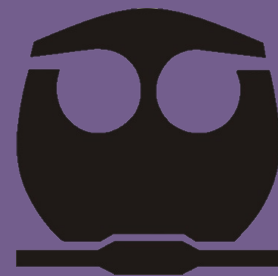




Universidad Nacional Autónoma de México  
Facultad de Química



# Química Ambiental

## Experimentos

*Irma Gavilán García*  
*Susana Cano Díaz*  
*Agustín García Reynoso*



# Química Ambiental

## Experimentos



Universidad Nacional Autónoma de México  
Facultad de Química



# Química Ambiental

## Experimentos

*Irma Gavilán García*

*Susana Cano Díaz*

*Agustín García Reynoso*

Primera edición: 2019  
Fecha de edición: 26 de septiembre de 2019  
D.R. 2019 © UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
Ciudad Universitaria, Alcaldía Coyoacán,  
C.P. 04510, Ciudad de México.

ISBN: 978-607-30-2514-0

Tamaño: 27 Mb  
Tipo de impresión: PDF

“Prohibida la reproducción total o parcial por cualquier medio,  
sin la autorización escrita del titular de los derechos patrimoniales”.

**Publicación autorizada por el Comité Editorial de la Facultad de Química**

Hecho en México

# ÍNDICE

<b>Prólogo</b>	<b>ii</b>
<b>Introducción</b>	<b>1</b>
<b>Medidas de seguridad para el curso de Laboratorio de Química Ambiental</b>	<b>4</b>
<b>Reglas de seguridad para el Laboratorio de Química</b>	<b>5</b>
<b>Acuerdo de trabajo seguro en el Laboratorio de Química Ambiental</b>	<b>8</b>
<b>Química del agua</b>	<b>9</b>
Evaluación de parámetros fisicoquímicos en cuerpos de agua	
<b>Química del aire</b>	<b>23</b>
Evaluación del comportamiento y destrucción de la capa de ozono	
<b>Química del suelo</b>	<b>31</b>
Evaluación de parámetros fisicoquímicos en suelos	
<b>Residuos de procesos industriales</b>	<b>38</b>
Evaluación de la capacidad calorífica de un residuo industrial	
Determinación de las características de peligrosidad de un residuo	<b>46</b>
<b>Cuidado del ambiente</b>	<b>62</b>
Generación de hidrógeno como alternativa de energía limpia	

## PRÓLOGO

Han debido pasar casi cuatro décadas y estudios multidisciplinarios, para reconocer los alcances y limitaciones que el hombre tiene en lo que se refiere al uso de sustancias químicas; reconocer que la presencia de éstas en el ambiente no son solamente resultado de un proceso químico, sino físico o biológico, por lo que la importancia recae ahora en su estudio a detalle.

La presente obra comprende un grupo de seis experimentos que tienen como objetivos el realizar el análisis de muestras ambientales e interpretar los resultados con base en consideraciones de calidad e impactos al ambiente. Las primeras tres prácticas contemplan el muestreo y análisis de los parámetros más comunes de determinar en la matriz ambiental aire, agua y suelo. Posteriormente, se diseñaron tres prácticas con la finalidad de cubrir y homogeneizar conceptos básicos con relación a la normatividad en materia de residuos peligrosos y la minimización de éstos.

En general, los experimentos se encuentran diseñados para ser realizados en una sesión de laboratorio con la infraestructura que se dispone en la Facultad de Química de la UNAM; así mismo, cada protocolo describe el procedimiento detallado para su buen desempeño, de manera que se obtengan los resultados esperados.

Finalmente, consideramos que la presente obra permitirá reforzar la capacidad del alumno en relación con el estudio de matrices ambientales en el laboratorio, técnicas de muestreo, manejo y análisis de muestras, así como la calibración de los equipos.

El objetivo de este documento es ofrecer una herramienta de apoyo para orientar la cátedra, teniendo claro que a través de los años se actualizará y mejorará con las aportaciones de profesores y alumnos, con el fin de proporcionar a las siguientes generaciones casos vigentes que vayan de acuerdo con la normatividad y las necesidades reales.

## INTRODUCCIÓN

“La contaminación no es ninguna novedad en la historia, ni tampoco es exclusivamente producida por el hombre, pero ahora ha llegado a poner en peligro a la biosfera”.

Jaume Terradas

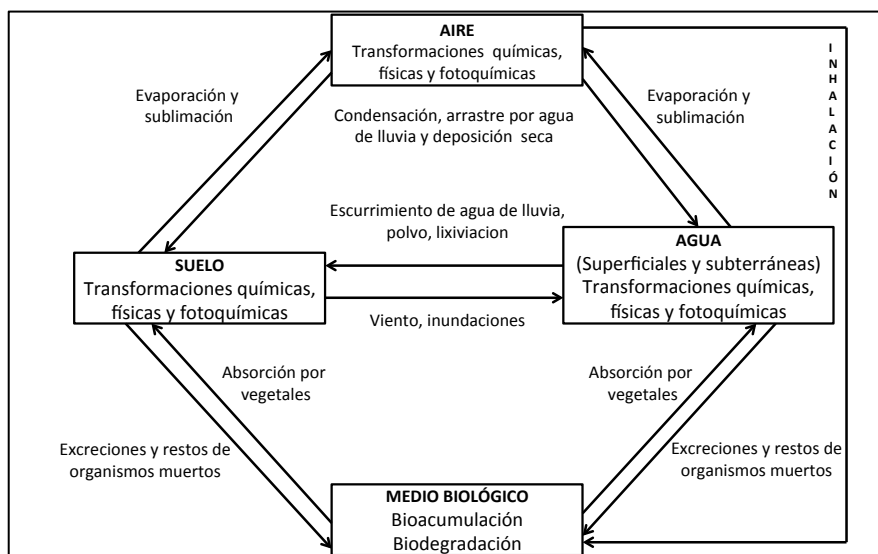
Se denomina contaminación ambiental a la presencia en el ambiente de cualquier agente (físico, químico o biológico), o bien, de una combinación de éstos en lugares, formas y concentraciones tales que sean o puedan ser nocivos para la salud de la población y la vida vegetal o animal.

La contaminación es uno de los problemas ambientales más importantes que afectan a nuestro planeta y surge cuando se produce un desequilibrio, como resultado de la adición de cualquier sustancia al medio ambiente, en cantidad tal, que cause efectos adversos en el hombre, en los animales, vegetales o materiales expuestos a dosis que sobrepasen los niveles aceptables en la naturaleza.

Un contaminante puede moverse entre el suelo, el aire, el agua y el medio biológico, sufrir todo tipo de cambios físicos y químicos, viajar en una corriente de agua, precipitar en los fondos marinos, terminar en los tejidos de un organismo vivo, interactuar con otros contaminantes que haya en el ambiente, etc.

Además, la dispersión de un contaminante depende de ciertos factores ambientales como el clima, el tipo de suelo, la disponibilidad de oxígeno, entre otros. Por lo anterior, conocer las transformaciones y el destino ambiental de lo que le arrojamamos al ambiente resulta indispensable.

El siguiente esquema presenta un resumen de las rutas posibles que siguen los contaminantes en el ambiente (**Figura 1**).



**Figura 1.** Destino ambiental de los contaminantes en las diferentes matrices.

El estudio de la contaminación ambiental debe favorecer la toma de conciencia sobre este problema y, en la medida de lo posible, desarrollar en los futuros profesionistas de las ciencias químicas la responsabilidad social para diseñar estrategias innovadoras que contribuyan con el control o mitigación de ésta.

La presente obra está diseñada para el curso práctico de la asignatura Química Ambiental para la carrera de Química, que se imparte en 4 h/s/m con valor curricular de 10 créditos.

El objetivo de este curso es introducir y motivar a los estudiantes en el estudio de las matrices ambientales más importantes, mediante el análisis de parámetros en aire, agua, suelo y residuos.

Los temas que se cubren están relacionados con el programa del curso teórico aprobado por el H. Consejo Técnico de la Facultad de Química de la UNAM.

Los protocolos que se presentan abordan los siguientes temas:



- Química del agua  
*Evaluación de parámetros fisicoquímicos en cuerpos de agua.*
  
- Química del aire  
*Evaluación del comportamiento y destrucción de la capa ozono.*
  
- Química del suelo  
*Evaluación de parámetros fisicoquímicos en suelos.*
  
- Residuos de procesos industriales  
*Evaluación de la capacidad calorífica de un residuo industrial.*  
*Determinación de las características de peligrosidad de un residuo.*
  
- Cuidado del ambiente  
*Generación de hidrógeno como alternativa de energía limpia.*

Esperamos que la obra sea útil y refuerce las herramientas prácticas del alumnado.

**Los autores**

## **MEDIDAS DE SEGURIDAD PARA EL CURSO DE LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL**

Una de las prioridades del Departamento de Química Orgánica de la Facultad de Química de la UNAM, para con los estudiantes, los profesores y el personal, es practicar la Química segura.

Para la realización de las actividades del laboratorio de Química Ambiental, se requiere revisar con el profesor los siguientes puntos:

- las hojas de seguridad de reactivos químicos.
- las especificaciones de manejo de los equipos.
- las situaciones especiales de seguridad.

Las bases de la seguridad en el laboratorio de Química Ambiental dependen de:

- Protegerse y proteger a sus compañeros de laboratorio de los peligros potenciales.
- Preparar y planificar el trabajo de laboratorio antes de comenzar.
- Utilizar el equipo de protección: gafas, guantes, bata de laboratorio, etc.
- Anticipar peligros potenciales preguntando “¿qué pasaría si...?”.
- Reducir al mínimo la exposición a reactivos químicos.
- Saber cómo obtener ayuda en caso de emergencias.
- Saber cómo disponer de los residuos que se generan.

*Un acuerdo de trabajo seguro en el laboratorio de Química Ambiental se incluye al final de esta sección.*

Usted debe leer la información de seguridad y firmar el acuerdo al inicio del curso y entregarlo al profesor, **DE NO HACERLO NO PODRÁ REALIZAR NINGÚN TRABAJO EXPERIMENTAL.**

## **REGLAS DE SEGURIDAD PARA EL LABORATORIO DE QUÍMICA**

Las 10 reglas de seguridad de nuestro curso se describen a continuación y serán aplicadas de forma estricta e imparcial. El incumplimiento intencional se traducirá en la suspensión del trabajo experimental.

**1. Use lentes de seguridad en todo momento.** Debemos cuidarnos de la posibilidad de lesión ocular en el caso de que algún producto químico entre en contacto con el ojo. Para minimizar el riesgo de lesiones en los ojos, los lentes de seguridad deben portarse en todo momento y deben ser usados adecuadamente sobre sus ojos, no alrededor de su cuello o de la frente. El no llevar gafas puede dar lugar a su expulsión del laboratorio sin opción de recuperar el trabajo perdido.

**2. Use ropa adecuada para el trabajo de laboratorio.** Los zapatos deben cubrir completamente los pies (no sandalias ni zapatos abiertos). El uso de bata es obligatorio para proteger la ropa y su piel. Recójase el cabello. Se le pedirá que se retire si llega al laboratorio con ropa inapropiada.

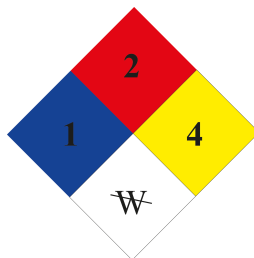
Los guantes pueden ser necesarios para ciertos experimentos y estarán siempre disponibles. Informe al profesor de cualquier alergia si es de su conocimiento. Deberá retirarse los guantes al usar las computadoras y al salir del laboratorio.

**3. Mantenga las mesas del laboratorio y el piso despejados.** Mantenga abrigos, mochilas, libros y otros elementos innecesarios para el trabajo de laboratorio fuera de su área de trabajo. Nunca coloque reactivos o equipos en el suelo.

**4. Trabaje bajo la supervisión del profesor.** Trabajar solo en un laboratorio está prohibido. La puerta del laboratorio siempre debe estar abierta. No realice ningún procedimiento potencialmente peligroso sin la supervisión directa del profesor.

**5. Apéguese a los pasos del experimento planeado.** Siga todos y cada uno de los pasos señalados en el protocolo experimental, si existe alguna duda, consulte a su profesor antes de realizar cualquier procedimiento que no se especifique en el manual de laboratorio.

**6. Lea cuidadosamente la información de las etiquetas de los reactivos y su hoja de datos de seguridad.** Revise los símbolos que indican la inflamabilidad, reactividad, riesgos a la salud y otros peligros potenciales de cada reactivo.



