

**UNIVERSIDAD MAYOR DE SAN ANDRÉS**  
**FACULTAD DE CIENCIAS PURAS Y NATURALES**  
**CARRERA DE CIENCIAS QUÍMICAS**



**RECICLADO DE RESIDUOS QUÍMICOS Y DETERMINACIÓN DE  
CROMO EN TINTAS**

**PRESENTADO POR:**

**LIDIA QUISPE CHAMBI**

**PARA OBTENER AL TÍTULO DE LICENCIATURA EN CIENCIAS QUÍMICAS**

**ASESORARES: Ph. Dra. Patricia Mollinedo**

**TRIBUNALES: Dr. en Ph. Mauricio Peñarrieta.**

**JUNIO DE 2012**

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco de todo corazón a mi familia, Madrina y la familia Vargas por su cariño y apoyo incondicional, quienes me llevaron a concluir esta meta trazada. A mis padres Pedro Quispe Ticona y Secundina Chambi de Quipe por darme la vida, a mis hermanos Gumer, Ismael, Bertha, Herminia y Nelson por creer en mí. A mi Madrina María Paulina Magnani de Valvet quien me enseñó a luchar por lo que uno quiere con perseverancia y paciencia, A la familia Vargas quienes con su ejemplo de vida y generosidad me llevaron siempre hacia adelante.

## RESUMEN

En el desarrollo de la práctica profesional llevadas a cabo en la Empresa Control Experto, se desarrollaron dos actividades:

Se aplicó técnicas de cromatografía para reciclar residuos químicos, como solventes orgánicos, generados por el proceso de impresión, a los que se dedica la empresa mencionada. Para éste propósito se desarrolló un proceso de destilado fraccionado apropiado para la recuperación de solvente. Y cromatografía en capa fina y columna al vacío (VLC-AcOEt-MeOH) en orden creciente de polaridad para la purificación.

Y como segunda tarea el análisis cualitativo y cuantitativo inorgánico del compuesto organometálico mostró que la tinta está en 16.604g/100mL y el componente inorgánico es del 8,80 %. La marcha analítica cualitativa evidenció presencia de cationes de cromo en la tinta patrón (TP), tinta recuperada por cromatografía (TRC), tinta residuo (TR) y componente no deseado en la tinta (CNT). El análisis cuantitativo del cromo por Absorción Atómica (AA) muestra mayor concentración en las muestras recuperada por cromatografía TRC con 1,03%Cr y tinta residuo TR con 0,37%Cr.

## TABLA DE CONTENIDOS

	PÁGINAS
<b>CAPÍTULO I</b>	
1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 CROMATOGRAFÍA.....	4
2.2 DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA CROMATOGRAFÍA.....	4
2.2.1 Clasificación de los métodos cromatográficos.....	5
2.2.2 Cromatografía de elusión en columna.....	5
2.2.3 Cromatografía de elusión en columna.....	5
2.3 CROMO.....	6
2.3.1 Características fisicoquímicas.....	6
2.3.2 Derivados del Cromo (III).....	6
2.3.3 Derivados de Cromo (VI).....	7
2.3.4 Química Ambiental.....	7
2.3.5 Sales de cromo.....	8
<b>CAPITULO II</b>	
3. OBJETIVOS.....	9
a. OBJETIVO GENERAL.....	9
b. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	9
<b>CAPÍTULO III</b>	
4 .PARTE EXPERIMENTAL.....	
4.1 SEPARACIÓN DE LA TINTA RESIDUO (TR) DE SUS SOLVENTES ORGÁNICOS.....	10
4.1.1 Procedimiento.....	10
4.2 PURIFICACIÓN DEL TINTE RESIDUO.....	10
4.2.1 Material y Reactivos.....	10
4.2.2 Identificación del componente no deseado de la tinta por (TLC).....	10
4.2.3 Procedimiento.....	10
4.2.4 Separación de los componentes no deseados en la (TR) por (C.C).....	10

4.2.5 Procedimiento.....	11
<b>4.3. IDENTIFICACIÓN DE Cr EN LAS MUESTRAS DE TINTAS.....</b>	<b>12</b>
4.3.1 Material y reactivos.....	12
4.3.2 Determinación cualitativa y cuantitativa del cromo en las tintas.....	13
4.3.3 Procedimiento.....	13
4.3.4 Determinación cualitativa del cromo.....	13
<b>4.4 CUANTIFICACIÓN DE Cr POR ABSORCIÓN ATÓMICA (AA.....</b>	<b>18</b>
4.4.1 Procedimiento.....	18
	<b>CAPÍTULO IV</b>
<b>5. CARACTERÍSTICAS DEL PROYECTO.....</b>	<b>19</b>
	<b>CAPÍTULO V</b>
<b>6. RESULTADOS Y DISCUSIONES.....</b>	<b>20</b>
	<b>CAPÍTULO VI</b>
<b>7. CONCLUSIONES.....</b>	<b>23</b>
<b>8. RECOMENDACIONES.....</b>	<b>23</b>
	<b>CAPÍTULO VII</b>
<b>9. BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>24</b>
<b>10. ANEXOS.....</b>	<b>24</b>

## 1. INTRODUCCIÓN

La modalidad de graduación directa en ciencias Químicas tiene como última materia las prácticas profesionales en Instituciones Externas al Sistema Universitario con el objeto de conocer las demandas de la sociedad.

Las sociedades modernas se caracterizan por un gran desarrollo de la actividad empresarial y por la implantación de una industria que actúa en diversos sectores para poder suministrar bienes y servicios. La sociedad durante muchos años ha demandado a la industria bienes de consumo para satisfacer sus necesidades, sin considerar las repercusiones ambientales de los procesos de extracción de la materia prima ni de los procesos de producción.

La actividad industrial, igual que cualquier actividad humana, genera una gran cantidad de residuos con incidencia en el entorno natural: aire, agua y suelo, La clasificación de los residuos industriales en varios países está dado por:

- Residuos inertes (escombros, etc.)
- Residuos asimilables a residuos urbanos
- Residuos especiales

Los residuos inertes, por sus características y composición no presentan grandes riesgos al medio ambiente ni a la sanidad animal, ni tampoco afectan a la salud humana. Estos residuos se pueden depositar, verter o almacenar sin tratamiento previo y solamente se deben colocar adecuadamente para no perturbar el espacio físico del entorno del almacenamiento. Lo integran escombros, chatarras, vidrios, cenizas, etc.

Los residuos industriales asimilables a residuos urbanos, tienen una composición fundamentalmente orgánica degradable, que permite su tratamiento con el uso de tecnologías similares a las empleadas en los procesos de tratamientos de los residuos urbanos (RU). Se generan, principalmente, en las industrias de los sectores de la alimentación, papel, cartón, plástico, textiles, maderas, gomas, etc.

