

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



**“MINIMIZACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE PLOMO EN EL NITRATO DE
MANGANESO UTILIZANDO ZINC”**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

Julio Cesar Borjas Celis

Leslie Milena Rivera Maldonado

Pedro Emill Martínez Miguel

CALLAO – 2021

PERÚ

A handwritten signature in black ink, appearing to be the name of the author, Julio Cesar Borjas Celis.

PRÓLOGO DEL JURADO

La presente tesis fue sustentada por los bachilleres **BORJAS CELIS JULIO CESAR, MARTINEZ MIGUEL PEDRO EMILL y RIVERA MALDONADO LESLIE MILENA** ante el **JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios de la Universidad Nacional del Callao:

Ing. Dr. ANCIETA DEXTRE CARLOS ALEJANDRO **PRESIDENTE**

Lic. Dr. TRUJILLO PÉREZ SALVADOR APOLINAR **SECRETARIO**

Ing. Mg. REYNA MENDOZA GLADIS ENITH **VOCAL**

Ing. Mg. DIAZ BRAVO PABLO BELIZARIO **ASESOR**

Tal como está asentado en el **Libro de Actas N° 1** de Tesis con Ciclo de Tesis **Folio N° 65 y Acta N° 64** de fecha **DIEZ DE JULIO DEL 2021**, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Titulación de Tesis con Ciclo de Tesis, de conformidad establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado por Resolución de Consejo Universitario N° 245-2018-CU, del 30 de octubre del 2018.

DEDICATORIA

A nuestros queridos padres, que siempre creyeron en nosotros y nos vieron como un gran prospecto de profesionales, con sus consejos y guía. Su fe y perseverancia se ven cumplidas en estas instancias de nuestras vidas, de forma satisfactoria.

De igual forma a los familiares, amigos, colegas y catedráticos que nos empujaron a seguir en la brega constante de esta carrera, donde los días de estudio y lucha constante por avanzar y aprender en el camino, fueron duros. Pero al final gratificantes, por cumplir el gran objetivo.

Una mención especial al Ing. José Luis Silva (QEPD), que colaboró de manera continua en la parte experimental, el inspiró para llevar a cabo este proyecto que en la actualidad es una realidad.

AGRADECIMIENTO

A nuestra universidad, en este caso a la Facultad de Ingeniería Química por brindarnos una alta formación académica con una gran exigencia, que llevaremos para toda nuestra vida profesional y personal en bienestar de nuestro país donde nos toque desarrollarnos.

A la empresa I.C. Industrial SRL, por brindar todas las facilidades y el soporte experimental para llevar a cabo esta tesis, que ahora es una realidad.

ÍNDICE

| | |
|--|----|
| TABLAS DE CONTENIDO | 4 |
| RESUMEN | 6 |
| ABSTRACT | 7 |
| INTRODUCCIÓN | 8 |
| I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA | 9 |
| 1.1. Descripción de la realidad problemática | 9 |
| 1.2. Formulación del problema | 10 |
| 1.2.1. Problema general | 10 |
| 1.2.2. Problemas específicos | 10 |
| 1.3. Objetivos | 10 |
| 1.3.1. Objetivo General | 10 |
| 1.3.2. Objetivos Específicos | 10 |
| 1.4. Limitantes de la investigación | 11 |
| 1.4.1. Teórico | 11 |
| 1.4.2. Temporal | 11 |
| 1.4.3. Espacial | 11 |
| II. MARCO TEÓRICO | 12 |
| 2.1 Antecedentes | 12 |
| 2.1.1. Antecedentes Internacionales | 12 |
| 2.1.2. Antecedentes Nacionales | 15 |

| | | |
|-------|--|----|
| 2.2 | Bases Teóricas | 19 |
| 2.2.1 | Metales pesados | 19 |
| 2.2.2 | Técnicas de tratamiento para remoción de metales pesados. | 20 |
| 2.2.3 | Parámetros que influyen en el proceso de adsorción | 26 |
| 2.3 | Conceptual | 28 |
| 2.4 | Definición de términos básicos | 33 |
| III. | HIPÓTESIS Y VARIABLES..... | 35 |
| 3.1 | Hipótesis..... | 35 |
| 3.1.1 | Hipótesis General..... | 35 |
| 3.1.2 | Hipótesis específicas..... | 35 |
| 3.2 | Definición Conceptual de Variables | 35 |
| 3.2.1 | Operacionalización de las variables | 36 |
| IV. | DISEÑO METODOLÓGICO | 37 |
| 4.1 | Tipo y diseño de la investigación | 37 |
| 4.1.1 | Tipo de investigación..... | 37 |
| 4.1.2 | Diseño de la investigación | 37 |
| 4.2 | Método de investigación | 37 |
| 4.2.1 | Analítico, observacional experimental | 37 |
| 4.2.2 | Caracterización del nitrato de manganeso | 39 |
| 4.2.3 | Caracterización del polvo de zinc..... | 39 |
| 4.2.4 | Caracterización del indicador en líquido (KI) | 39 |
| 4.3 | Población y Muestra | 39 |
| 4.4 | Lugar del estudio y periodo desarrollado | 39 |

| | | |
|-------|--|----|
| 4.5 | Técnicas e instrumentos para la recolección de la información..... | 39 |
| 4.5.1 | Materiales y equipos..... | 39 |
| 4.5.2 | Técnica de cuantitativa (Técnica del indicador)..... | 40 |
| 4.5.3 | Determinación de la concentración de Pb en la solución final..... | 41 |
| 4.6 | Análisis y procedimiento de datos..... | 41 |
| 4.6.1 | Diseño Experimental..... | 41 |
| V. | RESULTADOS..... | 46 |
| 5.1 | Resultados descriptivos..... | 46 |
| 5.2 | Resultados inferenciales..... | 46 |
| 5.3 | Otro tipo de resultados estadísticos..... | 46 |
| VI. | DISCUSIÓN DE RESULTADOS..... | 60 |
| 6.1 | Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados..... | 60 |
| 6.2 | Contrastación de los resultados con otros estudios similares..... | 61 |
| 6.3 | Responsabilidad ética de acuerdo a los reglamentos vigente..... | 62 |
| | CONCLUSIONES..... | 63 |
| | RECOMENDACIONES..... | 64 |
| | REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS..... | 65 |
| | ANEXO..... | 69 |

TABLAS DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|---|----|
| Tabla 1: Métodos de Tratamiento de Agua para la Eliminación de Iones Metálicos | 26 |
| Tabla 2: Propiedades del zinc..... | 31 |
| Tabla 3: Operacionalización de las Variables | 36 |
| Tabla 4: Parámetros de la síntesis del nitrato de manganeso | 42 |
| Tabla 5: Solución de nitrato de manganeso con polvo de zinc a temperatura a 50 °C | 47 |
| Tabla 6: Solución de nitrato de manganeso con polvo de zinc a temperatura ambiental..... | 47 |
| Tabla 7: Modificación del pH en la solución de nitrato de manganeso. | 48 |
| Tabla 8: Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 4 gr. de zinc. ... | 49 |
| Tabla 9: Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 6 gr. de zinc. ... | 50 |
| Tabla 10: Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 8 gr. de zinc. . | 50 |
| Tabla 11: Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 10 gr. de zinc | 51 |
| Tabla 12: Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 12 gr. de zinc. | 51 |
| Tabla 13: Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 14 gr. de zinc. | 52 |
| Tabla 14: Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 16 gr. de zinc. | 52 |
| Tabla 15: Corrección de pH y color de las muestras de optimización | 54 |
| Tabla 16: Resumen de las pruebas experimentales..... | 55 |
| Tabla 17: Medición instrumental de la concentración de plomo | 59 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1: Secuencia del proceso minimización del contenido del plomo..... | 38 |
| Figura 2: Tiempo de agitación vs gramos de polvo de zinc..... | 56 |
| Figura 3: Gramos de polvo de zinc vs solución de $Mn(NO_3)_2$ sin plomo..... | 56 |
| Figura 4: Gramos de polvo de zinc vs lodo generado en la eliminación de plomo | 57 |
| Figura 5: Gramos de polvo de zinc vs ml de nitrato de manganeso..... | 58 |
| Figura 6: Fotografía de síntesis del nitrato de manganeso | 73 |
| Figura 7: Fotografía de la solución final con masa de 16g de zinc..... | 73 |
| Figura 8: Solución de nitrato de manganeso con pH corregido..... | 74 |
| Figura 9: Captura de la data de análisis instrumental | 74 |
| Figura 10: Captura de la data de análisis instrumental muestra final..... | 75 |
| Figura 11: Remoción de metales pesados empleando técnicas de precipitación química..... | 75 |

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se sintetizó el nitrato de manganeso, cuya composición tenía presente el plomo, para esto se contó con el apoyo del laboratorio de la empresa I.C. Industrial SRL, se evaluó la temperatura y el pH de trabajo para minimizar la concentración de plomo con alícuotas de 200ml de solución, se trabajó con un pH = 5 y la temperatura ambiental. Con los parámetros establecidos se procedió a optimizar la minimización de la concentración de plomo agregando diferentes gramos de zinc, teniendo la mejor minimización de concentración de plomo al adicionar 4 g. de polvo de zinc a la solución del nitrato de manganeso a un tiempo de agitación de 15 min.

Para el análisis se utilizó el método instrumental donde se analizaron dos muestras del nitrato de manganeso; una muestra inicial y una final.

Los resultados indican que la muestra inicial contenía 385.17 ppm de plomo y la final 40.53 ppm. Se concluye que los resultados verifican la minimización del plomo en la solución del nitrato de manganeso.

Palabras Claves: Nitrato de manganeso, polvo de zinc, minimización de concentración de plomo.

ABSTRACT

In the present research work, manganese nitrate was synthesized, whose composition had lead present, for this we had the support of the laboratory of the company I.C. Industrial SRL, the working temperature and pH were evaluated to minimize the lead concentration with aliquots of 200 ml of solution, working with a pH = 5 and the ambient temperature. With the established parameters, we proceeded to optimize the minimization of the lead concentration by adding different grams of zinc, having the best minimization of the lead concentration by adding 4 g. of zinc dust to the manganese nitrate solution at a stirring time of 15 min.

For the analysis, the instrumental method was used where two samples of manganese nitrate were analyzed; an initial and a final sample.

The results indicate that the initial sample contained 385.17 ppm of lead and the final 40.53 ppm. It is concluded that the results verify the minimization of lead in the manganese nitrate solution.

Key Words: Manganese trite, zinc dust, minimization of lead concentration.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad existen varias empresas dedicadas a la fabricación y comercialización del nitrato de manganeso, el cual es sintetizado usando como materia prima la pirolusita, este mineral contiene diferentes tipos de iones metálicos en su estructura, siendo el plomo uno de ellos. La composición química de un material pirolusítico obtenida por espectrometría de emisión óptica con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-OES) indica que el contenido de plomo es de 0.31% (Gómez, 1998).

Los metales pesados como Cd, Zn, Pb, Cu son peligrosos para la vida cuando contaminan el agua, el aire y los alimentos en cantidades más altas que los límites permitidos. La peligrosidad de los metales pesados es mayor al no ser química ni biológicamente degradables.

