



5. Resultados

5.1 Preparación de soluciones

Se tomó un volumen de aproximadamente 10L de agua de la llave de la UDLA-P (dureza 800ppm) que fueron colocados en cubetas, se eligió que las cubetas de color blanco fueran las que identificarían al hidróxido de sodio (NaOH) y las de color azul al hidróxido de calcio (Ca(OH)₂).

La cantidad de la sal del metal que fue necesaria agregar a las cubetas por cada 10L de acuerdo a la relación de partes por millón registrada del metal en el agua se encuentra en las siguientes tablas.

Tabla 5.1 Cantidades de sal de cadmio agregadas a las cubetas para la simulación de el agua residual.

Sulfato de cadmio			
112 mg Cd	▶	768 mg 3CdSO ₄ .8H ₂ O	▶ 0.7680 g 3CdSO ₄ .8H ₂ O
10 mg Cd	▶	68.5714 mg 3CdSO ₄ .8H ₂ O	▶ 0.0686 g 3CdSO ₄ .8H ₂ O /L
			0.6857 g 3CdSO ₄ .8H ₂ O /10L

Tabla 5.2 Cantidades de sal de aluminio agregadas a las cubetas para la simulación de el agua residual.

Sulfato de aluminio			
27 mg Al	▶	342 mg Al ₂ (SO ₄) ₃	▶ 0.3420 g Al ₂ (SO ₄) ₃
80 mg Al	▶	1013.3333 mg Al ₂ (SO ₄) ₃	▶ 1.0133 g Al ₂ (SO ₄) ₃ /L
			10.1333 g Al ₂ (SO ₄) ₃ /10L



Tabla 5.3 Cantidades de sal de hierro agregadas a las cubetas para la simulación de el agua residual.

Sulfato de plomo		
207 mg Pb	▶ 303 mg PbSO ₄	▶ 0.3030 g PbSO ₄
50 mg Pb	▶ 73.1884 mg PbSO ₄	▶ 0.0732 g PbSO ₄ /L
		0.7319 g PbSO ₄ /10L

Tabla 5.4 Cantidades de sal de plomo agregadas a las cubetas para la simulación de el agua residual.

Sulfato de fierro (II)		
56 mg Fe	▶ 278 mg FeSO ₄ .7H ₂ O	▶ 0.2780 g FeSO ₄ .7H ₂ O
300 mg Fe	▶ 1489.2857 mg FeSO ₄ .7H ₂ O	▶ 1.4893 g FeSO ₄ .7H ₂ O/L
		14.8929 g FeSO ₄ .7H ₂ O/10L

Tabla 5.5 Cantidades de sulfato férrico agregadas a las cubetas para la simulación de el agua residual.

Sulfato de fierro (III)		
56 mg Fe	▶ 400 mg Fe ₂ (SO ₄) ₃	▶ 0.4000 g Fe ₂ (SO ₄) ₃
300 mg Fe	▶ 2142.8571 mg Fe ₂ (SO ₄) ₃	▶ 2.1429 g Fe ₂ (SO ₄) ₃ /L
		21.4286 g Fe ₂ (SO ₄) ₃ /10L

5.2 Prueba de Jarras

Mediante esta técnica se ajusto el pH de las soluciones iniciales, es decir de la mezcla del agua de la llave del laboratorio de Ingeniería Ambiental de la UDLA-P y las sales del metal que ayudaron a simular el agua residual de una industria, este ajuste fue necesario para que precipitación de los lodos se llevara a cabo puesto que a un pH alcalino se ha comprobado que hay un precipitado considerable y con la adición de agentes precipitantes ayudó al vire de neutro a alcalino.

Los pH se comportaron de la siguiente manera:

Tabla 5.6 Registro de pH inicial y final para cada una de las soluciones de trabajo

Sal	Precipitante	pH inicial	pH final
3CdSO ₄ .8H ₂ O	NaOH	7	9.9
3CdSO ₄ .8H ₂ O	Ca(OH) ₂	7	10.1
Al ₂ (SO ₄) ₃	NaOH	6	9.9
Al ₂ (SO ₄) ₃	Ca(OH) ₂	6	10
Fe ₃ (SO ₄) ₂	NaOH	5.5	10
FeSO ₄ .7H ₂ O	Ca(OH) ₂	6.5	10
PbSO ₄	NaOH	7	9.9
PbSO ₄	Ca(OH) ₂	7	10.1

La siguiente imagen muestra de que manera se colocaron las cubetas para la prueba de jarras, las de color blanco representan en hidróxido de sodio (NaOH) y las de color azul al hidróxido de calcio (Ca(OH)₂).

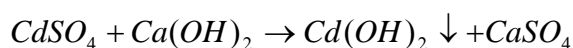
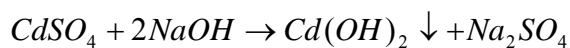


Figura 5.1 Prueba de jarras para un volumen de 10L.

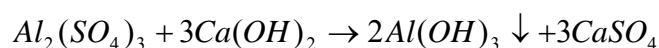
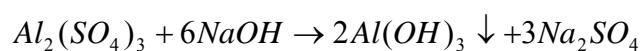


En la prueba de jarras es donde dan las siguientes reacciones, donde participan la sal metálica y el agente precipitante.

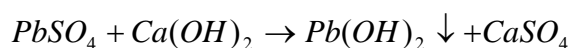
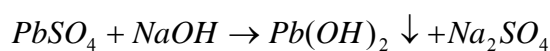
- Cadmio



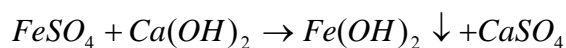
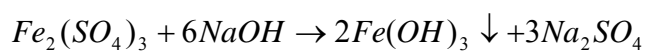
- Aluminio



- Plomo



- Hierro



5.3 Ajuste de pH

Para que se realizara la precipitación de los metales que contiene el agua de la llave de la UDLA, fue necesario hacer un ajuste de pH ya que estudios anteriores recomiendan que el pH óptimo para la precipitación alcalina es de 9.5 a 11, y la mayoría de los metales presentan mejor comportamiento a un pH de 10 (ver *Figura 3.6* y *3.7*), es por esta razón que se decidió trabajar en este valor, las soluciones iniciales tenían un pH menor (ver *Tabla 5.6*) para el cambio el ajuste de este se pudo realizar por la adición

de agentes precipitantes alcalinos, para este caso se utilizó hidróxido de sodio 1M (NaOH) e hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), la *Figura 3.6* es una curva que presenta las solubilidades de diferentes metales a diferentes pH's que ayuda a ver en que valor de este ultimo los metales de trabajo presentan el un grado de insolubilidad considerable que permitan la formación del lodo.

Los ajustes de pH con los agentes precipitantes se realizaron de una manera sencilla como ir agregando cierta cantidad conocida de cada hidróxido hasta que en el potenciómetro marcara el valor de 10, esto que se hizo es la titulación de un ácido, esto se sabe por el comportamiento de las curvas que es parecido al que se muestra en la *Figura 5.2*.

Las curvas deben de presentar una tendencia para que se pueda apreciar el cambio de pH de ácido a base o viceversa, la imagen siguiente es una curva típica de titulación de un ácido, donde se aprecia como línea recta es donde se encuentra el punto de equivalencia.

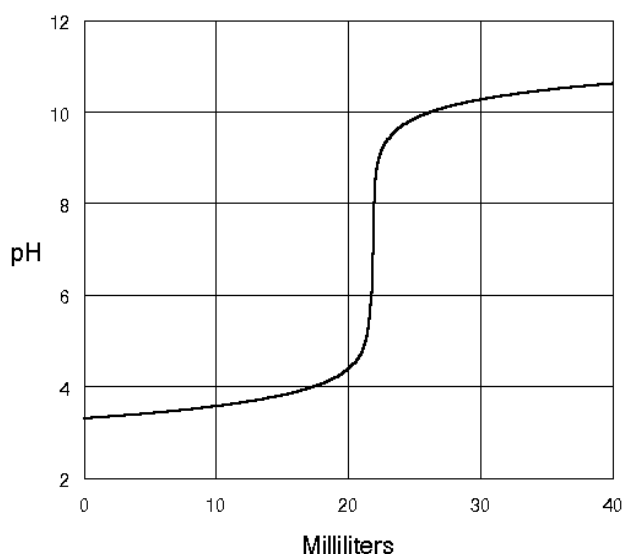


Figura 5.2 Curva típica de titulación.



Ahora contando con las cubetas preparadas ya con la sal metálica agregada se empezó a mezclar las cantidades conocidas de hidróxido de calcio e hidróxido de sodio en gramos y mililitros respectivamente para hacer la titulación, los valores de precipitante se resumen en las tablas siguientes junto con su gráfica para ver de que manera se comportó e identificar en que parte de la curva típica de titulación se encuentra.

5.3.1 Curvas de titulación para cadmio

- **Con NaOH**

Tabla 5.7 Datos para la curva de titulación para el sulfato de cadmio

Soln. 1 $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$			
mL añadidos	pH	mL añadidos	pH
0	7	32	9.1
1	7.4	35	9.22
2	7.6	37	9.3
4	8	40	9.36
7	8.2	42	9.4
8	8.27	45	9.46
10	8.4	47	9.5
12	8.6	52	9.45
15	8.6	55	9.54
17	8.6	57	9.6
22	8.75	62	9.75
27	8.9	65	9.84
29	8.98	67	9.9

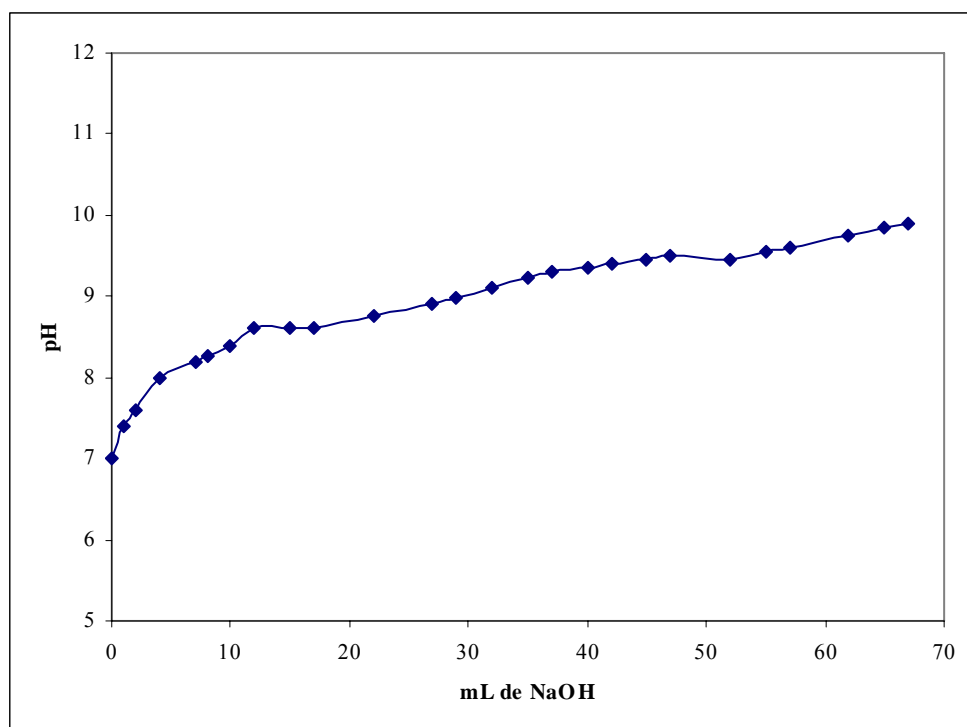


Figura 5.3 Curva de titulación de sulfato de cadmio con NaOH

- Con Ca(OH)_2

Tabla 5.8 Datos para la curva de titulación para el sulfato de cadmio

Soln. 1 $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	
gr añadidos	pH
0	7
1.0004	8.2
1.50635	8.45
2.0123	8.7
2.5133	8.85
3.0143	9
3.6167	9.15
4.2191	9.3
4.9768	9.45
5.7345	9.6
6.3862	9.85
7.0379	10.1

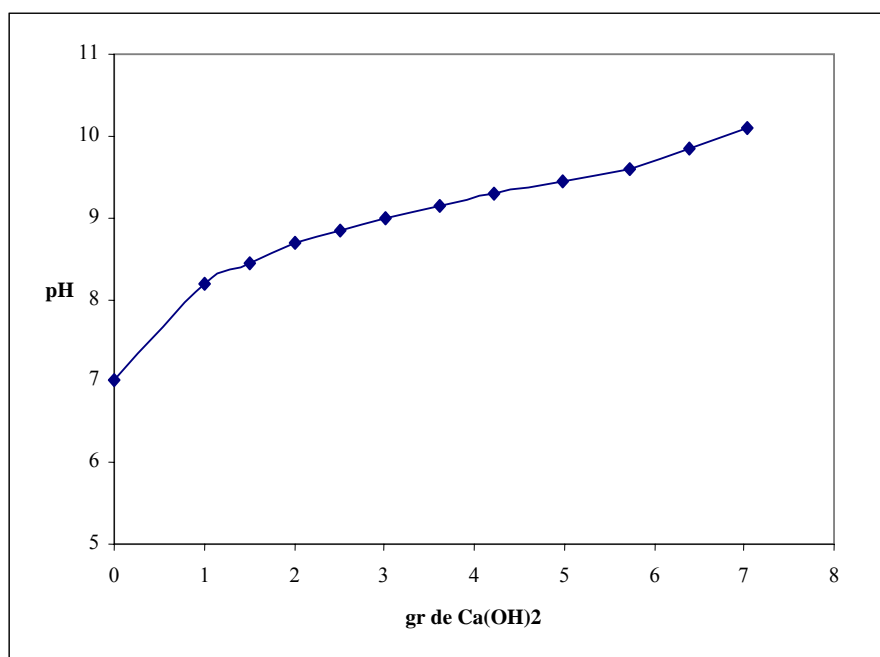


Figura 5.4 Curva de titulación de sulfato de cadmio con Ca(OH)_2

5.3.2 Curvas de titulación para el Aluminio

- Con NaOH

Tabla 5.9 Datos para la curva de titulación para el sulfato de aluminio

Soln. 2 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$			
mL añadidos	pH	mL añadidos	pH
0	6	45	8.42
1	7.2	47	8.5
2	7.2	52	8.75
4	7.2	55	8.9
7	7.3	57	9
10	7.3	62	9.05
15	7.3	65	9.08
17	7.3	67	9.1
22	7.4	72	9.3
27	7.5	75	9.42
30	7.68	77	9.5
32	7.8	85	9.58
35	7.98	87	9.6
37	8.1	92	9.75
40	8.22	95	9.84
42	8.3	97	9.9

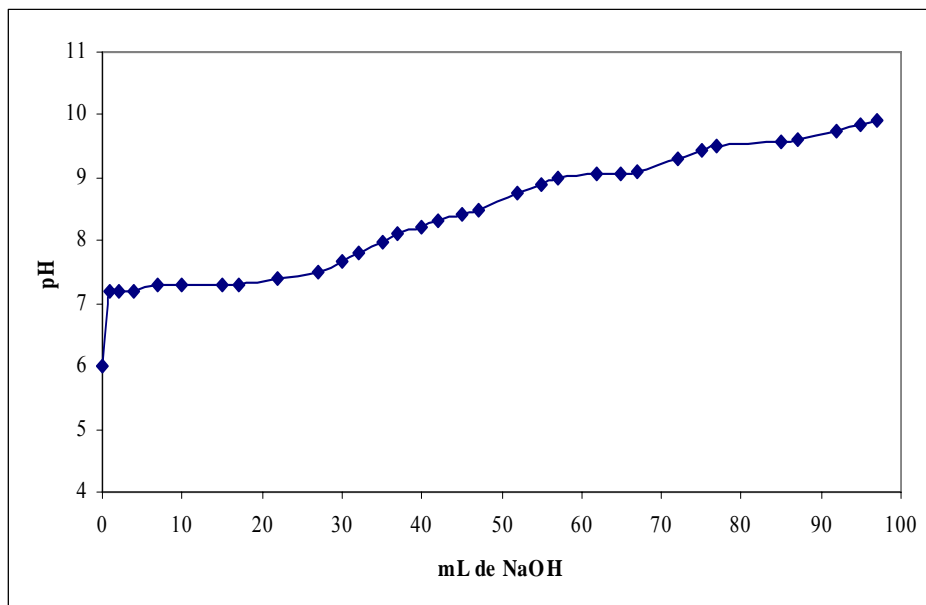


Figura 5.5 Curva de titulación de sulfato de aluminio con NaOH.