Los números se utilizan a menudo para evaluar el peligro en una escala de 0 (menos peligroso) a 4 (muy peligroso). La etiqueta de rombo indica riesgos para la salud (izquierda / azul), inflamabilidad (arriba / rojo), la reactividad (derecha / amarillo), y otros riesgos especiales (parte inferior / blanco).

**7. Deseche los residuos adecuadamente.** Nunca vierta residuos químicos por la tarja o en el contenedor de la basura, a menos que específicamente se lo indiquen. Mantenga diferentes tipos de residuos separados. Tapar e Identificar claramente los recipientes para residuos. Nunca llene a tope un contenedor de residuos.

**8. Conozca la ubicación y el funcionamiento de todos los equipos de emergencia del laboratorio.** Su profesor de laboratorio le indicará la ubicación de:

- Extintores.
- Estaciones de lavado de ojos.
- Duchas de emergencias.
- Teléfono de emergencia.

**9. Qué hacer en caso de emergencia.** Informe inmediatamente al profesor de cualquier accidente, no importa que tan insignificante sea éste. Algunas cortaduras, quemaduras o contacto con sustancias suelen complicarse después de salir del laboratorio. En tales

situaciones, es *necesario conocer* el tipo de exposición en caso de requerir asistencia médica después de que la clase haya finalizado.

Si un reactivo se derrama sobre usted, retire la ropa o guantes afectados y lave la zona de contacto con chorro de agua por un mínimo de 15 minutos, si es necesario, utilice la regadera de emergencia.

Si usted se corta, rápidamente lave la herida con agua y aplique un vendaje en la zona afectada antes de continuar con cualquier trabajo de laboratorio.

En caso de incendio: GRITE, pare/abandone/desaloje. Utilice el extintor si es necesario.

En caso de escuchar la alarma sísmica o de incendio, suspender la actividad y caminar a la zona de reunión.

**10. Limpiar y ordenar el material, equipo y zonas de trabajo antes de salir del laboratorio.** Limpie el equipo que utilizó, lave el material de cristal y ordene la mesa sobre la que se trabajó. Regrese al lugar que corresponda reactivos y equipos, etiquete todos los compuestos preparados. Antes de salir del laboratorio, QUÍTESE LOS GUANTES y lávese bien las manos con jabón.

## **ACUERDO DE TRABAJO SEGURO EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA AMBIENTAL**

Usted debe leer la información de seguridad anterior, firmar la hoja de seguridad y lo presentará a su instructor de laboratorio antes de comenzar el primer experimento.

Cuando esté trabajando en un laboratorio de Química, me comprometo a:

- 1. Utilizar lentes de seguridad en todo momento.**
- 2. Utilizar ropa adecuada para el trabajo de laboratorio.**
- 3. Mantener las mesas del laboratorio y el piso despejados.**
- 4. Trabajar bajo la supervisión del profesor.**
- 5. Apegarme a los pasos del experimento planeado.**
- 6. Leer cuidadosamente la información de las etiquetas de los reactivos y su hoja de datos de seguridad.**
- 7. Desechar los residuos adecuadamente.**
- 8. Conocer la ubicación y el funcionamiento de todos los equipos de emergencia del laboratorio.**
- 9. Conocer los pasos a seguir en caso de emergencia.**
- 10. Limpiar y ordenar el material, equipo y zonas de trabajo antes de salir del laboratorio.**

Entiendo que el incumplimiento de estas normas de seguridad puede afectar mi desempeño en el curso de laboratorio, incluso en la calificación final. Reconozco que yo soy responsable de mi propia seguridad y la seguridad de los que trabajan a mi alrededor en el laboratorio.

---

Firma del estudiante

---

Nombre del estudiante (letra de molde)

---

Grupo

---

Fecha

# QUÍMICA DEL AGUA

## *Evaluación de parámetros fisicoquímicos en cuerpos de agua*

### OBJETIVO ACADÉMICO

Llevar a cabo la determinación de sólidos y sales disueltas en un cuerpo de agua para evaluar su calidad.

### *INTRODUCCIÓN*

El agua juega un papel importante en el mantenimiento de la salud y el bienestar humanos. El agua potable es ahora reconocida como un derecho fundamental. Alrededor de 780 millones de personas no tienen acceso a agua limpia y segura, y cerca de 2.5 mil millones de personas carecen de saneamiento adecuado. Como resultado, entre 6 y 8 millones de personas mueren cada año debido a enfermedades y desastres relacionados con el agua. Por lo tanto, el control de la calidad del agua es un programa de políticas de máxima prioridad en muchas partes del mundo. La calidad del agua y de idoneidad para el uso se determina por su sabor, olor, color y la concentración de materias orgánicas e inorgánicas. Los contaminantes en el agua pueden afectar la calidad del agua y en consecuencia la salud humana. Las fuentes potenciales de contaminación del agua son las condiciones geológicas, las actividades industriales, agrícolas y las plantas de tratamiento de agua. Estos contaminantes se clasifican además como microorganismos, compuestos inorgánicos, orgánicos, radionúclidos y desinfectantes.

Los productos químicos inorgánicos tienen una porción mayor como contaminantes en el agua potable en comparación con los productos químicos orgánicos. Una parte de los inorgánicos son en forma mineral de metales pesados.

Una serie de procedimientos y herramientas científicas se han desarrollado para evaluar los contaminantes del agua. Estos procedimientos incluyen el análisis de diferentes parámetros

tales como pH, turbidez, conductividad, sólidos suspendidos totales (SST), sólidos totales disueltos (TDS), carbono orgánico total (TOC) y metales pesados. Estos parámetros pueden afectar la calidad del agua potable, si sus valores están en concentraciones más altas que los límites de seguridad establecidos por la Organización Mundial de la Salud (OMS) y otros organismos reguladores.

En muchos países, las principales fuentes de abastecimiento de agua son ríos, arroyos, lagunas, etc.; por lo tanto, la investigación de la calidad del agua en cuerpos de agua se realiza de forma periódica. El principio de esta práctica se basa en la cuantificación de sólidos y sales disueltas, así como la cantidad de materia orgánica contenidos en los cuerpos de agua, mediante la evaporación y calcinación de la muestra filtrada a temperaturas específicas, en donde los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de éstos.

El muestreo se basa en encontrar las condiciones físicas idóneas que permitan que la muestra se preserve sin alteraciones hasta su análisis, tratando de encontrar los parámetros que afectan (de acuerdo al tipo de análisis) y que permiten que la muestra se mantenga igual que en su hábitat natural.

### EQUIPO Y MATERIALES

Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
1	Bomba de vacío	1	Hielera de 40 L aprox.
1	Estufa eléctrica, para operar de 103°C a 105°C	3	Frascos ámbar de vidrio de 1 L
1	Balanza analítica con precisión de 0.1 mg	1	Mufla eléctrica para operar a 550°C ± 50°C
1	Bolsa de hielo	3	Etiquetas
1	Botella Van Dorm	1	Bitácora de campo
1	Medidor multiparámetros con electrodos de pH, conductividad y oxígeno disuelto	1	Piseta con agua desionizada
1	Cámara fotográfica	3	Cápsulas de porcelana



Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
1	Sistema de Posicionamiento Global (GPS)	1	Dsecador
1	Termohigrómetro	1	Matraz Kitasato de 100 mL
3	Filtros menores a 1.2 $\mu\text{m}$ de preferencia 0.45 $\mu\text{m}$	3	Filtros con una porosidad $\leq 2 \mu\text{m}$
1	Probeta 50 mL	1	Pinzas para filtros
1	Mortero	1	Medidor de viento Kestrel 3000
3	Vidrios de reloj	1	Pinzas largas
1	Parrilla eléctrica	1	Embudo Büchner
1	Manguera para vacío	1	Vaso de precipitados de 100 mL
1	Matraz aforado de 250 mL	1	Pipeta volumétrica de 50 mL
1	Matraz aforado de 1 L	1	Botella de plástico de 1 L
1	Pipeta gradada de 10 mL	1	Botella de plástico de 250 mL
1	Matraz Erlenmeyer 500 mL	1	Matraz Erlenmeyer de 50 mL
1	pHmetro	1	Espátula
1	Bureta de 50 mL		

### REACTIVOS

Cantidad	Reactivos
10 g	Ácido etilendiaminotetraacético grado reactivo 99% (EDTA)
50 g	Sulfato de magnesio heptahidratado Q.P. ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )
20 g	Cloruro de magnesio hexahidratado Q.P. ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )
50 g	Cloruro de amonio Q.P. ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
100 g	Cloruro de sodio Q.P. ( $\text{NaCl}$ )
50 g	Hidróxido de amonio concentrado ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )
5 g	Negro de ericromo grado reactivo (NeT)
20 g	Carbonato de calcio anhidro ( $\text{CaCO}_3$ )
10 mL	Hidróxido de amonio 3 N ( $\text{NH}_4\text{OH}$ )
100 mL	Ácido clorhídrico 6 N ( $\text{HCl}$ )
10 mL	Rojo de metilo en solución

**DESARROLLO EXPERIMENTAL**

**1. Preparación de material de laboratorio**

❖ **Cápsulas de porcelana a peso constante**

- a) Las cápsulas se introducen a la mufla a una temperatura de  $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ , durante 20 minutos como mínimo. Después de este tiempo, transferirlas a la estufa a  $103^{\circ}\text{C} - 105^{\circ}\text{C}$  aproximadamente 20 minutos.
- b) Sacar y enfriar a temperatura ambiente dentro de un desecador.
- c) Pesar las cápsulas y registrar los datos.
- d) Repetir el ciclo hasta alcanzar el peso constante, el cual se obtendrá hasta que no haya una variación en el peso mayor a 0.5 mg. Registrar el dato como “C”

❖ **Papel filtro a peso constante**

- a) Colocar cada papel filtro menor a  $1.2 \mu\text{m}$  en un vidrio de reloj o cápsula de porcelana.
- b) Los filtros se introducen a la estufa a  $103^{\circ}\text{C} - 105^{\circ}\text{C}$  aproximadamente 20 min.
- c) Sacar y enfriar a temperatura ambiente dentro de un desecador.
- d) Pesar los filtros y repetir el ciclo hasta alcanzar el peso constante, el cual se obtiene hasta que no haya una variación en el peso mayor a 0.5 mg. Registrar el dato como “F”.

**2. Preparación de material de campo**

- a) Lavar con agua y jabón (libre de sulfatos) los frascos ámbar de vidrio del volumen requerido, enjuagar con agua de la llave y dos veces más con agua destilada.
- b) Preparar las etiquetas (por triplicado) y colocarlas con los datos mínimos de los sitios de muestreo (etiquetar y resguardar con cinta adhesiva).
- c) Se debe calibrar el equipo de trabajo.
  - i. Calibrar el medidor multiparámetros para la altura de la Ciudad de México (pH, conductividad, oxígeno disuelto, salinidad), ver manual.
- d) Revisar la cámara fotográfica y comprobar que su funcionamiento sea el adecuado.
- e) Lavar la hielera con jabón (libre de sulfatos) seguido de un enjuague con agua de la llave y con agua destilada.

- f) Preparar la Bitácora de Trabajo de Campo, con los siguientes apartados:
  - i. Hora de llegada.
  - ii. Hora de salida.
  - iii. Hora de inicio de toma de muestras.
  - iv. Duración del muestreo.
  - v. Coordenadas geográficas de los puntos de muestreo.
  - vi. Observaciones del sitio.
- g) Preparar mapa de la zona, ubicando los puntos de muestreo propuestos.
- h) Alimentar el GPS con los puntos de muestreo propuestos.

### 3. Ropa de campo

- a) Se recomienda:
  - i. Llevar ropa ligera.
  - ii. Usar zapatos cerrados o botas, no tacones, no sandalias.
  - iii. Pantalones de mezclilla.
  - iv. Usar camisa o playera de algodón de manga larga, de preferencia de color claro.
  - v. Sombrero, gorra o visera.

### 4. Toma de muestra y medición de parámetros de campo

- a) Con la ayuda de la botella Van Dorm (**Figura 1**) tomar una muestra de agua a la profundidad de 30 cm.



**Figura 1.** Botella Van Dorm.

- b) Transvase la muestra en los recipientes ámbar y cerrar herméticamente.

c) Registre los datos de campo utilizando los equipos (**Figura 2**):

- i. Ubicación del lugar (coordenadas).
- ii. Humedad ambiental (%).
- iii. Temperatura ambiental (°C).
- iv. Velocidad y dirección del viento ( $m^2/s$ ).