Por ello al sintetizar nitrato de manganeso mediante la pirolusita y el ácido nítrico se desencadenan una serie de reacciones quedando el plomo como parte del producto final $Mn(NO_3)_2$. La cual interfiere para su comercialización ya que se busca obtener una alta concentración del nitrato de manganeso en la solución. En este trabajo se minimizó la concentración del plomo en la solución de nitrato de manganeso de manera cualitativa y cuantitativa a nivel de laboratorio en la empresa I.C. Industrial SRL.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1. Descripción de la realidad problemática

El nitrato de manganeso es usado básicamente como agente de recubrimiento y/o enchapado de superficies metálicas de equipos, herramientas y partes que se desean proteger de la corrosión. Como fuente apropiada de manganeso es esencial para la producción de los diversos tipos de aceros en virtud de sus inmejorables cualidades de fijación de azufre y de aleación con otros metales, como el níquel, cromo, etc. Constituye la materia prima ideal para la producción de dióxido de manganeso de enorme utilización en la fabricación de baterías de celdas secas, llamadas baterías de zinc-carbono. Otra amplia aplicación la constituye su utilización como pigmento inorgánico en la industria cerámica y en la del vidrio (MSDS-Induquim Gonveg).

El nitrato de manganeso tiene contenido de plomo en su composición, el cual es difícil comercializar, además de que actualmente existen decretos supremos y normas que restringen la concentración de sustancias entre ellas el plomo, para su manipulación.

Por lo tanto, en el presente proyecto de investigación busca minimizar el contenido de plomo presente en la solución de nitrato de manganeso utilizando zinc, mediante métodos cualitativos, cuantitativos y análisis instrumental analizando muestras certificadas y validando métodos de ensayo con Pb en el laboratorio de la empresa I.C. Industrial SRL.

1.2. Formulación del problema

1.2.1. Problema general

¿Se podrá minimizar la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso, usando zinc?

1.2.2. Problemas específicos

¿Cuáles son los valores de los parámetros del proceso, que permita la minimización de la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso?

¿Cuál será la cantidad de zinc requerido para minimizar la concentración de plomo en la solución del nitrato de manganeso?

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo General

Minimizar el contenido de plomo en la solución de nitrato de manganeso usando zinc.

1.3.2. Objetivos Específicos

Determinar los valores de los parámetros del proceso para permitir la minimización de la concentración de Pb.

Determinar la cantidad de zinc necesario, para minimizar la concentración de plomo.

1.4. Limitantes de la investigación

Entre los limitantes de la investigación se considera lo siguiente:

1.4.1. Teórico

Existe poca información sobre el uso de polvo de zinc para minimizar concentraciones de metales.

1.4.2. Temporal

El periodo de tiempo que se tuvo no fue inconveniente en el desarrollo del presente trabajo.

1.4.3. Espacial

La disponibilidad del uso de laboratorio se desarrolló con el apoyo de la empresa I.C. Industrial SRL.

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

2.1.1. Antecedentes Internacionales

Haitao et al., (2014). Investigación titulada: "Effects of manganese nitrate concentration on the performance of an aluminum substrate β - PbO_2 - MnO_2 - WC - ZrO_2 composite electrode material". Revista científica. Se evaluó los efectos de la concentración de nitrato de manganeso en la composición química, la actividad electrocatalítica y la estabilidad del material anódico compuesto. En la investigación emplearon, espectroscopía de rayos X dispersiva de energía, curvas de polarización, espectroscopía, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X. Los resultados revelaron que el contenido de WC y nano- ZrO_2 en los recubrimientos compuestos β - PbO_2 – MnO_2 – WC – ZrO_2 se incrementó con el aumento de la concentración de nitrato de manganeso.

Brito et al., (2008). Investigación titulada: "Lixiviación y recuperación hidrometalurgia de Manganeso" Universidad Autónoma Metropolitana. Obtuvo resultados que demuestran que se extrajo selectivamente el 98% del manganeso en estado de oxidación 2 a la solución. También, se observó un efecto catalítico con el incremento de porcentaje de sólidos debido a la mayor presencia de iones ferrosos, lo cual produjo un aumento en la eficiencia en la corriente. Debido a este efecto, se obtuvieron los mismos resultados en los

diferentes arreglos de la celda, sin embargo, se eligió la celda con compartimentos separados debido a que se tiene un mayor ahorro de energía, ya que la energía suministrada al sistema es la misma para la reducción y oxidación del manganeso. También, se logró la recuperación del 98% del manganeso 2, en el compartimento anódico de la celda añadiendo sulfato de amonio, teniendo como producto pirolusita (MnO_2)

López (2017). Investigación titulada: “Lixiviación acida de Pirolusita (MnO_2); Usando ácido nítrico como agente oxidante”. Instituto Politécnico Nacional. Ciudad de México-México. Se investigó el proceso de lixiviación de Manganeso del mineral (Pirolusita), planteándose disolver la mayor cantidad y posteriormente eliminar las impurezas presentes en la solución. En la discusión de resultados se puede resaltar que es necesario incrementar la temperatura, lo que incrementa el costo de operación. Concluye que la velocidad de agitación con un valor intermedio permite maximizar la recuperación de manganeso considerando que a esta velocidad no existe sedimentación del mineral a lixiviarse.

Moya (2018). Investigación titulada: “Remoción de plomo en aguas residuales procedentes de actividades mineras mediante la utilización de cáscara de cacao”. UDLA Quito-Ecuador. Los metales pesados debido a los relaves mineros causa daños medio ambientales, por

este motivo se busca alternativas de tratamiento económicos. Utilizando material vegetal que hace la función de adsorbente es una gran alternativa y fácil de obtener. Se utilizó cáscara de cacao como adsorbente para remover el plomo en aguas residuales mineras, se comprobó la efectividad, debido a que se obtuvieron valores de remoción considerables para dar aplicación en la industria.

Challco (2014). "Retención de metales pesados (Pb, Cd, Fe, Zn) presentes en desechos líquidos, mediante tratamiento con arcilla para fabricación de cerámica roja". La arcilla es un material adsorbente no convencional que nos sirve como matriz de retención de metales pesados, por lo que con esta materia prima se prepara una pasta con los residuos líquidos de laboratorio, mediante la elaboración de esta pasta se formaron bloques, de los cuales se analizaron los metales pesados removibles en medio ácido, así también a cada bloque se sometió a un tratamiento térmico de 1000°C de los cuales también se analizaron metales pesados removibles en medio ácido. Una de las pruebas de mucha importancia es la prueba de metales solubles en medio acuoso aplicado a los bloques de cerámica roja.

La mezcla de residuos ácidos con arcilla se denomina en una primera etapa como barbotina, y posterior tratamiento térmico a 1000°C se lo denomina cerámica roja, luego de haber realizado un tratamiento a los productos obtenidos, el análisis de remoción de metales pesados nos muestra que es mayor para la barbotina que para la cerámica roja,

y es muchísimo menor para la última etapa que es la remoción de metales pesados en medio acuoso (extracción de metales solubles). El análisis de estas tres etapas nos muestra que existe una considerable retención de metales pesados en la matriz que contiene la arcilla en sus diferentes etapas de tratamiento con los residuos líquidos, pero la más importante de todas es el análisis de la retención de metales pesados por extracción de metales en medio neutro que es prácticamente un 100% de retención de metales provenientes de los residuos líquidos.

Los resultados de los análisis realizados bajo una metodología específicamente adaptada y desarrollada para el análisis de residuos líquidos, barbotina seca y cerámica roja, han demostrado que la elaboración de cerámica roja puede ser considerada como un tratamiento de residuos líquidos por sus grandes ventajas en la remoción de metales pesados.

2.1.2. Antecedentes Nacionales

Meza et al., (2010). Investigación titulada: “Adsorción de plomo de efluentes industriales usando carbones activados con H_3PO_4 ”. Revista Sociedad Química. Investigaron la influencia de los parámetros de activación sobre la adsorción de plomo, logrando remover el 99.9% del plomo contenido en un efluente industrial. Se prepararon carbones activados a partir de astillas de eucalipto, mediante activación química usando como agente activante al ácido fosfórico. Se estudió la

influencia de los siguientes parámetros de activación sobre la adsorción de plomo: razón de impregnación (agente activante(g)/precursor(g)) y temperatura de activación. Los materiales obtenidos se caracterizaron mediante adsorción de N a -196 C, SEM y FTIR. Se estudiaron los parámetros que afectan el proceso de adsorción de plomo: tiempo de contacto, razón masa de carbón/volumen de la solución, temperatura y pH, lográndose obtener capacidades de adsorción de hasta 142,1 mg Pb/g. Se logró remover el 99,9% del plomo contenido en un efluente industrial. Se concluye que se logró obtener carbones activados con buenas capacidades adsorbentes de Pb(II), a partir de astillas de eucalipto mediante activación química con H_3PO_4 .

Portilla (2016). Investigación titulada: "Tiempo de contacto de la cáscara de *musa sapientum* (plátano) y su tamaño de partícula sobre el pH y adsorción de Pb y Zn en las aguas residuales de laboratorios de análisis químico". Universidad Nacional de Trujillo. Trujillo-Perú. concluyó que para obtener la mayor adsorción de las concentraciones de Pb y Zn se debe trabajar a 32 horas de tratamiento de aguas residuales con cáscara de plátano, para lograr así disminuir los niveles de concentración de Pb y Zn quedando estos por debajo de los límites permisibles establecidos según la Normativa Peruana para aguas residuales.

Mayta (2011). Investigación titulada: “Estudio de la interacción del manganeso en los minerales durante el proceso de tostación de concentrados de zinc en la empresa Minero metalúrgica Doe Run Perú la oroya división”. Universidad Nacional del Centro del Perú. La oxidación del concentrado de sulfuro de zinc es rápida a las temperaturas de tostación, siendo limitada la reacción por la difusión gaseosa en la interfase. Una capa conteniendo hierro se forma durante la tostación sobre las partículas que fueron originariamente sulfuro de zinc primario. La distribución del manganeso en el concentrado de zinc no es conocida, pero el manganeso está más asociado con el hierro después de la tostación

Parece que el hierro oxidado es el principal factor que previene la volatilización del manganeso durante la tostación. Dos factores mejoran la efectividad del hierro en este proceso. El primero es si el óxido de hierro es el primer óxido en formarse; segundo es si la capa de hierro se forma alrededor de las partículas de concentrado individual durante la tostación. El rol del hierro puede ser el de catalizar la oxidación del vapor de manganeso, para formar un manganeso no volátil. Una pretostación no oxidante o reductora evita el efecto del hierro oxidado, e incrementa la remoción previa a la tostación.

Gonzales y Ruiz (2018). Investigación titulada: "Evaluación de la recuperación de plomo metálico por el método de lixiviación a partir de las copelas usadas en el análisis de oro y plata por el método gravimétrico Fire Assay". Unsa. Arequipa-Perú. El procedimiento de copelación trata de la separación de metales que provienen de la fundición, donde queda el plomo absorbido en las copelas para así cuantificar las leyes de oro y plata. Se trata de disminuir el impacto en el medio ambiente sabemos que el plomo, es un residuo peligroso debido a los efectos nocivos que tiene sobre los organismos vivos y sobre todo en la salud humana. Concluye que el método de lixiviación es relativamente sencillo, limpio y de bajo costo para recuperar el plomo metálico, lixiviando las copelas con ácido acético, al evaluar, tiempo de agitación, concentración y granulometría de la muestra.

