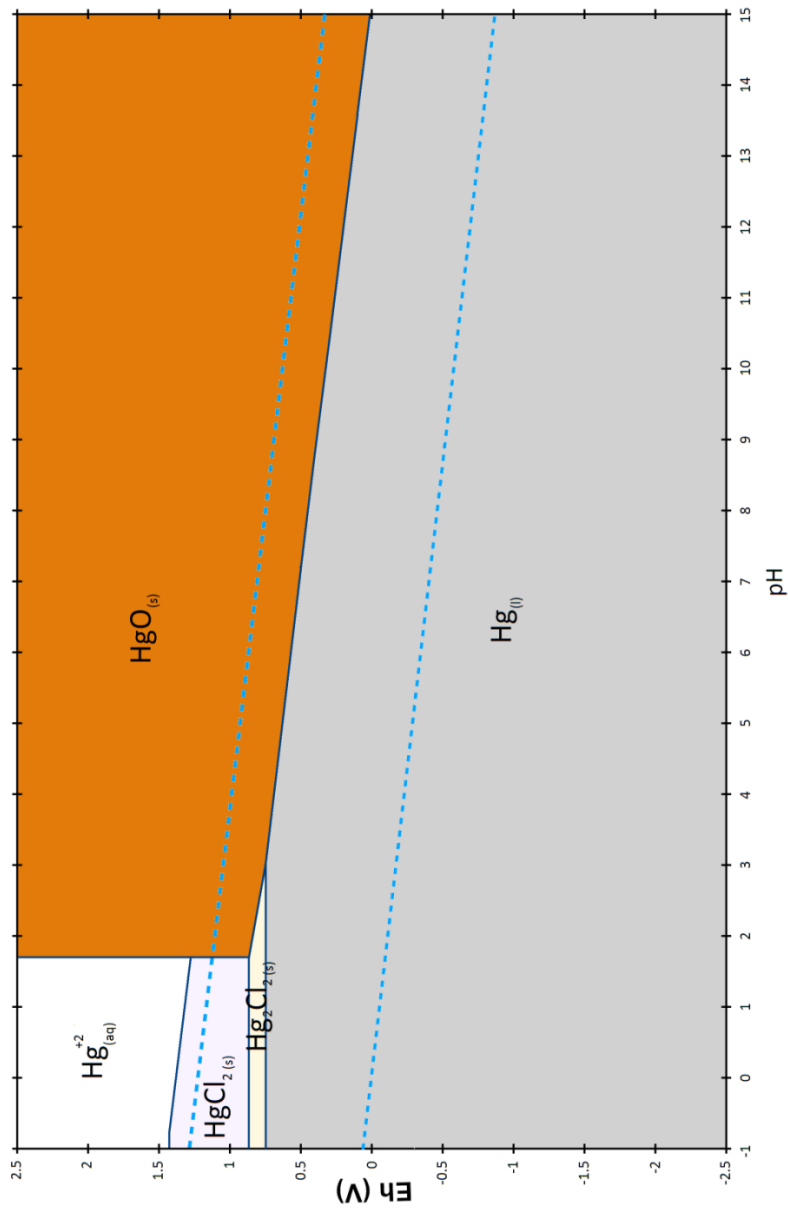
**DIAGRAMAS DE POTENCIAL DE REDUCCIÓN EN FUNCIÓN DEL
 POTENCIAL DE HIDRÓGENO (DIAGRAMAS POURBAIX) PARA LOS
 METALES PLATA, CROMO Y MERCURIO**