Los residuos especiales o también llamados peligrosos (RP) se generan, principalmente, en actividades industriales. Poseen un potencial contaminante alto y grave riesgo para la salud humana y para el medio ambiente.

Residuos peligrosos “Residuo peligroso” es una terminología que engloba a todos los desechos de actividades productivas que pueden representar un determinado riesgo o peligro para el hombre o para cualquier otro tipo de organismo, como ya se ha expuesto anteriormente.

De acuerdo con la agencia de Protección Medioambiental (EPA) de los estados Unidos, los “residuos peligrosos” se define como residuos o combinación de residuos que presentan un determinado peligro, ya sea actual o potencial, para la salud humana o para otros organismos vivos, debido a alguno de los cuatro motivos genéricos siguientes:

- No degradabilidad y persistencia en el lugar de vertido.
- Posibilidad de efectos nocivos por efecto acumulativo.
- Posibilidad de sufrir transformaciones biológicas, con agravamiento de sus efectos.
- Contenido elevado en componentes letales.
- Los residuos pueden ser peligrosos en virtud a las siguientes circunstancias:
  - Las sustancias que los componen y su concentración
  - La forma física en que en que se presentan.

La organización Mundial de la Salud (OMS) ha definido, por el uso de contaminación en el hombre, los siguientes parámetros:

- Dosis diaria admisible por ingestión (mg/día),
- Dosis semanal tolerable (mg/7 días),
- Varios umbrales límite: concentración límite en el aire y en el puesto de trabajo, en  $\text{mg}/\text{m}^3$  y ppm.

Por el efecto del crecimiento industrial en las ciudades de LaPaz y el Alto, se han venido incrementando en los últimos años los impactos sobre los factores agua, aire y suelo debido a las características de cada sector industrial.

Respecto al factor aire específicamente, tanto el incremento del parque automotor como el de las actividades industriales han causado un incremento paulatino de las emisiones a la atmósfera de compuestos que resultan dañinos tanto al sistema ecológico urbano como también al incremento del efecto invernadero a escala global.

Desde ese punto de vista industrial, las emisiones de gases de combustión (altamente dependientes del tipo de combustible utilizado) y compuestos orgánicos volátiles (COV's) son las que representan el mayor impacto a la atmósfera. Particularmente, los COV's

resultan ser los precursores de las formaciones de ozono troposférico por efecto de cinética fotoquímica<sup>1</sup>. La formación de ozono, resulta de la combinación (en términos generales) de COV's, óxidos de nitrógeno y radiación.

A partir del año 2002, La fundación de Swisscontact ha implementado tanto en las ciudades de El Alto y de La Paz, la Red de Monitoreo de Calidad del Aire, Red MONICA. Esta red de Monitoreo periódicamente mediante un sistema pasivo las concentraciones de ozono y NO<sub>2</sub> presentes en el aire. Se ha verificado, por ejemplo, que existe valores elevados de ozono, como los COV's provenientes de procesos industriales, genera un efecto de reducción del impacto de las actividades industriales en el medio ambiente.

En la actualidad, en la mayor parte de los sectores industriales de nuestro país, no existen tecnologías y el problema es más de capacidad de invertir de las empresas y de formación en los distintos grupos de trabajadores que de otro tipo. Muchas empresas de alguna manera están reduciendo llamativamente la emisión de contaminantes y la generación de residuos ahorrándose así mucho dinero.

Pero al final de los procesos industriales siempre se generan más o menos residuos. Con la tecnología actual que se pretende proponer una tecnología a objeto de reducir el impacto negativo del contaminante a prácticamente cero. Dentro de un costo económico proporcionado. Esto se consigue con diversos procedimientos, dependiendo de cuál sea el tipo de residuo. Así tenemos: Tratamientos físicos, químicos. Estos tratamientos consisten en someter al residuo a procesos físicos (filtrados, centrifugado, decantado, etc.); o químicos (neutralizaciones, reacciones de distinto tipo). De esta forma se conseguirá transformar el producto toxico o residuo en otro que lo son menos y además usar como materia prima en este caso recuperación de solventes y este no sea un problema para la sociedad.

## 2 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 CROMATOGRAFÍA.

La cromatografía es un poderoso método de separación que tiene aplicación en todas las ramas de la ciencia. La cromatografía fue inventada y denominada así, a principios del siglo XX por el botánico ruso Mikhail Tswett. El empleó la técnica para separar varios pigmentos vegetales, tales como las clorofilas y xantofilas haciendo pasar estos compuestos a través de una columna de vidrio rellena con carbonato de calcio finamente dividido. Las especies separadas aparecían como bandas coloreadas en la columna, lo que justifica el nombre que eligió para el método (del griego chroma que significa color, graphein que significa escribir).

Las aplicaciones de la cromatografía han aumentado en gran manera en los últimos cincuenta años, debido, no sólo al desarrollo de nuevos y diversos tipos de técnicas cromatográficas, sino también a las necesidades crecientes, por parte de los científicos, de mejores métodos para la caracterización de mezclas complejas. El tremendo impacto de esos métodos en la ciencia se confirmó al otorgarle el Premio Nobel de 1952 a A.J.P. Martin y R.L.M. Syngé por sus descubrimientos en este campo. Más impresionante es, quizás, la lista de doce Premios Nobel concedidos entre 1937 y 1972, los cuales en trabajos en los que la cromatografía tenía un papel vital; hoy por hoy, indudablemente, esta lista ha aumentado.

### 2.2 DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA CROMATOGRAFÍA

La cromatografía agrupa un conjunto importante y de métodos, que permite a los científicos separar componentes estrechamente relacionados en mezclas complejas, lo que en muchas ocasiones resulta imposible por otros medios. En todas las separaciones cromatográficas, la muestra se desplaza con una fase móvil, que puede ser un gas, un líquido. Esta fase móvil se hace pasar a través de una fase estacionaria con la que es inmisible, y que se fija a una columna o a una superficie sólida. Las dos fases se eligen de tal forma, que los componentes de la muestra se distribuyen de modo distinto entre la móvil y la fase estacionaria. Aquellos componentes que son fuertemente retenidos por la fase estacionaria se mueven lentamente con el flujo de la fase móvil; por el contrario, los componentes que se unen débilmente a la fase estacionaria, se mueven con rapidez. Como consecuencia de la distinta movilidad, los componentes de la muestra se separan en bandas o zonas discretas que pueden analizarse cualitativa y/o cuantitativamente<sup>2</sup>.

### **2.2.1 Clasificación de los métodos cromatográficos**

Los métodos cromatográficos se pueden clasificar de dos modos distintos. El primero de ellos se basa en la forma en que las fases estacionaria y móvil se ponen en contacto. En la cromatografía en columna, un tubo estrecho contiene la fase estacionaria a través de la cual hace pasar la fase móvil por presión. En la cromatografía en plano, la fase estacionaria se fija sobre una placa plana o a los intersticios de un papel; en este caso la fase móvil se desplaza a través de la fase estacionaria por capilaridad.