Licareas (2019). "Capacidad de bioadsorción de la cáscara de tuna (*Opuntia ficus-indica*) para remover los iones de plomo (II) de una solución acuosa". La adsorción es un método que utiliza materia orgánica de origen vegetal o animal, es una sustancia natural para la adsorción de metales, alguna de estas biomasas son desperdicios de la actividad agrícola, de origen microbiana, caseína, y otros. Cuya capacidad depende de la biomasa natural para ser manipulada. Estas prácticas en los últimos años se incrementaron como una iniciativa para descontaminar aguas contaminadas con metales, logrando eliminar en gran cantidad los iones metálicos. Diferentes componentes han sido

usados para remover Plomo, Cromo (VI y III), Cobre y Mercurio, utilizando los residuos biológicos como: cascara de almendra y naranja, hoja de olivos, corteza de pinos y zanahorias.

2.2 Bases Teóricas

2.2.1 Metales pesados

Los metales pesados son componentes de la corteza terrestre. No pueden ser descompuestos o destruidos. En forma de trazas (< 50 ppm) se incorporan a nuestros cuerpos vía alimenticia, consumo de agua o respirando aire contaminado. Muchos metales como el cobre, selenio, zinc son esenciales para mantener el metabolismo del cuerpo humano. Sin embargo, en concentraciones altas pueden conducir al envenenamiento (Vásconez, 2012).

Algunos de los metales pesados están entre los más dañinos de los contaminantes elementales y son de particular interés debido a su toxicidad para los humanos y el ambiente. Los metales pesados incluyen a los elementos esenciales como el hierro y también a metales tóxicos (Manahan, 2007).

La toxicidad de estos metales radica en la concentración en la que se encuentren, debido que algunos presentan propiedades cancerígenas (Chapman, Wang, Janssen, Goulet, & Kamunde, 2003). Con los

métodos en la presente tesis se determinó la minimización del Pb en el nitrato de manganeso en solución.

2.2.2 Técnicas de tratamiento para remoción de metales pesados.

Las técnicas de tratamiento de metales pesados dependen de diferentes factores. Las principales técnicas de eliminación de iones metálicos de las aguas residuales son la precipitación química, la oxidación-reducción, el intercambio iónico, los tratamientos electroquímicos, los procesos de membrana, la extracción con disolventes, la adsorción sobre carbón activado y la bioadsorción (Izquierdo, 2010).

A continuación, se detallan los convencionales, refiriéndose a las técnicas que habitualmente se emplean para la remoción de estos contaminantes. Las no convencionales, aquellas que corresponden a procesos innovadores para la eliminación de metales en aguas residuales generalmente de origen industrial (Caviedes et al; 2015).

Filtración por Membrana

Los procesos de depuración por membranas consisten en una separación física de los solutos presentes en el agua residual al pasar a través de una membrana selectiva a cierto tipo de iones. Los procesos de membrana se dividen en microfiltración, ultrafiltración, nanofiltración, ósmosis inversa, diálisis y electrodiálisis. Se

diferencian entre sí por el material constituyente de la membrana, la naturaleza de la fuerza impulsora, el mecanismo de separación y el tamaño de poro de la membrana. Uno de los problemas más importantes de estos procesos es el ensuciamiento de la membrana, conocido comúnmente como fouling, que reduce el flujo de agua limitando la capacidad del sistema. Para reducir el ensuciamiento y alargar la vida útil de las membranas, se requiere de un pretratamiento del agua a tratar y de un mantenimiento continuo de las membranas (Izquierdo, 2010).

Intercambio iónico

El intercambio iónico es un proceso por el cual los iones presentes en un material de intercambio son reemplazados por iones de una especie diferente que se encuentran en la disolución. El material de intercambio se conoce con el nombre de resina de intercambio iónico y la forma más habitual de operación es con la resina en forma de columna empaquetada. Cuando la resina se agota tras cierto tiempo de funcionamiento, se hace necesaria su regeneración. El intercambio iónico permite eliminar metales presentes en elevada concentración en efluentes de empresas de diversos sectores industriales como el de mecanizado y preparación de metales, la industria del sector de la electrónica, los recubrimientos y acabados metálicos, la industria farmacéutica, etc. Esta tecnología presenta como principal ventaja que puede ser muy específica si se selecciona adecuadamente la

resina. No obstante, a efectos prácticos es difícil aprovechar esta ventaja por la elevada variabilidad en la composición de los 20 efluentes industriales. Además, es una tecnología que presenta un coste elevado tanto por el coste de adquisición de las resinas como por el de su regeneración (Izquierdo, 2010).

Adsorción

La adsorción es un proceso en el que átomos, iones o moléculas son retenidas en la superficie de un material. Consiste en un proceso de separación de un soluto presente en una fase líquida o gas que se concentra sobre la superficie de otra fase generalmente sólida. Se considera un fenómeno superficial. Se denomina adsorbato al soluto y adsorbente a la fase sobre la cual se acumula. Si bien el carbón activado presenta un elevado potencial para la adsorción de compuestos orgánicos y algunos inorgánicos, su aplicación al tratamiento de aguas residuales no está muy extendida, y sus usos en este campo suelen ser como tratamiento de afino de una corriente que ha sido previamente tratada en otro proceso, para eliminar parte de la materia orgánica disuelta que permanece tras el tratamiento. Se usa principalmente para eliminar compuestos orgánicos refractarios, así como compuestos inorgánicos residuales como el nitrógeno, sulfuros y metales pesados (Izquierdo, 2010).

Precipitación química

Es la técnica más utilizada en los procesos industriales ya que es relativamente sencilla de operar, económica y selectiva, aunque su mantenimiento si es costoso debido a la alta generación de lodos. Caviedes et al, citado en (Huisman et al; 2006).

La precipitación química de un metal en solución mediante un reactivo adecuado está determinada principalmente por los siguientes factores:

- La cinética del proceso
- La composición del efluente
- El flujo de efluente a tratar

La cinética del proceso de precipitación química a su vez depende de variables como la concentración, temperatura. Además de Las condiciones del proceso como la dosificación del reactivo precipitante y la agitación del sistema para lograr reacción uniforme. La cinética del proceso permite deducir el tiempo de residencia necesario para que un volumen de efluente igual al volumen del recipiente reaccione a producto hasta una determinada fracción convertida.

La composición del efluente influye en el proceso debido a que diferentes metales disueltos necesitaran diferente concentración de reactivo precipitante conforme a su producto de solubilidad haciendo que no todos los metales precipitan uniformemente.

El flujo del efluente es un dato para el diseño del equipo necesario en un determinado sistema de precipitación química, el otro dato es el tiempo de residencia que se obtiene de la cinética del proceso. Pero la precipitación química puede ser un proceso eficiente hasta ciertos valores de la concentración remanente y para seguir precipitando se necesitaría de otra etapa de precipitación con lo que se incrementan los costos y el tiempo de procesamiento, se plantea entonces una operación de adsorción para la solución remanente que permita lograr el objetivo propuesto (Puente, 2002).

Coagulación-Floculación

Es el método mediante el cual se logra desestabilizar el coloide y aglomerar posteriormente. En la primera etapa la coagulación elimina la doble capa eléctrica que caracteriza a los coloides y con la floculación se aglomeran los coloides mediante la atracción de partículas con el aglutinamiento de los floculantes (Caviedes et al; 2015).

Electrocoagulación

Es un proceso químico con adición electrolítica de iones metálicos. Su eficiencia en la remoción de los contaminantes se debe a que son arrastrados por las burbujas de gas (H_2 y O_2) que se producen en el sistema por lo que salen a flote en la superficie (Caviedes et al; 2015).

Flotación

El proceso de flotación ion se basa en impartir las especies iónicas de metal en las aguas residuales hidrófobas mediante el uso de agentes activos de superficie (tensoactivos) y la posterior eliminación de estas especies hidrófobas por burbujas de aire (Polat & Erdogan 2007).

Fotocatálisis

Se basa en la transferencia de carga a través de la interfaz entre el semiconductor y la solución acuosa contaminada. Donde la conductividad aumenta con la temperatura, y se genera un par de electrón-hueco, ocurriendo la adsorción de los fotones y la distribución de diferentes estados electrónicos en la superficie, degradando moléculas orgánicas colorantes y metales pesados (Paez y Taborda 2006).

En la Tabla 1 se visualiza las ventajas y desventajas de algunos métodos para la remoción de metales.

Tabla 1*Métodos de Tratamiento de Agua para la Eliminación de Iones Metálicos*

| Métodos | Desventajas | Ventajas |
|--|---|---|
| Precipitación química | Grandes cantidades de lodos | Operación simple, no costoso, puede remover la mayoría de metales |
| Coagulación química | Costo de operación extra para la eliminación de lodos | Sedimentación de lodos |
| Intercambio iónico Métodos electroquímicos | Alto costo Deshidratación Alto consumo de productos químicos Alta regeneración de materiales | Deshidratación Alta regeneración de materiales |
| Adsorción usando carbón activado Bioadsorción | Alto costo Menor número de iones metálicos removidos | Selectivo |
| Filtración por membrana | Alto costo de operación debido a ensuciamiento de membrana | No consumo de productos químicos |
| Electrodialisis | Alto costo de operación debido al ensuciamiento de membrana y la energía consumida | Alta selectividad en la separación |
| Fotocatálisis | Largo tiempo de duración, aplicación limitada | Remoción de metales y contaminantes orgánicos en simultáneo y menos residuos peligrosos |

Fuente: Nguyen (2013)

2.2.3 Parámetros que influyen en el proceso de adsorción

Influencia del pH en la adsorción

El pH de la solución es el factor más importante en la adsorción de cationes como de aniones, siendo el efecto distinto en ambos casos. Así, mientras que la adsorción de cationes suele estar favorecida para valores de pH superiores a 4,5, la adsorción de aniones prefiere

un valor bajo de pH, entre 1,5 y 4 (Kuyucak y Volesky, citado en (Castro, 2015). Existen tres vías de influencia del pH en la adsorción del metal:

a) El sitio activo del descontaminante interacciona con el catión metálico y la superficie polar o cargada del adsorbente, en este caso los microporos del carbón varían de pH.

Cuando el grupo de unión del metal es débilmente ácido o básico, la disponibilidad del sitio libre depende del pH.

El logaritmo de la constante de disociación del ácido conjugado (pKa) podría ser uno de los parámetros clave para la determinación del pH óptimo para ocupar los sitios activos.

b) Las variaciones bruscas de pH, como los empleados para la regeneración del carbón activo, dañan la estructura del descontaminante carbón, creando pérdidas significativas de peso y el descenso en la capacidad de adsorción, son algunos de los efectos observados por diversos investigadores.

c) La formación de nuevas especies químicas del metal en solución depende del pH de la solución, ya que los metales en soluciones acuosas se encuentran como iones hidrolizados a pH bajos, especialmente aniones de metales de carga alta y tamaño pequeño (Schiewer, citado en (Castro, 2015).

Tiempo de equilibrio en la adsorción

El proceso de adsorción del metal pesado se ha evaluado mediante la utilización de isotermas que describen el equilibrio del proceso. Los modelos de Langmuir y Freundlich son los más utilizados para describir con éxito el equilibrio de adsorción; cuando se trabaja con residuos lignocelulósicos.

Para eliminar metales pesados, la retención aumenta inicialmente de una manera lineal con la concentración en el equilibrio; esta retención está limitada por el número de sitios activos y, por tanto, llega a alcanzarse una meseta, que no es más que aquel tiempo a partir del cual el adsorbente, por más que se mantenga en contacto con la solución, ya no produce más adsorción (Volesky, citado en (Castro, 2015)).