**Figura 2.** Equipos de campo.

d) Registre los parámetros del cuerpo de agua utilizando el equipo multiparámetros (**Figura 3**):

- i. Temperatura del agua (°C).
- ii. Conductividad del agua ( $\mu S/cm$ ).
- iii. Oxígeno disuelto del agua (%).
- iv. pH.



**Figura 3.** Medidor multiparámetros con electrodos.

e) Asegurar la bitácora de trabajo, la cámara y el equipo de campo.

f) Almacenar los frascos en la hielera para ser trasladados al laboratorio y ser refrigerados  $\leq$  de 4°C hasta su análisis.

## 5. Preparación de la muestra

- a) Sacar los frascos del refrigerador y dejarlos alcanzar la temperatura ambiente.
- b) Agitar las muestras para asegurar su homogeneización.

## DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS

### 1. Determinación de sólidos totales (STT)

- a) Tomar 100 mL de muestra.
- b) Transferir la muestra a la cápsula de porcelana que previamente ha sido puesta a peso constante.
- c) Evaporar en una parrilla hasta que quede un remanente de 5 mL, teniendo precaución de que no haya pérdida de muestra durante el proceso.
- d) Llevar a sequedad la muestra en la estufa a 103°C-105°C durante 1h.
- e) Transcurrido el tiempo, dejar enfriar la cápsula de porcelana en un desecador permitiendo alcanzar la temperatura ambiente y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar el dato como “P1”.

$$STT \left[ \frac{mg}{L} \right] = \frac{(P1 - C)[mg] \times 1000}{V[mL]}$$

### 2. Determinación de sólidos totales fijos (STF) y totales volátiles (STV)

- a) Introducir la cápsula de porcelana obtenida de la determinación de STT a la mufla a 550°C ± 50°C durante 15 a 20 minutos. Transcurrido el tiempo, transferir la cápsula de porcelana a una estufa a 103°C - 105°C por 20 minutos.
- b) Retirar la cápsula de porcelana de la estufa y dejar enfriar y alcanzar la temperatura ambiente y peso constante en un desecador. Registrar el dato como “P2”.

$$STV \left[ \frac{mg}{L} \right] = \frac{(P1 - P2)[mg] \times 1000}{V[mL]}$$

- c) Los sólidos totales fijos se determinan por diferencia de entre los sólidos totales y los sólidos totales volátiles.

$$STF \left[ \frac{mg}{L} \right] = STT \left[ \frac{mg}{L} \right] - STV \left[ \frac{mg}{L} \right]$$

**Nota:** En el caso en el que se trabaje determinaciones por duplicado o triplicado, los resultados como máximo pueden tener una variación del 5 por ciento del promedio.

### 3. Determinación de sólidos suspendidos totales (SST)

- Medir en probeta 25 mL de muestra, previamente homogeneizada.
- Filtrar al vacío la muestra a través del papel filtro que previamente ha sido puesto a peso constante.
- Enjuagar la probeta tres veces con 10 mL de agua y filtrar el agua de enjuague sobre el mismo papel filtro, dejando que el agua drene totalmente en cada lavado.
- Suspender el vacío y secar el papel filtro en una estufa a 103°C a 105°C durante 1h aproximadamente. Sacar el papel filtro y dejar enfriar en un desecador a temperatura ambiente y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar el dato como "P3".

$$SST \left[ \frac{mg}{L} \right] = \frac{(P3 - F)[mg] \times 1000}{25 \text{ mL}}$$

### 4. Determinación de sólidos suspendidos volátiles (SSV)

- Introducir una cápsula de porcelana con el papel filtro proveniente de la determinación de SST a una mufla a 550°C ± 50°C por 15 a 20 minutos.
- Pasado el tiempo de calcinación, enfriar y transferir la cápsula de porcelana a una estufa a 103°C - 105°C por 20 minutos.
- Finalizado el tiempo, dejar enfriar en un desecador a temperatura ambiente y determinar su peso hasta alcanzar peso constante. Registrar el dato como "P4".

$$STV \left[ \frac{mg}{L} \right] = \frac{(P3 - P4)[mg] \times 1000}{25 \text{ mL}}$$

**5. Determinación de sólidos suspendidos fijos (SSF)**

- a) Los sólidos suspendidos fijos se determinan por diferencia de entre los sólidos suspendidos totales y los sólidos suspendidos volátiles.

$$SSF \left[ \frac{mg}{L} \right] = SST \left[ \frac{mg}{L} \right] - SSV \left[ \frac{mg}{L} \right]$$

**6. Determinación de sólidos disueltos totales**

- a) Los sólidos disueltos totales se determinan por diferencia de entre los sólidos totales y los sólidos suspendidos totales.

$$SDT \left[ \frac{mg}{L} \right] = STT \left[ \frac{mg}{L} \right] - SST \left[ \frac{mg}{L} \right]$$

**7. Determinación de sólidos disueltos fijos**

- a) Los sólidos disueltos fijos se determinan por diferencia de entre los sólidos totales fijos y los sólidos suspendidos fijos.

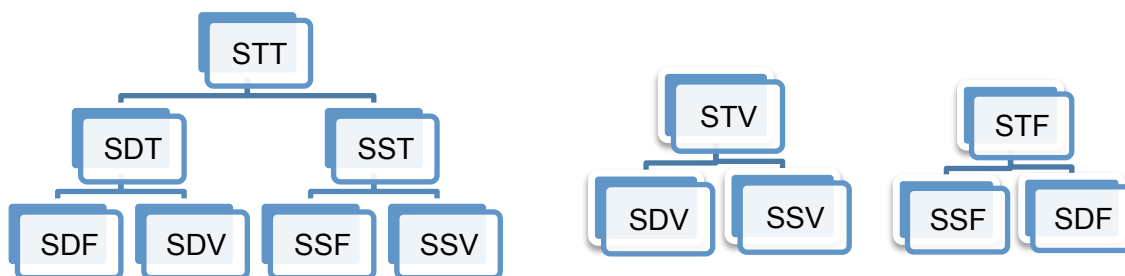
$$SDF \left[ \frac{mg}{L} \right] = STF \left[ \frac{mg}{L} \right] - SSF \left[ \frac{mg}{L} \right]$$

**8. Determinación de sólidos disueltos volátiles**

- a) Los sólidos disueltos volátiles se determinan por diferencia de entre los sólidos totales volátiles y los sólidos suspendidos volátiles.

$$SDV \left[ \frac{mg}{L} \right] = STV \left[ \frac{mg}{L} \right] - SSV \left[ \frac{mg}{L} \right]$$

**Diagramas**



## 9. Determinación de Dureza Total

1. Preparar las siguientes soluciones:

❖ Solución buffer:

- a) Disolver 1.179 g de EDTA y 780 mg de  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  o 644 mg de  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  en 50 mL de agua destilada. Agregar a esta solución 16.9 g de cloruro de amonio ( $NH_4Cl$ ) y 143 mL de hidróxido de amonio ( $NH_4OH$ ) concentrado.
- b) Mezclar y llevar a 250 mL con agua destilada.
- c) Almacenar en una botella de plástico.

❖ Reactivo Indicador Negro de Eriocromo-T (NeT):

- a) Pulverizar en mortero una mezcla de 0.5 g de NeT con 100 g de NaCl.

❖ Solución titulante de EDTA 0.01M:

- a) Disolver 3.723 g de EDTA en 1000 mL de agua destilada.
- b) Almacenar en una botella de plástico.

**Nota:** Se puede titular con una solución patrón de calcio.

❖ Solución estándar de calcio, 1 g  $CaCO_3$ /L:

- a) Pesar 1.0 g de  $CaCO_3$  anhidro y transferir a un matraz Erlenmeyer de 500 mL.
- b) Agregar lentamente solución de HCl 6 N hasta que toda la sal de calcio se disuelva.
- c) Agregar 200 mL de agua destilada y hervir 5 minutos para eliminar completamente el  $CO_2$ .
- d) Enfriar y agregar unas gotas de solución de rojo de metilo y ajustar al color intermedio naranja agregando solución 3N de  $NH_4OH$  o solución de HCl 6 N.
- e) Transferir y aforar a 1000 mL con agua destilada en matraz aforado.

2. Titulación de la solución de EDTA:

- a) Tomar 10.0 mL de solución estándar de calcio y diluir a 50 mL en un matraz Erlenmeyer.
- b) Agregar 1.0 mL de solución buffer (preparada previamente). El pH deberá estar



entre 10.0 y 10.1, en caso contrario descartar la solución buffer.

- c) Agregar una punta de espátula de reactivo indicador NeT.
- d) Titular con solución de EDTA lentamente y agitando continuamente hasta el vire de rosado a azul.

**Nota:** Completar la titulación dentro de los cinco minutos siguientes a la adición de la solución buffer.

3. Titulación de la muestra:

- a) Seleccionar un volumen de muestra que requiera un gasto de EDTA menor a 15 mL.
- b) Diluir la muestra con 50 mL con agua destilada.
- c) Agregar 1 o 2 mL de solución buffer. El pH deberá ser  $10.0 \pm 0.1$ , en caso contrario descartar la solución buffer.
- d) Agregar una punta de espátula de reactivo indicador NeT.
- e) Titular con solución de EDTA lentamente y agitando continuamente hasta el vire de rosado a azul.

**Nota:** Completar la titulación dentro de los cinco minutos siguiente al agregado de la solución buffer.

4. Cálculos:

$$T \left[ \frac{mg}{L} \right] = \frac{P * V1}{G1}$$

donde:

T= mg de  $CaCO_3$  equivalentes a 1000 mL de EDTA.

P=mg  $CaCO_3$  /L de la solución estándar de calcio.

V1= volumen de solución estándar de calcio tomados en la titulación de la solución de EDTA, (10.0 mL).

G1= gasto de la solución de EDTA consumidos en su titulación (mL).

$$Dureza\ total, mg\ CaCO_3/L = \frac{T * G2}{V2}$$

donde:

V2= volumen de muestra tomados para la determinación (L).

G2=volumen de solución de EDTA consumidos en la titulación de la muestra (L).

**TABLA DE RESULTADOS**

Registrar los valores obtenidos en cada uno de los experimentos anteriores en las tablas siguientes:

Datos de campo	Valor registrado
Ubicación del lugar (coordenadas)	
Temperatura del agua (°C)	
Conductividad (µS/cm)	
Oxígeno disuelto (%)	
pH	
Velocidad del viento (m <sup>2</sup> /s)	
Humedad ambiental (%)	
Temperatura ambiental (°C)	

Parámetros en el laboratorio	(mg/L)
Sólidos Totales (STT)	
Sólidos Totales Fijos (STF)	
Sólidos Totales Volátiles (STV)	
Sólidos Suspendidos Totales (SST)	
Sólidos Suspendidos Volátiles (SSV)	
Sólidos Suspendidos Fijos (SSF)	
Sólidos Disueltos Totales (SDT)	
Sólidos Disueltos Fijos (SDF)	

Sólidos Disueltos Volátiles (SDV)	
Dureza total mg CaCO <sub>3</sub> / L	

**TRATAMIENTO DE RESIDUOS**

Residuo	Tratamiento
Soluciones acuosas con sales inorgánicas más indicador.	Adsorber el colorante con carbón activado y enviar a incineración, la solución desechar neutra al drenaje.

**CUESTIONARIO**

1. ¿Cómo influye la presencia de los SST en la calidad del agua?
2. ¿Existen otros métodos para la determinación de calcio? ¿Cuáles?
3. En la determinación de calcio ¿Qué sucede si una muestra presenta alto contenido en fósforo?
4. En la determinación de parámetros de laboratorio, ¿por qué es importante poner a peso constante las cápsulas de porcelana y los filtros?
5. ¿Qué parámetro nos indica la presencia de sales en el agua?, ¿qué importancia tiene esta determinación?
6. ¿Por qué es importante la medición del oxígeno disuelto?
7. ¿Qué circunstancias causan la disminución del oxígeno disuelto en un cuerpo de agua?
8. ¿Cómo afecta la temperatura en la calidad de un cuerpo de agua?
9. Mencionar al menos 3 tipos de interferencias que podría presentarse, ya sea en la toma de muestra o el análisis de la misma, que podrían alterar los resultados.
10. Analizando los resultados obtenidos, ¿qué se puede concluir acerca de la calidad del cuerpo de agua muestreado?

## REFERENCIAS

1. American Public Health Association (APHA), American Water Works Association (AWWA) and Water Environment Federation (WEF). (1998). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 22<sup>nd</sup> edition. Washington, D.C.; APHA, AWWA & WPCF.
2. Metcalf & Eddy, Inc. (2014). *Wastewater engineering treatment, disposal and reuse*. 5<sup>th</sup> edition. London. McGraw-Hill.
3. Nollet, L. M. L., De Gelder, L. S. P. (2014). *Handbook of Water Analysis*. 3<sup>rd</sup>. edition. USA. CRC Press, USA.
4. World Health Organization (WHO). (2011). *Guidelines for Drinking-Water Quality*. 4<sup>th</sup> edition. Geneva, Switzerland. WHO Press.