- Con $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Tabla 5.10 Datos para la curva de titulación para el sulfato de aluminio

Soln. 2 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	
gr añadidos	pH
0	6
1.0048	7.5
1.6138	7.75
2.2228	8
2.8283	8.25
3.4338	8.5
4.0347	8.75
4.6356	9
5.23985	9.25
5.8441	9.5
6.46335	9.75
7.0826	10

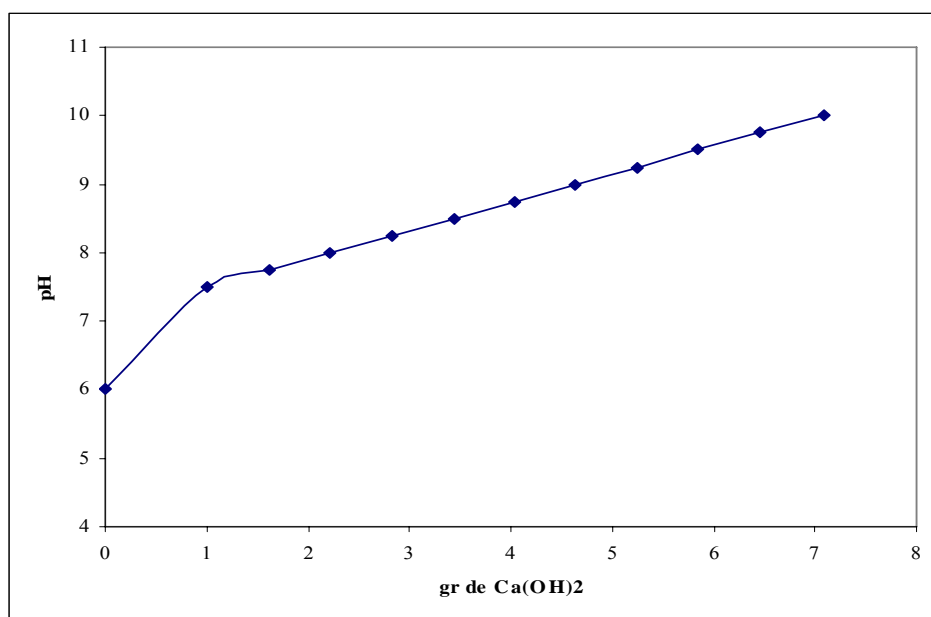


Figura 5.6 Curva de titulación de sulfato de aluminio con $\text{Ca}(\text{OH})_2$

5.3.3 Curvas de titulación para el Plomo

- Con NaOH

Tabla 5.11 Datos para la curva de titulación para el sulfato de plomo

soln.4 PbSO_4			
mL añadidos	pH	mL añadidos	pH
0	7	45	9.12
1	7.7	47	9.16
2	7.8	49	9.2
4	8	52	9.26
5	8.06	55	9.32
7	8.18	57	9.36
9	8.3	59	9.4
12	8.36	62	9.43
15	8.42	65	9.46
19	8.5	67	9.48
22	8.56	69	9.5
25	8.62	72	9.56
29	8.7	75	9.62
32	8.79	77	9.66
35	8.88	79	9.7
37	8.94	82	9.76
39	9	85	9.82
42	9.06	89	9.9

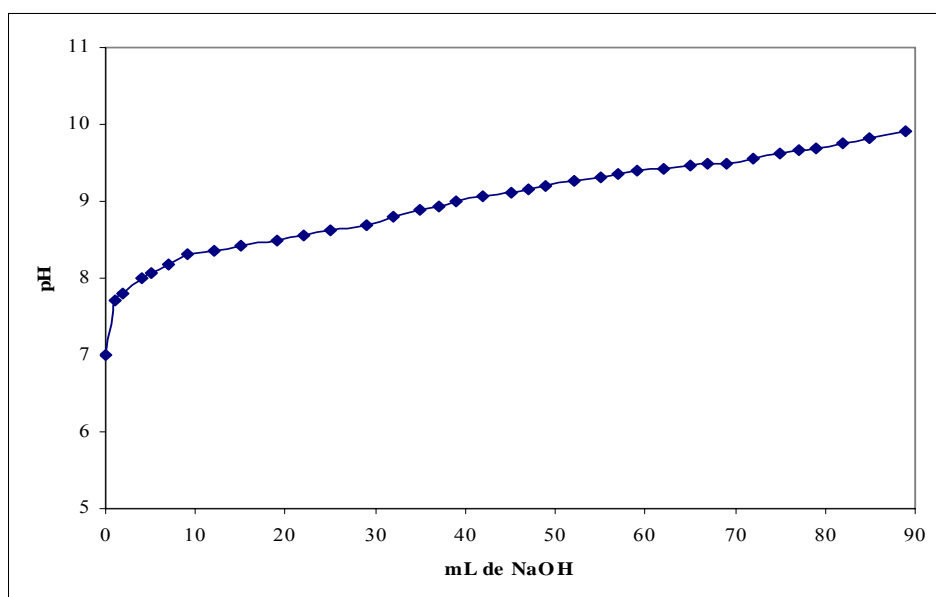


Figura 5.7 Curva de titulación de sulfato de plomo con NaOH

- Con $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Tabla 5.12 Datos para la curva de titulación para el sulfato de plomo

Soln. 4 PbSO_4	
gr añadidos	pH
0	7
1.0075	8
1.6095	8.25
2.2115	8.5
2.8368	8.65
3.4621	8.8
4.2158	8.95
4.9695	9.1
5.7214	9.3
6.4733	9.5
5.63735	9.8
8.1452	10.1

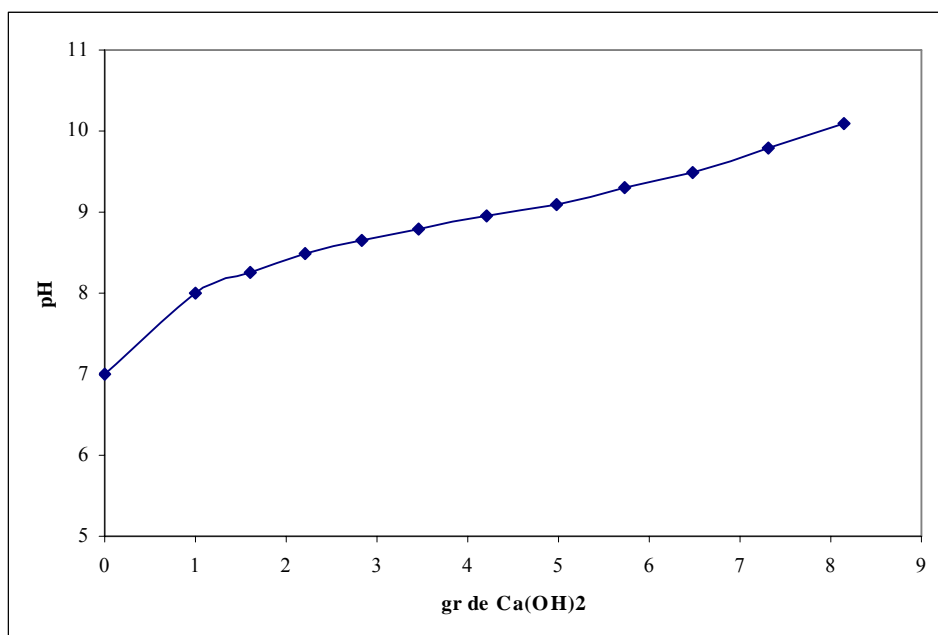


Figura 5.8 Curva de titulación de sulfato de plomo con $\text{Ca}(\text{OH})_2$

5.3.4 Curvas de titulación para el Hierro

- Con NaOH

Tabla 5.13 Datos para la curva de titulación para el sulfato de hierro

Soln. 3 FeSO_4			
mL añadidos	pH	mL añadidos	pH
0	5.5	72	8.25
1	6	75	8.4
2	6.2	77	8.5
4	6.4	82	8.65
7	6.5	85	8.74
17	6.5	87	8.8
27	6.5	92	9
37	6.5	95	9.12
47	6.8	97	9.2
50	6.92	102	9.22
52	7	105	9.22
55	7.12	107	9.5
57	7.2	112	9.52
60	7.44	115	9.52
62	7.6	117	9.7
65	7.84	122	9.85
67	8	125	9.94
70	8.15	127	10

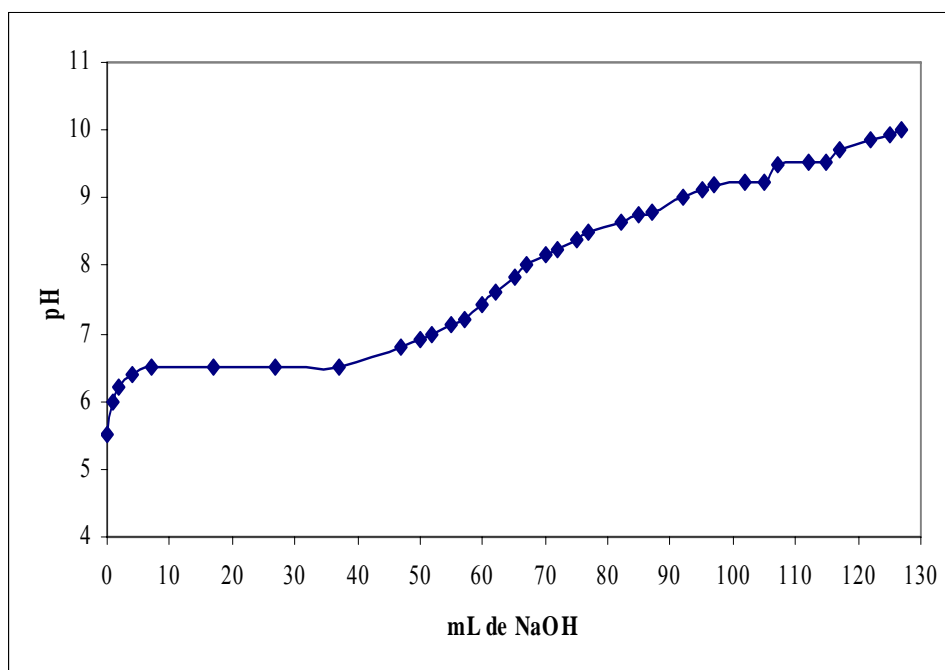


Figura 5.9 Curva de titulación de sulfato de hierro con NaOH

- Con $\text{Ca}(\text{OH})_2$

Tabla 5.14 Datos para la curva de titulación para el sulfato de hierro

Soln. 3 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	
g añadidos	pH
0	6.5
1.0094	7.3
1.6115	7.35
2.2136	7.4
2.8445	7.45
3.4754	7.5
4.23605	7.75
4.9967	8
5.7657	8.35
6.5347	8.7
7.29605	8.9
8.0574	9.1
9.06565	9.55
10.0739	10

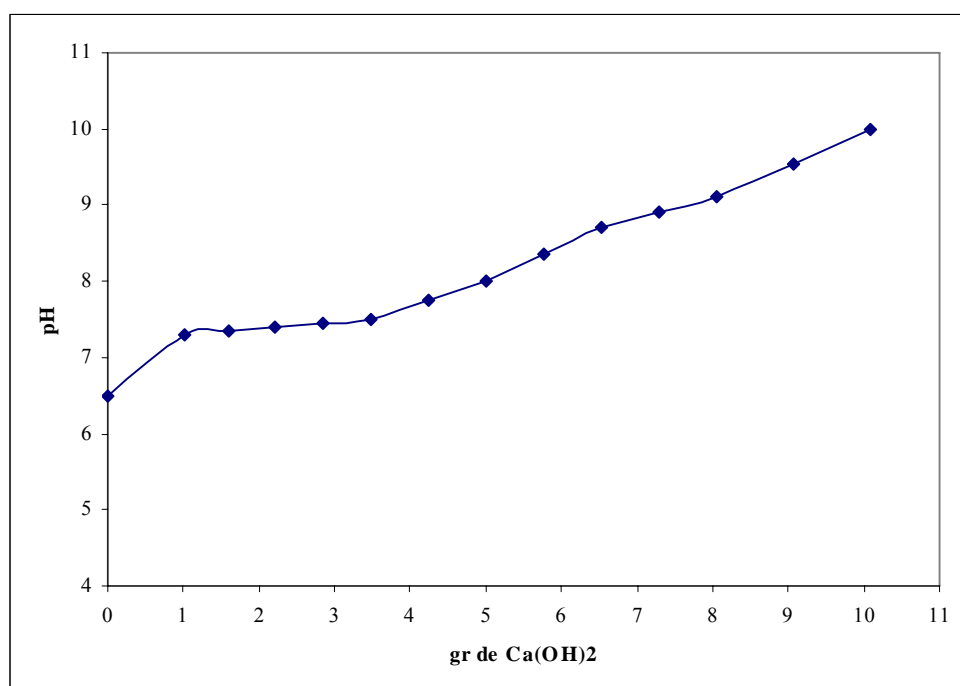


Figura 5.10 Curva de titulación de sulfato de fierro con $Ca(OH)_2$

Por la tendencia general de la líneas se puede apreciar en cada uno de los gráficos anteriores que si comportan como una curva típica de titulación pero no completa por que no se esta partiendo de un pH tan bajo si no que se partió de soluciones con pH neutro ($pH=7$) y pH menores a 7 (ver *Tabla 5.6*), así que las gráficas presentan la forma de la parte superior de la curva típica de titulación, es decir se trabaja el la zona de arriba de la “S” que forma la curva completa.

Al ir agregando el agente precipitante el pH cambiaba, para el hidróxido de sodio era más lento el cambio por eso hay más puntos en las gráficas, para el hidróxido de calcio se comportó de manera diferente, desde la primera cantidad añadida se registraba un ligero cambio en el pH, es por eso que los puntos en los gráficos son menos y en algunas de ellas la tendencia de la línea se ve un poco frustrada o que tiene

mas forma de línea recta pero se nota que hay un cambio de pH que es lo importante y que el valor final de este es de 10.

Ya que se ajusto el pH de las soluciones se dejo precipitar los lodos en cada una de las cubetas aproximadamente 24 horas para que se lograra que las muestras que se obtuvieran fueran buenas, así es el aspecto del precipitado después de un día de reposo.

- Cadmio



Figura 5.11 Precipitado resultante de Hidróxido de sodio con sulfato de cadmio e hidróxido de calcio con sulfato de cadmio respectivamente.

- Aluminio



Figura 5.12 Precipitado resultante de Hidróxido de sodio con sulfato de aluminio e hidróxido de calcio con sulfato de aluminio respectivamente.

- Plomo



Figura 5.13 Precipitado resultante de Hidróxido de sodio con sulfato de plomo e hidróxido de calcio con sulfato de plomo respectivamente.

- Fierro



Figura 5.14 Precipitado resultante de Hidróxido de sodio con sulfato de fierro e hidróxido de calcio con sulfato de fierro respectivamente.

El sobrenadante de las cubetas para cada uno de los metales con los dos agentes precipitantes es diferente, para el cadmio y el plomo se ve turbio de color blanquizco mas para el caso del hidróxido de calcio (ver *Figura 5.11 y 5.13*), el volumen de los lodo es mayor, para el hidróxido de sodio el volumen de lodo para cadmio es menor, este comportamiento se notó en todas las soluciones que fueron tratadas con NaOH, el clarificado de las demás soluciones en especial las del aluminio mostraron una claridad especial pareciera que se había precipitado completamente, para el caso del fierro se formó una especie de nata del color del metal (verde y amarillo) respectivamente, el



volumen para el fierro fue el mayor que el de los demás metales de trabajo de los cuales se obtuvo también un precipitado.

Después que se determinaron las reacciones que se llevan a cabo en la precipitación alcalina, se espera que el lodo que se encuentra en el fondo de la cubeta este compuesto en mayor proporción por el hidróxido de metal formando por eso se analizó cuantitativamente en que proporción se encuentra el metal como tal en el lodo y también la dosificación del coagulante por litro de agua residual, el sobrenadante también contiene restos de hidróxido de metal y precipitante pero en una cantidad insignificante por eso no se considera, esto es importante por que el metal es la parte principal del compuesto pues es el que va a perdurar durante todos los procesos de elaboración del pigmento inorgánico y el que va a dar el color característico del óxido final, y del precipitante se formarán gases en el ultimo paso de este proceso.

La siguiente tabla muestra los miligramos de cada metal que se encontraron relacionando el peso molecular del hidróxido formado (lodo) y del metal de trabajo, en base húmeda es decir en el precipitado.

Se incluye la eficiencia de remoción que es el valor que expresa que cantidad de metal se pudo separar para formar los nuevos compuestos, por que si se analizan las reacciones de precipitación, no solo se forma el hidróxido de metal completamente existen otros compuestos que están dentro de la solución.



Tabla 5.15 Cantidad de metal en miligramos que esta presente por litro de solución de agua residual

	mg metal/L agua	% d eficiencia de remoción	
NaOH	30.54237	93.854	cadmio
	52.49640	98.750	plomo
	158.00000	96.330	aluminio
	206.50000	99.041	fierro
Ca(OH)₂	30.54237	93.854	cadmio
	52.49640	98.750	plomo
	158.00000	96.330	aluminio
	394.04013	99.495	fierro

Como se nota son los mismos valores para el hidróxido de calcio que para el hidróxido de sodio excepto por el ultimo que corresponde al fierro ya que se trabajo con sulfato de fierro (II) con Ca(OH)_2 y sulfato de fierro (III) con NaOH.