2.3 Conceptual

Plomo

Es un metal de color gris azulado que se encuentra ampliamente distribuido en la corteza terrestre, de una forma natural y como consecuencia de su empleo industrial (Gonzales y Guerra 2016).

Los minerales de plomo se encuentran en muchos lugares del mundo. El mineral más rico es la galena (sulfuro de plomo) y constituye la fuente principal de producción comercial de este metal. Otros minerales de plomo son: la cerusita, la anglesita, la corcoita, entre otros.

Aproximadamente un 40% del plomo se utiliza en forma metálica, un 25% en aleaciones y un 35% en compuestos químicos (Gunnar, 2012).

El plomo como contaminante

Las partículas de plomo se emiten al aire a partir de las distintas fuentes y se depositan en el polvo, el suelo, el agua y los alimentos. El plomo se libera al aire desde los volcanes activos y por actividades humanas. Los alimentos y las bebidas pueden contener plomo, si el polvo que contiene plomo llega a las cosechas durante su crecimiento, sobre todo cuando se utilizan fertilizantes que contienen fangos cloacales. Las plantas pueden recoger el plomo del suelo, como el que podría encontrarse en un sitio de desechos peligrosos o cerca de áreas con un elevado tránsito automotriz. Las fuentes principales del plomo liberadas al agua son las tuberías y accesorios de plomo, y la soldadura en las casas, escuelas, el polvo y el suelo que contiene plomo transportados al agua por las lluvias y los vientos, el agua residual de las industrias que utilizan el plomo (Gonzales y Guerra 2016).

Polvos metálicos

Los polvos metálicos tienen un rol importante en la práctica industrial lo cual ha motivado numerosos trabajos de investigación tendientes a mejorar u optimizar los procesos de producción.

Los polvos metálicos son definidos como aquellas partículas metálicas o de aleación en un rango de tamaño de 0.1 a 1000 μm . Los metales en un

estado finamente dividido exhiben propiedades y características únicas. La diversidad de tamaño, forma y morfología superficial de los polvos se reflejan en las condiciones que controlan la formación del metal o aleación en una forma finamente dividida. Características de los polvos metálicos:

- Elevada relación entre área superficial/volumen
- Fluyen por efecto de la gravedad

La producción de polvos metálicos se puede realizar mediante cuatro tecnologías.

- Trituración de metales sólidos
- Desintegración mecánica de metales fundidos
- Procedimientos químicos
- Electrodeposición bajo condiciones controladas para obtener directamente un polvo metálico.

Zinc y sus propiedades

Elemento químico de símbolo Zn, número atómico 30 y peso atómico 65.37. Es un metal maleable, dúctil y de color gris. Se conocen 15 isótopos, cinco de los cuales son estables y tienen masas atómicas de 64, 66, 67, 68 y 70. Cerca de la mitad del zinc común se encuentra como isótopo de masa atómica 64. Los usos más importantes del zinc los constituyen las aleaciones y el recubrimiento protector de otros metales. El hierro o el acero recubiertos con zinc se denominan galvanizados, y esto se puede hacer por inmersión de la pieza en zinc fundido, depositando zinc

electrolíticamente como un baño chapeado, o exponiendo la pieza en zinc en polvo cerca de su punto de fusión o rociándola con zinc fundido.

En la Tabla 2 se observan las propiedades y densidad del zinc a ciertas condiciones.

Tabla 2

Propiedades del zinc

| | |
|-----------------------|--------------------------------|
| Radio atómico | 137pm |
| Punto de fusión | 419.5°C |
| Punto de ebullición | 907°C |
| Estructura cristalina | Hexagonal |
| Densidad | 7.133 g/cm ³ a 25°C |
| Peso atómico | 65.38 |
| Oxido | anfótero |
| Estado de oxidación | 2 |

Fuente: Pérez, 2011

Polvo de Zinc

Se utiliza como agente cementante, proviene de la unidad de polvo de zinc, su aspecto físico es el de unas partículas muy finas de color metálico y tiene la propiedad de arder con el fuego (Corzo, 2008).

Nitrato de manganeso

Se trata de un agente/aditivo, presentado en forma granular de muy alta solubilidad en agua. En forma acuosa de un color naranja intenso. Este producto se usa básicamente como agente de recubrimiento y/o enchapado

de superficies metálicas de equipos, herramientas y partes que se desean proteger de la corrosión (Induquim Gonveg, 2010).

Dióxido de manganeso

Dióxido de manganeso (anhídrido manganoso) (MnO_2). Es el de más importancia de los óxidos de manganeso. Este se prepara mediante una disolución ligeramente nítrica de permanganato de potasio sobre una sal manganosa, tal como el sulfato. Es compuesto de color pardo o negruzco, insoluble en el agua, de densidad próxima a 5, que se presenta en masa o en polvo.

Se encontrará naturalmente como mineral de la pirolusita. También es utilizado para el tratamiento del agua, el MnO_2 tiene varios usos, la fabricación de baterías, latas de bebidas, pesticidas agrícolas y fungicidas, y circuitos electrónicos (Ecured, 2016).

Ácido Nítrico

También se suele llamar Nitrato de Hidrógeno, Hidróxido de Nitrilo. Es un ácido fuerte, corrosivo con vapores sofocantes; su forma común en la naturaleza es como sales del tipo ($X(NO_3)_n$) y no a su forma ácida esto se debe a la alta reactividad que genera frente a muchas sustancias. Es un líquido incoloro también amarillento, no obstante, puede llegar a tomar coloraciones rojizas si contiene suficiente cantidad de Dióxido de Nitrógeno disuelto. Tiene un olor irritante muy fuerte en concentraciones altas. Es soluble por completo en el agua formando un azeótropo a 69,2% de

contenido de ácido. El Ácido Nítrico por calentamiento se descompone formando agua, oxígeno y Dióxido de Nitrógeno; este comportamiento hace compleja la determinación de muchas de sus propiedades a temperaturas arriba de los 50 °C. Se descompone también en presencia de alcoholes (RiscosLab, 2015).

Existe una variedad de procedimientos industriales para obtener ácido nítrico, pero estos se pueden diferenciar de manera clara en dos procesos diferentes para la obtención. Uno de ellos en el cual se obtiene ácido nítrico al 60% (ácido diluido), el segundo donde se obtendrá una concentración de ácido del 98 al 99% (ácido concentrado o fumante). Esta segunda variedad se obtendrá de la primera, usando destilación extractiva con agentes deshidratantes (Moreno, 2016).

2.4 Definición de términos básicos

Minimización. Consiste en reducir la cantidad y/o toxicidad de los componentes no deseados generados, permitiendo reducir el costo vinculado a su manipulación y los impactos ambientales.

Concentración de Plomo. El plomo contenido en la solución de nitrato de manganeso proveniente de la lixiviación, reacciona con el ácido nítrico, generando un exceso de Pb en la solución resultante.

Potencial de hidrogeno. El pH es una medida de acidez o alcalinidad que indica la cantidad de iones de hidrogeno presentes en una solución o sustancia, se pueden calcular las medidas del pH utilizando un potenciómetro o pH metro, que es un sensor que determina el pH de una

sustancia a través de una membrana de vidrio que separa dos soluciones de diferente concentración de protones.

Tiempo de agitación. Esta variable estará determinada por la velocidad que se empleará al momento de la agitación, el mismo que será determinado en los ensayos de prueba.

Reactivos analíticos. El grupo de reactivos químicos dedicados a los métodos analíticos se llama reactivos analíticos. Son compuestos químicos de pureza definida, que reaccionan en condiciones específicas. Se divide en varios grupos:

- **Reactivos de grupo:** estas sustancias pueden separar varios agentes iónicos. Usado frecuentemente en análisis cualitativo. Gracias a ellos, es posible separar una mezcla de cationes o aniones.
- **Reactivos selectivos:** sustancias que reaccionan con un número limitado de iones de un grupo de estudio específico. Se utilizan para determinar iones en el análisis cualitativo.
- **Reactivos específicos:** específicos para detectar iones específicos con los que reaccionan de manera característica en condiciones definidas con precisión.
- **Reactivos de enmascaramiento:** son sustancias que reaccionan con los componentes de la solución que interfieren con la determinación de los iones a veces un análisis cualitativo.

III. HIPÓTESIS Y VARIABLES

3.1 Hipótesis

3.1.1 Hipótesis General

Se logrará minimizar la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso, utilizando zinc.

3.1.2 Hipótesis específicas

- Las condiciones en las cuales se obtiene la minimización de la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso son: Tiempo de agitación 15 min y pH 5.
- Empleando la cantidad adecuada de zinc se podrá reducir el plomo en la solución de nitrato de manganeso.

3.2 Definición Conceptual de Variables

Variables Independientes

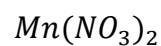
X_1 = Cantidad de zinc

X_2 = pH

X_3 = Tiempo de agitación

Variables Dependientes

Y= Determinación concentración de Pb en la solución de



3.2.1 Operacionalización de las variables

A continuación, en la Tabla 3 se presenta la matriz operacional con las variables independientes y dependientes.

Tabla 3

Operacionalización de las Variables

| Variables | Dimensiones | Indicadores | Método |
|--|--------------------|---------------------|------------------------------------|
| <i>Independientes:</i> | | | |
| X_1 = Cantidad de zinc. | gramos | Cantidad de zinc | Experimental |
| X_2 = concentración de iones Hidronio | pH | pH de la solución | Experimental |
| X_3 = <i>Tiempo de agitación</i> | min | Tiempo de agitación | Experimenta |
| <i>Dependiente:</i> | | | |
| Y = Concentración de Pb en el $Mn(NO_3)_2$. | (mg/L) | Concentración de Pb | Instrumental Medición ICP-MS |

IV. DISEÑO METODOLÓGICO

4.1 Tipo y diseño de la investigación

4.1.1 Tipo de investigación

La presente investigación es de tipo explicativa y experimental, y se encuentra ubicado en el área de investigación de ingeniería y tecnología. Dentro del sub área de contaminación ambiental y en la línea de investigación de minería y procesamiento de minerales.

4.1.2 Diseño de la investigación

La presente investigación se caracteriza por ser aplicada y a su vez es de tipo explicativa, ya que además de medir las variables dependientes, estudia las relaciones de influencia de las variables independientes, y de esta manera busca el porqué del fenómeno mediante las relaciones de causa–efecto. El diseño de la investigación se caracteriza por ser experimental ya que este tipo de investigación permite controlar, alterar o manipular el factor causal con el fin de determinar el efecto deseado. Por el análisis de las variables involucradas son cuantitativas.

4.2 Método de investigación

4.2.1 Analítico, observacional experimental

Se realizó el método cuantitativo, debido a que se determina la cantidad de polvo de zinc, usando diferentes gramos, el tiempo de agitación y el pH necesario para obtener los parámetros adecuados logrando así la minimización de la concentración de plomo.

Se realizará el método cualitativo, debido a que a través del indicador KI se verificará la presencia de plomo en la solución de nitrato de manganeso ya que tornará a la solución de otra coloración.