# QUÍMICA DEL AIRE

## Evaluación del comportamiento y destrucción de la capa de ozono

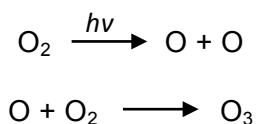
### OBJETIVO ACADÉMICO

Observar el comportamiento del ozono en la estratósfera, reproduciendo en el laboratorio las reacciones de éste en presencia de luz UV y compuestos halogenados; cuantificándolo mediante una técnica volumétrica.

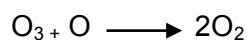
### **INTRODUCCIÓN**

Dentro de las distintas capas que componen la atmósfera terrestre, encontramos la estratósfera, localizada entre la tropósfera y la mesósfera, cuya extensión va desde los 35 hasta los 40 km de altura aproximadamente. El ozono presente en la estratósfera forma una capa delgada, denominada *capa de ozono*, la cual actúa como un escudo protector contra la dañina radiación ultravioleta.

El ozono se produce por disociación de las moléculas de oxígeno diatómico ( $O_2$ ) a átomos de oxígeno (O) cuando la radiación ultravioleta proveniente del sol entra en la estratósfera. El oxígeno atómico reacciona rápidamente con otras moléculas de oxígeno diatómico para formar el ozono, mediante las siguientes reacciones:

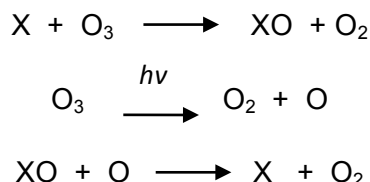


Así mismo, el ozono también sufre un proceso de destrucción, en el cual el oxígeno atómico reacciona con éste para formar dos moléculas de oxígeno:



### ***Destrucción catalítica del ozono***

Es importante resaltar que el ozono se genera y se destruye todo el tiempo en la estratósfera de manera natural; el conjunto de reacciones implicadas en este ciclo de formación y destrucción del ozono se conoce como *reacciones de Chapman*.



Cuando se rompe el equilibrio en las reacciones de Chapman, ya sea por factores naturales o antropogénicos, se favorece la destrucción del ozono, donde X representa especies químicas capaces de catalizar la reacción de destrucción del ozono. De manera natural encontramos el monóxido de nitrógeno (NO) o el radical hidroxilo (HO<sup>•</sup>), mientras que el bromuro de metilo (BrCH<sub>3</sub>), el tetracloruro de carbono (CCl<sub>4</sub>) y los denominados clorofluorocarbonos (CFC's) son resultado de las actividades humanas.

### ***EQUIPO Y MATERIALES***

Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
4	Bolsas Tedlar	7	Matraces Erlenmeyer de 10 mL
1	Bolsa negra de polietileno (calibre 200)	1	Soporte universal
2	Jeringas de 20 mL	1	Pinza de Morh con nuez
1	Pipeta volumétrica de 1 mL	1	Matraz aforado de 50 mL
1	Bureta de 25 mL	1	Matraz aforado de 100 mL
1	Agitador magnético	1	Matraz aforado de 25 mL
1	Espátula	1	Generador de ozono
1	Cronómetro	1	Parrilla de calentamiento
1	Maskingtape	1	Lámpara UV (250-260 nm)
3	Ligas	1	Tanque de oxígeno
1	Vaso de precipitados de 10 mL		

**REACTIVOS**

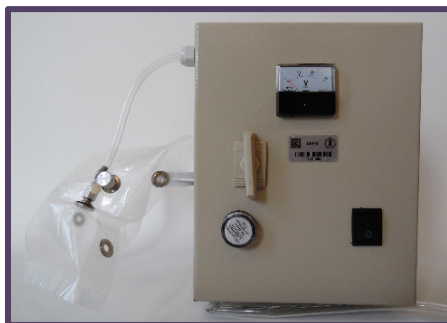
Cantidad	Reactivos
100 mL	Solución de yoduro de potasio 0.3 M (KI)
100 mL	Solución de tiosulfato de sodio pentahidratado 0.005 M ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
5 mL	Cloruro de metileno Q.P. ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ )
100 mL	Indicador de almidón al 0.5%
20 mL	Ácido sulfúrico concentrado ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )

**DESARROLLO EXPERIMENTAL**

- Preparación de las disoluciones (debe hacerse el día que se realizará la práctica).
  - ❖ Solución de KI 0.3 M.
    - a) Pesar 2.5 g de yoduro de potasio y disolver en un matraz aforado de 50 mL.
    - b) Agitar y aforar con agua destilada.
  - ❖ Solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.005 M.
    - a) Pesar 0.012 g de tiosulfato de sodio pentahidratado y disolver en un matraz aforado de 100 mL.
    - b) Agitar y aforar con agua destilada.
  - ❖ Indicador de almidón al 0.5 %.
    - a) Pesar 0.125 g de almidón en un vaso de precipitados y agregar 1 mL de agua destilada.
    - b) Calentar y agitar con ayuda de la barra magnética.
    - c) Trasvasar la suspensión al matraz aforado de 25 mL.
    - d) Agitar y aforar con agua destilada.
- Llevar a cabo los siguientes experimentos:

❖ Ozono vs tiempo

- a) Colocar la bolsa Tedlar a la salida del generador de ozono y cerrar perfectamente con ayuda de una liga para evitar cualquier fuga de ozono.
- b) Proteger la bolsa de la luz cubriéndola con la bolsa negra calibre 200 (**Figura 1**).
- c) Llenar la bolsa con ozono (tomará aproximadamente 3 minutos).
- d) Mientras se llena la bolsa Tedlar, en el matraz Erlenmeyer de 10 mL agregar 2 mL de la solución de KI 0.3 M, seguido de 4 gotas de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado y 4 gotas del Indicador de almidón al 0.5% (agitar antes y después de agregar el indicador de almidón).
- e) Con ayuda de una jeringa de 20 mL, succionar completamente la solución del matraz.
- f) Inmediatamente después de que se haya llenado la bolsa, con la misma jeringa tomar una muestra de 18 mL del contenido (**Figura 2**). Mezclar por un minuto y regresar la mezcla al matraz Erlenmeyer.
- g) Titular con la solución de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.005M (**Figura 3**) y registrar el volumen utilizado en la **Tabla 1**.
- h) Repetir el procedimiento cada 3 minutos durante 21 minutos.



**Figura 1.** Llenado de la bolsa Tedlar con el generador de ozono.

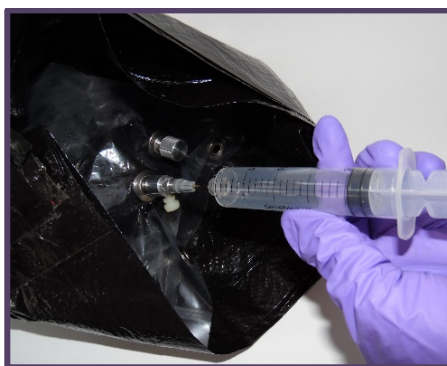




Figura 2. Toma de la muestra.

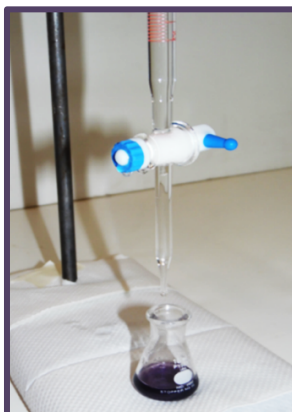


Figura 3. Titulación del O<sub>3</sub>.

❖ **Ozono + CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> vs tiempo**

- Colocar la bolsa Tedlar a la salida del generador de ozono y cerrar perfectamente con ayuda de una liga para evitar cualquier fuga de ozono.
- Proteger la bolsa de la luz cubriéndola con la bolsa negra calibre 200 (**Figura 1**).
- Llenar la bolsa con ozono (tomará aproximadamente 3 minutos).

**Nota:** Para este caso, después de que se ha llenado la bolsa introducir 1 mL de CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> con ayuda de una jeringa de 20 mL.

- Repetir del paso “d)” al paso “h)” del procedimiento “Ozono vs tiempo”.

❖ **Ozono + luz ultravioleta vs tiempo**

- Colocar la bolsa Tedlar a la salida del generador de ozono y cerrar perfectamente con ayuda de una liga para evitar cualquier fuga de ozono.
- Proteger la bolsa de la luz cubriéndola con la bolsa negra calibre 200 (**Figura 1**).
- Colocar la lámpara UV (250-260 nm) dentro de la bolsa negra calibre 200 y encenderla.
- Llenar la bolsa con ozono (tomará aproximadamente 3 minutos).
- Repetir del paso “d)” al paso “h)” del procedimiento “Ozono vs tiempo”.

❖ **Ozono + CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> + luz ultravioleta vs tiempo**

- Colocar la bolsa Tedlar a la salida del generador de ozono y cerrar perfectamente con ayuda de una liga para evitar cualquier fuga de ozono.

- b) Proteger la bolsa de la luz cubriéndola con la bolsa negra calibre 200 (**Figura 1**).
- c) Colocar la lámpara UV (250-260 nm) dentro de la bolsa negra calibre 200 y encenderla.
- d) Llenar la bolsa con ozono (tomará aproximadamente 3 minutos).

**Nota:** Para este caso, después de que se ha llenado la bolsa, introducir 1 mL de  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  con ayuda de una jeringa de 20 mL.

- e) Repetir del paso “d)” al paso “h)” del procedimiento “Ozono vs tiempo”.

**TABLA DE RESULTADOS**

Registrar los valores obtenidos en cada uno de los experimentos anteriores en las tablas siguientes:

**Tabla 1.** Ozono vs tiempo.

Tiempo (min)	Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)	Concentración de $\text{O}_3$ (mg/L)

**Tabla 2.** Ozono +  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  vs tiempo.

Tiempo (min)	Volumen de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)	Concentración de $\text{O}_3$ (mg/L)

**Tabla 3.** Ozono + luz ultravioleta vs tiempo.

Tiempo (min)	Volumen de Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	Concentración de O <sub>3</sub> (mg/L)

**Tabla 4.** Ozono + CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> + luz ultravioleta vs tiempo.

Tiempo (min)	Volumen de Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (mL)	Concentración de O <sub>3</sub> (mg/L)

Para cada uno de los experimentos realizados, elaborar una gráfica de concentración de ozono en función del tiempo y describir el comportamiento del O<sub>3</sub> observado.

**TRATAMIENTO DE RESIDUOS**

Residuo	Tratamiento
Solución de KI con tiosulfato de sodio	Agregar NaHSO <sub>3</sub> hasta que el exceso de yodo pase a yoduro, neutralizar y desechar al drenaje.
Jeringas de plástico	Enviar a incineración.
Agujas	Enviar con material punzocortantes.

### CUESTIONARIO

1. De las gráficas obtenidas, ¿a qué conclusión puede llegar sobre el comportamiento de la concentración de ozono en función del tiempo?
2. Describir las reacciones que se llevan a cabo en cada uno de los experimentos realizados.
3. De acuerdo con los resultados, ¿en qué casos disminuye más la concentración de ozono?
4. ¿A qué se atribuye este hecho?
5. ¿Qué comportamiento presenta la concentración de ozono con luz ultravioleta?
6. ¿Considera usted que la longitud de onda utilizada afecta de manera significativa el experimento?, ¿sí o no? Justifique su respuesta.
7. Escribir la reacción que se lleva a cabo dentro de la jeringa en los experimentos.
8. Escribir la reacción que se lleva a cabo durante la titulación con tiosulfato de sodio.
9. ¿Cómo se relacionan los resultados obtenidos con la disminución de ozono en la estratósfera?
10. Describir brevemente qué es la capa de ozono y su importancia para los seres vivos.

### REFERENCIAS

1. Baird, C. & Cann, M. (2012). *Environmental Chemistry*. 5<sup>th</sup> edition. USA. W.H. Freeman and Company.
2. Ibáñez, J.G., Hernández-Esparza, M., Doria-Serrano, C., Fregoso-Infante, A. & Singh, M.M. (2008). *Environmental Chemistry: Microscale Laboratory Experiments*. NY, USA. Springer Science+Business Media, LLC.
3. Patnaik, P. (2010). *Handbook of Environmental Analysis: Chemical Pollutants in Air, Water, Soil, and Solid Wastes*. 2<sup>nd</sup> edition, USA. CRC Press. Taylor & Francis Group, LLC.
4. Sierra, M. A. y Gómez, M. (2007). *Principios de Química Medioambiental*. Madrid, España. Editorial Síntesis.