### **2.2.2 Cromatografía de elusión en columna.**

La figura 1 muestra esquemáticamente como dos sustancias A y B se separan en una columna por cromatografía de elución con una fase móvil líquida. La elusión implica el transporte de unas especies a través de una columna por la adición continuada de una nueva fase móvil. Como se indica en la figura, una única porción de la muestra se introduce en la parte superior de la columna (tiempo  $t_0$  en la Fig. 1) después de lo cual los componentes de la muestra se distribuyen entre las dos fases. La introducción de la fase móvil adicional (el eluyente) hace que la fase móvil que contiene una parte de la muestra avance por la columna, donde tiene lugar un posterior reparto entre la fase móvil y las porciones frescas de fase estacionaria a las que accede (tiempo  $t_2$ ). Al mismo tiempo, tiene lugar una distribución entre el disolvente nuevo y la fase estacionaria en lugar en el que inicialmente se ubicaba la muestra. Las sucesivas adiciones de la fase móvil hacen avanzar las moléculas de soluto por la columna en una serie de continuas transferencias entre las fases móvil, la velocidad media a la que una zona soluto migra en la columna depende de la fracción de tiempo que reside en esta fase. Esta fracción de tiempo es pequeña para las sustancias que son retenidas fuertemente por la fase estacionaria (por ejemplo, el compuesto B en la Fig.1) y es grande cuando es más probable la retención en la fase móvil (componente A). En el mejor de los casos, las diferencias de velocidad que resultan hacen que se separen los componentes de la mezcla en bandas, o zonas, que se localizan a lo largo de la columna (véase el tiempo  $t_2$  en la Fig. 1). El aislamiento de las especies separadas se lleva a cabo haciendo pasar suficiente cantidad de fase móvil a través de la columna hasta que las bandas individuales salen de ella, pudiendo así detectarse o recogerse (tiempo  $t_3$  y  $t_4$  en la Fig. 1)

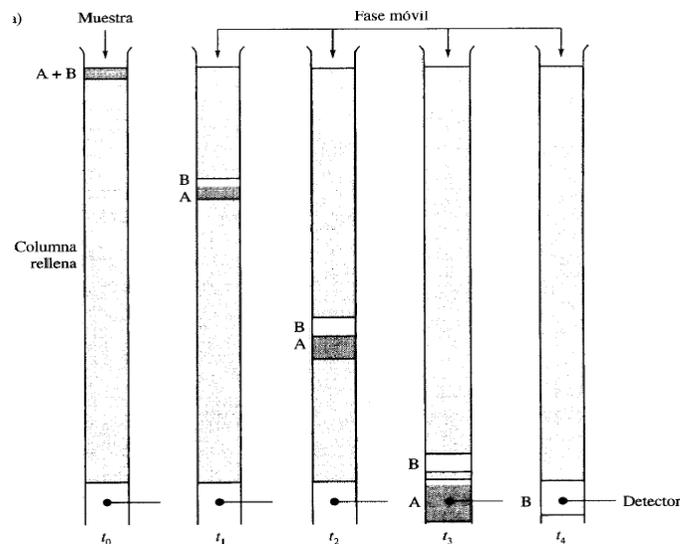


Fig. 1 Diagrama que muestra la separación de una mezcla de A y B por cromatografía de elución en columna.

## 2.3 CROMO

El cromo (Cr) es un elemento natural ubicuo, que se encuentra en roca, plantas, suelos animales, en los animales, en los humos y gases volcánicos. Puede funcionar con distintas valencia y en el ambiente esta se encuentra en varias formas; las más comunes son las derivadas de las trivalentes, o cromo (III) y las hexavalentes, o cromo (VI). El cromo (III) es un nutriente esencial para los seres humanos, en la que promueve la insulina. El cromo metálico, o cromo (Cr), y los derivados del Cr (VI) son usualmente de origen antropogénico.

### 2.3.1 Características fisicoquímicas

El cromo es el sexto elemento en abundancia en la corteza terrestre, en donde se encuentra como óxido de cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ). El elemento se descubrió en 1762 en el cromato de plomo ( $\text{PbCrO}_4$ ) que forma el mineral crocoíta, su nombre proviene del griego *chromos* que significa color y se debe a los vivos colores de sus compuestos.

Es un metal pesado de la primera serie de transiciones, a lo que debe sus principales propiedades químicas y bioquímicas.

Los estados de oxidación de cromo son -2,0,+2,+3,+6; los derivados de las valencias -2 y +2 tienen poca importancia, el cero 0 corresponde al cromo metálico. Los únicos compuestos de importancia biológica son los compuestos de oxidación +3 y +6; al primer grupo pertenece el óxido crómico ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) y las sales crómicas como el cloruro de cromo ( $\text{CrCl}_3$ ) o el anión cromita ( $\text{Cr}(\text{OH})_4^-$ ) y el segundo grupo, el trióxido de cromo o los cromatos ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) y los dicromatos ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ).

### 2.3.2 Derivados del Cromo (III)

Estos compuestos son los que predominan en el ambiente porque son los derivados más estables de metal. El más importante de ellos es el óxido crómico ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), que es muy estable, resistente a los ácidos y alto punto de fusión. Se emplea como pigmento verde de cromo. Los derivados de cromo (III) pueden formar iones complejos coloridos y estables.

### 2.3.3 Derivados de Cromo (VI).

Los cromatos y dicromatos son agentes oxidantes en medio ácido, en el que pasan a cromo (III). El dicromato de potasio se emplea mucho en la industria y en operaciones químicas. El dicromato de sodio se emplea en el curtido de pieles, porque forma un compuesto insoluble con las proteínas del cuero. El cromato de plomo se usa como pigmento, con el nombre de amarillo de cromo.

### 2.3.4 Química Ambiental

Los efluentes industriales que contienen cromo se incorporan a las aguas y, eventualmente llegan al océano, la forma química dependerá del contenido de la materia orgánica, si está presente en grandes cantidades, el cromo (VI) se reduce a cromo (III), el cual se podría absorber en forma de partículas insolubles o complejos insolubles.

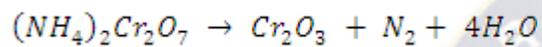
Se encuentra en estado de oxidación trivalente y hexavalente siendo la cromita ( $\text{FeOCr}_2\text{O}_3$ ) la forma más importante de contaminación por cromo, además del uso en el cromado y como fungicida fertilizante combustible fósiles entre otros usos. El cromo provoca problemas de ulceración de la piel, reacciones asmáticas, perforación del tabique nasal cáncer pulmonar y diversos efectos mutagénicos<sup>3</sup>.

### 2.3.5 El cromo y sus sales

En particular el bicromato de potasio que se encuentra en el cemento, los detergentes, la pintura, en la tinta de las imprentas y los tatuajes<sup>4</sup>.