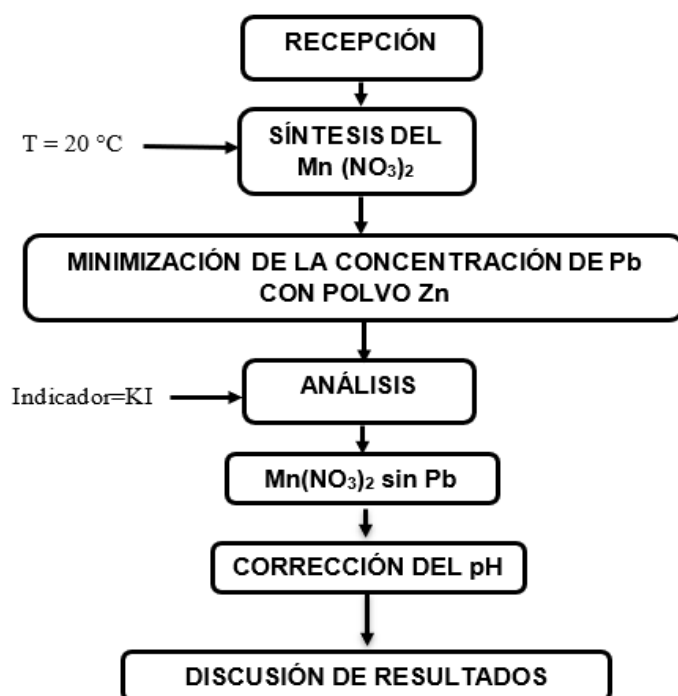
A continuación, se presenta la siguiente secuencia del proceso:

- Recepción de los reactivos
- Síntesis del nitrato de manganeso
- Minimización de la concentración de Pb agregándole polvo de Zn
- Corroboración de la disminución de la concentración de Pb mediante el uso de un indicador (KI)
- Análisis de resultados

En la figura 1 se muestra la secuencia del proceso del proyecto de investigación.

Figura 1

Secuencia del proceso minimización del contenido del plomo.



4.2.2 Caracterización del nitrato de manganeso

Para la caracterización del nitrato de manganeso se determinó la densidad, el pH, la concentración de Mn^{2+} , la concentración de Pb y el color de la solución.

4.2.3 Caracterización del polvo de zinc

Se obtuvo la densidad, el pH, el punto de fusión, punto de ebullición, estado y consistencia además de su color

4.2.4 Caracterización del indicador en líquido (KI)

Se tiene el KI en 0.5N el cual es una sal diluida en agua que se usará como indicador cualitativo para observar si disminuye o elimina la presencia de plomo en el nitrato de manganeso.

4.3 Población y Muestra

La población no aplica y la muestra utilizada fue de 2000ml de solución de nitrato de manganeso.

4.4 Lugar del estudio y periodo desarrollado

El presente proyecto se llevó a cabo a nivel de laboratorio en las instalaciones de la empresa IC Industrial SRL, por un periodo de 120 días que incluyó estudio bibliográfico y experimentación.

4.5 Técnicas e instrumentos para la recolección de la información

4.5.1 Materiales y equipos

Materiales:

- Bureta
- Soporte universal
- Probeta
- Bagueta

- Termómetro
- Vaso precipitado
- Piceta
- Papel Filtro cualitativo
- Embudo, densímetro
- Papel de Tornasol
- Pera de separación

Reactivos:

- Pirolusita con concentración de MnO_2
- KI
- Zn
- HNO_3

Equipos:

- Agitadores con paleta
- Centrifuga
- Balanza analítica de sensibilidad 0.01 mg
- pHmetro.

4.5.2 Técnica de cuantitativa (Técnica del indicador)

Mediante el uso del indicador se observó la minimización de la concentración del Pb en el nitrato de manganeso de manera cualitativa.

En la solución final se extrajo alícuotas donde se agregará gotas de KI, en el cual, si presenta una coloración amarilla, indicará la presencia de plomo en la solución y si no altera la coloración de la alícuota, entonces no habrá presencia de Pb.

4.5.3 Determinación de la concentración de Pb en la solución final

Se determinó la concentración en ppm del Pb en la solución de nitrato de manganeso mediante la técnica de espectrómetro de masas (ICP-MS).

4.6 Análisis y procedimiento de datos

Por el tipo de enfoque que tiene esta investigación, es investigación experimental cualitativa y cuantitativa, por ello tenemos el siguiente desarrollo que se realizó respetando los lineamientos que se menciona a continuación.

4.6.1 Procedimiento Experimental

Se separó el HNO_3 con una concentración de 70%, con sumo cuidado evitando los vapores del ácido usando una mascarilla y colocándolo en un recipiente, se usó 2600ml de ácido y se colocó en la pera de precipitación.

Se peso 2530 g de MnO_2 y se procedió a hacer el lavado con 5060 ml de agua.

Para el lavado se mezcla en un recipiente durante un tiempo de 1 hora de agitación con paleta, agregando al final floculante para una mejor precipitación del soluto.

Luego de eso se pasa a filtrar y se realizará con una tela de filtro y se sacará al máximo los lodos y la solución acuosa.

Se prosiguió a realizar la síntesis del $Mn(NO_3)_2$, Se arma el sistema de agitación con el soporte universal, la paleta de agitación y la pera de decantación para suministrar el HNO_3 . Y se pesa el MnO_2 lavado y listo para agregar.

Se tiene en cuenta que la reacción que se da a una temperatura de 90 a 100°C. Teniendo en cuenta todo esto se genera la tabla 4, con los parámetros que van variando en el transcurso del tiempo.

Tabla 4

Parámetros de la síntesis del nitrato de manganeso

| Hora | HNO ₃ (ml) | T(°C) | pH | MnO ₂ (g) | H ₂ O (ml) | Observaciones |
|-------|--------------------------|-------|-----|-------------------------|--------------------------|---|
| 11.00 | 800 | 20 | 1.5 | 800 | 950 | Se inicia la agitación con el agua y agregando el MnO ₂ |
| 11.36 | 800 | 65 | 3.0 | 800 | 950 | Agitación constante vapores tenues en la reacción |
| 12.00 | 800 | 65 | 3.0 | 800 | 950 | Agitación constante vapores tenues en la reacción |
| 12.30 | 800 | 70 | 3.0 | 2000 | 950 | Agitación constante vapores tenues en la reacción, solución gris muy oscura |
| 13.00 | 1600 | 80 | 3.0 | 3000 | 950 | Agitación constante vapores tenues en la reacción, solución gris muy oscura |
| 13.30 | 1600 | 80 | 3.0 | 3000 | 950 | Agitación constante vapores tenues en la reacción, solución gris muy oscura |
| 14.00 | 1600 | 85 | 1.5 | 3000 | 950 | Agitación constante vapores tenues en la reacción, solución gris muy oscura |
| 14.30 | 1600 | 90 | 1.5 | 3500 | 950 | Aumenta la reacción y efervescencia en la solución, vapores mayores. |
| 15.00 | 2400 | 100 | 2.0 | 3500 | 950 | Vapores amarillos y aumento de volumen en la solución, mayor efervescencia, Reacción violenta. |
| 15.30 | 2500 | 95 | 1.5 | 3500 | 950 | Vapores amarillos y aumento de volumen en la solución, mayor efervescencia, Reacción violenta. |
| 16.00 | 2500 | 95 | 1.5 | 3500 | 950 | Vapores amarillos y aumento de volumen en la solución, mayor efervescencia, Disminuye la reacción |
| 16.30 | 2500 | 91 | 1.5 | 3500 | 950 | Vapores tenues y reacción efervescente moderada, agitación disminuida. |
| 17.00 | 2500 | 80 | 3.0 | 3500 | 950 | Vapores tenues, casi sin reacción, la efervescencia es controlada. |
| 17.30 | 2500 | 80 | 3.0 | 3500 | 950 | Vapores tenues, casi sin reacción, la efervescencia es controlada. |
| 19.30 | 2500 | 50 | 3.0 | 3500 | 950 | Solución oscura, casi sin reacción, se para la agitación y se agrega floculante. |

Luego de la reacción de síntesis de $Mn(NO_3)_2$, se filtra toda la solución para separar los lodos del $Mn(NO_3)_2$. Lo que se obtuvo fue un líquido de color naranja claro.

Teniendo los siguientes datos finales:

Densidad = 1600 g/ml pH=3.0 V solución final $Mn(NO_3)_2$ = 2400ml
y un peso de lodos de $m=1600g$.

En la figura del Anexo C se observa la síntesis del $Mn(NO_3)_2$ en el laboratorio, el lodo final extraído y la solución de $Mn(NO_3)_2$ que tiene una coloración naranja y que contiene plomo, la cual se trató para realizar la minimización de la concentración de plomo.

Preparación del indicador (KI):

Se tendrá un indicador de yoduro de potasio de 0,5N de concentración:

Con lo cual tendremos: $N = \frac{\# Eq-g Sol}{V sol(L)}$ teniendo 0,5 N de concentración

y un peso molecular de 166 g/mol tenemos:

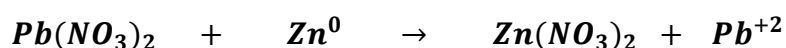
$P eq = \frac{A}{\sigma} = \frac{166}{1}$ Teniendo 1 litro de solución (1000ml), luego tenemos:

$N = \frac{m(g)}{1L}$ Hallamos la masa en gramos de esta normalidad, al operar se

tiene una masa de $m(g)=83$. Es decir que se prepara en un 1 litro o 1000 ml de agua destilada.

Prueba de eliminación de plomo con polvo de zinc (Zn⁰):

Utilizaremos como agente catalizador de eliminación de plomo en la solución de $Mn(NO_3)_2$, el polvo de zinc (Zn⁰) para lo cual tendremos la siguiente reacción, teniendo en cuenta que en la solución de $Mn(NO_3)_2$, se deriva el $Pb(NO_3)_2$, se encuentra inmerso en su composición y este se desea disminuir o eliminar:



Teniendo pesos moleculares y estequiometria balanceada adecuadamente. Tendremos valores por estequiometria en el Zn⁰ en masa= 0,23g, pero por experimentación se recomienda, para la realizar la primera prueba de exploración teniendo como volumen $Mn(NO_3)_2$ = 200ml y para el polvo de zinc (Zn⁰) una masa= 16g, teniendo el indicador de KI para identificar el plomo en la solución.

Descripción de la experimentación:

Se armo un sistema para agitación, teniendo en cuenta un soporte universal, nueces, agitador eléctrico con paleta, un vaso precipitado de 600ml, todo realizado a temperatura de ambiente. También se usará, piceta con agua destilada, cinta pH y también el indicador de KI, para ver la identificación del plomo en la solución.

Se usará un volumen de solución de $Pb(NO_3)_2$ = 200ml con pH= 3.0 se agrega la masa de Zn toda en una sola tanda, sin dosificar.

Realizaremos estas pruebas de forma seguida con una masa de Zn⁰ de 4 gramos luego con 6 gramos, 8, 10, 12, 14 y 16 gramos, todo

realizado a temperatura de ambiente ($T=20^{\circ}\text{C}$), Tener en cuenta también el uso del KI como indicador de la presencia de plomo en el $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, donde ya se sabe que si es amarillo hay presencia de plomo en la solución y si es incoloro al a agregar el KI, no hay plomo o disminuyo de manera cualitativa.

En la figura del Anexo C se observa el proceso usando 16g de zinc.

V. RESULTADOS

5.1 Resultados descriptivos

En el presente trabajo, no se desarrolló resultados descriptivos.

5.2 Resultados inferenciales

No se realizaron resultados inferenciales, debido a que el criterio de población y muestra no fue aplicado a este trabajo ya que estos resultados son provenientes del diseño metodológico, que se apoyó en el cálculo de probabilidades.