Diagrama de Eh (V) vrs. pH para el elemento cromo



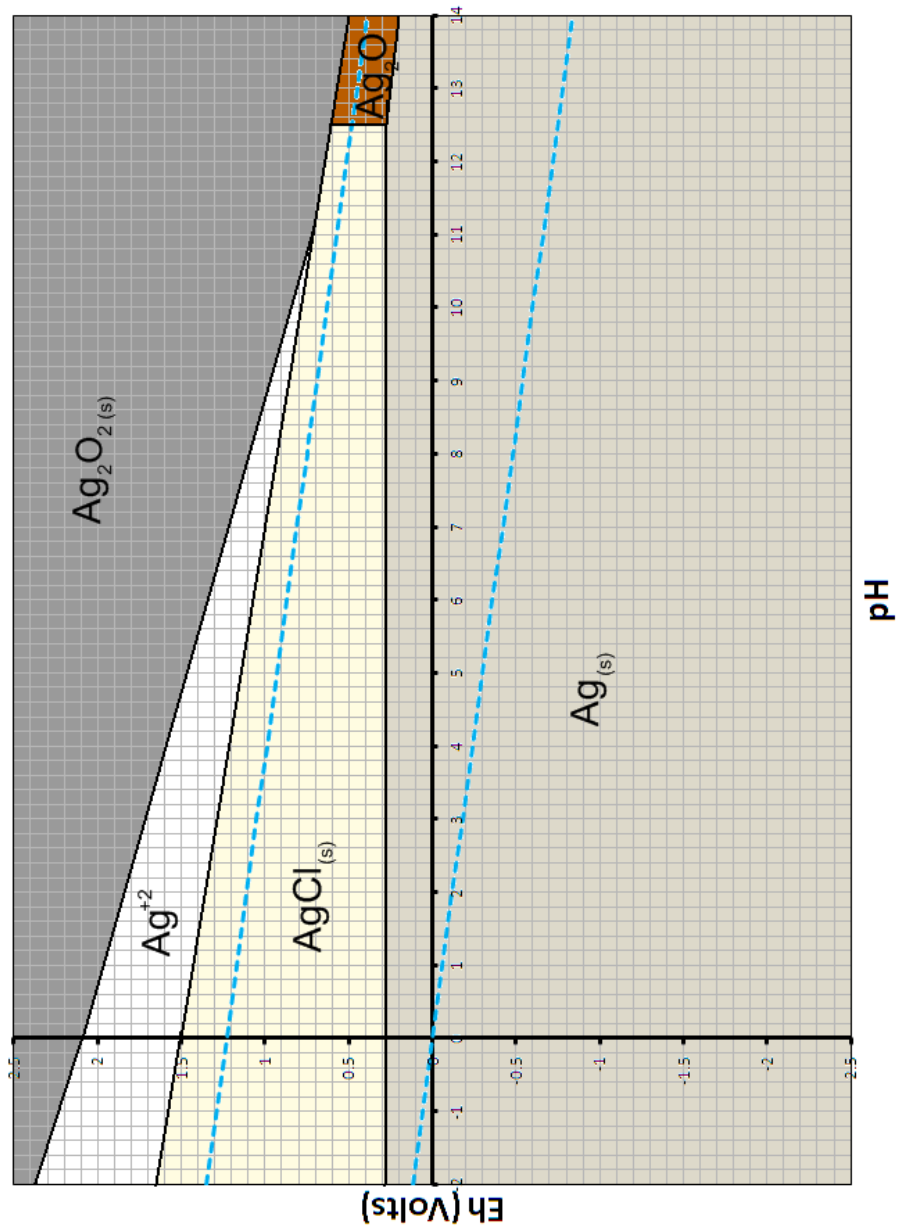
Fuente: SCHWEITZER, George K. The aqueous chemistry of the elements. p 342.

Diagrama de Eh (V) vrs. pH para el elemento mercurio



Fuente: SCHWEITZER, George K. The aqueous chemistry of the elements. p 392.

Diagrama de Eh (V) vrs. pH para el elemento plata



Fuente: SCHWEITZER, George K. The aqueous chemistry of the elements. p 375.