El óxido crómico  $Cr_2O_3$ , pigmento verde estable se forma de la descomposición del metal al aire, por reducción del dicromato con carbono o descomposición térmica de dicromato amónico<sup>5</sup>.

Reacción química:



CAPÍTULO II

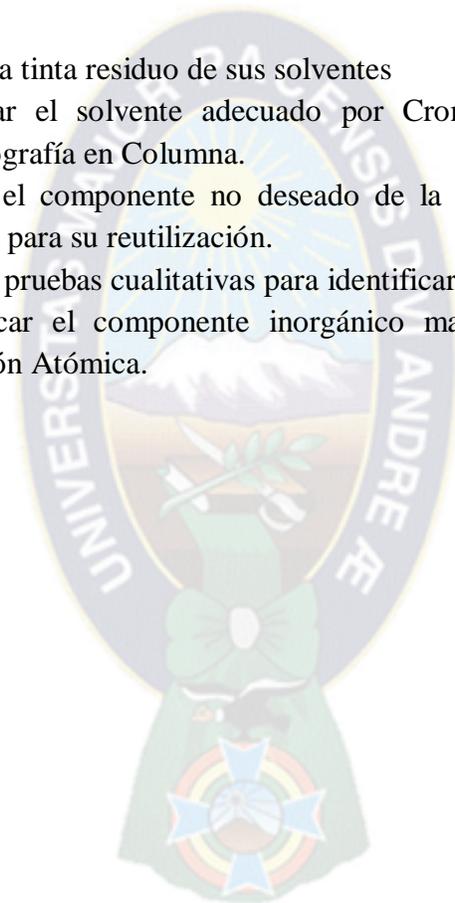
**4. OBJETIVOS**

**a) OBJETIVO GENERAL**

Separar los componentes no deseados de la tinta por cromatografía para su reutilización, determinar los componentes inorgánicos y cuantificar por absorción atómica (AA) el componente mayoritario.

**b) OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- ❖ Separar la tinta residuo de sus solventes
- ❖ Encontrar el solvente adecuado por Cromatografía en capa Fina y Cromatografía en Columna.
- ❖ Separar el componente no deseado de la tinta por cromatografía en columna para su reutilización.
- ❖ Realizar pruebas cualitativas para identificar metales pesados.
- ❖ Cuantificar el componente inorgánico mayoritario en las tintas por Absorción Atómica.



### CAPÍTULO III

#### 4. PARTE EXPERIMENTAL

##### 4.1 SEPARACIÓN DE LA TINTA RESIDUO (TR) DE SUS SOLVENTES

###### ORGÁNICOS.

###### 4.1.1 Procedimiento

Las muestras de tintas fueron separados de sus solventes orgánicos por destilación fraccionada adecuada, donde el solvente se separa en la forma de condensado de los componentes no volátiles, que en este caso es la tinta. De esta manera se obtuvo tinta seca por un lado para sus posteriores análisis físicos y químicos y el solvente por otro lado para su posterior purificación.

##### 4.2 PURIFICACIÓN DEL TINTE RESIDUO

###### 4.2.1 Material y Reactivos

###### Material

- Placa cromatográfica
- Cubeta para cromatografía
- Vidrio reloj.
- Columna cromatografía
- Algodón

###### Reactivos:

- Acetato de etilo.
- Etanol.
- Éter de petróleo.
- Sílica Gel

##### 4.2.2 Identificación del componente no deseado por cromatografía en capa fina (TLC).

###### 4.2.3 Procedimiento

Se trabajó con dos muestras de tintas para identificar el componente no deseado en la tinta residuo:

- Tinta Patrón - TP

### ➤ Tinta Residuo - TR

Las muestras de tinta patrón (TP) y la tinta residuo (TR) son solubilizadas en acetato de etilo (100mg/5ml) y son analizadas en una cromatoplaaca por TLC de 5cmx2cm empleando como eluyente mezclas de acetato de etilo-MeOH. Las cromatoplaacas fueron reveladas con luz UV de 254 y 366 nm además de ácido sulfúrico 5%. Ver fig. 2.

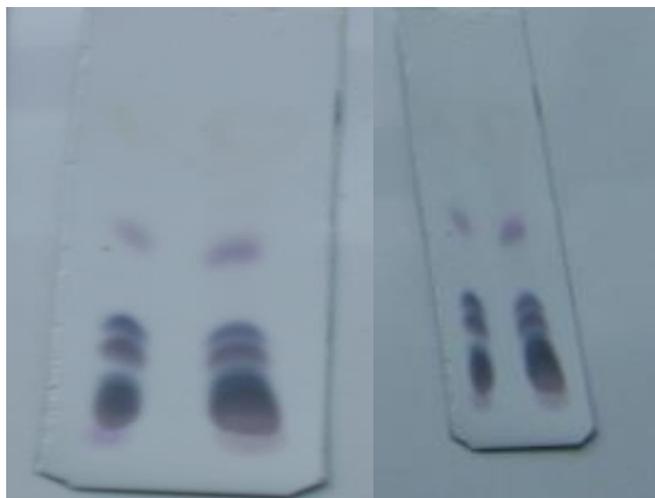


Fig. 2. Cromatogramas (TLC) de las tintas TP yTR

#### 4.2.4 Separación de los componentes no deseados en la tinta residuo por cromatografía en Columna (C.C).

Una vez identificados los componentes no deseado en la tinta residuo se procedió a la separación por cromatografía en columna CC.

#### 4.2.5 Procedimiento:

La columna fue preparada y empacada usando 30g de Silica-Gel y acetato de etilo. Un volumen de 10ml de TR fue sembrado para su purificación, empleando una mezcla de acetato de etilo/ metanol en orden creciente de polaridad (Ver ANEXOS Fig.1 ). La fracción 1 y 2 de 30 fracciones, se identificaron como el componente no deseado de la tinta. La columna fue monitoreada por TLC en la misma polaridad (Ver Fig. 3).

Las fracciones purificadas y el componente no deseado fueron comprados por cromatografía: tinta patrón(TP), tinta residuo(TR),tinta reciclado por cromatografía (TRC) y el componente no deseado (CNT) .

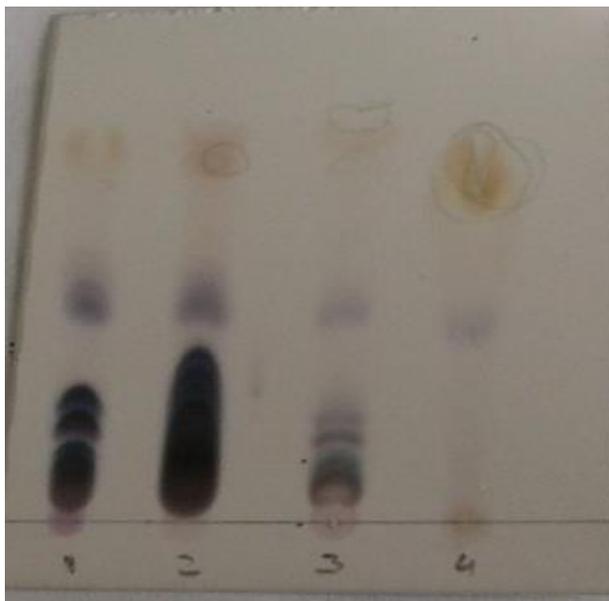


Fig.3 cromatograma de las tintas TP, TR, TRC y CNT.