# QUÍMICA DEL SUELO

## *Evaluación de parámetros fisicoquímicos en suelos*

### OBJETIVO ACADÉMICO

Aplicar la norma NMX-AA-132-SCFI-2006 para el muestreo de suelos y determinar los parámetros fisicoquímicos de dicha matriz.

### *INTRODUCCIÓN*

El suelo es un cuerpo natural que conforma el hábitat de bacterias, hongos, levaduras, virus y plantas superiores, entre otros, que sirve para la alimentación de los animales y del hombre a través de los ciclos tróficos. El suelo y los microorganismos mantienen los sistemas ecológicos, ya que le aportan componentes químicos y minerales (como resultado de la biodegradación); y complejos orgánicos como ácidos húmicos y fúlvicos, enzimas, vitaminas, hormonas y antibióticos; además, albergan una rica reserva genética.

Por la gran importancia que representa el suelo para la vida del hombre y de todos los seres vivos, este recurso se debe conservar. Sin embargo, en la actualidad está seriamente amenazado por la práctica de sistemas de producción inadecuados o mal aplicados, que incluso han acelerado los procesos de erosión y desertificación de grandes zonas. De igual forma, la industrialización y urbanización han generado una gran cantidad de desechos que son incorporados al suelo, lo cual ocasiona tanto la reducción de su fertilidad como la modificación de sus procesos naturales. Por lo anterior, es necesario estudiar las características particulares del suelo para determinar su grado de contaminación y, en consecuencia, aplicar alguna de las tecnologías de remediación existentes.

Para elegir la tecnología adecuada es necesario considerar una serie de procesos y fenómenos fisicoquímicos que ocurren en el suelo. Por esta razón, la evaluación o determinación de las propiedades fisicoquímicas de un suelo contaminado contribuye al

seguimiento del proceso de remediación; además de ser útil para tomar acciones pertinentes en el mejoramiento de dichos procesos.

### EQUIPO Y MATERIALES

Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
1	Kit para análisis de suelos. Equipar Modelo STH-14	1	Pala y pico
1	Medidor de pH	1	Penetrómetro
1	Medidor de conductividad en suelo	1	Tamiz No. 20
1	Medidor de humedad	1	GPS
1	Medidor de temperatura	3	Balanzas
1	Par de guantes	2	Bolsas de polietileno de 1 kg

### REACTIVOS

Cantidad	Reactivos
250 mL	Agua desionizada

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### 1. Muestreo del suelo

- a) Tomando como base la extensión del Campus Universitario de CU; aplicar la norma NMX-AA-132-SCFI-2006 para determinar el número de muestras y elaborar el Plan de muestreo sistemático y superficial.
- b) Elaborar el mapa de muestreo distribuyendo el número de muestras calculadas.
- c) Obtener el visto bueno del plan de muestreo completo por parte del profesor, para proceder al trabajo de campo.
- d) Llevar a cabo la toma de la muestra de acuerdo con lo establecido en el plan.

- e) Determinar en el sitio de muestreo los parámetros de dureza, temperatura, humedad, pH y velocidad del viento.
- f) Una vez obtenidas las muestras se trasladarán al laboratorio para ser analizadas.

## 2. Procedimiento de análisis

Los reactivos y material requerido que se describen en todo el procedimiento corresponden a los códigos del kit para análisis de suelo (**Figura 1**).



**Figura 1.** Kit para análisis de suelos. Equipar Modelo STH-14.

### ❖ Obtención de extracto-base

- a) Tomar un tubo de ensayo y llenar hasta 7 mL con la disolución extractora (solución de extracción universal 5173PS).
- b) Con la ayuda de una espátula, agregar la muestra de suelo hasta aproximadamente 3.5 mL, tapar y agitar vigorosamente durante 2 min.

**Nota:** *En caso de que las muestras contengan altas concentraciones de carbonatos, asegurarse de mezclar lentamente y dejar reposar 30 segundos antes de tapar.*

- c) Utilizando una pipeta plástica, separar la mayor cantidad del extracto-base.

### ❖ Determinación de sulfatos

- a) Con la ayuda de una pipeta se deben colocar 5 gotas del extracto-base en un vial.

- b) Adicionar una gota de “Solución para prueba de sulfatos” (5171) y mezclar suavemente por 1 min.
- c) Comparar la turbiedad de la muestra con respecto a la tarjeta de referencia de Azufre (1314).

Es recomendable utilizar buena iluminación en la comparación, los resultados se encuentran en partes por millón (ppm).

❖ **Determinación de nitratos**

- a) Transferir 1 mL del extracto-base a la placa de pozos.
- b) Añadir 10 gotas de “Reactivo Nitrato #1” (5146).
- c) Con la ayuda de una cucharilla, añadir 0.5 g de “Reactivo Nitrato # 2” (5147G) a la muestra.
- d) Agitar con ayuda del agitador.
- e) Dejar reposar 5 minutos para que se desarrolle totalmente la prueba y el color.
- f) Comparar el color de la muestra con la tarjeta de referencia correspondiente (1315).
- g) Registrar el valor en libras por acre de nitrógeno como nitrato.

❖ **Determinación de pH**

- a) En un tubo de ensayo agregar 3 g aproximadamente de suelo.
- b) Añadir 6 mL de agua desionizada (1155).
- c) Cerrar y agitar el tubo hasta dispersión total.
- d) Añadir 5 gotas de la “Reactivo floculante de suelo” (5643WT).
- e) Cerrar y agitar la mezcla.
- f) Dejar sedimentar la muestra antes del siguiente paso.
- g) Transferir 1 mL del sobrenadante con la ayuda de una pipeta a un pozo del plato.
- h) Transferir una segunda muestra de 1 mL del sobrenadante a otro pozo en el plato.
- i) A la primera muestra añadir 2 gotas del “Indicador Dúplex” (2221).
- j) Comparar los resultados con la tarjeta de referencia correspondiente para pH (1313).

**Nota:** *El amplio rango de pH que se indica puede verse mejorado seleccionando un método más preciso. Escoger el indicador apropiado dependiendo del rango en*



el que se encuentre el pH de la muestra (cuidando que el valor se encuentre en el punto medio del rango seleccionado), de acuerdo con la tarjeta de referencia.

❖ **Determinación de humus**

- a) Añadir al tubo, 4 g de suelo con la ayuda de la cucharilla.
- b) Llenar el tubo a la marca de 14 mL con “Agua desionizada” (1155).
- c) Cerrar y agitar hasta homogeneizar.
- d) Añadir 1 g del “Reactivo humus” (5119), con la ayuda de una cucharilla a la muestra. Si es necesario, agregar más agua desionizada para mantener el nivel de líquido en la marca de 14 mL.
- e) Cerrar y agitar vigorosamente durante 1 minuto.
- f) Añadir 15 gotas de “Reactivo floculante de suelo” (5643WT), cerrar y agitar.
- g) Dejar sedimentar por algunos minutos.
- h) Filtrar la mezcla dentro de un segundo tubo.  
**Nota:** *Doblar el papel filtro para acomodar dentro del embudo.*
- i) Comparar el color del filtrado con la tarjeta de referencia correspondiente (1384).

❖ **Determinación de salinidad**

- a) Tomar 100 g de suelo y mezclar con 100 mL de agua.
- b) Una vez saturada la muestra de suelo, dejar reposar por 24 horas.
- c) Filtrar la muestra al vacío para obtener la solución y medir la conductividad a 25°C.

**TABLA DE RESULTADOS**

Registrar los valores obtenidos en cada uno de los experimentos anteriores en las tablas siguientes:

Parámetros de campo	Valor registrado
Dureza (kg/cm <sup>2</sup> )	
Temperatura del agua (°C)	
Humedad del sitio (%)	

pH	
Velocidad del viento (m <sup>2</sup> /s)	
Humedad del sitio (%)	

Parámetros en el laboratorio	Valor registrado
Sulfatos (ppm)	
Nitratos (libras/acre)	
pH	
Humus	
Clasificación del suelo según el contenido de humus	
Conductividad (dS/m)	
Clasificación del suelo según contenido de salinidad	

**TRATAMIENTO DE RESIDUOS**

Residuo	Tratamiento
Soluciones de pruebas	Verificar pH, si es necesario neutralizar y desechar al drenaje
Papel filtro	Enviar a incineración

**CUESTIONARIO**

1. ¿Por qué es importante el azufre en el suelo?
2. ¿Cuál es la función del nitrógeno en el suelo?
3. ¿Cómo influye el pH del suelo en la contaminación de éste?
4. ¿Cómo influye el humus presente en el suelo en sus propiedades fisicoquímicas?

5. Mencionar cuál es la función de cada reactivo en la determinación de sulfatos, nitratos y humus.
6. ¿Qué importancia tiene la medición de sulfatos, nitratos, fosfatos, humus y pH?
7. ¿Qué otros reactivos pueden utilizarse para cada uno de los procedimientos utilizados en los análisis realizados?
8. ¿De qué nos pueden servir los datos obtenidos por el penetrómetro?
9. ¿De qué serviría conocer el dato de la temperatura del suelo, en el momento de tomar la muestra?
10. ¿Qué importancia tiene elaborar y seguir el plan de muestreo?

### REFERENCIAS

1. Diario Oficial de la Federación (DOF) (2006), Norma Oficial Mexicana NMX-AA-132-SCFI-2006 Muestreo de suelos para la identificación y la cuantificación de metales y metaloides y manejo de la muestra, México.
2. Fernández, L.C.; Rojas, N.G.; Roldán, T.G.; Ramírez, M.E.; Zagarra, H.G.; Uribe, R.; Arce, J.M. (2006). *Manual de técnicas de análisis de suelos aplicadas a la remediación de sitios contaminados*. México. Instituto Nacional de Ecología.
3. Jackson, M.L. (2005). *Soil Chemical Analysis: Advanced Course*. 2<sup>nd</sup> edition. Madison, Wisconsin. University of Wisconsin-Madison Libraries Parallel Press.

# ***RESIDUOS DE PROCESOS INDUSTRIALES***

## ***a) Evaluación de la capacidad calorífica de un residuo industrial***

### **OBJETIVO ACADÉMICO**

Determinar la capacidad calorífica de residuos sólidos mediante el uso del calorímetro y evaluar la viabilidad de su uso como combustible alternativo.

### ***INTRODUCCIÓN***

Los residuos industriales son aquellos generados en gran volumen dentro del sector productivo que puede tener potencial de valorización y que están sujetos a un plan de manejo.

La generación de residuos se ha convertido en un grave problema desde el punto de vista ambiental, ya que trae consigo graves afectaciones al ambiente, tales como la contaminación de suelos, agua y aire; además, al no ser dispuestos adecuadamente promueven la proliferación de vectores de importancia sanitaria, tales como moscas, ratas y cucarachas; y el deterioro del paisaje natural. Debido a lo anterior es necesario darles un tratamiento eficaz a los residuos sólidos con el objetivo de reducir su volumen y evitar así impactos adversos a la salud y al ambiente.

Los residuos sólidos, generalmente, son enviados a disposición final en rellenos sanitarios; sin embargo, es importante considerar que es factible la recuperación energética de estos materiales mediante un tratamiento térmico.

Para poder hacer uso de un residuo industrial como posible fuente de energía alterna es necesario determinar su contenido energético, el cual se relaciona con el poder calorífico de los mismos y su capacidad calorífica, lo cual nos indica si es económicamente viable su tratamiento térmico.

Los residuos que tengan un alto poder calorífico (aproximadamente 5 000 kcal/kg) podrían destinarse a ser aprovechados como combustible alternativo.

La capacidad calorífica, por el contrario, se puede expresar como la cantidad de calor requerida para elevar en 1°C, la temperatura de una determinada cantidad de materia. Cuanto mayor sea la capacidad calorífica, mayor será la cantidad de calor entregada al material para subir su temperatura, es un valor fijo para cada sustancia expresada en cal/(g °C).

### EQUIPO Y MATERIALES

Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
1	Vaso de precipitados de 250 mL	1	Balanza analítica
1	Vaso de precipitados de 150 mL	1	Parrilla de calentamiento
1	Probeta de 100 mL	1	Pinzas para horno

### REACTIVOS

Cantidad	Reactivos
250 mL	Agua destilada
10 g	Caucho (trozo de cámara de llanta de bicicleta)
10 g	Madera de pino (trozo)
10 g	Bolsa de polietileno

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

#### 1. Determinación del equivalente en agua del calorímetro

- Pesar el vaso interno de aluminio del calorímetro. Registrar el dato como  $m_1$ .
- Con ayuda de la probeta, medir 50 mL de agua destilada y agregarla al vaso de aluminio previamente pesado y volver a pesar. Registrar el peso como  $m_2$ .