Las cantidades de metal en la solución están íntimamente ligadas con el peso molecular de las sales y de la cantidad que se agrego de cada una de ellas a las cubetas de 10L es por eso que los valores son idénticos para los dos coagulantes con los que se trabajo, lo que cambia es la dosis de agente precipitante en las soluciones que se agrego para el cambio de pH.

Las siguientes gráficas son una representación de los datos contenidos en la *Tabla 5.15*.

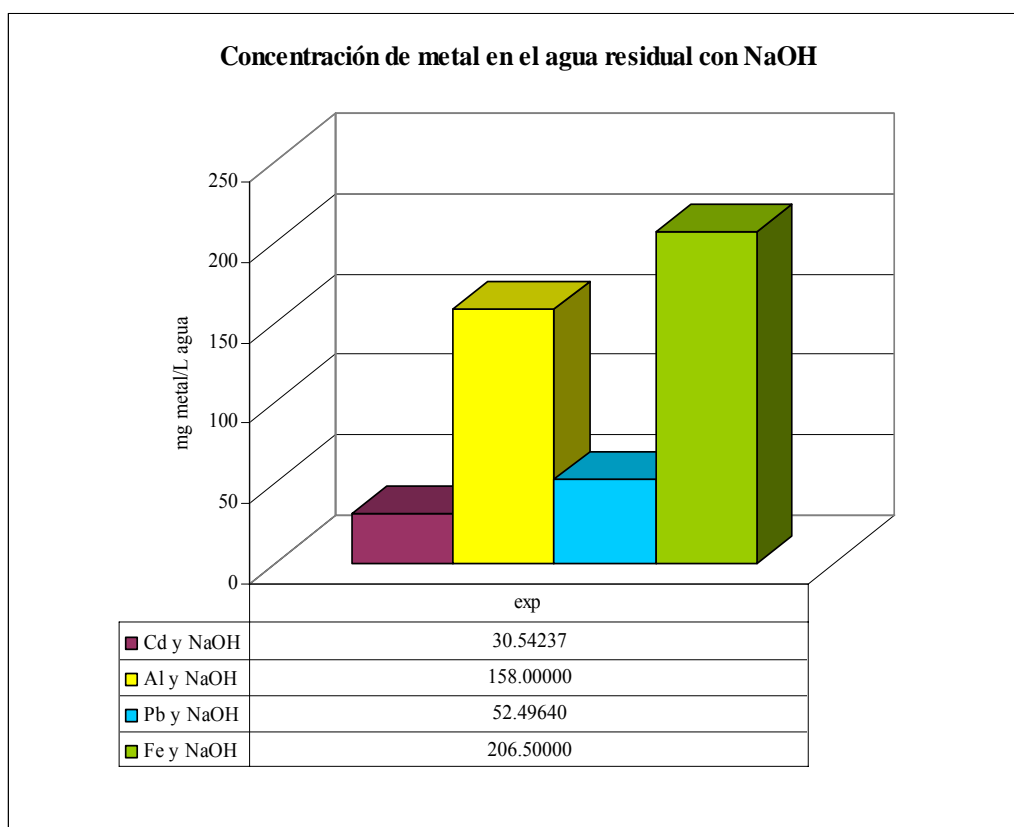


Figura 5.15 Concentración de cada metal de trabajo en miligramos por cada litro de solución de agua residual con el coagulante NaOH.

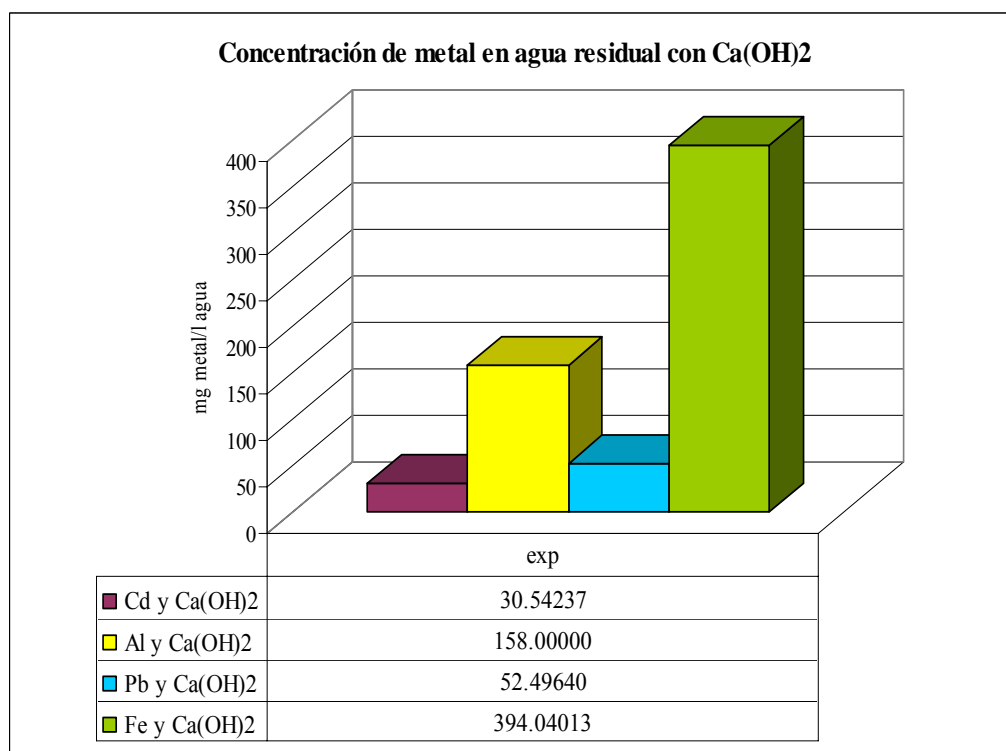


Figura 5.16 Remoción de cada metal de trabajo en miligramos por cada litro de solución de agua residual con el coagulante Ca(OH)₂.



La dosificación del agente precipitante en el lodo de acuerdo a cada uno de los metales de trabajo es:

Tabla 5.16 Dosificación del agente precipitante para cada uno de los metales de trabajo en Kg por litro de agua residual.

		Dosificación (Kg agente precipitante/L agua residual)
NaOH	cadmio	0.000268
	plomo	0.000356
	aluminio	0.000388
	fierro	0.000508
Ca(OH)₂	cadmio	0.000704
	plomo	0.000815
	aluminio	0.000708
	fierro	0.001007

Expresados los siguientes datos en forma gráfica se aprecian de la siguiente manera:

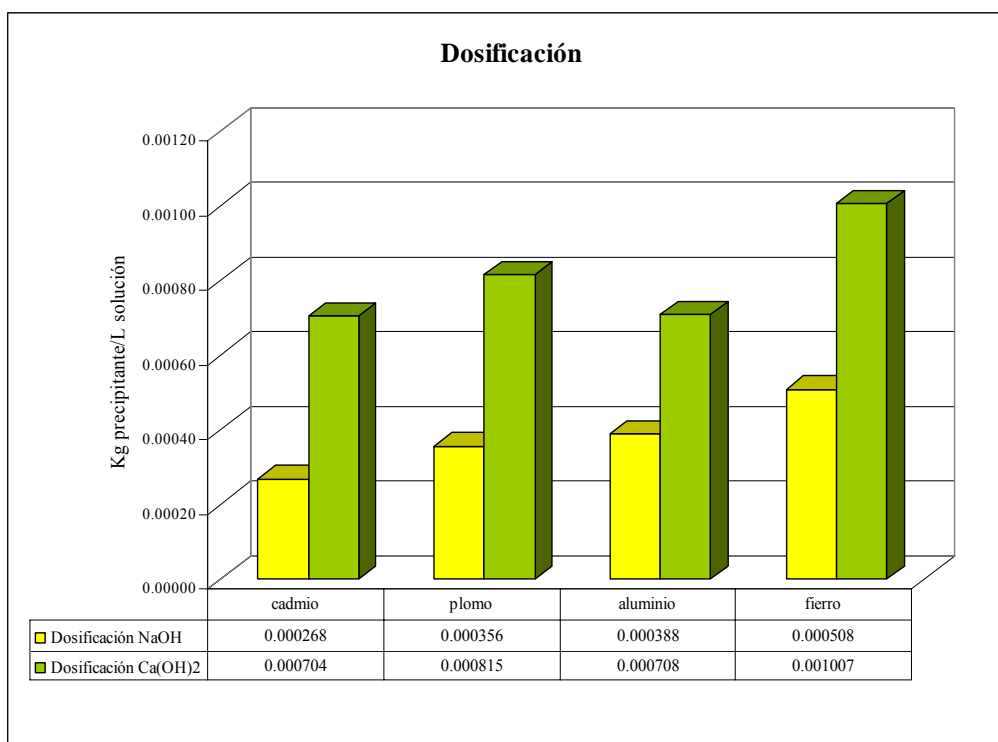


Figura 5.17 Dosificación de NaOH y Ca(OH)₂ para cada uno de los metales de trabajo



La humedad de los lodos es un parámetro importante aunque se intuye que el valor de esta sea alto pues los lodos están húmedos parte de la consistencia que presentan es por que están contenidos en agua, para cerciorar que la humedad de los lodos es alta se calculó con la ecuación 5.1 y los resultados son los siguientes:

Tabla 5.17 Humedad calculada para los lodos húmedos.

	Peso inicial sal (g/10L)	Peso inicial sal (g/L)	Peso de precipitado/L	g de precipitante añadido	Peso total (sal+precipitante)	% Humedad
NaOH	0.68571	0.06857	0.01700	0.26800	0.33657	94.94907
	10.13333	1.01333	0.02461	0.38800	1.40133	98.24368
	0.73188	0.07319	0.02258	0.35600	0.42919	94.73842
	14.89286	1.48929	0.03222	0.50800	1.99729	98.38662
Ca(OH)₂	0.68571	0.06857	0.44050	7.03790	7.10647	93.80142
	10.13333	1.01333	0.50981	7.08260	8.09593	93.70294
	0.73188	0.07319	0.50981	8.14520	8.21839	93.79677
	21.42860	2.14286	0.63052	10.07390	12.21676	94.83887

De manera gráfica se hace una comparación de los valores de humedad para cada uno de los hidróxidos que se emplearon.

Los valores que se registran para ambos precipitantes para cada uno de los metales que de trabajo no se encuentra un valor menor al 90% de humedad, y como se había comentado anteriormente era de esperarse ya que se tiene un lodo húmedo, parte de su estado es agua, para el hidróxido de sodio los valores son del 95% y 98% , para el hidróxido de calcio son del 93% y 94%, estos valores se ven influidos directamente por la cantidad de precipitado que se obtuvo, como para el NaOH la cantidad de lodo fue

menor cuando se decantó la solución se dejó mas agua para no perder tanto del mismo, es por eso que la humedad que se registra es mayor que para el Ca(OH)_2 .

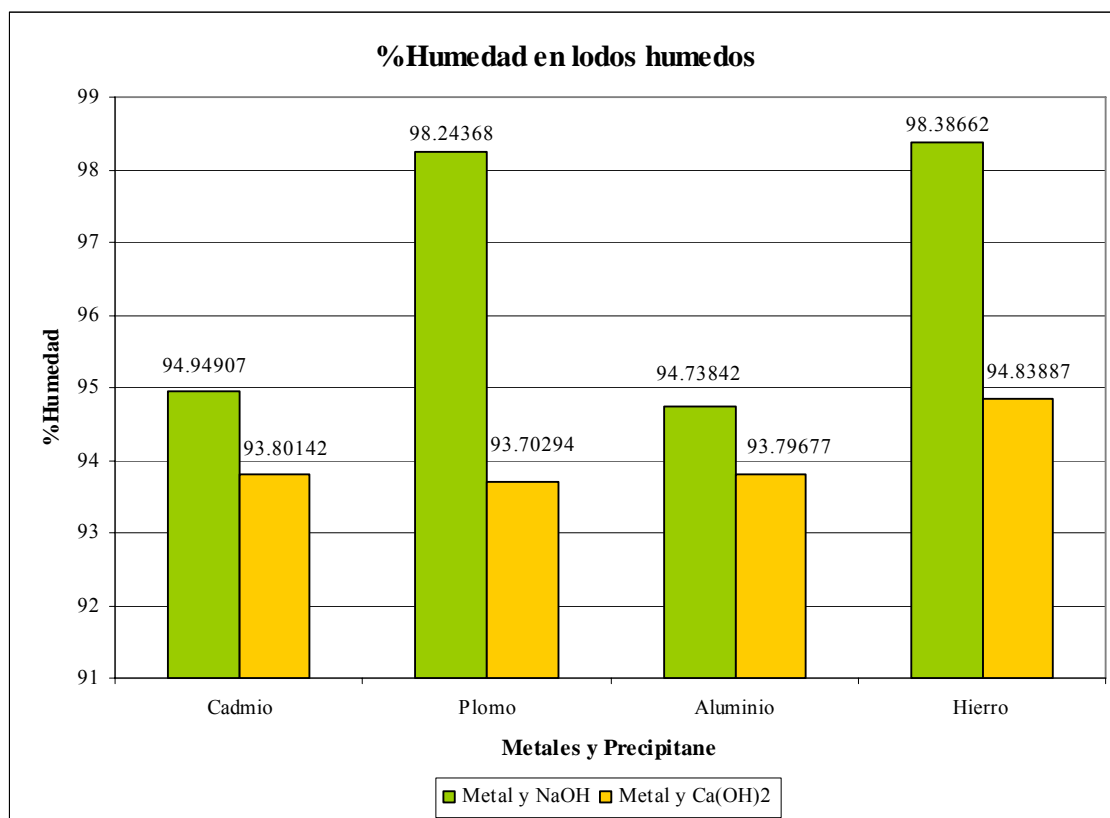


Figura 5.18 Humedad calculada para los lodos húmedos de acuerdo a los hidróxidos empleados.

5.4 Secado

Después de decantar las soluciones que se precipitaron, los lodos que se obtuvieron se depositaron en charolas de acero inoxidable para secarlos, por cuestiones de rapidez para que este proceso fuera más rápido se requirió de parrillas por que de otra manera se tendrían que dejar los precipitados extendido en la carola a la intemperie el tiempo necesario para que el aspecto de las muestras fuera completamente seco y desde la decantación no se les podía retirar completamente el agua presente y este tiempo

estimado sobrepasaba las 24 horas de exposición, así que se secaron durante aproximadamente 2 horas cada una de las charolas con los lodos en las parrillas como se ve en las siguientes imágenes.

- Cadmio



Figura 5.19 Hidróxido de cadmio secándose (lado izquierdo con NaOH y lado derecho con $\text{Ca}(\text{OH})_2$)

- Aluminio



Figura 5.20 Hidróxido de aluminio secándose (lado izquierdo con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y lado derecho con NaOH)

- Plomo



Figura 5.21 Hidróxido de plomo secándose (lado izquierdo con NaOH y lado derecho con $\text{Ca}(\text{OH})_2$)

- Fierro

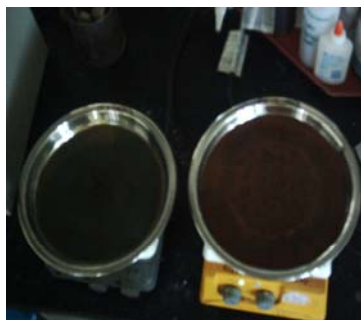


Figura 5.22 Hidróxido de fierro secándose (lado izquierdo con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y lado derecho con NaOH)

El aspecto de los lodos durante el secado fue diferente al que se notaba cuando todavía estaban en las cubetas antes de la decantación a pesar de estar todavía completamente húmedos, para el cadmio el precipitado era completamente blanco, con poco turbidez en comparación con el precipitado del fierro, este último se notaba más denso, espeso, el hidróxido de aluminio también se mostró casi blanco pero se notaba más turbidez que en el cadmio, el plomo fue uno de los primeros lodos en secarse, claro que el volumen de los mismos fue menor que el de otros metales en solución.

Después del secado en las parrillas de los nuevos hidróxidos hubo cambios físicos para cada uno de los metales, se había retirado casi por completo el agua presente pero aún no se tiene el óxido del metal que es el que va a determinar el color del pigmento, así se notan los hidróxidos de metal nuevos, el volumen se vio afectado pues ahora el aspecto es como polvo.