1 corresponde a la muestra TP, 2 es TR, 3 es TRC y 4 es CNT

### 4.3. IDENTIFICACION DE CROMO EN LAS MUESTRAS DE TINTAS

#### 4.3.1 Material y reactivos

##### Materiales

- Cuatro crisoles.
- Horno de 200 – 1200°C.
- Hornilla.
- Pinzas de metal.
- Pinzas de madera.
- Placas de toque.
- Tubos de ensayo.
- Gradillas.
- Centrifugadora.

##### Reactivos

- Ácido sulfúrico.
- Ácido acético.
- Acetato de plomo.
- Agua oxigenada.

- Dimetilglioxima.
- Nitrito de potasio.
- Ácido nítrico.
- Ácido clorhídrico.

### **4.3.2 Determinación cualitativa y cuantitativa del cromo en las tintas**

Se trabajó con muestras de tinta:

- Tinta Patrón - TP
- Tinta Residuo – TR
- Tinta reciclado por cromatografía – TRC
- Componente no deseado en la tinta residuo – CNT

### **4.3.3 Procedimiento**

Para el análisis tanto cualitativo como cuantitativo de las muestras azules oscuros de TN, TR, TRC y CNT (ANEXOS ver Fig.2) fueron calcinados a 550°C por 24 horas y se obtuvo compuestos de color verde en las muestras TP, TR y TRC, característico de óxido de cromo (ANEXOS ver Fig. 3), y calcinado la muestra CNT mostró una coloración amarillo pardo.

Las pruebas de solubilidad, en las tintas calcinadas, se realizaron con diferentes soluciones ácidas, como ser: **HCl 10%, HNO<sub>3</sub> 10%, Agua Regia y Agua destilada (Milli-Q)**. La mejor solubilidad se presentó en Agua destilada para las 4 muestras, TP, TR, TRC, CNT.

La presencia de cationes de metales pesados fue realizada de acuerdo a la marcha general propuesta en diferentes autores<sup>2</sup>.

### **4.3.4 Determinación cualitativa del cromo**

Se disolvieron las muestras calcinadas de TP, TR, TRC y CNT, en 3mL de agua destilada, la solución que se obtuvo fue de una coloración amarillo-verdoso con un precipitado verde en el fondo de los tubos de ensayo, se llevó a baño maría las soluciones tratando de disolver más, luego se centrifugó y se obtuvo una coloración más amarilla ( Ver Fig.4), se filtraron y la soluciones que se obtuvieron fueron un amarillo característico de cromato como CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

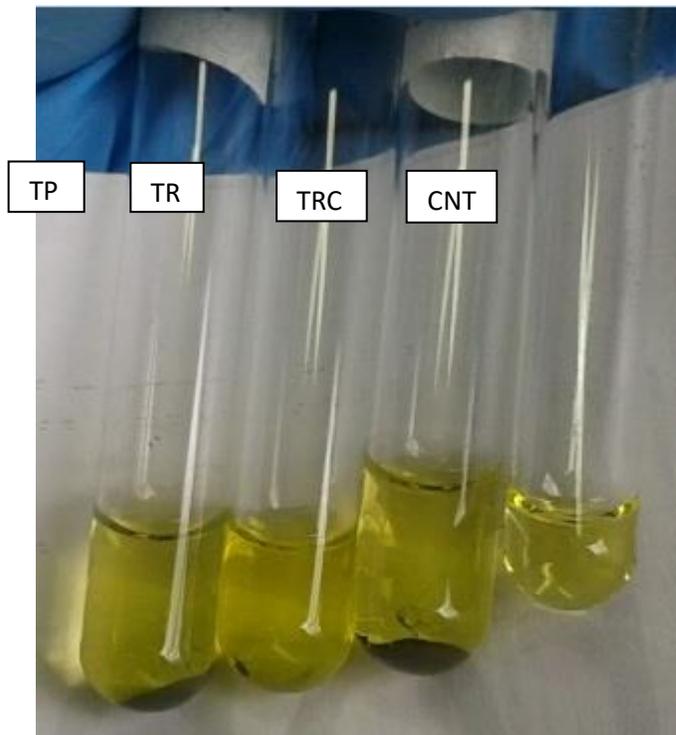
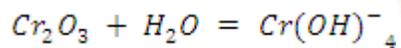


Fig.4 Soluciones acuosas de tintas calcinadas

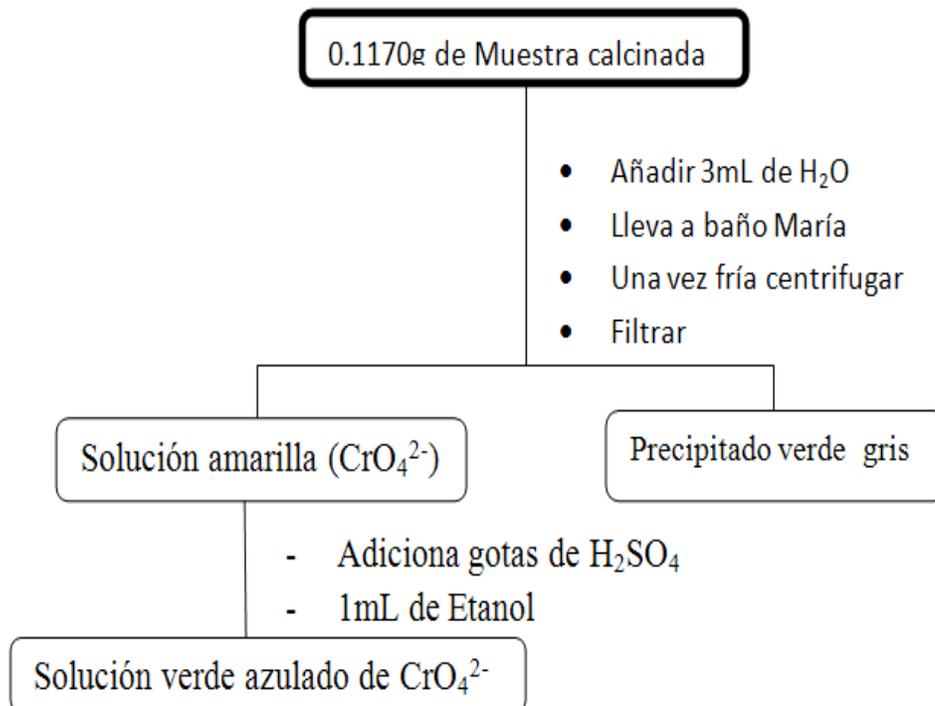
- **Reacción de óxido de cromo con agua en las muestras calcinadas:**



**Se realizaron tres pruebas cualitativas para identificación de cromo:**

- a) **La prueba cualitativa del alcohol** en medio ácido sulfúrico fue positivo quedando al final una solución verde azulado color característico de  $\text{Cr}^{3+}$ .