- c) Colocar el vaso interno dentro del calorímetro y tapan.
- d) Introducir el termómetro dentro del orificio del calorímetro y medir la temperatura inicial del agua. Registrar el valor como **T<sub>a</sub>** (**Figura 1**).
- e) Pesar el vaso de precipitados de 150 mL. Registrar el peso como **m<sub>3</sub>**.
- f) Agregar 50 mL de agua destilada y volver a pesar el vaso de precipitados. Registrar el dato como **m<sub>4</sub>**. Determinar la masa de agua. Registrar el dato como **m<sub>5</sub>**.
- g) Colocar el vaso de precipitados en la parrilla de calentamiento y calentar hasta alcanzar una temperatura de aproximadamente 65°C. Alcanzada la temperatura, retirar el vaso y agitar durante un minuto para que se estabilice la temperatura. Medir y registrar la temperatura como **T<sub>o</sub>**.
- h) Inmediatamente después de haber registrado la temperatura, verter el agua caliente al vaso interno de aluminio del calorímetro lo más rápido posible para evitar posibles pérdidas de calor.
- i) Agitar lentamente moviendo el agitador hacia arriba y hacia abajo durante un minuto. Medir y registrar la temperatura de mezclado como **T<sub>f</sub>**.
- j) Realizar la determinación del equivalente en agua del calorímetro al menos 5 veces.



**Figura 1.** Calorímetro.

## **2. Determinación de la capacidad calorífica específica de un residuo sólido**

- a) Pesar el vaso interno de aluminio del calorímetro. Registrar el dato como **m<sub>1</sub>**.
- b) Con ayuda de la probeta medir 100 mL de agua destilada y agregarla al vaso de aluminio previamente pesado y volver a pesar. Registrar el peso como **m<sub>2</sub>**.

- c) Colocar el vaso interno dentro del calorímetro y tapar.
- d) Introducir el termómetro dentro del orificio del calorímetro y medir la temperatura inicial del agua. Registrar el valor como **T<sub>a</sub>** (**Figura 1**).
- e) Determinar la masa del residuo sólido seleccionado (trazos de caucho, madera o polietileno). Registrar la masa como **m**.
- f) Colocar el material sólido en el vaso de precipitados de 250 mL y agregar 100 mL de agua destilada. Calentar hasta obtener una temperatura de aproximadamente 75°C. (**Figura 2**).
- g) Al alcanzar los 75°C, retirar el vaso de la parrilla y agitar durante un minuto para homogeneizar la temperatura. Medir y registrar la temperatura como **T<sub>i</sub>**.
- h) Después de homogeneizar y registrar la temperatura, insertar rápidamente el material sólido dentro del vaso interno del calorímetro y cerrar usando la tapa del calorímetro.
- i) Agitar lentamente moviendo el agitador hacia arriba y hacia abajo durante un minuto. Medir y registrar la temperatura de mezclado como **T<sub>f</sub>**.
- j) Realizar la determinación de la capacidad calorífica para cada material por duplicado.



**Figura 2.** Calentamiento del residuo.

### **TABLA DE RESULTADOS**

Registrar los valores obtenidos en cada uno de los experimentos anteriores en las tablas siguientes:

**Tabla 1.** Determinación del equivalente en agua del calorímetro.

Parámetros	Valor registrado
Masa del vaso interno del calorímetro ( $m_1$ )	
Masa del vaso interno del calorímetro + agua ( $m_2$ )	
Masa de agua fría (m)	
Temperatura del agua fría ( $T_a$ )	
Masa del vaso de precipitados ( $m_3$ )	
Masa del vaso de precipitados + agua ( $m_4$ )	
Masa de agua ( $m_5$ )	
Temperatura del agua caliente ( $T_o$ )	
Temperatura de mezcla ( $T_f$ )	

El valor del equivalente en agua del calorímetro se determina mediante la siguiente fórmula:

$$K = -\frac{m_5(T_f - T_o)}{(T_f - T_a)} - m$$

**Tabla 2.** Determinación de la capacidad calorífica del caucho.

Parámetros	Valor registrado
Masa del vaso interno del calorímetro ( $m_1$ )	
Masa del vaso interno del calorímetro + agua ( $m_2$ )	
Temperatura del agua ( $T_a$ )	
Masa del caucho (m)	
Temperatura del caucho ( $T_i$ )	
Temperatura de mezcla ( $T_f$ )	



**Tabla 3.** Determinación de la capacidad calorífica de la madera de pino.

Parámetros	Valor registrado
Masa del vaso interno del calorímetro ( $m_1$ )	
Masa del vaso interno del calorímetro + agua ( $m_2$ )	
Temperatura del agua ( $T_a$ )	
Masa de la madera de pino ( $m$ )	
Temperatura de la madera de pino ( $T_i$ )	
Temperatura de mezcla ( $T_f$ )	

**Tabla 4.** Determinación de la capacidad calorífica de la bolsa de polietileno.

Parámetros	Valor registrado
Masa del vaso interno del calorímetro ( $m_1$ )	
Masa del vaso interno del calorímetro + agua ( $m_2$ )	
Temperatura del agua ( $T_a$ )	
Masa de la bolsa de polietileno ( $m$ )	
Temperatura de la bolsa ( $T_i$ )	
Temperatura de mezcla ( $T_f$ )	

La capacidad calorífica específica del material sólido se determina mediante la siguiente fórmula:

$$C = - \frac{((Ma+K)(Ca)(T_f - T_a))}{m(T_f - T_i)}$$

Donde:

$C_a$  = capacidad calorífica específica del agua =  $1 \frac{\text{cal}}{\text{g}^\circ\text{C}}$

K = valor promedio del equivalente en agua del calorímetro (g)

$M_a$  = masa de agua utilizada dentro del vaso interno del calorímetro (g)

Una vez determinado el valor promedio de la capacidad calorífica específica de cada uno de los residuos sólidos, comparar los resultados obtenidos con los reportados en la literatura.

### **TRATAMIENTO DE RESIDUOS**

En esta práctica no hay generación de residuos peligrosos.

### **CUESTIONARIO**

1. ¿Qué es un residuo industrial?
2. ¿Qué es el poder calorífico de un residuo?
3. ¿Cuál es la diferencia entre capacidad calorífica y calor específico?
4. ¿Qué otros métodos se pueden utilizar para determinar la capacidad calorífica de un residuo sólido?
5. Después de haber realizado el experimento, ¿qué ventajas o desventajas considera que posee el método utilizado para determinar la capacidad calorífica específica de cada uno de los residuos sólidos?
6. ¿Qué es el equivalente en agua del calorímetro? ¿De qué depende su valor?
7. ¿Por qué debe determinarse el equivalente en agua del calorímetro?
8. ¿Existe diferencia entre los valores obtenidos y los reportados en la literatura? ¿Por qué?
9. Describir brevemente un método de incineración de residuos industriales y mencionar dos ejemplos en donde se utilicen residuos industriales como fuente de energía alterna.
10. ¿Qué ventajas y desventajas se tienen al usar residuos industriales como fuente de energía alterna?

**REFERENCIAS**

1. Jiménez, B.E. (2006). *La contaminación ambiental en México: causas, efectos y tecnología aplicada*. México. Editorial Limusa.
2. Silvester, S. y Sarges, R. (2015). Determinación del equivalente en agua de un calorímetro. Recuperado el 26 de junio del 2016, de [http://www.fro.utn.edu.ar/repositorio/catedras/basicas/fisica2/files/EQUIVALENTE\\_EN\\_AGUA\\_CALORIMETRO.pdf](http://www.fro.utn.edu.ar/repositorio/catedras/basicas/fisica2/files/EQUIVALENTE_EN_AGUA_CALORIMETRO.pdf).
3. Tchbanoglous, G. & Kreith, F. (2002). *Handbook of Solid Waste Management*. 2<sup>nd</sup> edition. New York. Mc Graw-Hill. Volume II.

## ***b) Determinación de las características de peligrosidad de un residuo***

### **OBJETIVO ACADÉMICO**

Determinar las características de peligrosidad: corrosividad, reactividad e inflamabilidad de un residuo, de acuerdo con la legislación vigente en la materia.

### ***INTRODUCCIÓN***

Los residuos peligrosos en México son generados a partir de una amplia gama de actividades industriales, de la agricultura, así como de las actividades domésticas. Los procesos industriales generan una variedad de residuos con naturaleza sólida, pastosa, líquida o gaseosa, que puede contar con alguna de las siguientes características: corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas y pueden presentar riesgos a la salud humana y al ambiente; así mismo, existen otras fuentes que generan residuos peligrosos, como los hospitales, el comercio y la minería.

Los riesgos al medio ambiente y a la salud causados por los residuos peligrosos son un foco de atención, no sólo en México, sino a nivel mundial, que ha propiciado que se generen disposiciones regulatorias (leyes, reglamentos y normas), que establecen pautas de conducta a evitar y medidas a seguir para lograr dicho manejo seguro a fin de prevenir riesgos, a la vez que fijan límites de exposición o alternativas de tratamiento y disposición final para reducir su volumen y peligrosidad.

La Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos (LGPGIR) define residuo peligroso (RP) a aquellos que posean algunas de las características de corrosividad, reactividad, explosividad, toxicidad, inflamabilidad o que contengan agentes infecciosos que les confieran peligrosidad; así como envases, recipientes, embalajes y suelos que hayan sido contaminados cuando se transfieran a otro sitio.

Tal como se desprende de la definición planteada, es difícil definir con precisión cuál es el

límite que separa a un residuo peligroso de otro que no lo es. Sin embargo, las Normas Oficiales Mexicanas (NOM) son los instrumentos específicos para clasificarlos. El poder determinar con precisión estas características permiten el manejo seguro de un residuo peligroso.

### EQUIPO Y MATERIALES

#### Determinación de reactividad

Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
2	Mangueras	1	Matraz de 100 mL
1	Embudo de adición con brazo igualador de presión	1	Pipeta graduada de 1 mL
1	Probeta de 100 mL	2	Matraces de 2 bocas de 125 mL (14/35) fondo plano
1	Medidor de flujo de mercurio	3	Pipetas Pasteur
1	Soporte universal	1	Termómetro (-10 a 110°C)
1	Agitador	1	Parafilm
1	Pinzas de tres dedos con nuez	1	Matraz Kitasato
1	Tapón septum 14/35	1	Embudo Büchner
1	Tubo de desprendimiento con tapón esmerilado	1	Estufa

#### Determinación de inflamabilidad

Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
1	Equipo de prueba Pensky-Martens de copa cerrada	2	Pinzas de Morh
1	Termómetro digital portátil	1	Manguera de hule
2	Vasos de precipitados de 100 mL	1	Soporte universal
1	Probeta de 50 mL	1	Pinzas de tres dedos c/nuez
1	Agitador mecánico	---	Algodón
1	Reóstato		

**Determinación de corrosividad**

Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
2	Probetas de acero tipo SAE 1020	3	Pinzas de Morh
1	Reóstato	1	Conexión Quifick
2	Soportes universales	1	Refrigerante de vidrio
1	Embudo de vidrio	2	Mangueras de hule
1	Vaso de precipitados de 1000 mL	1	Agitador de vidrio
1	Probeta de 50 mL	1	Termómetro de 0 - 100 °C
1	Agitador mecánico	---	Algodón
1	Equipo para determinar la corrosión	1	Lija
1	Recirculador de agua		

**REACTIVOS**

**Determinación de reactividad**

Cantidad	Reactivos
20 mL	Solución de acetato de plomo (II) Q.P. ( $Pb(C_2H_3O_2)_2$ )
20 mL	Solución de sulfato ferroso Q.P. ( $FeSO_4$ )
---	Nitrógeno gas ( $N_2$ )
5 mL	Ácido sulfúrico concentrado Q.P. ( $H_2SO_4$ )
1 g	Sulfuro de sodio Q.P. ( $Na_2S$ )
1 g	Cianuro de sodio Q.P. ( $NaCN$ )
100 mL	Agua destilada

**Determinación de inflamabilidad**

Cantidad	Reactivos
75 mL	<i>p</i> -Xileno ( $C_8H_{10}$ ) Densidad relativa 15.56/15.56 : 0.860 mín. – 0.866 máx.
75 mL	Alcohol butílico Q.P. ( $CH_3CH_2CH_2CH_2OH$ )
75 mL	Ciclohexanol Q.P. ( $C_6H_{12}O$ )

### Determinación de corrosividad

Cantidad	Reactivos
500 mL	Ácido sulfúrico 10% (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

Llevar a cabo los procedimientos para determinar algunas características de peligrosidad a un residuo; éstos se apegan a las normas mexicanas vigentes.