- Cadmio



Figura 5.23 Cadmio seco (lado izquierdo con NaOH y lado derecho con Ca(OH)₂)

- Aluminio



Figura 5.24 Aluminio seco (lado izquierdo con Ca(OH)₂ y lado derecho con NaOH)

- Plomo



Figura 5.25 Plomo seco (lado izquierdo con NaOH y lado derecho con Ca(OH)₂)

- Fierro



Figura 5.26 Fierro seco (lado izquierdo con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y lado derecho con NaOH)

Los lodos secos ya secos fueron de color similar al que presentaban cuando se encontraban en las cubetas destinadas para la precipitación alcalina, a pesar de estar secándose a una temperatura mayor a la temperatura ambiente no se modificó el color, el volumen obviamente disminuyó considerablemente, a simple vista se nota que con el hidróxido de calcio se producen más lodos, en el caso del plomo con hidróxido de sodio fue muy poco el desecho sólido que se obtuvo por eso se cuidó demasiado cuando se decantó, con los otros metales también se cuidó que no se perdiera precipitado en la decantación pero era mayor el volumen de lodos.

El tamaño de partícula también cambia por ejemplo el del aluminio con ambos precipitantes y el del fierro es de mayor tamaño comparado con el del cadmio o el plomo, es por eso que se necesitó hacer un molido en un mortero de porcelana para que se disminuyera el tamaño de partícula del lodo seco y se pudiera calcinar de mejor manera.



5.5 Producción de lodos

Para saber que cantidad de lodo se obtuvo, primero se molieron un poco los lodos secos, se pasaron de las charolas de acero inoxidable a crisoles para que se pudieran pesar mejor y para dejarlos preparados para el proceso de calcinación, en las siguientes tablas esta registrados los pesos de lodos según el agente precipitante que se utilizó.

- **Con NaOH**

Tabla 5.18 Producción de lodos con hidróxido de sodio para cada metal de trabajo.

	NaOH	
	Lodo (g precipitado/10L)	Lodo (g precipitado/L)
Cadmio	1.4598	0.14598
Aluminio	6.5112	0.65112
Fierro	9.8242	0.98242
Plomo	2.8576	0.28576

- **Con Ca(OH)₂**

Tabla 5.19 Producción de lodos con hidróxido de sodio para cada metal de trabajo.

	Ca(OH) ₂	
	Lodo (g precipitado/10L)	Lodo (g precipitado/L)
Cadmio	12.9898	1.29898
Aluminio	15.1894	1.51894
Fierro	13.6357	1.36357
Plomo	16.0288	1.60288

De acuerdo a las *Tablas 5.18 y 5.19*, si se hace una comparación entre ellas se puede asegurar que con el hidróxido de calcio se produce mayor cantidad de lodos, de alguna manera era de esperarse ya que en el momento de agregar el agente precipitante



para que se ajustar el pH se notaba enseguida un precipitado blanco con el hidróxido de calcio y con el hidróxido de sodio únicamente se veía el cambio de pH, fue hasta después del tiempo que se empleo para la reposo de las soluciones cuando se noto la presencia de un precipitado.

Para el plomo y el aluminio con hidróxido de calcio fue necesario emplear otro crisol por que no fue suficiente la capacidad del primer crisol para contener la muestra completa.

La proporción del metal en el lodo seco también fue calculado, tomando en cuenta la relación inicial que se encontró de miligramos de metal por litro de agua residual y el peso del lodo seco (ver *Tabla 5.20*).

Tabla 5.20 Miligramos de metal por kilogramos de precipitado seco

		mg metal/Kg precipitado seco
NaOH	cadmio	209266.00124
	plomo	82100.03265
	aluminio	555672.78610
	fierro	216402.58216
Ca(OH)₂	cadmio	23696.09664
	plomo	213.81025
	aluminio	708.20260
	fierro	289822.76423

Estos valores deben ser comparados con los valores máximos permisibles que establecen las normas mexicanas NOM-001 SEMARNAT, NOM-002-SEMARNAT (ver *Anexo A*)



Lo anterior representa las ppm de metal que se encuentran por cada kilogramos de lodo, se puede expresar en porcentaje:

Tabla 5.21 Porcentaje de metal en el lodo seco

Agente	Metal	g lodo/10L	mg lodo /L	% metal
NaOH	cadmio	1.4595	145.95	20.92660
Ca(OH) ₂	cadmio	12.8892	1288.92	2.36961
NaOH	plomo	2.8434	284.34	55.56728
Ca(OH) ₂	plomo	2231	1591.58	9.92724
NaOH	aluminio	6.3942	639.42	8.21000
Ca(OH) ₂	aluminio	2455.28	1501.04	3.49734
NaOH	fierro	9.5424	954.24	21.64026
Ca(OH) ₂	fierro	13.5959	1359.59	28.98228

Gráficamente los resultados se pueden ver de la siguiente manera:

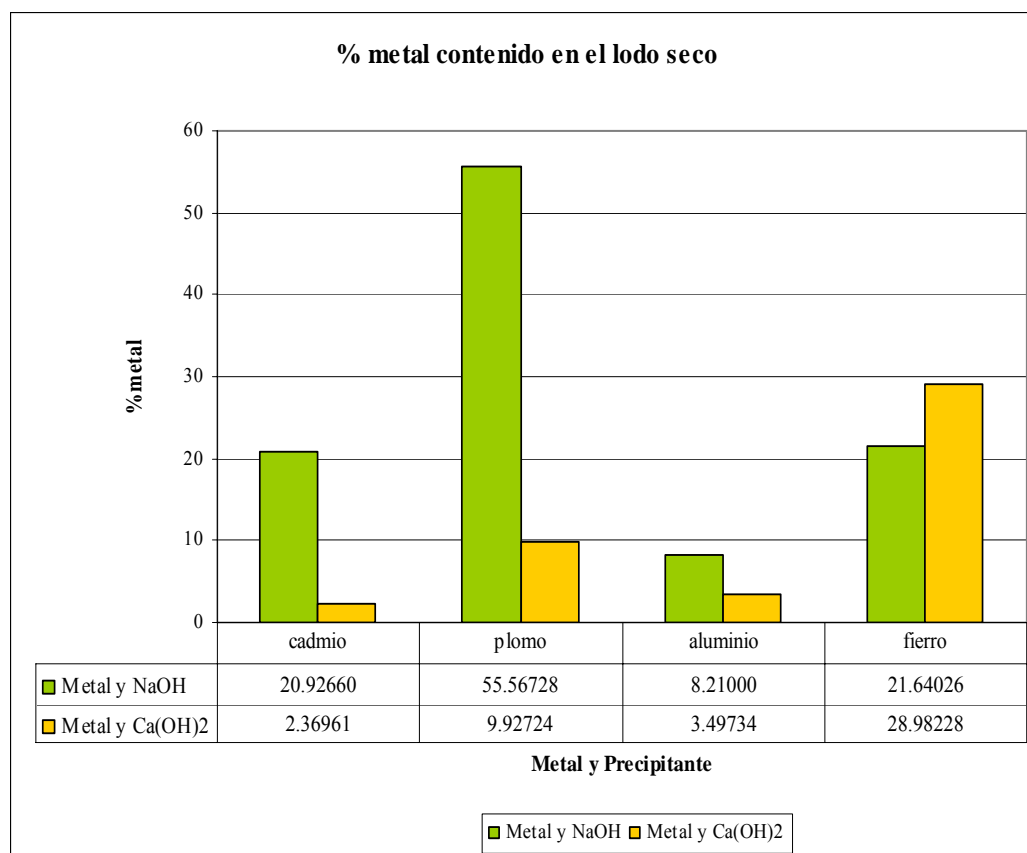


Figura 5.27 Porcentaje de cada metal contenido en el lodo seco por precipitante utilizado.

Generalizando los resultados, se observa que para el hidróxido de sodio es más alto el porcentaje de metal en el lodo y los valores varían de 8 a 55% aproximadamente, el plomo es el que más está presente en el lodo formado por el NaOH y el aluminio el que está en menos proporción, y con el hidróxido de calcio es menor esto quiere que por todo el lodo seco producido solo se tiene el porcentaje que muestra la tabla de datos de la Figura 5.15 de metal y el resto está compuesto por agua, y otros compuestos que participan en la reacción, estos valores varían de 10 hasta 29%, para este caso el cadmio es el que está en menor proporción y el hierro en mayor proporción.

Para comparar individualmente los porcentajes de metal con los precipitantes se presentan las siguientes figuras:

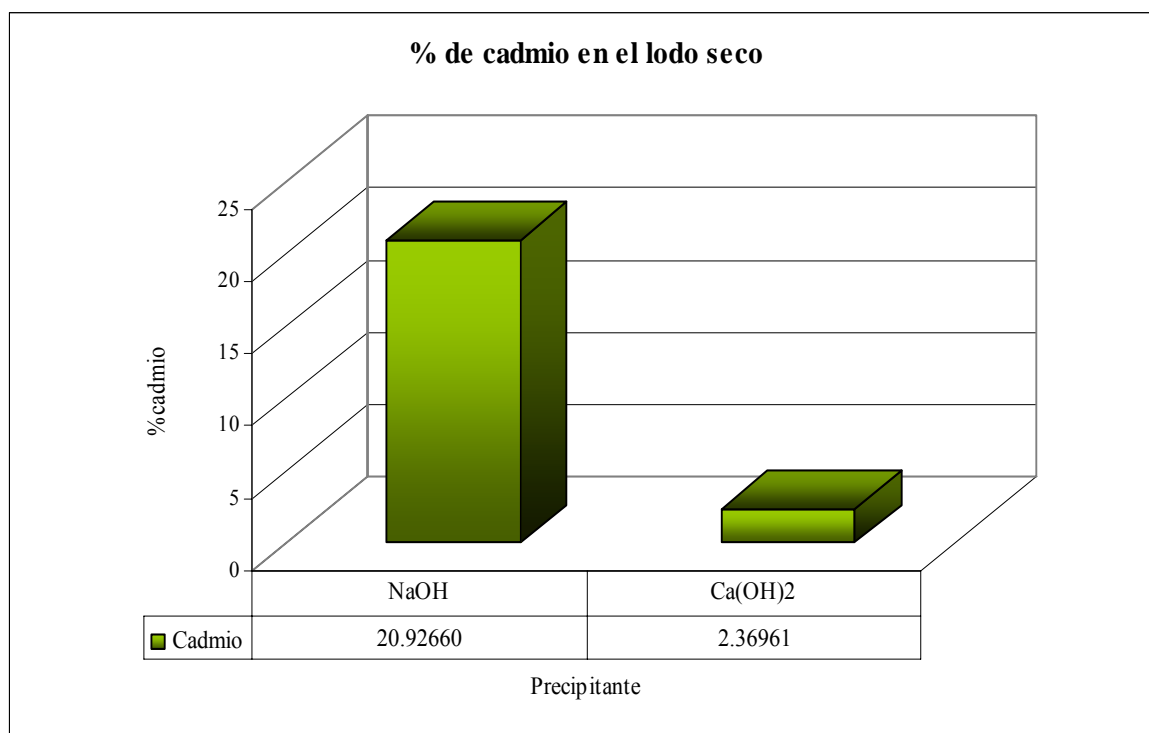


Figura 5.28 Porcentaje del cadmio en el lodo seco con los dos precipitantes alcalinos.

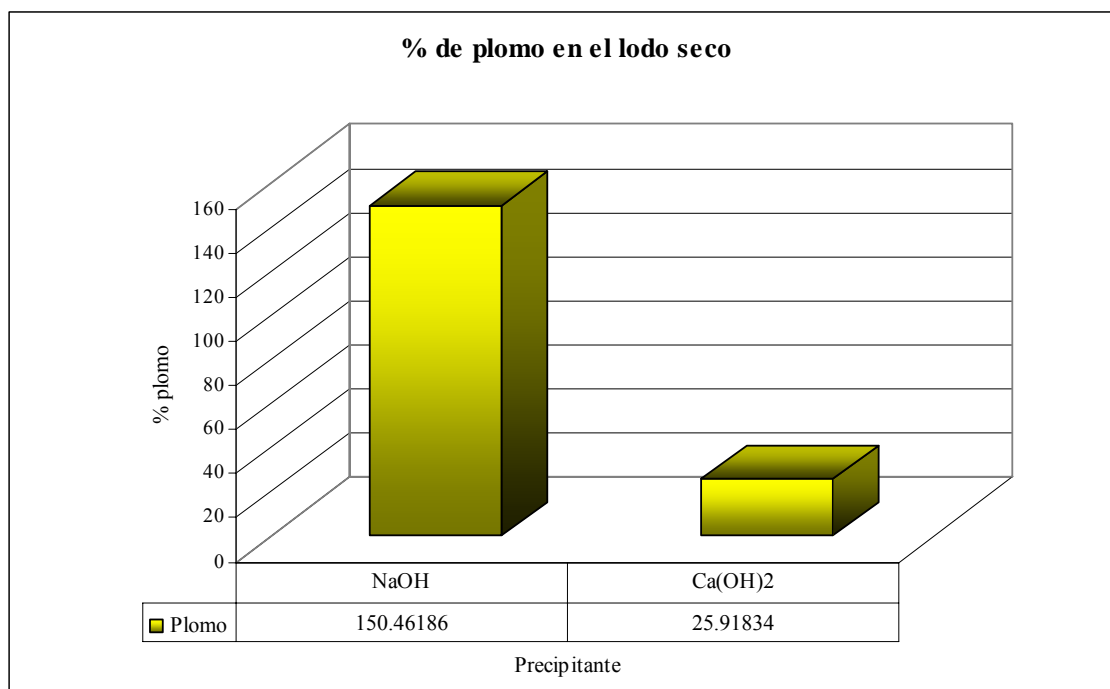


Figura 5.29 Porcentaje del plomo en el lodo seco con los dos precipitantes alcalinos.

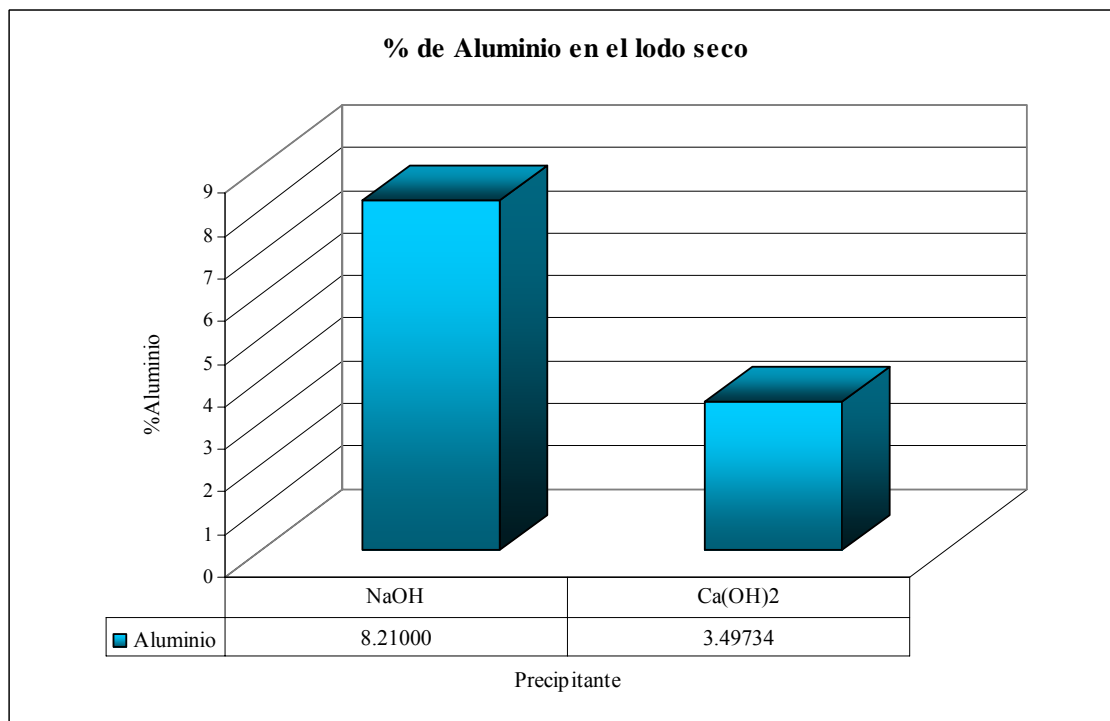


Figura 5.30 Porcentaje del aluminio en el lodo seco con los dos precipitantes alcalinos.