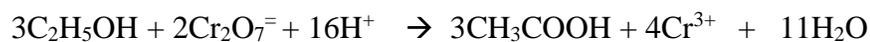
*Marcha analítica para identificar el cromo con etanol en medio ácido sulfúrico:*



- **Reacción de cromatos con ácidos minerales:**

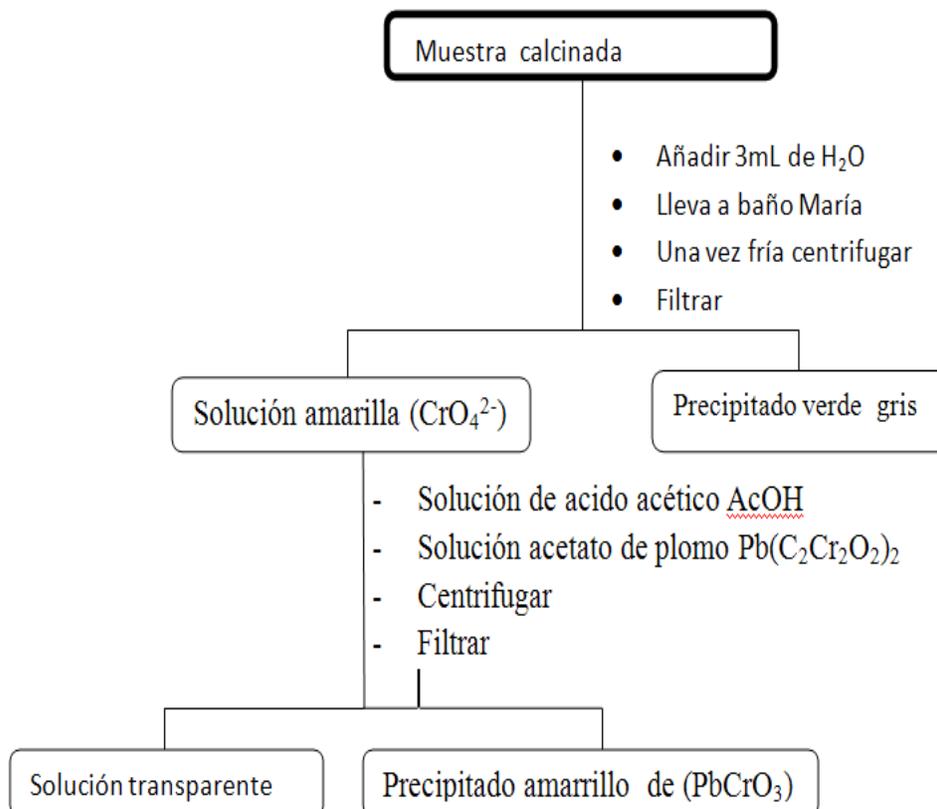


- **Reacción de dicromato con alcohol en medio ácido:**



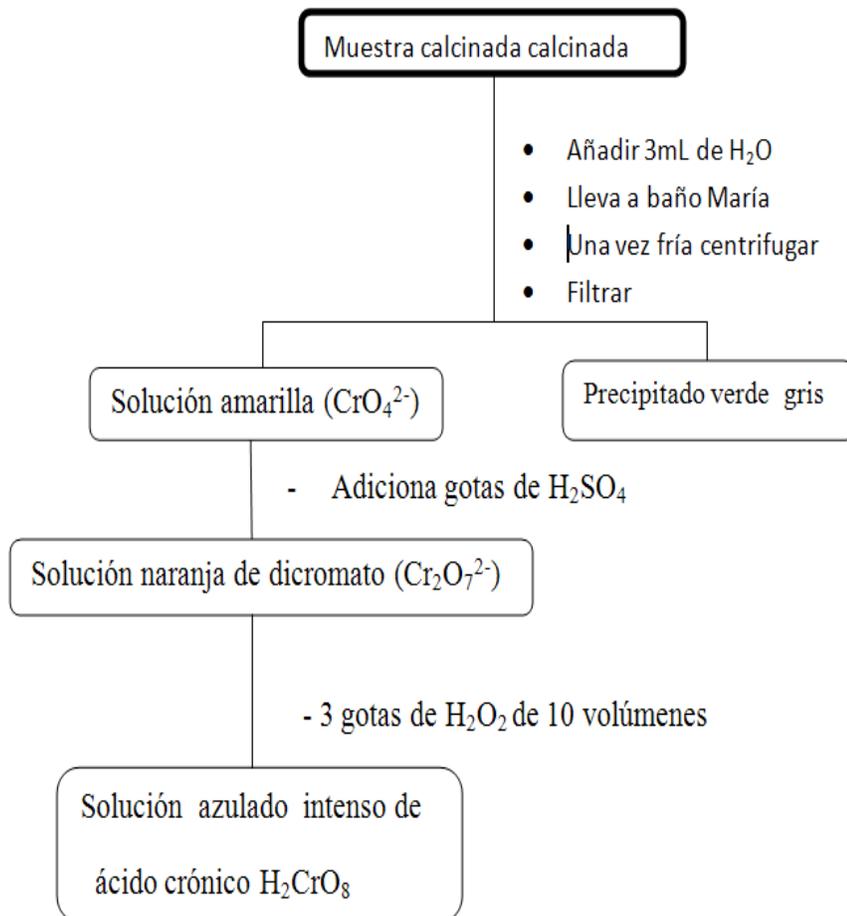
- b) **Con solución de acetato de plomo**, se produce un precipitado amarillo característico de cromato de plomo ( $\text{PbCrO}_3$ ), insoluble en ácido acético; pero soluble en ácido nítrico diluido.

*Marcha analítica para identificar el cromo con acetato de plomo:*

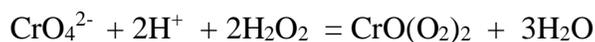
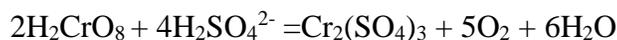
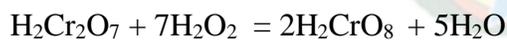


- c) **Con agua oxigenada en medio ácido sulfúrico:** forma una solución azul intenso color característico de ácido crómico  $\text{H}_3\text{CrO}_8$  la solución azul es muy inestable y se descompone rápidamente produciendo oxígeno y una solución verde de sal crómica.