5.3 Otro tipo de resultados estadísticos

Los resultados de la minimización del plomo en la solución del nitrato de manganeso, a nivel de laboratorio, se ha obtenido del desarrollo experimental.

Se realizó una prueba exploratoria para determinar la temperatura de trabajo teniendo el zinc metálico como agente químico de eliminación de plomo en la muestra patrón de $Mn(NO_3)_2$, ahora optimizaremos los gramos de zinc metálico, usando temperatura como catalizador llevando la temperatura de la solución a $T=50^\circ C$ y temperatura ambiental de $T=20^\circ C$. Armamos el sistema en esta ocasión usaremos la plancha eléctrica para generar el calor requerido y aumentar la temperatura en la solución hasta $50^\circ C$.

Una vez armado el sistema, se deja que la solución llegue hasta la $T=50^\circ C$, la cual lo controlamos con el termómetro, luego al llegar la temperatura. Se le agrega los 6 gramos de zinc metálico a la solución y dejar en agitación constante con el agitador de paletas, y verificar si se elimina el plomo o no. Se genera luego la Tabla 5. decimos que tuvo éxito la eliminación de plomo

de la muestra de $Mn(NO_3)_2$, al aumentar la temperatura hasta los 50°C usando los gramos de zinc metálico de 6 gramos.

Tabla 5

Solución de nitrato de manganeso con polvo de zinc a temperatura a 50 °C

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn ⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|----|---------------|---------------------|-----------------|---|
| 10.00 | 200 | 3 | 1600 | 0 | Amarillo | Agitación constante, solución naranja sin Zn a T=50°C |
| 10.05 | 200 | 5 | 1600 | 6 | Amarillo | Agitación constante, solución gris oscura, con Zn |
| 10.09 | 200 | 5 | 1600 | 6 | Amarillo | Agitación constante solución, gris oscura, sin plomo |

Luego se genera la Tabla 6 realizando otra prueba de las mismas características que la anterior, pero llevando la solución hasta temperatura 20°C utilizando 6 gramos de zinc metálico.

Tabla 6

Solución de nitrato de manganeso con polvo de zinc a temperatura ambiental.

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn ⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|----|---------------|---------------------|-----------------|---|
| 10.22 | 200 | 3 | 1600 | 6 | Amarillo | Agitación constante, solución naranja sin Zn a T=20°C |
| 10.26 | 200 | 5 | 1600 | 6 | Amarillo | Agitación constante, solución gris oscura, con Zn |
| 10.31 | 200 | 5 | 1600 | 6 | Amarillo | Agitación constante solución, gris oscura, sin plomo |

Para una industrial es más rentable realizar el proceso experimental a temperatura ambiental, ya que al someter calor existe consumo de energía, además debido a que no hubo mucha diferencia entre ambas temperaturas, se trabajó toda la parte experimental a temperatura ambiental.

Minimización del plomo con polvo de zinc tratando de llevar a pH 4.0 - 4.5

De la tabla 7 interpretamos que tuvo éxito en la eliminación de plomo de la muestra de $Mn(NO_3)_2$, al realizar a temperatura de ambiente y al comprobar con el indicador de KI que no tiene plomo en una alícuota. Pero no se pudo mantener la solución a pH= 4.0 -4.5, porque para eliminar el plomo por completo se requiere pH= 5.0.

Tabla 7

Modificación del pH en la solución de nitrato de manganeso.

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------------|---|-----------|---------------------------------|-------------------------------|-------------------------|---|
| 14.30 | 200 | 3.0 | 1600 | – | – | Inicio de agitación, inicia a T= 20°C |
| 14.33 | 200 | 4.5 | 1600 | 10 | Amarillo | Agregar el Zn ⁰ agitación cte, solución gris oscura. |
| 14.41 | 200 | 5.0 | 1600 | 10 | Incoloro | Sin plomo prácticamente, solución gris oscura. |
| 14.56 | 200 | 5.0 | 1600 | 11 | Incoloro | Sin plomo, solución gris oscura, agitación constante. |
| 15.06 | 200 | 5.0 | 1600 | 12 | Incoloro | Sin plomo, solución gris oscura, agitación constante. |
| 15.13 | 200 | 5.0 | 1600 | 12 | Incoloro | Sin plomo, solución gris oscura, agitación constante. Se para la agitación y se filtra. |

Optimización de la minimización de plomo con menos gramos de polvo de zinc

Una vez armado el sistema, se realiza la agitación del $Mn(NO_3)_2$ teniendo un pH= 3.0, se agrega la masa de Zn^0 toda en una sola tanda, sin dosificar. Realizaremos estas pruebas de forma seguida con una masa de Zn^0 de 4 gramos luego con 6 gramos, 8, 10, 12, 14 y 16 gramos, todo realizado a temperatura de ambiente ($T=20^\circ C$), tener en cuenta el tiempo de agitación de 4 min. Tener en cuenta también el uso del KI como indicador de la presencia de plomo en el $Mn(NO_3)_2$, donde ya se sabe que si es amarillo hay presencia de plomo en la solución y si es incoloro al a agregar el KI, no hay plomo o disminuyo de manera cualitativa. Observar las siguientes tablas para mejor detalle.

Tabla 8

Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 4 gr. de zinc.

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn^0 (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|-----|---------------|------------|-----------------|--|
| 15.35 | 200 | 3.0 | 1600 | 4 | – | Inicio de agitación, se agrega los 4 gramos de Zn^0 de una sola vez sin dosificar, $T= 20^\circ C$ |
| 15.33 | 200 | 5.0 | 1600 | 4 | Amarillo | Solución gris oscura, presencia de plomo. Agitación constante. |
| 15.50 | 200 | 5.0 | 1600 | 4 | Incoloro | Solución gris oscura, sin presencia de plomo. Se detiene la agitación y se filtra con presión. |

Tiempo de agitación= 15min, pH=5.0, V final= 185ml, m lodo= 13,4g

Tabla 9*Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 6 gr. de zinc.*

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn ⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|-----|---------------|------------------------|-----------------|---|
| 14.19 | 200 | 3.0 | 1600 | 6 | – | Inicio de agitación, se agrega los 6 gramos de Zn ⁰ de una sola vez sin dosificar, T= 20°C |
| 14.23 | 200 | 5.0 | 1600 | 6 | Amarillo | Solución gris oscura, presencia de plomo. Agitación constante. |
| 14.29 | 200 | 5.0 | 1600 | 6 | Incoloro | Solución gris oscura, sin presencia de plomo. Se detiene la agitación y se filtra con presión. |

Tiempo de agitación= 10min, pH=5.0, V final= 187ml, m lodo= 19,8g

Tabla 10*Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 8 gr. de zinc.*

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn ⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|-----|---------------|------------------------|-----------------|---|
| 12.50 | 200 | 3.0 | 1600 | 8 | – | Inicio de agitación, se agrega los 8 gramos de Zn ⁰ de una sola vez sin dosificar, T= 20°C |
| 12.55 | 200 | 5.0 | 1600 | 8 | Amarillo | Solución gris oscura, presencia de plomo. Agitación constante. |
| 12.58 | 200 | 5.0 | 1600 | 8 | Incoloro | Solución gris oscura, sin presencia de plomo. Se detiene la agitación y se filtra con presión. |

Tiempo de agitación= 8min, pH=5.0, V final= 183ml, m lodo= 21,2g

Tabla 11*Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 10 gr. de zinc*

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn ⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|-----|---------------|------------------------|-----------------|--|
| 10.12 | 200 | 3.0 | 1600 | 10 | – | Inicio de agitación, se agrega los 10 gramos de Zn ⁰ de una sola vez sin dosificar, T= 20°C |
| 10.17 | 200 | 5.0 | 1600 | 10 | Amarillo | Solución gris oscura, presencia de plomo. Agitación constante. |
| 10.18 | 200 | 5.0 | 1600 | 10 | Incoloro | Solución gris oscura, sin presencia de plomo. Se detiene la agitación y se filtra con presión. |

Tiempo de agitación= 6min, pH=5.0, V final= 175ml, m lodo= 40g

Tabla 12*Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 12 gr. de zinc.*

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn ⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|-----|---------------|------------------------|-----------------|--|
| 10.30 | 200 | 3.0 | 1600 | 12 | – | Inicio de agitación, se agrega los 12 gramos de Zn ⁰ de una sola vez sin dosificar, T= 20°C |
| 10.33 | 200 | 5.0 | 1600 | 12 | Amarillo | Solución gris oscura, presencia de plomo. Agitación constante. |
| 10.35 | 200 | 5.0 | 1600 | 12 | Incoloro | Solución gris oscura, sin presencia de plomo. Se detiene la agitación y se filtra con presión. |

Tiempo de agitación= 5min, pH=5.0, V final= 150ml, m lodo= 44g

Tabla 13*Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 14 gr. de zinc.*

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn ⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|-----|---------------|------------------------|-----------------|--|
| 11.20 | 200 | 3.0 | 1600 | 14 | – | Inicio de agitación, se agrega los 14 gramos de Zn ⁰ de una sola vez sin dosificar, T= 20°C |
| 11.22 | 200 | 5.0 | 1600 | 14 | Amarillo | Solución gris oscura, presencia de plomo. Agitación constante. |
| 11.24 | 200 | 5.0 | 1600 | 14 | Incoloro | Solución gris oscura, sin presencia de plomo. Se detiene la agitación y se filtra con presión. |

Tiempo de agitación= 4min, pH=5.0, V final= 183ml, m lodo= 30g

Tabla 14*Minimización de Pb con tiempo de agitación pH=3 con 16 gr. de zinc.*

| Hora | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | pH | ρ (g/ml) | Zn ⁰ (g) | Indicador KI | Observaciones |
|-------|----------------------|-----|---------------|------------------------|-----------------|--|
| 12.05 | 200 | 3.0 | 1600 | 16 | – | Inicio de agitación, se agrega los 16 gramos de Zn ⁰ de una sola vez sin dosificar, T= 20°C |
| 12.07 | 200 | 5.0 | 1600 | 16 | Amarillo | Solución gris oscura, presencia de plomo. Agitación constante. |
| 12.09 | 200 | 5.0 | 1600 | 16 | Incoloro | Solución gris oscura, sin presencia de plomo. Se detiene la agitación y se filtra con presión. |

Tiempo de agitación= 4min, pH=5.0, V final= 174ml, m lodo= 30g

Notamos que hay incremento en el tiempo de agitación conforme se agrega más masa de zinc.

Corrección de pH y de color a las pruebas realizadas:

En esta parte de todas las pruebas que se realizó con distintos pesos de agregado de Zn, para la eliminación del plomo en el $Mn(NO_3)_2$. Se escogió 4 pruebas, de las cuales 2 pruebas eran donde se adicionó más gramos de polvo de zinc: con 16 y 14 gramos y 2 pruebas de menor adición de gramos de polvo de zinc: estas fueron de 6 y 4 gramos, para realizar la corrección de pH y de color. Ya que todas las muestras tapadas y almacenadas se degradaron al pasar de las horas, de un color naranja cristalino a un color vino tinto oscuro. Observando que todas las muestras a pesar de la degradación de su color siguen sin plomo.