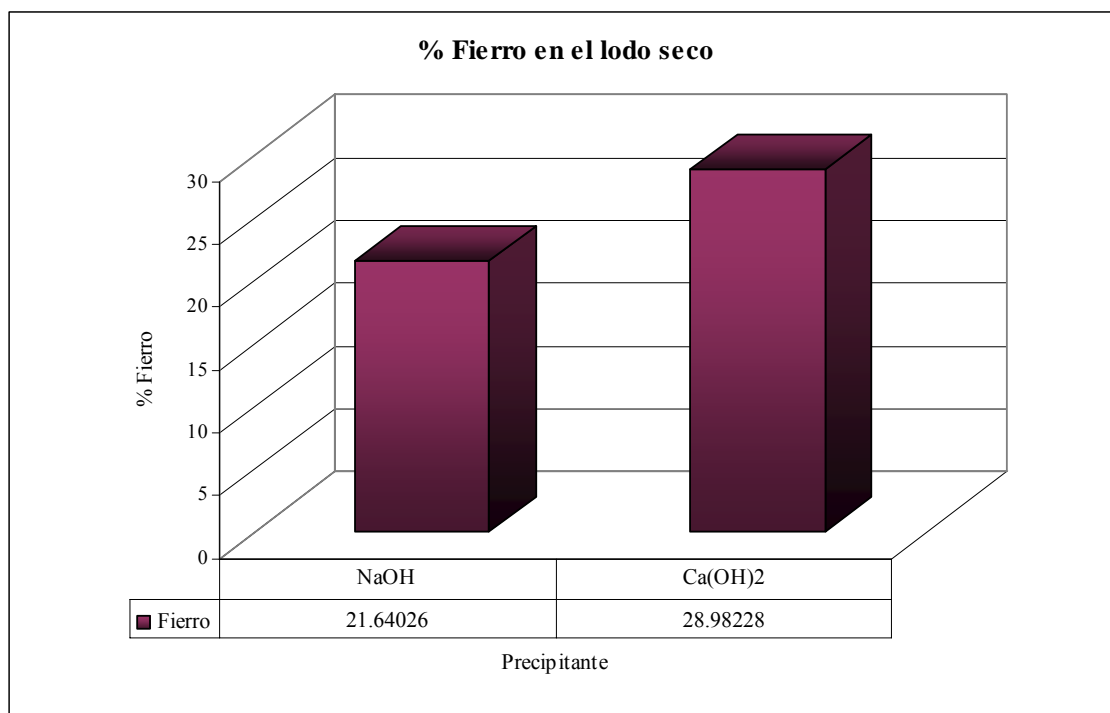


Figura 5.31 Porcentaje del fierro en el lodo seco con los dos precipitantes alcalinos.

Las gráficas anteriores es solo para tener una visibilidad más amplia de la diferencia de proporciones de metal respecto a los agentes precipitantes con los que se trabajo.

5.6 Determinación de la humedad marginal en los lodos secos

La humedad marginal es aquella que queda en la muestra y que no puede ser removida por ningún aparato, esta se elimina para este caso hasta que las muestras se sometan a la calcinación.

Las muestras después de secarse en las charolas de acero inoxidable se depositaron en crisoles que anteriormente habían sido sometidos y llevados a peso



constante para que al agregar la muestra del metal no hubiera variaciones en el peso, los lodos obtenidos también se trataron en la estufa para llevarlas a un peso constante y así con los gramos que registraba la balanza analítica se determinara cuantitativamente el porcentaje de humedad marginal.

La fórmula que se empleó para este cálculo es la siguiente:

$$\%HM = \frac{m_h - m_s}{m_s - m_c} * 100$$

Ecuación 5.1 Formula para calcular la humedad marginal en las muestras después del secado.

Donde:

m_h = masa antes del secado

m_s = masa después del secado

m_c = masa del crisol

Se hicieron tres mediciones de peso en gramos de los crisoles con los lodos ya secos en un tiempo aproximado de 24 horas, la primera pesada fue después de 12 horas, la segunda a 15 horas y la tercera las 24 horas todas las muestras a una temperatura constante de 100°C.

Después de aplicar la ecuación anterior se obtuvieron los siguientes resultados de humedad marginal para las tres pesadas de crisoles y muestra que se hicieron.



Tabla 5.22 Humedad marginal calculada para la tercer pesada de crisol y muestra juntos.

Metal precipitado	Agente precipitante	Peso inicial crisol	Peso inicial muestra	Peso total	3er. Pesada (24 horas @ 100°C)	% Humedad marginal
Cadmio	NaOH	20.0078	1.4598	21.4676	21.4673	0.0206
Cadmio	Ca(OH) ₂	19.0155	12.9898	32.0053	31.9047	0.7745
Plomo	NaOH	12.468	2.8576	15.3256	15.3114	0.4969
Plomo	Ca(OH) ₂	24.4614	11.9728	36.4342	36.3224	0.9338
Plomo	Ca(OH) ₂	17.9926	4.056	22.0486	22.0474	0.0296
Aluminio	NaOH	26.4127	6.5112	32.9239	32.8069	1.7969
Aluminio	Ca(OH) ₂	21.4118	10.7726	32.1844	32.0062	1.6542
Aluminio	Ca(OH) ₂	18.8554	4.4168	23.2722	23.2714	0.0181
Hierro	NaOH	20.8195	9.8242	30.6437	30.3619	2.8684
Hierro	Ca(OH) ₂	24.5867	13.6357	38.2224	38.1826	0.2919

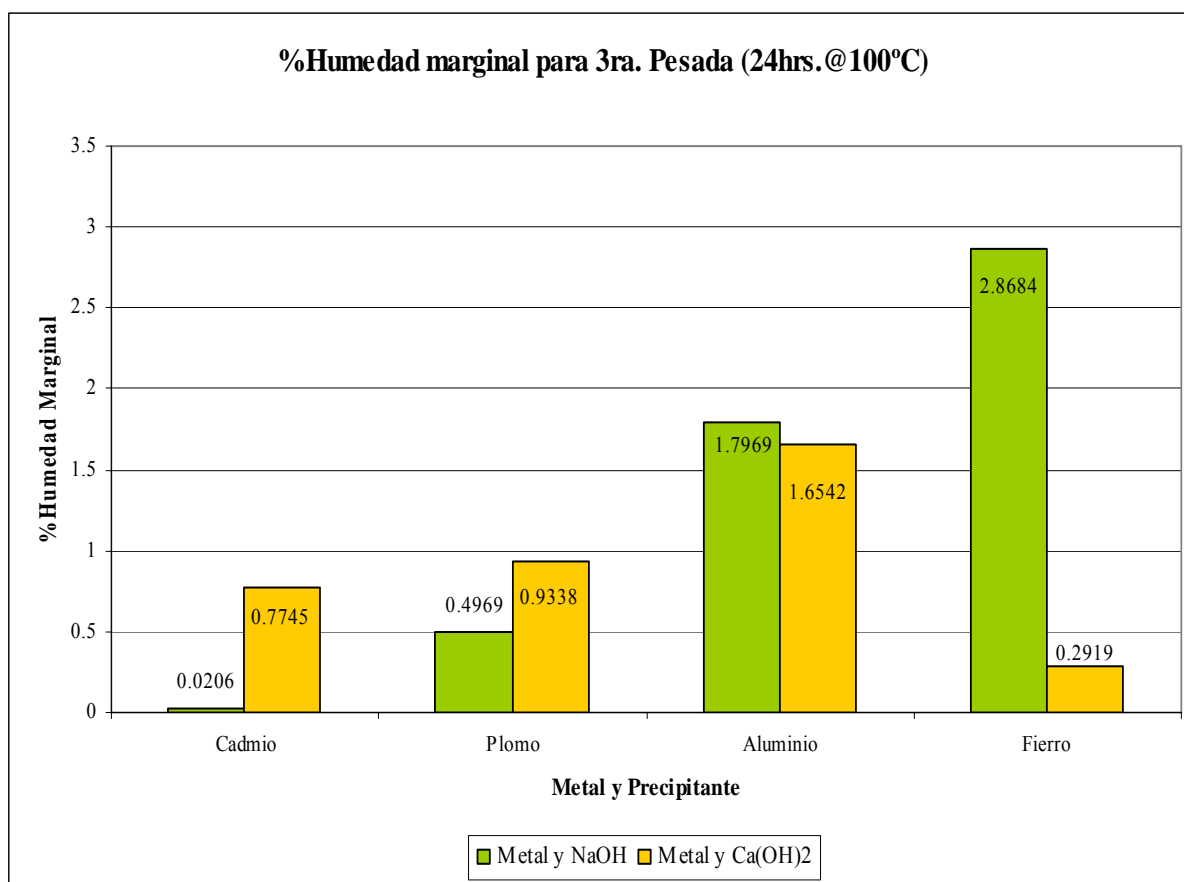


Figura 5.32 Comparación de humedad marginal entre metales de trabajo y agente precipitante utilizado para la tercer pesada de crisoles y muestra juntos



La humedad marginal cambia un poco en cada pesada, las primeras dos pesadas son muy parecidas aunque se nota un aumento en el valor de la última columna de la *Tabla 5.23*, ya en la tercera pesada es mayor el valor por que se removió más agua que se encontraba alrededor de la muestra, en la muestra y en el crisol que la contiene cuando se pesaba en la balanza analítica se registraba una variación de aproximadamente 0.0003g que es una cantidad mínima y así se decide que se a llegado a un peso constante.

Como se observa en las gráficas la humedad marginal es más alta con el hidróxido de sodio que con el hidróxido de calcio por que el Ca(OH)_2 tiende a retener más humedad, es decir el deshacerse de los protones de la molécula implica un consumo de energía mayor como el ser sometido a temperaturas más elevadas que al NaOH.

5.7 Calcinación

Cuando se determinó que las muestras habían llegado aun peso constante se preparó el horno en el que se iban a colocar las muestras a una temperatura de $1000^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, los lodos se sometieron a este tratamiento por un tiempo aproximado de 2 horas mas el tiempo que tardo el equipo en llagar al set-point deseado y el tiempo que se necesito para que se enfriara y llegara a una temperatura adecuada para poder abrirlo ya que si se habré enseguida o a una temperatura mayor a 150°C puede dañarse el equipo y la persona que lo esta operando, en total se ocupo el horno para la calcinación por aproximadamente 24 horas por que el tiempo de enfriamiento es mucho mayor que el de

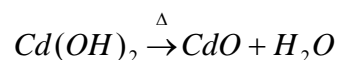


calentamiento, de hecho fue necesario ocupar un ventilador para ayudar a que se enfriara.

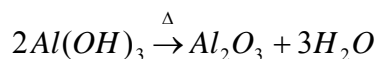
Después de terminado el tiempo de calcinación se tiene como resultado los óxidos del metal, el calentamiento a alta temperatura ayudó a eliminar por completo los hidrógenos que todavía existían en la muestra es por eso que se tiene como resultado óxidos y estos son los que se necesitan para pigmentar, en el momento que se termina la calcinación se a elaborado un pigmento inorgánico.

Las reacciones que se llevan a cabo durante la calcinación son las siguientes:

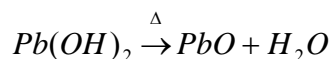
- Cadmio



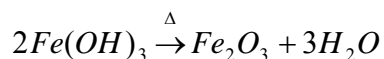
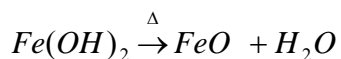
- Aluminio



- Plomo



- Hierro



El aspecto de los lodos calcinados se muestra en la siguiente figura:



Figura 5.33 Óxidos del metal obtenidos después de la calcinación.

Para cada metal lucen de la siguiente manera:

- Cadmio



Figura 5.34 Óxidos del cadmio obtenidos después de la calcinación (lado derecho con Ca(OH)_2 , lado izquierdo con NaOH)

- Aluminio



Figura 5.35 Óxidos de aluminio obtenidos después de la calcinación (lado derecho con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, lado izquierdo con NaOH)

- Plomo



Figura 5.36 Óxidos del plomo obtenidos después de la calcinación (lado derecho con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, lado izquierdo con NaOH)

- Hierro



Figura 5.37 Óxidos del hierro obtenidos después de la calcinación (lado derecho con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, lado izquierdo con NaOH)



Como se observa en las *Figuras 5.36, 5.37, 5.38 y 5.39*, los colores que se obtuvieron son diferentes a los de los lodos secos, para el cadmio con NaOH se tornó un poco amarillo y con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ permaneció de color blanco el resultado es bueno ya que el óxido de cadmio proporciona color blanco aunque no es el único color, puede ser rojo, verde, amarillo, para el aluminio con ambos precipitantes la coloración del óxido fue blanca, no hubo cambio de color el aluminio se esperaba que fuera blanco, el plomo si cambio de color, con hidróxido de sodio y calcio fue rojo aunque con el primer hidróxido la intensidad del color fue mayor, el fierro conservo el color que se presento desde el momento de la precipitación alcalina verde para el fierro (II) y amarillo para el fierro (III).

Después que las muestras fueron retiradas del horno se colocaron en un desecador y después de aproximadamente 10 minutos se volvieron a pesar para ver cuanto se había producido de óxido de metal, la tabla que se presenta a continuación muestra el peso total de muestra y crisol y la humedad removida que se calculó con la *ecuación 5.1*.

Como en las muestras antes de ser calcinadas la humedad marginal aumentaba conforme se estabilizaba el peso de los crisoles y la muestra, en el caso de las soluciones calcinadas la humedad removida aumento hasta completarse la remoción completa de agua en la muestra esto como consecuencia de someterlas a una temperatura alta, esto es lógico puesto que una muestras que es sometida a una calcinación, implica la eliminación de cualquier residuo de agua alrededor de la misma, el valor esperado de humedad en la muestra era 0% y este valor fue el que se obtuvo.



Se realizó una segunda calcinación para ver si se encontraba un vire de color más significativo en los óxidos ya obtenidos de la primera calcinación, esta vez fue a una temperatura de 550°C por un tiempo aproximado de 8 horas, incluyendo tiempo de calentamiento y enfriamiento del horno, y al sacar las muestras se notó ningún cambio en los crisoles con los óxidos obtenidos anteriormente, el color y la consistencia de los óxidos fue exactamente la misma que en la primera calcinación.

Se calculó la humedad removida para comparar con la de la primera calcinación y los resultados obtenidos no muestran diferencias significativas, por lo menos no en la penúltima columna de la *Tabla 5.25* donde el valor sigue siendo el máximo obviamente por que ya no se podía retirar mas humedad de la muestra y del crisol que la contenía, ahora se puede decir que se tiene un óxido de metal que en nombre comercial es conocido como un pigmento inorgánico.

Tabla 5.23 Peso final después de la segunda calcinación y humedad de la muestra.

Peso inicial crisol	Peso inicial muestra	Peso total	metal precipitado	Agente precipitante	Peso total	% Humedad removida	Peso total de óxido
20.0078	1.4598	21.4673	Cadmio	NaOH	20.8244	100.0000	0.6429
19.0155	12.9898	31.9047	Cadmio	Ca(OH) ₂	26.4994	100.0000	5.4053
12.468	2.8576	15.3114	Plomo	NaOH	14.2613	100.0000	1.0501
24.4614	11.9728	36.3224	Plomo	Ca(OH) ₂	31.7794	100.0000	4.543
17.9926	4.056	22.0474	Plomo	Ca(OH) ₂	20.4331	100.0000	1.6143
26.4127	6.5112	32.8069	Aluminio	NaOH	30.98	100.0000	1.8269
21.4118	10.7726	32.0062	Aluminio	Ca(OH) ₂	27.1337	100.0000	4.8725
18.8554	4.4168	23.2714	Aluminio	Ca(OH) ₂	21.8072	100.0000	1.4642
20.8195	9.8242	30.3619	Hierro	NaOH	29.7773	100.0000	0.5846
24.5867	13.6357	38.1826	Hierro	Ca(OH) ₂	32.2165	100.0000	5.9661



Se calculó también los miligramos de metal que existen por kilogramos de óxido que existen en la muestra que se obtuvo, los datos se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 5.24 Miligramos de metal por cada kilogramo de calcinado

		mg metal/Kg calcinado
NaOH	cadmio	375813.6198
	plomo	114776.3411
	aluminio	886146.9434
	fierro	232304.3693
Ca(OH)₂	cadmio	41430.23994
	plomo	61158.24514
	aluminio	168745.728
	fierro	516279.6693

Comparando las *Tablas 5.20 y 5.27*, hay un aumento en las ppm de metal de lodo seco a lodo calcinado esto se debe a que cuando las muestras se someten a un tratamiento a alta temperatura se eliminan compuestos y comienza a concentrarse el óxido del metal, por eso hay un aumento en los valores.

Expresando en porcentaje la cantidad de metal en el óxido que se formó, la cual se obtiene de relacionar el porcentaje de metal en el lodo seco y la humedad marginal de la muestra antes de ser sometidas a la calcinación. Los resultados son:



Tabla 5.25 Porcentaje de metal contenido en el óxido formado después de la calcinación.

Agente	Metal	g/10L	mg lodo/l	%metal
NaOH	cadmio	0.8127	81.27	47.50719
Ca(OH) ₂	cadmio	7.372	737.2	5.65045
NaOH	plomo	1.783	178.3	150.46186
Ca(OH) ₂	plomo	9.3632	936.32	25.91834
NaOH	aluminio	4.5738	457.38	28.73524
Ca(OH) ₂	aluminio	8.5837	858.37	7.60434
NaOH	fierro	8.8892	888.92	353.23298
Ca(OH) ₂	fierro	7.6323	763.23	66.04652

Al igual que las ppm del metal en el lodo calcinado, el porcentaje aumento por la misma razón, hay una eliminación de subproductos para que quede en mayoría el óxido de metal.