*Marcha analítica para identificar el cromo con agua oxigenada en medio ácido sulfúrico:*



- **Reacción con agua oxigena en medio ácido sulfúrico:**



#### 4.4 CUANTIFICACIÓN DE CROMO POR ABSORCIÓN ATÓMICA (AA)

##### 4.4.1 Procedimiento

Se calcinó las muestras de TP, TR, TRC y CNT a 550°C por 24 horas, cada una de las muestras calcinadas se disolvieron en 3mL de agua desionizada, se filtraron y cada uno los filtrados, se aforo a 5ml con agua desionizada, se hizo diluciones para la lectura en absorción atómica (AA). Por otro lado se preparó la curva de calibración de cromo entre 1 y 5ppm.



CAPÍTULO IV

**5. CARACTERÍSTICAS DEL PROYECTO**

**Diseño de Estudio**

La empresa Control Experto tiene campo comercial el uso de tintas, que se emplean en diferentes productos terminados. Sin embargo los residuos que se generan a partir de esta actividad se acumulan sin poder ser desechados, convirtiéndose en un peligro tanto para la empresa como para el medio ambiente. El presente proyecto pretende iniciar el proceso de reciclado determinando experimentalmente la composición de las tintas y de los residuos para su posterior proceso de reciclado.



CAPÍTULO V

6 RESULTADOS Y DISCUSIONES

**Resultado de la tinta residuo de sus solventes.**

En la separación de la tinta residuo de sus solventes inorgánicos, se obtuvo una masa seca de 16.604gTR/100ml de disolución.

**Aislamiento de los componentes no deseados.**

Una vez obtenidos los cronogramas y analizados, se observó claramente dos compuestos en mayor concentración en la tinta residuo, comparada con la tinta patrón. El primer componente en TLC se puede visualizar en el Visible de color amarillo con  $R_F = 0.875$  y la segunda revelada con luz ultravioleta con  $R_F = 0.925$ . Comparados con el cronograma de la TP estos dos componentes no están presentes, con ningún revelador, de lo cual se deduce que los dos compuestos, son los componentes no deseados en la tinta.

**Separación de los componentes no deseados en la tinta residuo por cromatografía en Columna (C.C).**

En el análisis por TLC de los resultados de cromatogramas muestran que el componente mayoritario en la tinta residuo, disminuyo en gran medida. Por otro lado el componente no deseado se puede ver en mayor proporción, en el cromatograma del residuo separado CNT.

**Análisis de Compuestos Inorgánicos**

La tabla 1 muestra los resultados de las masas de compuestos orgánicos e inorgánicos después de la calcinación, donde se observa que se ha perdido mayor cantidad masa en la muestra CNT obteniéndose una masa de 1,02% lo que indica que en esta fracción de muestra, hay mayor composición de compuestos orgánicos. Y por otro lado se observa que en la muestra TRC hay mayor masa después de la calcinación con un valor de 8.80%, esto indica que esta muestra tiene mayor composición de compuesto inorgánico.

**Tabla N° 1**

N°	Nombre	m <sub>sin calcinar</sub>	M <sub>despues de calcinar</sub>	% inorgánico	% orgánico
1	TP	0.1170	0,0049	4,19	95,81
2	TR	0.1171	0,0048	4,10	95,90
3	TRC	0.1170	0,0103	8,80	91,20
4	CNT	0.1173	0,0012	1,02	98,98

Esta tabla1 muestra los resultados después de la calcinación de las tintas.

Las tres muestras de tintas TP, TR y TRC calcinadas a 550°C por 24 horas muestran una coloración verde, color característico de óxidos de cromo y níquel, sin embargo la muestra calcinada CNT que fue tratada de igual manera y en las mismas condiciones, presentó una coloración amarilla pardo, esta coloración diferente con respecto a las otras tres muestras nos indica que tiene una composición diferente. Confirmando que el componente no deseado fue removido de TR, por el proceso de cromatografía.

### **Análisis cualitativo de cromo.**

Sobre las muestras calcinadas, se realizaron pruebas de identificación de Óxido de Cromo, Níquel y Cobalto. Para el níquel una reacción con dimetilglioxima, de la que se obtuvieron resultados negativos. Para el cobalto una reacción con nitrito de potasio, en esta parte también los resultados fueron negativos para el cobalto. Otras pruebas cualitativas, sobre las muestras fueron hechas con alcohol en medio ácido, peróxido en medio ácido y con acetato de plomo, las mismas que dieron prueba positiva para cromo. Con los anteriores resultados se observa que el cromo presenta diferentes estados de oxidación, en las muestras TP, TR y TRC por los diferentes tonos de color verde (ANEXO Ver Fig.3) que presentó cada una. Por lo tanto el cromo con su estado de oxidación de III) como óxido crómico en TP, TR y TRC y en su estado de oxidación (VI) la muestra CNT.

Para identificación de Cromo se realizó la prueba del alcohol, obteniendo resultados positivos.

### **Análisis cuantitativo de Cromo.**

El análisis cuantitativo por Absorción Atómica (tabla N° 2) muestra los resultados obtenidos, en la muestra tratada por cromatografía (TRC) y la tinta residuo (TR) hay mayor cantidad de cromo con valores de 1,06% y 0,37%, que la tinta patrón (TP) y componente no deseado de la tinta (CNT) estos valores altos nos indican que con el uso el cromo se concentra en la tinta residuo (TR) y por otro lado en la purificación de la tinta por cromatografía se está concentrando cromo.

Tabla N° 2

N°	Nombre	m <sub>sin calcinar</sub>	m <sub>después de calcinar</sub>	% Cr
1	TP	0.1170	0,0049	0,25
2	TR	0.1170	0,0048	0,37
3	TRC	0.1171	0,0103	1.06
4	CNT	0.1174	0,0012	0,19

La tabla 2 muestra la composición de cromo en las tintas

CAPÍTULO VI

**7 CONCLUSIONES**

El método diseñado para la separación el componente no deseado de la tinta, muestra ser efectivo, de acuerdo a los resultados del análisis cromatográfico por TLC. Que además se corroboran por el tratamiento realizado para el análisis inorgánico.

El análisis cuantitativo de cromo en las muestras de tintas dio concentraciones elevadas, en especial en la tinta residuo y en la tinta reciclado por cromatografía. Por otro lado los diferentes compuestos de cromo identificado en los estados de oxidación III y VI, se deben a la reactividad del Cr en temperaturas elevadas, por lo tanto en la tinta solo existiría el Cr III.

La presencia de este metal y la evidencia de compuestos orgánicos, nos permiten suponer que el compuesto mayoritario en la tinta es un una molécula organometálico.

Lo que nos indica que si se desecha como basura habría una alta contaminación en medio ambiente.

Los procesos desarrollados constituyen el inicio para el proceso completo de reciclado de los residuos.