Se realizó una proporción previa para el cálculo del volumen de HNO_3 agregado para la corrección dependiendo del volumen de la muestra, se saca en base a 80 ml de muestra se agrega 0,1 ml de HNO_3 , entonces realizando una operación de proporción para cada volumen de muestra se agrega para la corrección de color y PH y un tiempo de agitación de 1 hora, la cual se refleja en la tabla el volumen agregado de HNO_3 para cada prueba. Al realizar la corrección de pH y de color se genera la siguiente tabla:

Tabla 15*Corrección de pH y color de las muestras de optimización*

| Zn (g) | V(ml) Muestra | V(ml) <i>HNO</i> ₃ | ρ (g/ml) | pH | Observaciones |
|--------|------------------|----------------------------------|-------------|----------|---|
| 16g | 174 | 0,3 | 1600 | 5.0- 3.0 | Se agita durante un t= 1 hora a T= 20°C. Pasa de un color vino tinto a naranja cristalino. Corrigiendo el pH y el color. |
| 14g | 183 | 0,2 | 1600 | 5.0- 3.0 | Se agita durante un t= 1 hora a T= 20°C. Pasa de un color vino tinto a naranja cristalino. Corrigiendo el pH y el color. |
| 6g | 187 | 0,15 | 1600 | 5.0- 3.0 | Se agita durante un t= 1 hora a T= 20°C. Pasa de un color vino tinto a naranja cristalino. Corrigiendo el pH y el color. |
| 4g | 185 | 0,15 | 1600 | 5.0- 3.0 | Se agita durante un t= 1 hora a T= 20°C. Pasa de un color vino tinto a naranja cristalino. Corrigiendo el pH y el color. |

De la tabla 15, se extrae que todas las muestras se degradaron en su color y por eso se realizó la corrección, se observa que en los dos últimos se agregó menos volumen de *HNO*₃, respecto a la primera y segunda prueba, esto debido a que se observó que no requería mucho más de ese volumen para clarificar la muestra y luego del tiempo de agitación quedarían de color naranja cristalina.

En la figura del Anexo C De derecha a izquierda, se observa el color de las muestras escogidas para corrección de pH y su color paso de color vino tinto, color degradado, para luego permanecer de color naranja

cristalino con el pH y colores corregidos y de mejor presentación, todos con disminución de plomo.

En la siguiente tabla, se tiene el resumen de datos de las pruebas realizadas.

Tabla 16

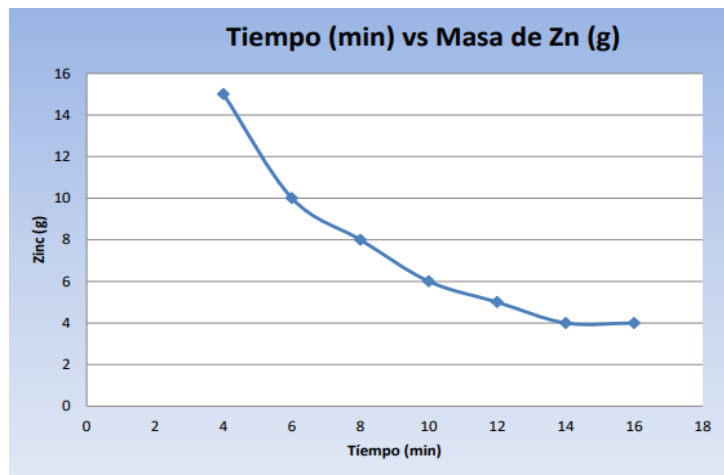
Resumen de las pruebas experimentales

| N° | $Mn(NO_3)_2$ (ml) | Zn ⁰ (g) | Tiempo (min) | Sol $Mn(NO_3)_2$ (ml) | Lodo (g) | Observaciones |
|----|----------------------|------------------------|-----------------|-----------------------------|-------------|--|
| 1 | 200 | 16 | 4 | 174 | 30 | Sin presencia de plomo, Menos tiempo de agitación. |
| 2 | 200 | 14 | 4 | 183 | 30 | Sin presencia de plomo, igual tiempo de agitación que antes. |
| 3 | 200 | 12 | 5 | 150 | 44 | Sin presencia de plomo, aumenta tiempo de agitación. |
| 4 | 200 | 10 | 6 | 175 | 40 | Sin presencia de plomo, aumenta tiempo de agitación. |
| 5 | 200 | 8 | 8 | 183 | 21,2 | Sin presencia de plomo, aumenta tiempo de agitación. |
| 6 | 200 | 6 | 10 | 187 | 19,8 | Sin presencia de plomo, aumenta tiempo de agitación. |
| 7 | 200 | 4 | 15 | 185 | 13,4 | Sin presencia de plomo, aumenta tiempo de agitación. |

- Realizamos la figura 2, al tabular los valores de gramos de Polvo de zinc para eliminar el plomo y el tiempo de agitación en minutos.

Figura 2

Tiempo de agitación vs gramos de polvo de zinc

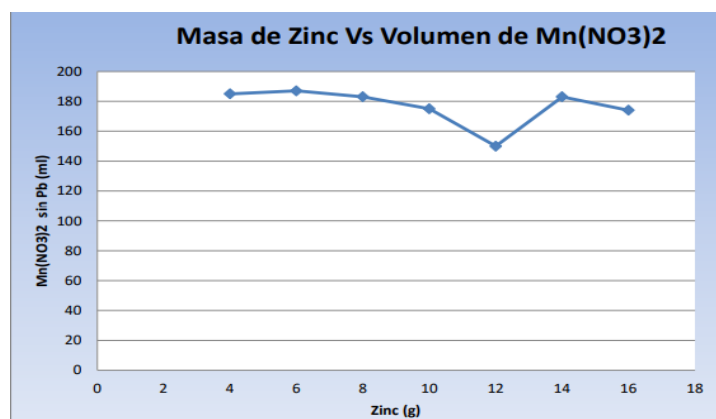


De la figura se extrae que a mayor tiempo de agitación se tiene menos gramos de polvo de Zn y viceversa.

- Realizamos la figura 3 al tabular los valores de gramos de polvo de zinc para eliminar el plomo y solución de $Mn(NO_3)_2$ sin plomo.

Figura 3

Gramos de polvo de zinc vs solución de $Mn(NO_3)_2$ sin plomo

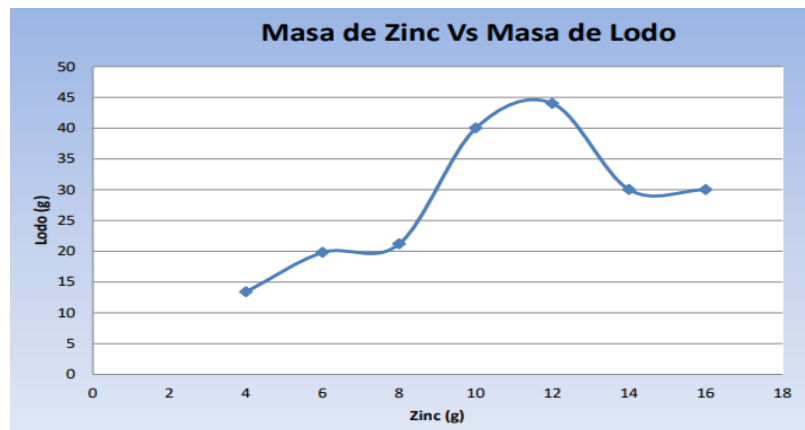


De la figura 3 diremos que el polvo de zinc respecto a la solución del $Mn(NO_3)_2$ sin plomo tiene un intervalo bien definido entre 150 ml y 200ml. La gráfica tiene la forma de un ave, siendo el punto más bajo el de 150ml en el eje y.

- Ahora realizaremos la figura 4 al tabular los valores en gramos de polvo de zinc y el lodo generado

Figura 4

Gramos de polvo de zinc vs lodo generado en la eliminación de plomo

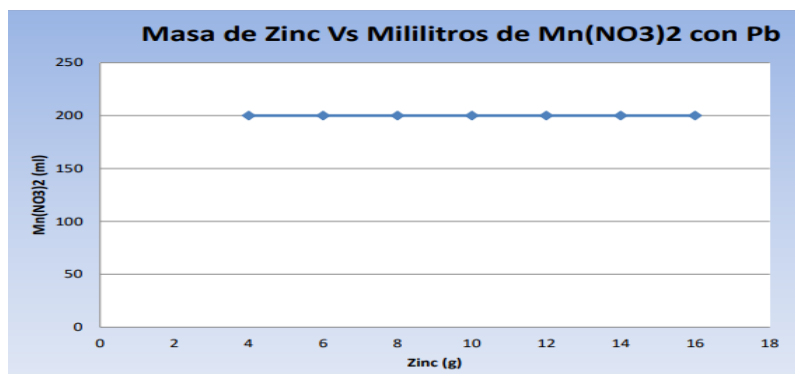


De la figura 4 diremos que el polvo de zinc respecto a los ejes tiene mayor incidencia de valores entre 20 y 30 gramos de lodo, dándonos una gráfica cóncava hacia abajo.

- Para culminar, realizamos la figura 5 al tabular los valores de gramos de polvo de zinc para eliminar el plomo y el volumen usado de $Mn(NO_3)_2$ con alta concentración de plomo.

Figura 5

Gramos de polvo de zinc vs ml de nitrato de manganeso



De la figura 5, diremos que el polvo de zinc varía en gramos y los mililitros de $Mn(NO_3)_2$ es constante en 200ml. La gráfica resulta una recta, perpendicular a los mililitros de $Mn(NO_3)_2$ y paralelo a los gramos de polvo de zinc que varía.

Análisis de muestras del Nitrato de manganeso por método instrumental:

Se analizaron 2 muestras del nitrato de manganeso; muestra inicial y muestra final, sabiendo los resultados de las corridas experimentales de manera cualitativa.

Tenemos 2 frascos con 150 ml de nitrato de manganeso cada uno, para hacer la corroboración del cambio de ppm del plomo. Al analizar estas muestras por análisis instrumental usando el ICP- óptico y procediendo de acuerdo a las normas técnicas del laboratorio instrumental se tiene los siguientes resultados.

En la tabla 17 se observa que la muestra inicial tiene una alta concentración del plomo de 385.1673 ppm. Es decir, muy elevado, esta muestra inicial de nitrato de manganeso no fue tratada con polvo de zinc.

Tabla 17

Medición instrumental de la concentración de plomo

| Tipo de muestra | Volumen (mi) | ppm o mg/L | Análisis Cuantitativo (color) | Observación |
|---|---------------------|-------------------|--------------------------------------|--|
| Muestra 1 No tratada con polvo de zinc | 150 | 385.1673 | Con indicador gris | Primera muestra realizada en el laboratorio experimental. |
| Muestra 2 Tratada con polvo de zinc | 150 | 40,5333 | Con indicador incoloro | Muestra tomada de la optimización del análisis cualitativo. Es decir, experimentación final. |

En la tabla 17 se observa la muestra que si fue tratada con polvo de zinc y es la más óptima luego de hacer un correcto procedimiento en el laboratorio de manera cualitativa, donde se observó que con el indicador KI, no indicaba la presencia de plomo en esta muestra. Por lo tanto, se observa la corroboración por el análisis instrumental. verificando que la muestra final tiene una baja concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso, teniendo una concentración de 40,5333 mg/L o ppm.

En la figura del Anexo D se evidencia las capturas del resultado del instrumento de medición.

VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

6.1 Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados

Hipótesis específica 1

“Las condiciones en las cuales se obtiene la minimización de la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso son: Tiempo de agitación 15 min y pH 5”.

Las condiciones en las cuales se obtiene la minimización de la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso es pH 5 y tiempo de agitación de 15 min según se observa en la Tabla 8 lo cual hace que la hipótesis sea aceptada de acuerdo a los resultados obtenidos según el método cualitativo de minimización de la concentración de plomo y fue verificado con los valores obtenidos en el análisis instrumental.