Gráficamente los datos se deben e ver escalonados para cada metal,, por q hay un aumento de concentración.

Los datos de la Tabla 4.28 se encuentran en la siguiente gráfica, el comportamiento es el mismo que para el porcentaje en el lodo seco, hay mayor proporción en las soluciones tratadas con NaOH (hidróxido de sodio)

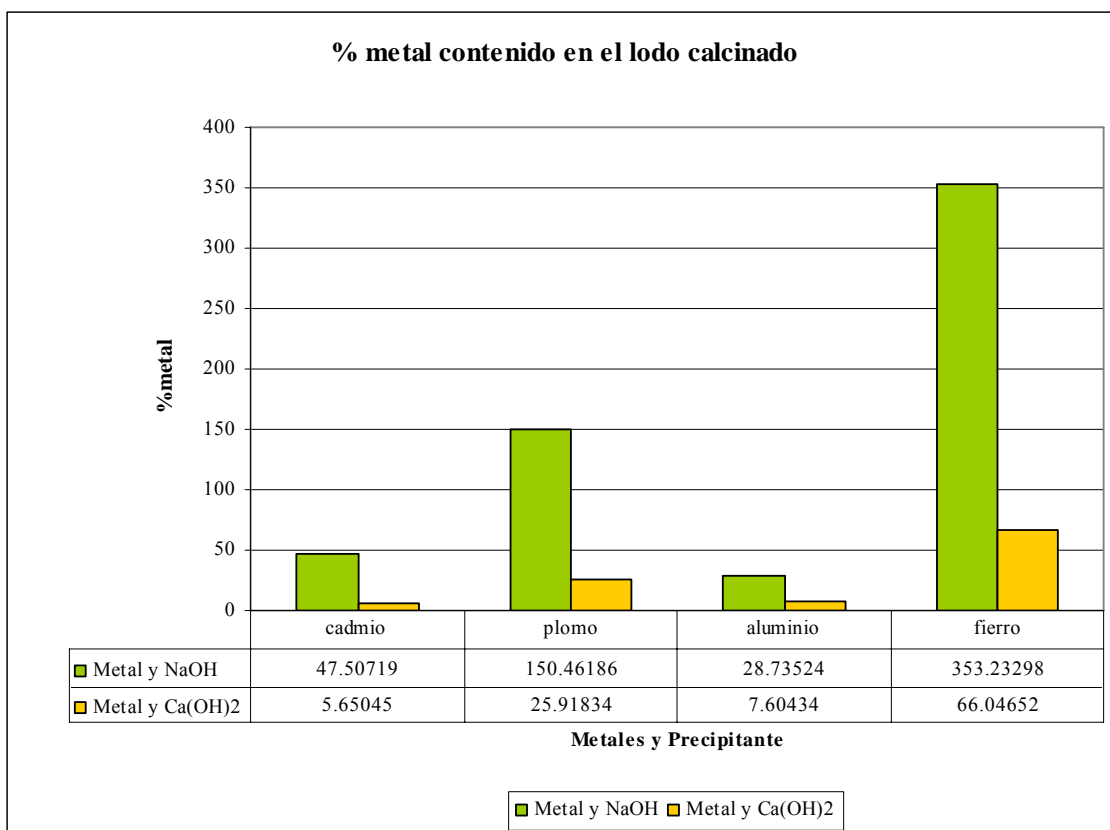


Figura 5.38 Porcentaje de metal en el óxido formado después de la calcinación para cada precipitante.

Individualmente los porcentajes se observan de la siguiente manera:

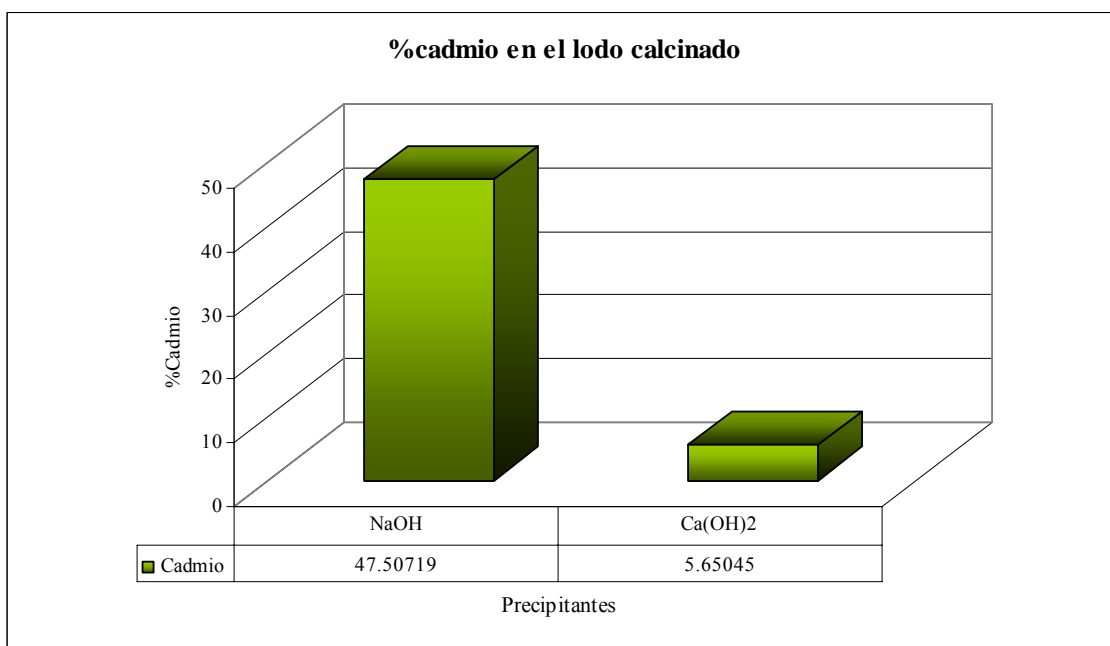


Figura 5.39 Porcentaje de cadmio en el óxido de cadmio formado después de la calcinación

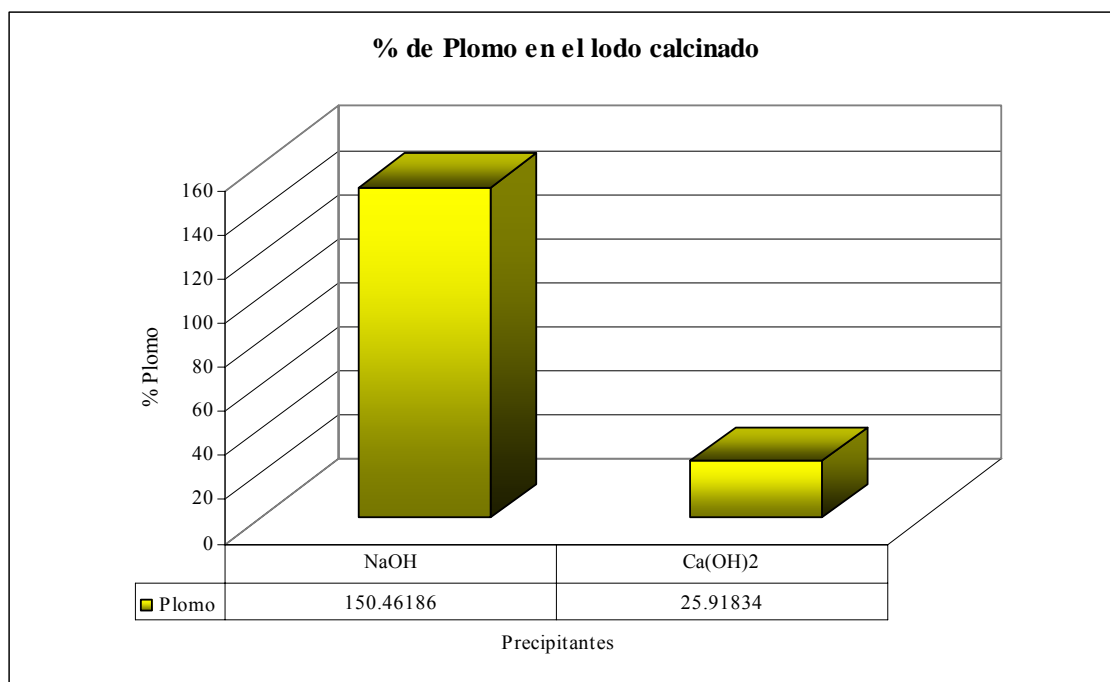


Figura 5.40 Porcentaje de plomo en el óxido de plomo formado después de la calcinación

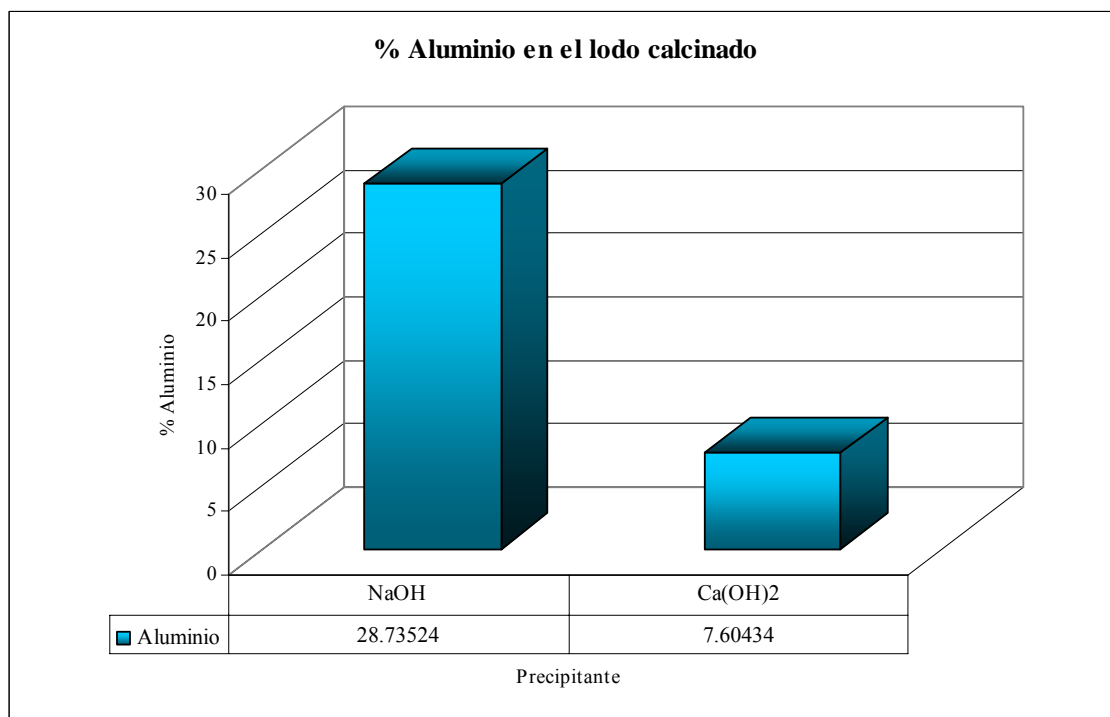


Figura 5.41 Porcentaje de aluminio en el óxido de aluminio formado después de la calcinación

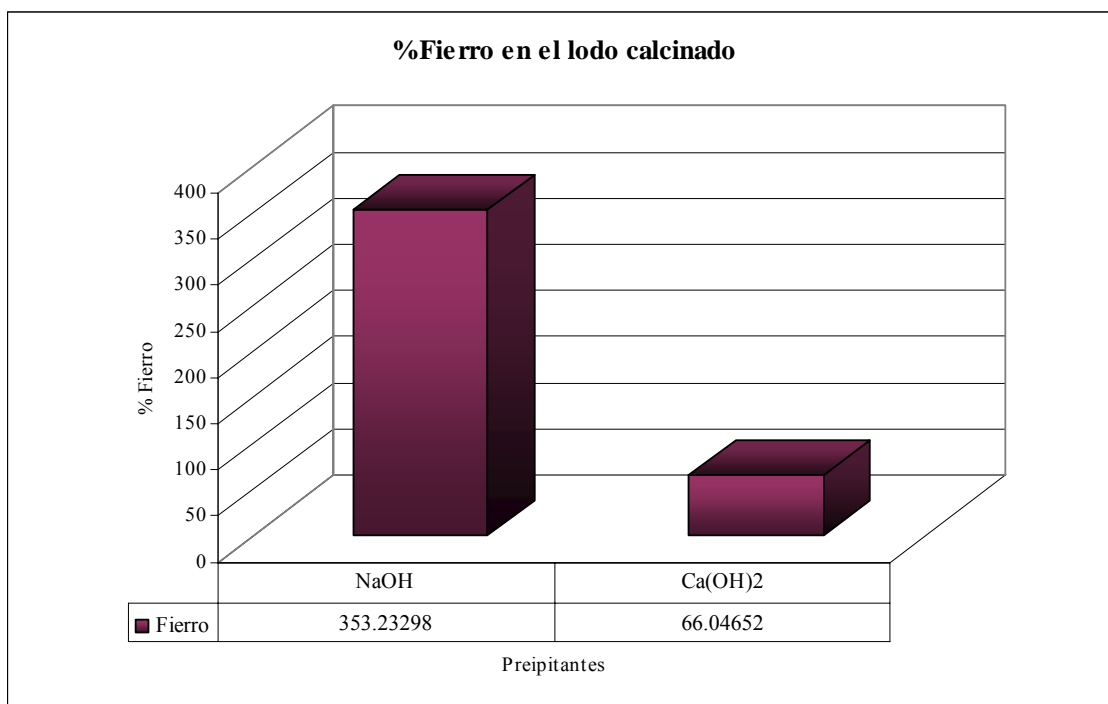


Figura 5.42 Porcentaje de hierro en el óxido de hierro formado después de la calcinación

Cuando se hace la calcinación de los hidróxidos para convertirlos a óxidos hay una formación de gases, que también se le puede llamar pérdida de peso teórica, por que es la relación estequiométrica de las reacciones de calcinación, el agua es lo que se evapora así que la suma del agua que se evapora de la reacción principal que es la formación del óxido deseado y de las reacciones secundarias que es donde se da la formación del óxido de calcio u óxido de sodio, es la pérdida de peso teórica.

Para la pérdida de peso real o experimental es solo la resta de los pesos que se registraron en la balanza analítica antes de entrar al proceso de calcinación y después de la quema.



Los datos de la pérdida de peso real o experimental se encuentran en la siguiente tabla:

Tabla 5.26 Pérdida de peso real o experimental después del calcinación

metal precipitado	Agente precipitante	Peso total de óxido	mg calcinado/L	Pérdida de peso experimental %
Cadmio	NaOH	0.6429	64.29	3.0872
Cadmio	Ca(OH) ₂	5.4053	540.53	20.3978
Plomo	NaOH	1.0501	105.01	7.3633
Plomo	Ca(OH) ₂	4.543	454.3	14.2954
Aluminio	NaOH	1.8269	182.69	5.8970
Aluminio	Ca(OH) ₂	4.8725	487.25	17.9574
Hierro	NaOH	0.5846	58.46	1.9632
Hierro	Ca(OH) ₂	5.9661	596.61	18.5188

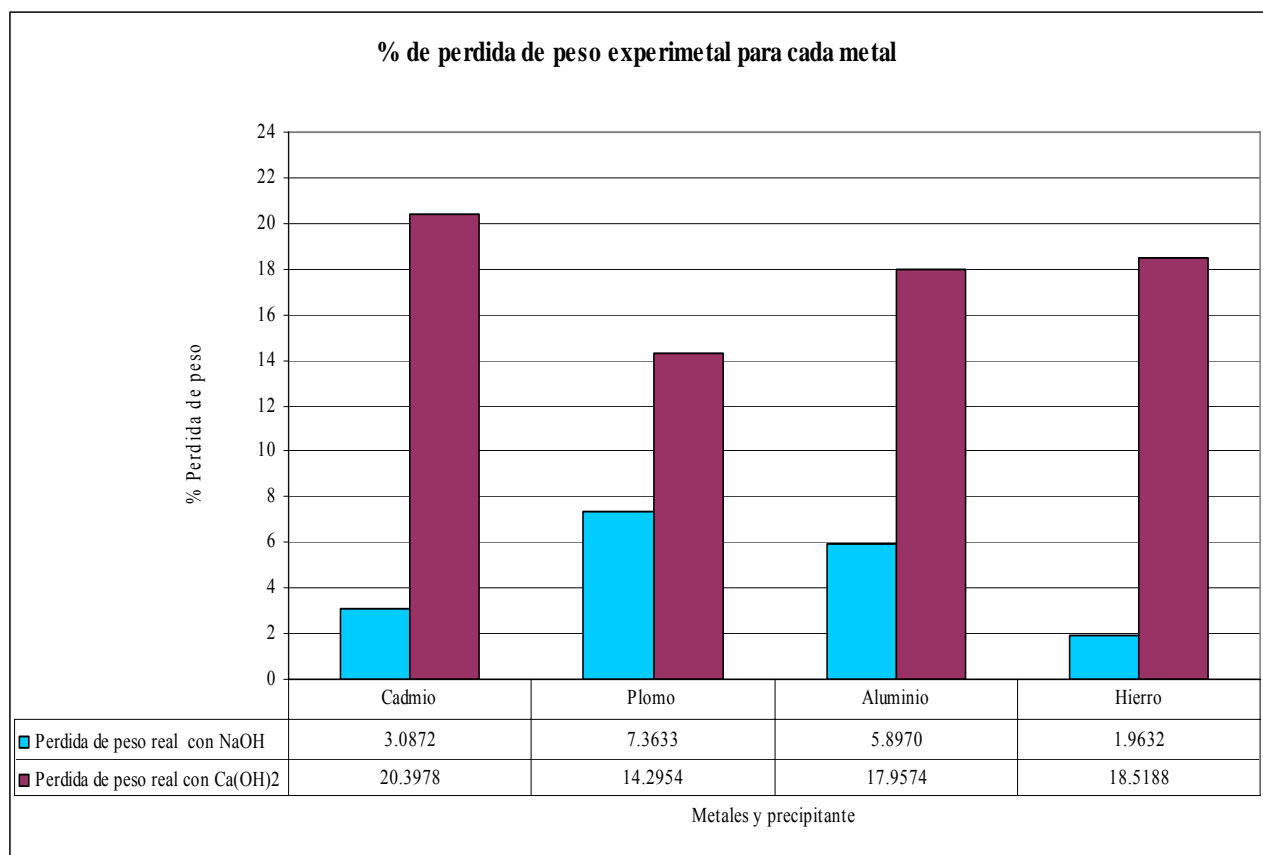


Figura 5.43 Pérdida de peso real o experimental de cada uno de los metales con los dos precipitante



Los rendimientos del proceso de calcinación es lo más importante dentro después de todos los pasos experimentales que se llevaron a cabo por que es aquí donde se determina la cantidad de óxido que se obtuvo, y que es lo que se va a comercializar para los diferentes usos que se le puede dar a un pigmento inorgánico y ver si es viable económicamente la producción de estos.