**8 RECOMENDACIONES**

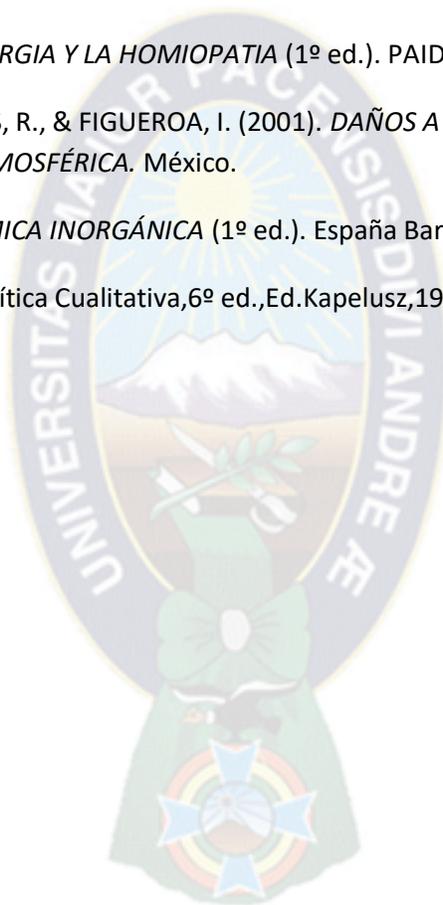
Los componentes no deseados y el componente organometálico, deben ser determinados estructuralmente, para su mejor tratamiento. Y para el diseño de un proceso de recuperación con un alto rendimiento.

Finalmente estos procesos para el reciclado del componente órgano metálico, deben ser escalados para su aplicación en la planta de la empresa.

CAPÍTULO VII

9 BIBLIOGRAFÍA

1. CABRERA, S. S., & otros. (2005). *RADIACIÓN ULTRAVIOLETA Y SALUD RESPIRATORIA*. Chile, Santiago de Chile: Universidad S.A. Santiago de Chile 2005.
2. SKOOG, HOLLER, NIEMAN, PRINCIPIOS DE ANALISIS INSTRUMENTAL, 5º ed., Ed. McGRAW- HILL, Madrid ,2001.
3. CENNLIER, M. (n.d.). *LA ALERGIA Y LA HOMIOPATIA* (1º ed.). PAIDOTRIBO.
4. MARTINEZ, F., CASTAÑARES, R., & FIGUEROA, I. (2001). *DAÑOS A LA SALUD POR CONTAMINACIÓN ATMOSFÉRICA*. México.
5. SHARPE, A. G. (1993). *QUÍMICA INORGÁNICA* (1º ed.). España Barcelona: REVETE S.A.
6. Vogel, Artur, *Química Analítica Cualitativa*, 6º ed., Ed. Kapelusz, 1991



10 ANEXOS

Fig. 1 .Cromatografía en columna

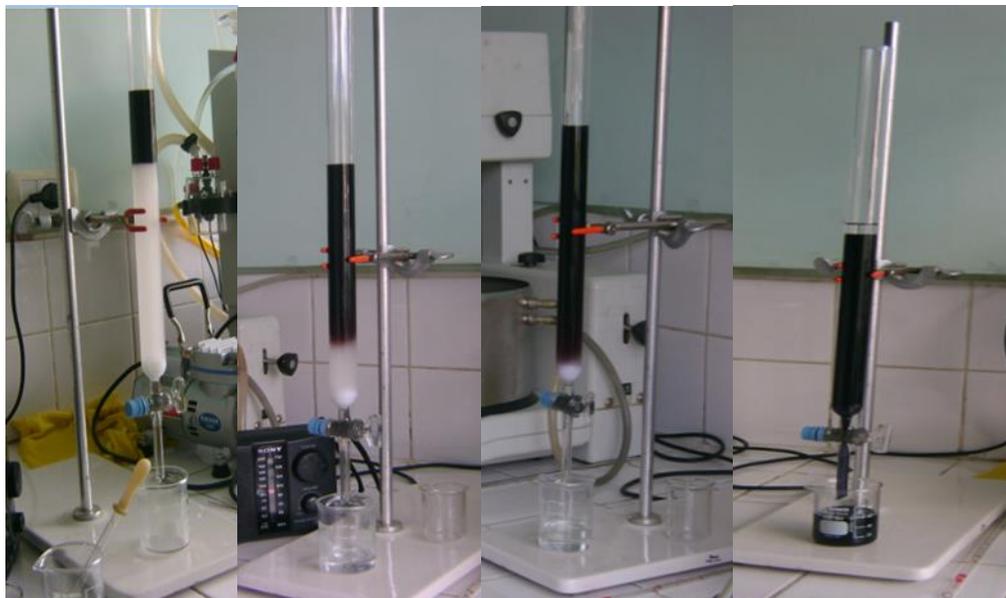


Figura 2. Muestras Representativas de Tintas sin calcinar.

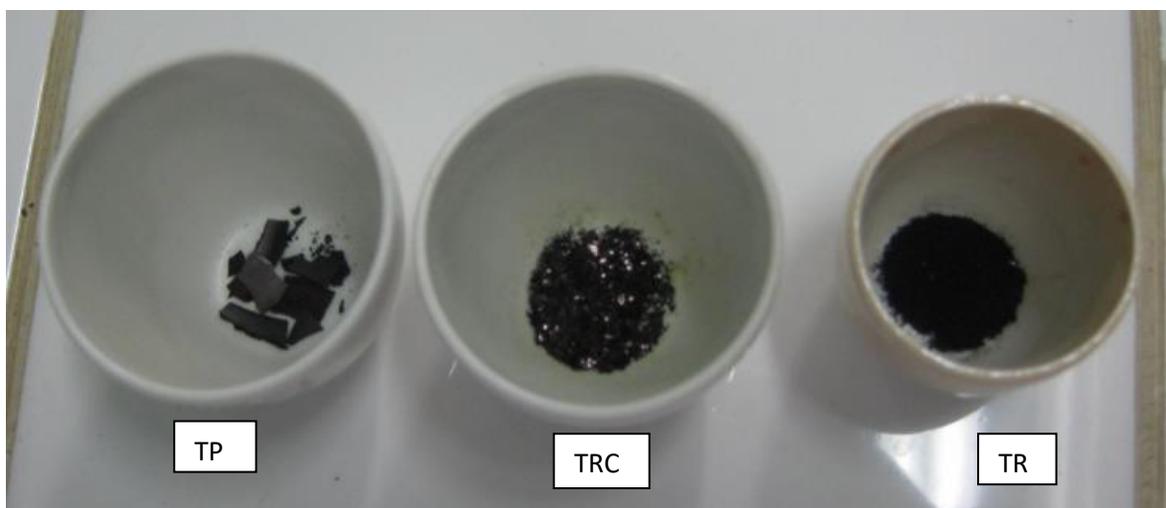


Fig. 3 Tintas Calcinadas para identificación Cromo