#### 1. Identificación de sulfuros y cianuros

❖ Preparar soluciones para identificación de sulfuros:

- 250 mL de una solución 0.05 M de sulfuro de sodio.
- 100 mL de una solución 0.005 M de ácido sulfúrico.
- 100 mL de una solución 0.005 M de acetato de plomo (II).

❖ Preparar soluciones para identificación de cianuros:

- 250 mL de una solución 0.05 M de cianuro de sodio.
- 100 mL de una solución 0.005 M de ácido sulfúrico.
- 100 mL de una solución 0.005 M de sulfato ferroso.

**Nota:** A continuación, se describe el procedimiento para la determinación de sulfuros, para la determinación de cianuros, se seguirán los mismos pasos haciendo el remplazo de la solución de sulfuro por la de cianuro y la solución de acetato de plomo (II) por la de sulfato ferroso.

❖ Procedimiento:

- En un matraz de 125 mL de dos bocas (14/35) adicionar 2 mL de sulfuro de sodio 0.05 M.
- En un embudo de adición con brazo igualador de presión, colocar 20 mL de solución 0.005 M de ácido sulfúrico.

- c) Colocar el embudo de adición sobre una de las bocas del matraz como se muestra (**Figura 1**) con la ayuda de juntas y mangueras, sobre el agitador mecánico.



**Figura 1.** Embudo de adición y matraz de dos bocas.

- d) Conectar el medidor de flujo de mercurio al otro extremo del embudo de adición (revisando que no existan fugas).
- e) Dejar pasar la corriente de nitrógeno para crear la atmósfera inerte.
- f) En otro matraz de dos bocas (14/35) colocar 20 mL de una solución de acetato de plomo (II) 0.005 M.
- g) Introducir una pipeta Pasteur dentro de una boca del matraz que contiene el acetato de plomo (II) con la ayuda de un tapón septum y parafilm (**Figura 2**).



**Figura 2.** Conexión de la pipeta Pasteur con el matraz de dos bocas.

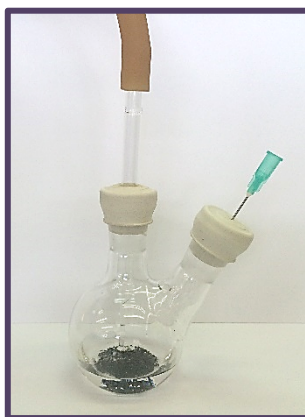


- h) Conectar los dos matraces a través de juntas esmeriladas y mangueras. Asegurarse de no tener fugas (**Figura 3**).

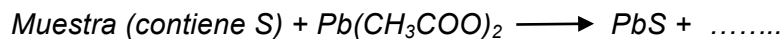


**Figura 3.** Montaje del equipo.

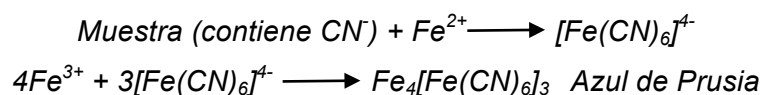
- i) Abrir la corriente de nitrógeno (ajustar el flujo a 60 mL/min, para asegurar la ausencia de oxígeno) y deje fluir el gas por lo menos 3 minutos.
- j) Comenzar la agitación del matraz.
- k) Agregar el ácido sulfúrico gota a gota al matraz 1.
- l) Observar el matraz 2, la solución es incolora y un poco turbia.
- m) Continuar agregando el ácido y observar la aparición de un precipitado de color negro dentro del matraz 2. Continuar la adición hasta terminar los 20 mL de ácido sulfúrico.
- n) La presencia de un precipitado negro indicará la formación de sulfuro de plomo (II), lo que significa que el  $H_2S$  liberado del residuo ha reaccionado y la presencia de sulfuro en la muestra original (**Figura 4**).



**Figura 4.** Precipitado de PbS.



**Nota:** Para el caso de la determinación de cianuros, se observará la formación de ferrocianuro férrico, el cual tendrá la tonalidad azul característica de este compuesto.



- o) Finalizada la adición de la solución de ácido sulfúrico, desconectar el flujo de nitrógeno.
- p) Detener la agitación y cuidadosamente desarmar el equipo.
- q) Filtrar el precipitado obtenido al vacío.
- r) Introducir el papel filtro que contendrá el precipitado a la estufa por 20 min a temperatura de 60°C.

**TABLA DE RESULTADOS**

Registrar los valores obtenidos en la tabla siguiente:

Peso papel filtro PF (g)	Peso papel filtro con el precipitado después de la mufla PFDM (g)	Peso del precipitado PPF-PFDM (g)

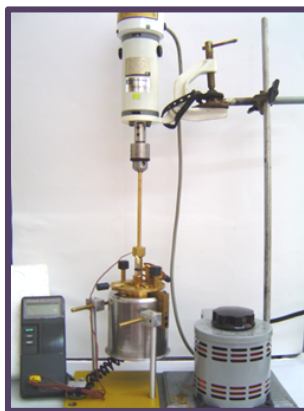
**Cálculos**

Con los datos del peso de PFDM, calcular el peso del compuesto de azufre presente en la muestra original.

## 2. Determinación de inflamabilidad

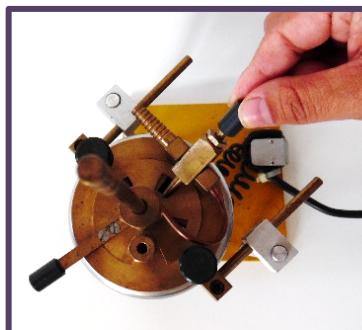
**Nota:** Todas las determinaciones deberán efectuarse en aparatos previamente calibrados.

- ❖ Calibración del equipo Pensky-Martens de copa cerrada (**Figura 5**).
  - a) Limpiar perfectamente la copa del equipo y los accesorios (propela, tapa, capilar, etc.).
  - b) Introducir la propela a la tapa del equipo.
  - c) Ajustar la propela de agitación del equipo Pensky-Martens, al agitador mecánico, con la ayuda de las pinzas de tres dedos, verificar que esté bien asegurada y alineada.
  - d) Sujetar el agitador con la ayuda de las pinzas de Morh, al soporte universal, poner especial atención en la altura apropiada para permitir introducir la propela al equipo de copa cerrada.
  - e) Colocar 75 mL de *p*-xileno dentro de la copa del equipo.
  - f) Colocar la copa dentro del equipo y cerrar con la tapa, la cual contendrá ya a la propela. Poner atención en nivelar la tapa al equipo y cerrar herméticamente con la ayuda de los tornillos del equipo.
  - g) Ajustar la altura del capilar de la copa de forma tal que esté en contacto con la muestra.
  - h) Ajustar la altura de la propela con la ayuda del soporte y las pinzas de Morh, verificar que no roce el fondo de la copa y se encuentre por debajo del nivel del capilar. Debe asegurarse que la agitación de la muestra sea de arriba hacia abajo.
  - i) Colocar dentro del capilar el termopar, previamente conectado al termómetro digital.
  - j) Conectar el equipo al suministro de gas LP.
  - k) Conectar el equipo Pensky-Martens al reóstato.
  - l) Encender el agitador mecánico y ajustar su velocidad entre 90-120 rpm.



**Figura 5.** Montaje del equipo.

- m) Encender la llama de prueba y ajustar su tamaño (4 mm de diámetro).
- n) Encender el reóstato y comenzar a calentar la muestra lentamente.
- o) Aplicar la llama de prueba (**Figura 6**) cuando la temperatura se encuentre a 10°C debajo del punto de inflamabilidad reportado del *p*-xileno y a partir de ésta, se aplica por cada incremento de 1°C.



**Figura 6.** Llama de prueba.

- p) Cuando la aplicación de la llama de prueba provoca una inflamación franca en la copa, registrar la temperatura leída con el termómetro, la cual se toma como el punto de inflamabilidad. No confundir el punto de inflamabilidad verdadero con el halo azuloso que envuelve a veces a la llama de prueba y que precede el punto de inflamabilidad verdadero.
- ❖ Determinación del punto de inflamabilidad.
    - a) Determinar el punto de inflamabilidad por duplicado de la muestra problema.
    - b) Para la determinación seguir el mismo procedimiento realizado para la calibración del equipo (**Figura 5**).

**TABLA DE RESULTADOS**

Registrar los valores obtenidos en la tabla siguiente:

Muestra	P.I. °C (literatura)	P.I. °C (observado)	P.I. °C (corregido)	Promedio

## Cálculos

Registrar el valor de la presión barométrica ambiental en el momento de la prueba, si la presión difiere de 760 mm de Hg, se debe corregir el punto de inflamabilidad de la siguiente forma:

$$P.I._{(real)} = P.I._{(observado)} + 0.033 * (760 - P)$$

P.I. = Punto de inflamabilidad en °C.

P = Presión barométrica ambiental en mm Hg.

Anotar el punto de inflamabilidad (P.I.) redondeando el resultado a 0.5°C.

### 3. Determinación de corrosividad

#### ❖ Preparación de las probetas

- a) Utilizar para cada determinación dos probetas calibradas (**Figura 7**), una que servirá de blanco y la otra será la que se someta a la prueba, esto se realizará para evitar error en los cálculos, al momento de la determinación.



**Figura 7.** Probetas.

- b) Calcular la superficie total de una probeta circular con la siguiente fórmula:

$$A = 3.14 / 2 * (D^2 - d^2) + (t) * (3.14) * (D) + (t) * (3.14) * (d)$$

Donde:

t = espesor (mm).

D = diámetro de la probeta (mm).

d = diámetro de la perforación para el montaje (mm).

- ❖ Limpieza de las probetas
  - a) Para obtener resultados uniformes, la capa superficial de metal debe removerse de las probetas antes de efectuar la prueba, se sugiere realizar un lijado de aproximadamente 0.2 mm.
  - b) Una vez removida la capa superficial, lavar la probeta con agua, seguido de un lavado con acetona o metanol y secar al aire.
  - c) La probeta limpia debe conservarse en un desecador hasta su utilización.
  
- ❖ Cálculo del volumen de la solución
  - a) La relación mínima del volumen de la solución al área de la probeta que debe utilizarse en esta prueba es de 40 mL/cm<sup>2</sup>.
  - b) Preparar una solución de ácido sulfúrico al 10% vol. (de acuerdo con el volumen indicado en la relación anterior).
  
- ❖ Determinación de la corrosividad de la muestra problema
  - a) Pesar las probetas.
  - b) Montar el equipo de prueba (**Figura 8**).
    - i. Introducir, a la tapa de equipo, el agitador y el soporte de probetas junto con la probeta prueba, teniendo cuidado de que ésta no se caiga.
    - ii. Ajustar el agitador mecánico, teniendo cuidado que éste quede bien asegurado y alineado.
  - c) Sujetar el agitador, con ayuda de las pinzas de Morh, al soporte universal, poner especial atención en la altura apropiada para poder introducir la propela al equipo y para que la probeta del fondo se encuentre en contacto con la solución.
  - d) Colocar el termómetro dentro del equipo, asegurando que se encuentre en contacto con la solución.

- e) Colocar la solución de ácido preparada, a través de una de las bocas esmeriladas del equipo, con la ayuda de un embudo.
- f) Verificar que tanto la altura del agitador, el soporte de la probeta y el termómetro no rocen el fondo del equipo. Debe asegurarse una agitación de arriba hacia abajo.
- g) Colocar el refrigerante con sus mangueras.



**Figura 8.** Montaje del equipo.

- h) Iniciar el calentamiento y la agitación ajustando la velocidad a 60 rpm.
- i) Elevar la temperatura de la solución hasta 55°C y mantenerla.

**Nota:** *Se requiere determinar si la velocidad de corrosión es mayor de 6.35 mm/año, la prueba se realizará en un lapso de 3 h y se extrapolarán los resultados.*

- ❖ Limpieza final de las probetas.
  - a) Con el fin de determinar con precisión la cantidad de pérdida de material debido a la corrosión, las probetas deben limpiarse de la misma forma como al inicio (después de la inmersión) y antes de pesarlas. El proceso de limpieza debe eliminar todos los productos de corrosión sin que se pierda metal sin atacar.
  - b) Se lijará otra vez la superficie de la probeta, teniendo cuidado de no eliminar metal sin correr, este mismo procedimiento se realizará también a la probeta blanco y su pérdida debe restarse de la que se obtiene para la probeta prueba.