Análisis de la Varianza (ANOVA) de un factor para los resultados obtenidos de la evaluación del proceso de tratamiento del desecho líquido de la DQO

ETAPA 2: Reducción del Cromo VI

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
AJE-M-15	5	2,94	0,588	7E-05
LNS-M-15	5	2,7	0,54	0,003
AJE-M-35	5	0,49	0,098	0,00002
LNS-M-35	5	0,64	0,128	0,00087
AMS-H-1,5	5	0,054	0,0108	0,0000032
INF-H-1,5	5	0,064	0,0128	0,0000447
EMP-H-1,5	5	0,13	0,026	3E-05
AMS-H-15	5	0,23	0,046	8E-05
INF-H-15	5	0,23	0,046	8E-05
EMP-H-15	5	0,93	0,186	0,00018
AMS-H-150	5	8,5	1,7	0,035
INF-H-150	5	7,2	1,44	0,003

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	18,646988	11	1,695180727	480,018	3,95171 E-45	1,9945
Dentro de los grupos	0,1695116	48	0,003531492			
Total	18,8164996	59				

ETAPA 3: Precipitación de Plata y Mercurio como AgCl_(s) y Hg₂Cl_{2(s)}

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
AMS-H-1,5	5	0	0	0
EMP-H-1,5	5	2,332	0,4664	0,0001413
INF-H-1,5	5	2,54	0,508	0,000022
AJE-M-15	5	2,674	0,5348	7,7E-06
LNS-M-15	5	2,855	0,571	5,8E-05
AMS-H-15	5	2,466	0,4932	3,2E-06
EMP-H-15	5	2,6	0,52	5,05E-05
INF-H-15	5	3,037	0,6074	0,0000183
AJE-M-35	5	2,742	0,5484	0,0007308
LNS-M-35	5	2,584	0,5168	3,27E-05
AMS-H-150	5	2,849	0,5698	0,0000307
INF-H-150	5	2,83	0,566	3,1E-05

ANALISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	1,40237618	11	0,12748874	1358,43094	6,697E-56	1,99458001
Dentro de los grupos	0,0045048	48	9,385E-05			
Total	1,40688098	59				

ETAPA 4: Neutralización de H₂SO₄ por adición de agentes alcalinos

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Masa de NaHCO ₃ (g)	12	142,12	11,8433333	0,44886061		
Masa de Na ₂ CO ₃ (g)	12	89,358	7,4465	0,18008227		
Masa de NaOH (g)	12	71,4864	5,9572	0,11525265		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	224,786894	2	112,393447	453,080307	1,0122E-24	3,28491765
Dentro de los grupos	8,18615087	33	0,24806518			
Total	232,973045	35				

ETAPA 5: Remoción de Hidróxido de Cromo (III)

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Bicarbonato	12	5,972	0,49766667	0,47079479		
Carbonato	12	5,156	0,42966667	0,3814297		
Hidróxido	12	4,116	0,343	0,24345814		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,14422756	2	0,07211378	0,1974489	0,82178469	3,28491765
Dentro de los grupos	12,0525089	33	0,36522754			
Total	12,1967364	35				

ETAPA 6: Remoción de Hg (II) por formación de amalgama con Zn

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Bicarbonato	12	2,9	0,24166667	0,00065152		
Carbonato	12	2,75	0,22916667	0,0004447		
Hidróxido	12	2,95	0,24583333	0,00075379		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0,00180556	2	0,00090278	1,46396396	0,24595134	3,28491765
Dentro de los grupos	0,02035	33	0,00061667			
Total	0,02215556	35				

ETAPA 7: Cristalización del Sulfato de Sodio (Na₂SO₄* 10H₂O)

Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Bicarbonato	12	3868,3	322,358333	20,2553788		
Carbonato	12	3843,4	320,283333	115,477879		
Hidróxido	12	3902,9	325,241667	46,257197		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	148,817222	2	74,4086111	1,2265799	0,3063186	3,28491765
Dentro de los grupos	2001,895	33	60,6634848			
Total	2150,71222	35				