Los resultados son los siguientes:

Tabla 5.27 Miligramos de óxido por litro de agua residual (rendimiento) con hidróxido de sodio.

	NaOH		
	g óxido/L	mg óxido/L	mg óxido/Kg lodo precipitado
Cadmio	0.6429	642.9	4404027.949
Plomo	1.0501	1050.1	1612759.553
Aluminio	1.8269	1826.9	1859591.621
Hierro	0.5846	584.6	2045772.676

Tabla 5.28 Miligramos de óxido por litro de agua residual (rendimiento) con hidróxido de calcio.

	Ca(OH) ₂		
	g óxido/L	mg óxido/L	mg óxido/Kg lodo precipitado
Cadmio	5.4053	5405.3	4161188.009
Plomo	6.1573	6157.3	4053682.173
Aluminio	6.3367	6336.7	4647139.494
Hierro	5.9661	5966.1	3722112.697



5.8 Vidriado

Ya que se obtuvieron los óxidos después de la calcinación, se decidió que era una opción para comprobar el color de los óxidos el colocarles una mezcla de vidrio (ver *Figura 4.3*) y ver de que manera se comportaba, por estudios previos se determino que la mejor proporción de materiales para la obtención de vidrio es la siguiente:

Tabla 5.29 Proporción de materiales para la formación de 1g de vidrio

Material	Mezcla (%)	Mezcla (g)
Sílice	45%	0.45
Cal	10%	0.1
Carbonato de Calcio	25%	0.25
Oxido	10%	0.1
Arcilla	10%	0.1

Se decidió hacer combinaciones entre los óxidos de cadmio, aluminio, plomo y fierro para observar la coloración que se obtenía, las concentraciones de óxido que se utilizaron fueron 0%, 35%, 70% y 100% , entonces para 0% se tendrán los óxidos de cadmio, plomo y aluminio solos, para 100% el de fierro solo, para 35 y 70% si habrá proporciones para los dos metales que formen la mezcla por que se considera para la mezcla de óxidos el 35% del primer metal y el 65% del segundo metal, es por eso que para 0% y 100% se tiene a las óxidos de cadmio, aluminio, plomo y fierro respectivamente, la *Tabla 5.28* resume los gramos de cada metal para cada concentración correspondiente así como las mezclas que se trabajaron, los valores que se encuentran en negritas y a un tamaño menor son los que por eliminación quedaron fuera pues seria la repetición de alguna proporción que ya se había definido.



Las mezclas se hicieron para los óxidos que se obtuvieron con hidróxido de sodio (NaOH) y con hidróxido de calcio (Ca(OH)₂), son 6 mezclas de óxidos, cuatro proporciones en porcentaje de mezcla de óxidos, por lo tanto se tiene que preparar 32 navecillas de cerámica.

Tabla 5.30 Gramos de cada metal que compone la mezcla dispuesta para el vidriado de acuerdo a la concentración en porcentaje que se maneja.

	0%	35%	70%	100%
	g	g	g	g
Cd	0.1	0.035	0.07	0
Pb	0	0.065	0.03	0.1
Cd	0.1	0.035	0.07	0
Al	0	0.065	0.03	0.1
Cd	0.1	0.035	0.07	0
Fe	0	0.065	0.03	0.1
Pb	0.1	0.035	0.07	0
Al	0	0.065	0.03	0.1
Pb	0.1	0.035	0.07	0
Fe	0	0.065	0.03	0.1
Al	0.1	0.035	0.07	0
Fe	0	0.065	0.03	0.1

Los gramos de cada metal y los demás componentes del vidrio fueron colocados en navecillas de cerámica de 72mm (ver capítulo de Materiales y métodos), de cada mezcla se preparo 1g pero en la navecilla no se colocó el gramo completo, la siguiente tabla resume que cantidad de mezcla que se colocó en cada una de las 32 navecillas que se usaron.

Los recuadros dentro de la *Tabla 5.29* que se encuentran con un guión significa que esa mezcla u óxido simple no se trabajó al porcentaje que se indica, esto como



consecuencia de la eliminación que se mencionó anteriormente para las mezclas de la *Tabla 5.28*.

Tabla 5.31 Cantidad en gramos que se coloca en cada navecilla de mezcla de vidrio según los porcentajes a los que se trabajó.

	0%		35%		70%		100%	
	NaOH	Ca(OH) ₂	NaOH	Ca(OH) ₂	NaOH	Ca(OH) ₂	NaOH	Ca(OH) ₂
Cd	0.3011	0.2842	-	-	-	-	-	-
Pb	0.2383	0.2711	-	-	-	-	-	-
Al	0.3226	0.2672	-	-	-	-	-	-
Fe	-	-	-	-	-	-	0.3504	0.3106
Cd-Pb	-	-	0.3489	0.3593	0.4684	0.6218	-	-
Cd-Al	-	-	0.4605	0.3614	0.6538	0.5683	-	-
Cd-Fe	-	-	0.4371	0.3891	0.5744	0.6023	-	-
Pb-Al	-	-	0.4071	0.4464	0.5482	0.5958	-	-
Pb-Fe	-	-	0.3582	0.3901	0.5871	0.5642	-	-
Al-Fe	-	-	0.4052	0.413	0.5695	0.5679	-	-

Así se observan las navecillas con la mezcla de vidrio antes de ser tratadas a alta temperatura:



Figura 5.44 Navecillas con la mezcla de vidrio antes de colocarlas en el horno, para porcentajes de 0 y 35%



Figura 5.45 Navecillas con la mezcla de vidrio antes de colocarlas en el horno, para porcentajes de 0 y 35%

Ya preparadas las navecillas con la mezcla de vidrio, se colocaron en el horno (ver *Tabla 4.1*) a una temperatura de 1150°C durante aproximadamente 9 horas mas tiempo de calentamiento y enfriamiento que esto suma aproximadamente 28 horas, cuando se sacaron del equipo se tuvo cuidado por que el vidrio si esta a una temperatura alta y se expone a temperatura ambiente se cuartea, esto probablemente por el cambio de temperatura pues a alta temperatura el comportamiento del vidrio es diferente y al estar en contacto con humedad se daña el aspecto del vidrio.

Así se ven los vidrios que se formaron con las proporciones y los componentes antes mencionados:

- Para 0%









Figura 5.46 Color y aspecto de los vidrios para una concentración de 0%.

Con esta resolución, con la iluminación y a la distancia a la que se tomo la fotografía se nota que todos los vidrios tienen un color azulado y la forma del cristal no se aprecia para nada simplemente se ve la navecilla coloreada, para esto se tomaron fotografías de cada una de las navecillas desde el lente del microscopio estereoscópico que se utilizó de la manera mas clara que se pudo para ver el color mas de cerca y la apariencia del estos, si son opacos o mas brillantes o si se nota una coloración diferente que a simple vista.

Para la forma del cristal se utilizó un microscopio Zeiss (ver *Tabla 4.1*), este equipo es para objetos transparentes, para este caso se utilizó la lámpara de un microscopio estereoscópico para proporcionar luz y que la cámara-video sony detectara la imagen aunque no se pudo fotografiar a todas las navecillas, se tomaron dos para la concentración de 0% para describirlas y observar de que manera se ven los cristales formados.

Tabla 5.32 Color de los vidrios obtenidos de las fotografía para cada metal con el microscopio estereoscópico

NaOH	0%		Ca(OH) ₂
Cd			Cd
Pb			Pb
Al			Al

Con lo que respecta a los colores se puede observar que el cadmio con NaOH es blanco y opaco comparando con el cadmio con Ca(OH)₂ que es de color verdoso y mas brillante, la textura de ambos es gruesa como si estuviera muy pegado a las paredes de la navecilla, para el plomo con los dos hidróxidos se nota una coloración azul pero es mas brillante con NaOH pareciera que hay una capa muy fina y transparente y después se ven los cristales coloreados, con Ca(OH)₂ el azul es menos intenso y los cristales no se ven tan definidos como con el hidróxido de sodio, para el aluminio el color es blanquizo para los dos casos, esto se aprecia a simple vista si se acerca la navecilla lo suficiente al ojo directamente sin usar el microscopio, los dos se muestran opacos y como si estuvieran demasiado pegados a la navecilla y la textura es gruesa como densa.

En realidad los colores que se obtuvieron no son exactamente los que teóricamente deben dar pues para el plomo se esperaba rojo o en tonos rojizos, para el cadmio y el aluminio si dieron colores de óxidos de ese metal que existen blanco y azul de cadmio y blanco de aluminio, esto de debe muy probablemente a la concentración de óxido que se manejo, si se aumentara la cantidad en gramos de estos y se probara se tendrían otras conclusiones o disminuir la misma, pero por cuestiones de tiempo ya no se realizaron mas pruebas de vidrio.

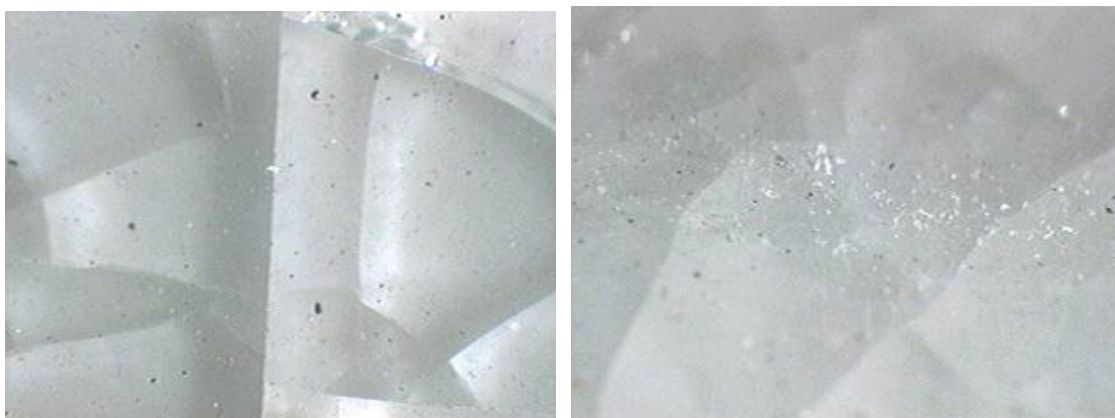


Figura 5.47 Cristales de dos mezclas de vidrio, lado derecho cadmio y lado izquierdo aluminio tomadas con un microscopio Zeiss de alta resolución.

Las capas de vidrio se ven definidas en formas simétricas como triángulos, cuadrados y rectángulos, para el cadmio se ve como una capa sobre los cristales y para aluminio los cristales se ven enseguida, bien definidos pero mas gruesos, los puntos negros que se aprecian en ambas fotografías son residuos de material que no quedo dentro de la mezcla que se formó cuando se sometieron las probetas a alta temperatura o contaminación por polvo pues las muestras estabas expuestas a la intemperie y el microscopio que se utilizó es de alta resolución puede captar partículas muy finas,

- Para 35%















Figura 5.48 Color y aspecto de los vidrios para una concentración de 35%.

Igualmente para estos vidrios la resolución de la cámara no proporciona una buena visión de los resultados para esta concentración, aunque ahora si se ve más variedad de color, para el cadmio y aluminio se ve mas blanco, para el cadmio con plomo un poco azulado, para el cadmio con fierro rojizo aunque de cerca es mas rojizo el color en especial es las orillas es como si se hubiera concentrado en esa parte de la navecilla el óxido que proporciona la coloración, para el aluminio con plomo se ve blanquizo también, para el aluminio con fierro el aspecto es moteado, es decir no hay una coloración pareja en la navecilla y se concentra mas el color en las orillas de la misma, para el plomo con fierro los colores son rojizos.

Ahora para extender un poco más las observaciones anteriores se presenta una tabla donde se aprecian fotografías de cada una de las combinaciones tomadas por el lente del microscopio estereoscópico de la manera más clara posible.

Tabla 5.33 Color de los vidrios obtenidos de las fotografía para cada metal con el microscopio estereoscópico

NaOH	35%		Ca(OH) ₂
Cd-Al			Cd-Al
Cd-Pb			Cd-Pb
Cd-Fe			Cd-Fe
Al-Pb			Al-Pb
Al-Fe			Al-Fe
Pb-Fe			Pb-Fe



Para la primera mezcla que se maneja que es cadmio con aluminio el color es blanco opaco esto se nota por que la trama blanca que aparecer es el reflejo de la luz y se nota como interfiere la superficie del vidrio para la dispersión de esta, para la segunda mezcla el color es mas verdosa, para la que fue tratada con Ca(OH)_2 se nota opaca en comparación con la misma combinación pero tratada con NaOH donde se ve la forma de los cristales mas definidos y una capa fina y transparente sobre ellos que hace ver a la superficie mas brillante, para la tercera mezcla que se forma de cadmio con fierro las dos presentaron tonos rojizos aunque en partes se nota verdoso el color, este es por que no es pareja la coloración a lo largo de la navecilla, se congrega en las orillas dándole un aspecto moteado al vidrio, con hidróxido de sodio es mas brillante la superficie que con Ca(OH)_2 , la combinación de aluminio con plomo tanto el color como el brillo son muy similares, blanco y opaco, la forma de los cristales no esta definida y se nota como esta el vidrio esta pegado a las paredes de la navecilla, la textura es densa, la quinta mezcla la forman aluminio y fierro, ambos son brillantes y los cristales se ven definidos y cubiertos con una capa fina transparente que hace que el reflejo de luz se vea parejo, con NaOH el color no es parejo, se ve moteado, para el Ca(OH)_2 es mas parejo el color pero aun sigue presentando zonas poco coloridas a lo largo de la superficie de la navecilla, la ultima combinación es plomo con fierro, con NaOH el color es en tonos rojizos y con Ca(OH)_2 es verdoso, se nota que esta moteada la superficie, la formación de cristales se ve bien definida y el aspecto de la superficie es brillante.

Los colores que se obtuvieron son lógicos, blancos para el cadmio con aluminio, verde para el cadmio con plomo, rojizo y verde par el cadmio con fierro, el aluminio

con plomo pigmento blanco, aluminio y plomo con fierro colorearon en tonos rojizos para el fierro (III) y verse para el fierro (II).