- ❖ Determinación de la pérdida de peso del material.
  - a) Después de que las probetas se hayan limpiado y secado se vuelven a pesar. La pérdida de peso se considera como principal manifestación de la corrosión.

**TABLA DE RESULTADOS**

Registrar los valores obtenidos en la tabla siguiente:

Probeta	Peso inicial (g)	Peso final (g)	Pérdida de peso (g)
Prueba			
Blanco			

**Cálculos**

Para el cálculo de la velocidad de corrosión utilizar la siguiente fórmula:

$$Velocidad\ de\ corrosión = \frac{Pérdida\ de\ peso \times 11.145}{Área \times Tiempo}$$

Donde:

La pérdida de peso se expresa en miligramos (mg).

El área se expresa en centímetros cuadrados (cm<sup>2</sup>).

El tiempo se expresa en horas (h).

La velocidad de corrosión, en milímetros por año (mm/año).



**TABLA DE RESULTADOS**

Registrar los valores obtenidos en cada uno de los experimentos anteriores en las tablas siguientes:

**Determinación de reactividad**

Muestra	Contenido de sulfuro (g)
Muestra	Contenido de cianuro (g)

**Determinación de inflamabilidad**

Muestra	Punto de inflamabilidad (°C)

**Determinación de corrosividad**

Muestra	Velocidad de corrosión (mm/año)

**TRATAMIENTO DE RESIDUOS**

Residuo	Tratamiento
Mezcla de reacción	Neutralizar y desechar al drenaje.
Prueba de presencia de sulfuros	Filtrar y recuperar el PbS para su posterior uso, desechar la solución neutra al drenaje.

Residuo	Tratamiento
Ácido acético diluido	Neutralizar y desechar al drenaje.
Prueba de presencia de cianuros	Filtrar y recuperar el complejo de hierro para enviar a confinamiento, desechar la solución neutra.
<i>p</i> -xileno	Purificar para su posterior uso.
n-butanol	Purificar para su posterior uso.
Ac. sulfúrico diluido	Neutralizar y desechar al drenaje.

### CUESTIONARIO

1. A partir de los datos experimentales, determinar si su muestra (residuo) es considerada como residuo peligroso. ¿Por qué?
2. Para cada una de las determinaciones realizadas, mencionar al menos 2 parámetros que pueden influir en el resultado de la prueba.
3. Para el caso de reactividad de un residuo, según la definición, ¿qué otra prueba sugeriría realizar?
4. Describir las reacciones para la identificación del  $S^{2-}$  y  $CN^-$ , respectivamente, en la prueba de reactividad.
5. ¿Por qué se debe utilizar un blanco en la prueba de corrosión?
6. Explicar el fenómeno de pasividad.
7. ¿Por qué es importante la calibración de los equipos utilizados?
8. ¿Qué pasaría si en lugar de utilizar el *p*-xileno usáramos la mezcla de isómeros?
9. Para el caso de toxicidad de un residuo, según la definición, ¿qué prueba sugeriría realizar?
10. ¿Cuáles son las características que hacen a un residuo peligroso biológico infeccioso?

## REFERENCIAS

1. Diario Oficial de la Federación (DOF) (2003). Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos (LGPGIR). Última reforma publicada DOF 22-05-2015. México.
2. Diario Oficial de la Federación (DOF) (2006). Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005, Que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de los residuos peligrosos. México.
3. Diario Oficial de la Federación (DOF) (2008). Norma Mexicana NMX-AA-001-SCFI-2008, Residuos líquidos y/o soluciones acuosas-corrosividad al acero al carbón. México.
4. Diario Oficial de la Federación (DOF) (2012). Norma Mexicana NMX-AA-037-SCFI-2006, Residuos líquidos - Determinación de inflamabilidad en copa cerrada – Método de prueba. México.

## ***CUIDADO DEL AMBIENTE***

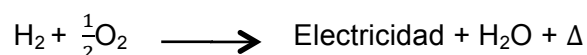
### ***Generación de hidrógeno como alternativa de energía limpia***

#### **OBJETIVO ACADÉMICO**

Conocer los principios básicos de una celda de combustible y su funcionamiento de la misma, como una alternativa de energía limpia.

#### ***INTRODUCCIÓN***

Una celda de combustible es un dispositivo electroquímico que combina hidrógeno y oxígeno para producir electricidad, teniendo agua y calor como subproductos.



Teniendo claro que siempre que se suministre combustible, la celda continuará generando energía y puesto que la conversión de combustible a energía se lleva a cabo a través de un proceso electroquímico, y no de combustión, el proceso es limpio y altamente eficiente, siendo éste dos o tres veces más eficiente que la quema de combustible.

En los últimos años, el importante desarrollo experimentado por las celdas de combustible ha permitido que esta tecnología sea utilizada en una gran cantidad de formas, por ejemplo, transporte, aplicaciones portátiles y generación de energía.

En el experimento propuesto, los gases hidrógeno y oxígeno se generan en dos electrodos separados, por electrólisis de una solución saturada de sulfato de potasio.

**EQUIPO Y MATERIALES**

Cantidad	Equipo	Cantidad	Equipo
1	Pipeta graduada de 5 mL	2	Cables conductores tipo caimán
1	Vaso de precipitados de 10 mL	1	Pila de 9 V
2	Tubos de vidrio de 6 x 80 mm	1	Foco LED
2	Tapones de corcho para los tubos de vidrio de 6 mm de diámetro	2	Lijas
1	Vaso de precipitados de 50 mL	1	Clavo para concreto de 8 x 5 mm
2	Puntillas de grafito de 3.2 x 80 mm	1	Martillo

**REACTIVOS**

Cantidad	Reactivos
1 g	Sulfato de potasio Q.P. ( $K_2SO_4$ )
---	Agua destilada

**DESARROLLO EXPERIMENTAL**

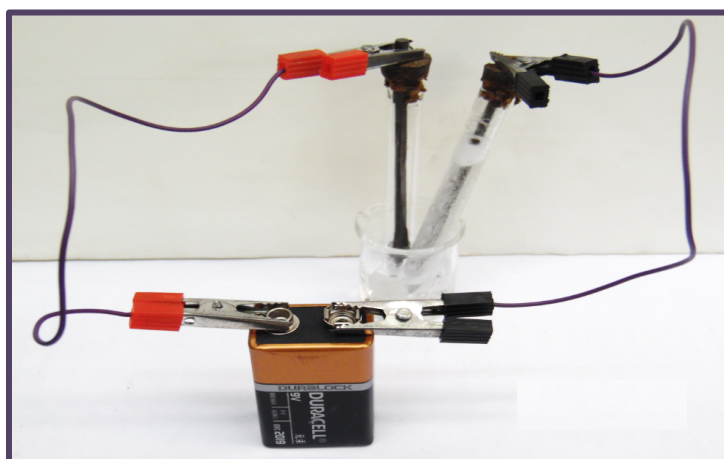
**1. Preparación de la disolución saturada de sulfato de potasio**

- a) Pesar 0.5 g de sulfato de potasio y colocarlos en el vaso de precipitados de 25 mL.
- b) Agregar agua destilada poco a poco, hasta disolver por completo el sulfato de potasio.

**Nota:** Antes de llevar a cabo la generación de hidrógeno, los tapones de corcho deben perforarse con ayuda del clavo para concreto; seguido de eso, las puntillas de grafito deben lijarse hasta obtener un diámetro tal que puedan entrar perfectamente por el orificio del tapón.

## 2. Generación de hidrógeno

- a) Adicionar al vaso de precipitados de 10 mL, 2 mL de la solución saturada de sulfato de potasio ( $K_2SO_4$ ), preparada previamente.
- b) Tapar cada uno de los tubos de vidrio con los corchos previamente perforados e insertar una varilla de grafito a través de cada uno.
- c) Llenar los tubos con solución saturada de  $K_2SO_4$  y sumergir los tubos en el vaso que contiene la solución saturada de  $K_2SO_4$ .
- d) Conectar los dos polos de grafito a una batería de 9 V y realizar la electrólisis de agua durante 1 minuto (**Figura 1**).
- e) Identificar los gases generados en cada polo. El tubo donde se observa la aparición de más cantidad de gas es el polo donde se genera  $H_2$  (reducción); mientras que el tubo que presenta una menor generación de gas es el polo donde se genera  $O_2$  (oxidación).
- f) Desconectar la batería.
- g) Conecte el polo de  $H_2$  al polo negativo de un foco LED y el polo de  $O_2$  al polo positivo del mismo (**Figura 2**).
- h) Observar el cambio en el foco LED (**Figura 3**).



**Figura 1.** Generación de hidrógeno y oxígeno.

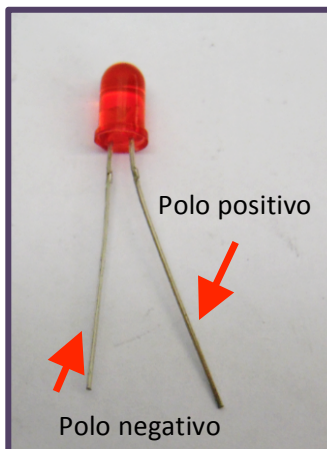


Figura 2. Foco Led.

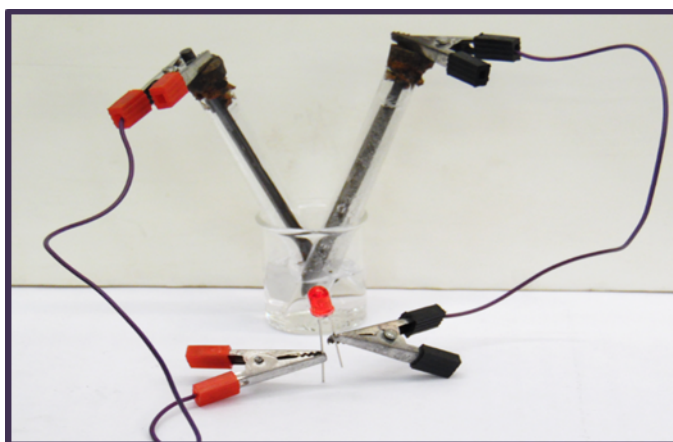


Figura 3. Celda combustible.

### REACCIONES

Escribir las reacciones llevadas a cabo durante el experimento.

### TRATAMIENTO DE RESIDUOS

Residuo	Tratamiento
Sulfato de potasio en solución.	Guardar para su posterior uso.

### CUESTIONARIO

1. ¿Qué es una celda de combustible?
2. Mencionar 3 tipos de celdas combustibles y sus principales diferencias.
3. ¿Qué ventajas y desventajas tiene?
4. ¿Qué variables afectan su funcionamiento?
5. ¿Por qué es necesaria la solución de sulfato de potasio?
6. ¿Qué gas se genera en el polo positivo dentro de la solución de  $K_2SO_4$ ? Escribir la ecuación que lo describa.
7. ¿Qué gas se genera en el polo negativo dentro de la solución de  $K_2SO_4$ ? Escribir la ecuación que lo describa.
8. ¿Qué se observa después de conectar los dos polos al LED?
9. Mencionar una aplicación de las celdas de combustible.
10. ¿Cuál es la diferencia entre una pila y una celda combustible?

### REFERENCIAS

1. Ibáñez, J.G.; Hernández-Esparza, M.; Doria-Serrano, C.; Fregoso-Infante, A. & Singh, M.M. (2008). *Environmental Chemistry: Microscale Laboratory Experiments*. NY, USA. Springer Science+Business Media, LLC.
2. Ramos, A. (2014). Química y energía. En: Calles, A.G. (Ed), *Bioenergía, química y energía sostenible*. Colección Sello de Arena. Vol. 16 (pp.36-68). México. UNAM. Terracota.
3. Ruiz, J.C.; Peña-Martínez, J.; Marrero, D.; Pérez, D.; Núñez, P.F.; Ballesteros, B.; ...; Gómez-Romero, P. (2006). Pilas combustibles. *Anales de la Real Sociedad Española de Química*, 102(3), 22-30.



*Química Ambiental. Experimentos*  
es una obra editada por la Facultad de Química.

La publicación de esta obra fue posible gracias al apoyo  
de la Coordinación de Comunicación,  
a través del Departamento Editorial.

El cuidado de la edición estuvo a cargo de  
M en C Brenda Álvarez Carreño

**Publicación autorizada por el Comité Editorial  
de la Facultad de Química**

Noviembre de 2019



**Química Ambiental**  
**Clave: 0033**  
**Terminal y de especialización**