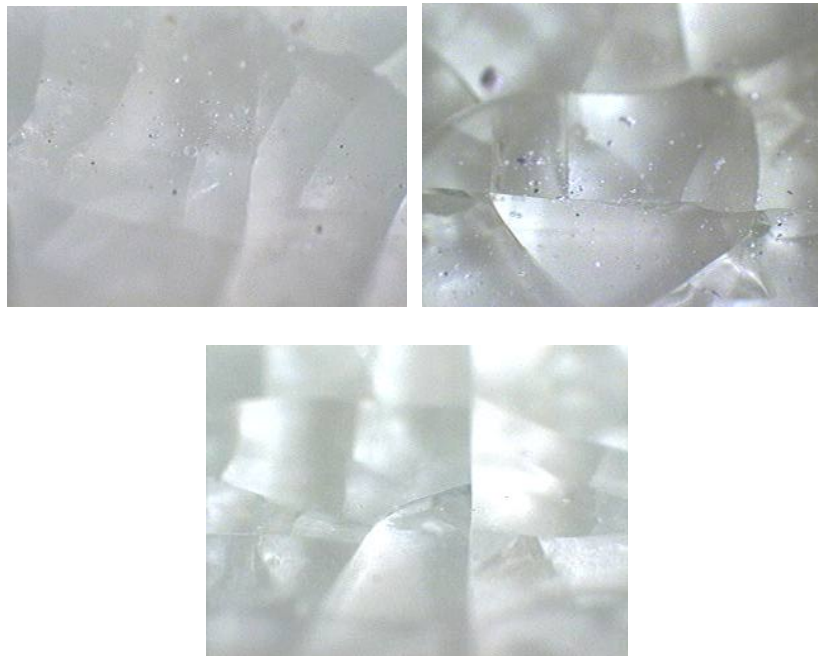


Figura 5.49 Cristales de mezclas de vidrio, lado izquierdo superior aluminio-fierro tratados con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, lado derecho superior cadmio-fierro tratados con NaOH , inferior centro cadmio-aluminio con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, todas tomadas con un microscopio Zeiss de alta resolución.

Las capas de vidrio tienen formas simétricas como cuadrados, rectángulos y triángulos, la fotografía del lado derecho superior es mas opaca que las demás, corresponde al cadmio, la siguiente es cadmio y fierro, se nota que la coloración es más oscura que el resto de las fotografías, en todos las pruebas de vidrio el fierro dio la coloración mas intensa y en colores rojos y verdes respectivamente, en este caso los cristales son brillantes, para la fotografía del centro inferior el color de los cristales de vidrio se nota con coloración oscura pero brillante, se trata de cadmio con aluminio que a simple vista se torna en colores blanquizcos, de las tres fotografías la mas brillante es la de fierro (superior derecha) y también en donde se ven mejor definidos los cristales.

Los puntos negros que aparecen en las fotografías son residuos de material o polvo que se pego a la superficie de las navecillas y la lente del microscopio los detecto, así que se definen como impurezas.

- Para 70%

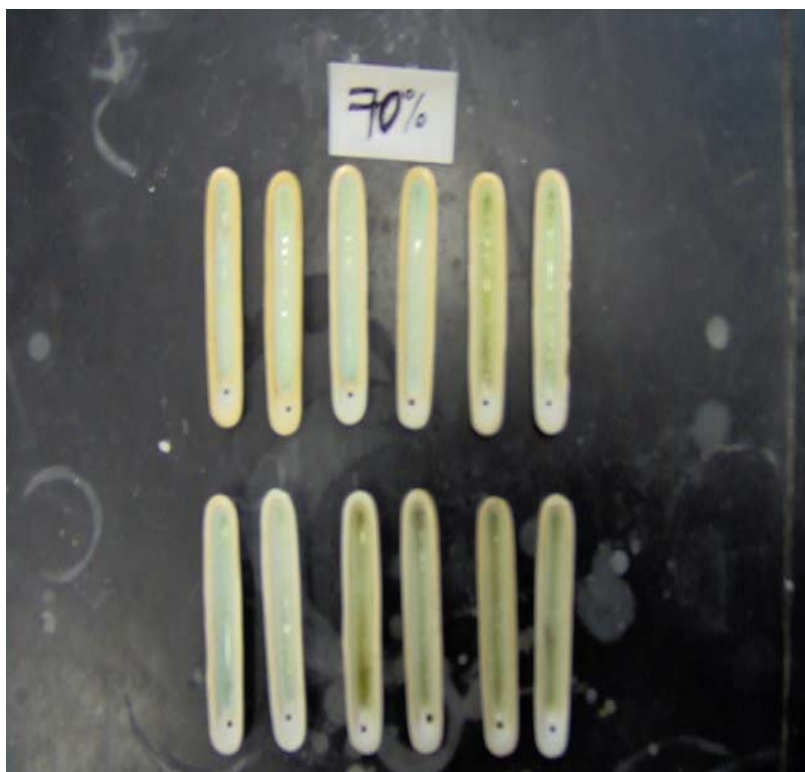


Figura 5.50 Color y aspecto de los vidrios para una concentración de 70%.

A esta concentración es donde se nota una coloración diferente para cada par de vidrios que se preparo, se nota a simple vista colores blancos verdes y rojizos, algunos más opacos que otros, para las combinaciones que tiene fierro siguen siendo las de color mas intenso y las de cadmio con aluminio se ven como si estuvieran muy pegadas a la superficie y también son los ejemplares mas opacos, los demás tiene como una capa fina transparente que los hace ver mas lisos y brillantes y como si los cristales estuvieran protegidos, algunos también se ve como el color no es parejo a lo largo de toda la navecilla.

La siguiente tabla contiene fotografías en microscopio de cada una de las navecillas que se muestran en la *Figura 5.27*.

Tabla 5.34 Color de los vidrios obtenidos de las fotografía para cada metal con el microscopio estereoscópico

NaOH	70%		Ca(OH) ₂
Cd-Al			Cd-Al
Cd-Pb			Cd-Pb
Cd-Fe			Cd-Fe
Al-Pb			Al-Pb
Al-Fe			Al-Fe
Pb-Fe			Pb-Fe



Para las dos primeras combinaciones el color es blanco y opaco esto se comprueba una vez mas si se observa el reflejo de la luz que esta en todas las fotografías, la textura es densa si se ve en la *Figura 5.27* parecieran de color azul claro pero si se tiene la navecilla para observarla de manera directa se observa el color blanco, para la mezcla de cadmio y fierro, el color es rojizo para el que fue tratado con NaOH y verdoso para el de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ los dos son brillantes y se ve la formación de cristales a lo largo de la navecilla, para el aluminio con plomo el que fue tratado con $\text{Ca}(\text{OH})_2$ es mas opaco que con NaOH, y los cristales también se ven mejor en lo fotografía de la izquierda, la combinación de aluminio con fierro se ve moteada la coloración para ambos, se intensifica el color en las orillas de la navecilla, las dos muestras presentan brillo que les proporciona la capa fina transparente que se ha formado en la mayoría de las navecillas y no solo a este porcentaje, para plomo con fierro el color es el mas intenso y se ve mas parejo con NaOH que con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, lo mismo sucede para el brillo la formación de cristales también es mas clara para el primer caso.

Para las navecillas que se ha analizado hasta ahora se puede observar un comportamiento similar en las combinaciones en cuanto a brillo, textura, y formación de cristales, en la coloración no ya que para 70% obviamente predominó el color que proporciona el metal que esta en mayor cantidad, con sus excepciones por que para el aluminio con fierro se esperaba color blanco y quedó en tonos de rojo, pero para el cadmio en cualquiera de las proporciones que se han manejado presenta color blanco y opaco, para los otros dos óxidos de plomo y fierro las diferencias ya se han especificado por estos si varían respecto a la concentración.

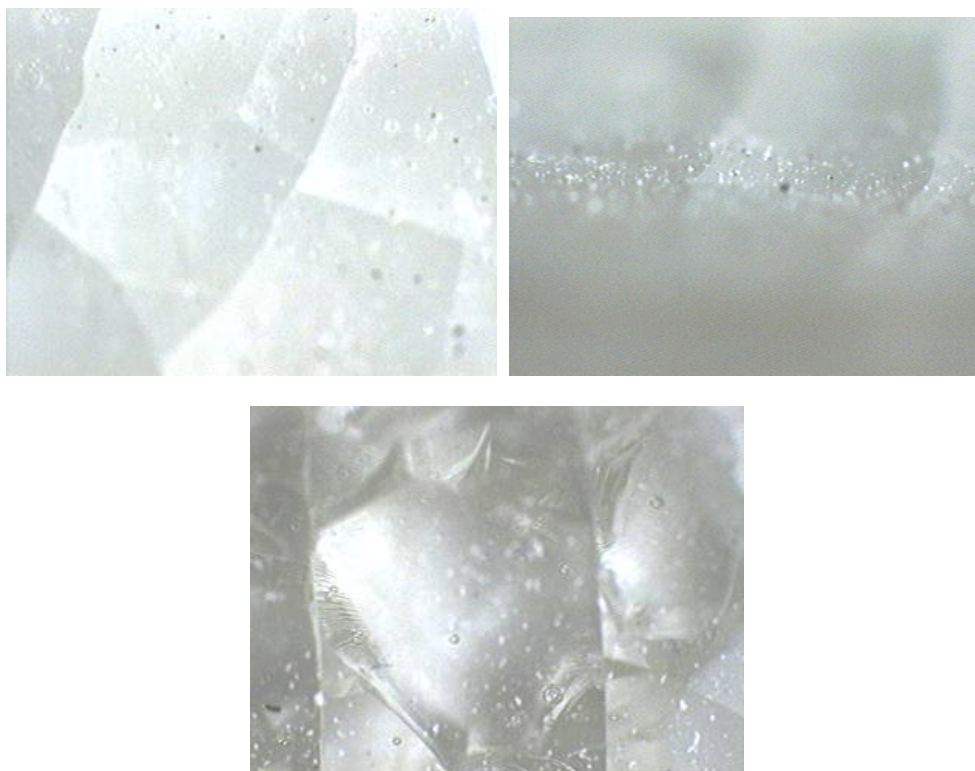


Figura 5.51 Cristales de mezclas de vidrio, lado izquierdo superior cadmio-aluminio tratados con $\text{Ca}(\text{OH})_2$, lado derecho superior plomo- fierro tratados con NaOH , inferior centro cadmio-fierro con NaOH , todas tomadas con un microscopio Zeiss de alta resolución.

La formación que presentan las capas de vidrio para el cadmio con aluminio (superior izquierda) comparando el brillo con las demás fotografías es más opaco, para el plomo con fierro la imagen se tomo en una parte de la navecilla donde el color es mas tenue por eso se ve claro pero el brillo se nota, cabe señalar que fue la primera que se observo en el microscopio por eso también se ve con menos calidad que las demás, para la ultima fotografía del centro la coloración inmediatamente se nota más oscura que las demás pero con mas brillo, si se observa detenidamente se puede ver la capa fina transparente que se ha venido mencionando en la descripción de esta y otras imágenes del vidrio, por que esta es de cadmio con fierro donde el color rojo y es una de las muestras que tuvo mayor intensidad en el mismo.

La forma de los cristales siguen siendo en formas geométricas como cuadrados, triángulo y rectángulos, las impurezas que detecta el microscopio siguen presentes por que a simple vista son imperceptibles.

- Para 100%





Figura 5.52 Color y aspecto de los vidrios para una concentración de 100%.

Como se observa en la figura anterior solo son dos navcillas para esta concentración, las dos son con óxido de fierro únicamente, el color esta en tonos rojizos arenque mas intenso para una navcillas que para otra, el color tampoco se ve parejo a lo largo de la superficie, esta característica ha predominado en los vidrios que contienen fierro.

Para una explicación y descripción más amplia se hace con las fotografías del microscopio estereoscópico.

Tabla 5.35 Color de los vidrios obtenidos de las fotografías para cada metal con el microscopio estereoscópico

NaOH	100%		Ca(OH) ₂
Fe			Fe

La coloración para el óxido de hierro tratado con NaOH es mas intensa que para el que se trato con Ca(OH)₂, la formación de cristales se ve clara, y el brillo que proporciona la capa fina transparente sigue existiendo se puede ver también el reflejo de la luz en la franja blanca que aparece en ambas imágenes como es pareja.

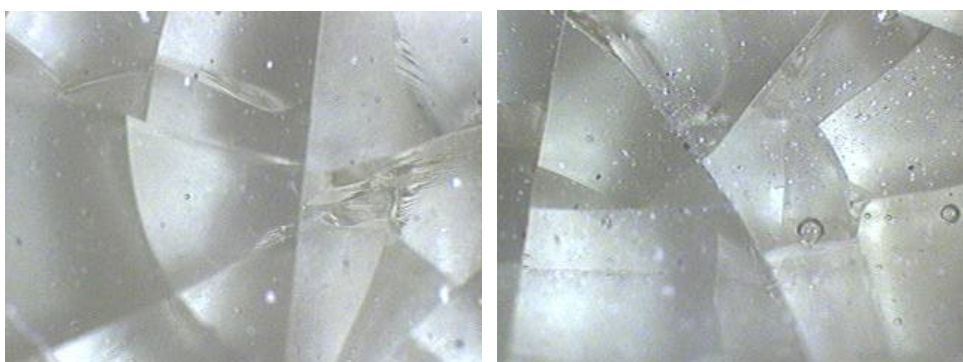


Figura 5.53 Cristales de dos mezclas de vidrio, lado derecho óxido de hierro con NaOH y lado izquierdo óxido de hierro con Ca(OH)₂ tomadas con un microscopio Zeiss de alta resolución.

Los cristales son muy parecidos para el óxido de hierro, presentan formas en general de cuadrados, triángulos y rectángulos, las impurezas no faltaron en estas muestras, tienen buen vidrio y aquí se aprecia la capa transparente que se los proporciona.



Se encontró en la literatura que la forma cristalina de los metales de trabajo es en forma de cubo generalmente y si se observa las figuras de los cristales con mayor resolución en todas predomina la forma cuadrada, y si se examinan las navcillas con detenimiento y una buena iluminación se podrán ver la forma cúbica de los cristales.

5.9 Análisis económico

Para cualquier trabajo que se realice ahora es necesario hacer una estimación del costo para que en caso de que se llegara a realizar se tenga un presupuesto de cuanto debe ser la inversión, saber el valor presente y predecir un valor futuro tomando en cuenta tasa de interés y el tiempo de vida de la planta, con esto se sabrá el tiempo de recuperación.

Ahora ya se sabe cuales son las materias primas necesarias para la obtención de óxidos metálicos a nivel laboratorio, cuanto se produce de lodos por litro de agua residual que es la materia que finalmente nos interesa para la síntesis de los metales y conseguir los pigmentos

El paso siguiente es investigar los costos de materias primas que son las sales metálicas y los hidróxidos para la precipitación de los lodos, hacer las comparaciones con los que se obtuvo en el proceso, de producción de óxido para ver si es viable económicamente este experimento a nivel laboratorio.



Tabla 5.36 Costo de materia primas para el proceso de elaboración de pigmentos inorgánicos.

Materia prima	Costo (\$)
Sulfato de aluminio (Kg)	\$126.00
Sulfato de hierro (Kg)	\$86.00
Sulfato de cadmio (Kg)	\$76.00
Sulfato de plomo (Kg)	\$224.00
Hidróxido de calcio (Kg)	\$1,113.34
Hidróxido de sodio (L)	\$32.00
Agua residual (L)	\$6.87
Pigmentos (Kg)	\$30.27

Tabla 5.37 Costo total que genera los gramos de metal añadidos para la precipitación alcalina.

	g de metal añadidos/L	Costo (\$)
cadmio	0.0685714	\$ 0.01
aluminio	1.0133333	\$ 0.13
plomo	0.0731884	\$ 0.02
fierro	1.4892857	\$ 0.13
fierro	2.14286	\$ 0.18
		\$ 0.46

Tabla 5.38 Costo total que genera la adición de hidróxido de sodio como agente precipitante

	ml agente NaOH añadidos/L	Costo (\$)
cadmio	6.7	\$ 0.21
aluminio	9.7	\$ 0.31
plomo	8.9	\$ 0.28
fierro	12.7	\$ 0.41
		\$ 1.22

Tabla 5.39 Costo total que genera la adición de hidróxido de calcio como agente precipitante.



	g agente Ca(OH)₂añadidos/L	Costo (\$)
cadmio	0.70379	\$ 0.78
aluminio	0.81452	\$ 0.91
plomo	0.81452	\$ 0.91
fierro	1.00739	\$ 1.12
		\$ 3.72

Ahora que ya se sabe que costo total a nivel laboratorio para lo que se añadió de sales metálicas y agentes precipitantes es \$5.40 pesos aproximadamente, sumándole el costo los 80 litros de agua residual que se ocupan que es, \$549.60 pesos, da un total de \$555.00 aproximadamente de materias primas para iniciar el proceso de elaboración de pigmentos inorgánicos a nivel laboratorio.

Si se generan aproximadamente 5g de óxido de metal con hidróxido de sodio y 24g de óxido de metal con hidróxido de calcio, y el costo promedio de pigmentos en el mercado asciende a \$30.27 pesos por kilogramo, la ganancia por los óxidos producidos es de, \$0.85 pesos.

Con esto se puede concluir que es mas alto el costo que se necesita para empezar el proceso de producción de pigmentos inorgánicos, que la ganancia por vender lo que se produce.

Aunque actualmente los pigmentos inorgánicos son muy utilizados para la coloración de cerámica, loza, Talavera etc.