Hipótesis específica 2

“Empleando la cantidad adecuada de zinc se podrá reducir el plomo en la solución de nitrato de manganeso”.

Mediante la optimización de la minimización de plomo con diferentes gramos de polvo de zinc, se puede apreciar en la Tabla 16 que la cantidad de zinc adecuada para reducir la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso es de 4 g.

Hipótesis general

“Se logrará minimizar la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso, utilizando zinc”.

Se pudo demostrar experimentalmente la minimización de la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso usando alícuotas de la solución de nitrato de manganeso y añadiéndole zinc, se desarrolló la demostración de manera cuantitativa mediante el uso de un indicador y de manera cualitativa con un análisis instrumental.

6.2 Contrastación de los resultados con otros estudios similares

Según Caviedes et al., (2015) citan que la figura del Anexo E, la remoción de metales pesados por las técnicas de precipitación química es de pH 4 para el plomo trabajando con la temperatura ambiental. En este caso se concluye que el resultado se aproxima al valor para la remoción del plomo en la solución de nitrato de manganeso (ver tabla 7).

Según Gómez et al., (1998) cita que existe la imposibilidad de separar el plomo del material pirolusítico, quedando un porcentaje de plomo en su contenido, por lo nuestra hipótesis general se corrobora con lo obtenido mediante el análisis de espectrometría, si bien es cierto se minimizo el contenido de plomo en la solución de nitrato de manganeso, pero aún sigue existiendo una pequeña concentración de plomo (ver tabla 16).

Según Challco, (2014) cita la influencia de aplicar la agitación a la solución con cerámica roja tratada para la determinación de metales solubles de 0.0051mgPb/Kg de Muestra, obtiene como resultado una retención de 99.99%, la agitación mejora parcialmente la eliminación de plomo en la solución. Este resultado nos sirvió para considerar en nuestro caso la

relación del tiempo de agitación y los gramos de polvo de zinc para la minimización del Pb en la solución de nitrato de manganeso.

Según Mayta, (2011) cita que es factible extraer hasta el 95% del manganeso contenido en el concentrado de plomo-plata usando ácido sulfúrico al 10% de concentración. Lo que nos permite elegir al ácido nítrico para la decantación de la solución de $Mn(NO_3)_2$ y los lodos que contienen al Pb.

Según Bonilla, (2019) Cita que los valores de pH que son mayores a 4.5, es muy favorable para la bioadsorción de cationes y para la adsorción de aniones con el pH que se encuentra entre 1,5 y 4, Para nuestro caso nos permite considerar al pH=5 como un mecanismo de influencia en la eliminación del Pb y su rango de acción se encuentra entre los valores que Bonilla menciona (ver tabla 7).

6.3 Responsabilidad ética de acuerdo a los reglamentos vigente

Los autores de la investigación se responsabilizan por la información emitida en el presente informe final de investigación, de acuerdo al Código de Ética de la investigación de la UNAC, Resolución de Consejo Universitario N° 260-2019-CU.

CONCLUSIONES

- Mediante el método cuantitativo y cualitativo se corroboró la minimización de la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso. En la muestra inicial se obtuvo una concentración de 385.17 ppm de plomo y en la muestra final, tratada con zinc, se tuvo una concentración de 40.53 ppm de plomo, teniendo una reducción del 89.48 %.
- Los valores de los parámetros para la optimización de la minimización del contenido de plomo en el nitrato de manganeso fue pH=5, tiempo de agitación de 15min, trabajando a una temperatura ambiental.
- Según las pruebas realizadas los gramos más bajos que se puede usar para minimizar el contenido de plomo en el $Mn(NO_3)_2$, con el polvo de zinc es de 4 gramos.

RECOMENDACIONES

- Las muestras finales después de unas horas de tratadas, cambiaron su color, oscureciéndose a un rojo vino, por lo que se recomienda realizar un estudio sobre el degradado del nitrato de manganeso ya que para su comercialización esta sustancia se caracteriza por ser de color naranja cristalino.
- Se recomienda a las empresas usar el procedimiento de minimización del plomo en la solución de nitrato de manganeso con zinc, ya que se trabaja a temperatura ambiental, lo cual reduce el consumo de energía y se utiliza pocos gramos de Zinc, minimizando costos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Acuña, A. (2018). *Evaluación de la precipitación de la impureza (cobalto) en una solución de sulfato de zinc empleando polvo de zinc.*
<http://repositorio.unsa.edu.pe/handle/UNSA/6353>
- Almaza, M. (2010). *Estudio sobre la obtención de óxidos de manganeso y dióxido de titanio en estructuras orientadas al tratamiento de agua.*
https://cideteq.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1021/322/1/Estudio%20sobre%20la%20Obtenci%C3%B3n%20de%20Di%C3%B3xido%20de%20Manganeso%20y%20Di%C3%B3xido%20de%20Titanio%20en%20Estructuras%20Orientadas%20al%20Tratamiento%20de%20Agua_editado.pdf
- Brito, V., Gutiérrez, M., Pérez, E., Pérez, E. (2008). Lixiviación y recuperación hidrometalurgia de Manganeso. Universidad Autónoma Metropolitana. México. <http://148.206.53.233/tesiuami/UAMI15668.pdf>
- Castro, B. (2015). Uso de la cáscara de banano (*Musa pardisiaca*) maduro deshidratado (seca) como proceso de bioadsorción para la retención de metales pesados, plomo y cromo en aguas contaminadas.
http://repositorio.ug.edu.ec/bitstream/redug/8641/1/Usode%20cascarade%20banano_Dr.%20Castro.pdf
- Caviedes, D., Muñoz, R., Perdomo, A., Rodríguez, D., Sandoval, I. (2015). Tratamientos para la Remoción de Metales Pesados Comúnmente Presentes en Aguas Residuales Industriales. Una Revisión. *Ingeniería Y Región*, 13(1), 73-90. <https://doi.org/10.25054/22161325.710>
- Chapman, P., Wang, F., Janssen, C., Goulet, R., Kamunde, C. (2003). *Conducting Ecological Risk Assessments of Inorganic Metals and*

Metalloids: Current Status. <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/713610004>

Corzo, A. (2008). *Optimización del proceso de purificación de ZnSO₄ mediante el cambio de temperatura y cantidad de polvo de zinc*.
<http://repositorio.uncp.edu.pe/handle/UNCP/222>

Gómez, E. (2009). *Reducción del contenido de cobre en el plomo bullion de la fundición de plomo*.
https://alicia.concytec.gob.pe/vufind/Record/UUNI_9229c32adb4a9ce5a09584774c27ca41

Gómez I., Larrea, M., y Valle, F. (1998). Problemática de las pirolusitas de Ímini en la fabricación de ferromanganesos para aplicaciones metalúrgicas. *Revista de Metalurgia, España*. 34(Extra), 390–394.
<https://doi.org/10.3989/revmetalm.1998.v34.iExtra.778>

Gunnar, N. (2012). *Metales: propiedades químicas y toxicidad*. Instituto Nacional de Seguridad e Higiene em el Trabajo.
https://books.google.com.pe/books/about/Cap%C3%ADtulo_63_Metales_propiedades_qu%C3%ADmic.html?id=EXzctwEACAAJ&redir_esc=y.

Gutiérrez, E., Colín, A., García, M. (2005). *Aplicación del modelo de Thomas para la adsorción de cadmio y plomo en columna empacada con carbón activado*.
http://repositorio.unap.edu.pe/bitstream/handle/UNAP/5062/Lopez_Rosello_Gabriel_Andre%20.pdf?sequence=1&isAllowed=y

Gonzales, A. y Guerra, J. (2016). *Influencia de la velocidad de agitación y la temperatura sobre la adsorción de plomo (Pb) y zinc (Zn) con cáscara de*

plátano (Musa Sapientum), en las aguas residuales de laboratorios de análisis químico. <http://dspace.unitru.edu.pe/handle/UNITRU/8756>

Haitao, Y., Buming, C., Huanrong, L., Zhongcheng, G., Yongchun, Z., Xuelong, L., Ruidong, X. (2014). *Effects of manganese nitrate concentration on the performance of an aluminum substrate β -PbO₂-MnO₂-WC-ZrO₂ composite electrode material.*

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0360319913030553?via%3Dihub>

Izquierdo, M. (2010). *Eliminación de metales pesados en aguas mediante bioadsorción. Evaluación de materiales y modelación del proceso.* España <http://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/52130/izquierdo.pdf;jsessionid=15BC6D7A4DBCCBD796C5737560369A9D.tdx1?sequence=1>

Manahan, S. (2007). *Introducción a la química ambiental.* Reverté. Barcelona. España. Pag. 190. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/libro?codigo=278452>

Meza, C., Sun, M., Bendezu, S. (2010). *Adsorción de plomo de efluente industriales usando carbones activados con H₃PO₄.* http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2010000200007

Ministerio de salud, (2005). *Valores límites permisibles para agentes químicos en el ambiente de trabajo.* Perú. http://bvs.minsa.gob.pe/local/minsa/1170_DIGESA44.pdf

Navas, E. y Batista, A. (2003). *Utilización del mineral de manganeso (pirolusita) en la producción de aceros al carbono.* Perú. <http://revista.ismm.edu.cu/index.php/revistamg/article/view/249>

Nguyen, T., Ngo, H., Guo, W., Zhang, J., Liang, S., Yue, Q., Li, Q., Nguyen, T. (2013). *Applicability of agricultural waste and by-products for adsorptive removal of heavy metals from wastewater. Bioresource Technology.*

Lugo, H. (2017). *Lixiviación acida de pisolusita usando acido nitrico como agente oxidante.*

<https://tesis.ipn.mx/bitstream/handle/123456789/24183/Tesis%20Lixiviaci%C3%B3n%20acida%20de%20pirolusita%20%28MnO2%29%3B%20usando%20%28HNO3%29%20como%20agente%20oxidante..pdf?sequence=1&isAllowed=y>

Paez, C. y Taborda, G., (2006). *La Fotocatálisis: Aspectos Fundamentales para una Buena Remoción de Contaminantes.* Revista Universidad de Caldas, Colombia. 7, 71-88. https://www.academia.edu/30997191/PHOTOCATYSIS_FUNDAMENTAL_ASPECTS_FOR_A_ADEQUATE_REMOVAL_OF_POLLUTANTS_LA_FOTOCAT%81LISIS_ASPECTOS_FUNDAMENTALES_PARA_UNA_BUENA_REMOCI%93N_DE_CONTAMINANTES

Perez, J. (2011). *Obtención de polvos de zinc por vía electrolítica.* Universidad del Valle. Santiago de Cali. Colombia.

<https://bibliotecadigital.univalle.edu.co/bitstream/handle/10893/4720/CB-0441187.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

Polat, H. y Erdogan, D. (2007). *Heavy metal removal from waste waters by ion flotation, Journal of Hazardous Materials.* 148, 267-273.

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0304389407002634>

Portilla, R. (2016). *Tiempo de contacto de la cáscara de musa sapientum (plátano) y su tamaño de partícula sobre el pH y adsorción de Pb y Zn en*

las aguas residuales de laboratorios de análisis químico.

<http://dspace.unitru.edu.pe/handle/UNITRU/7848>

Puente, L. (2002). *Precipitación química y adsorción en el tratamiento de efluentes conteniendo metales disueltos*. Revista del instituto de investigación- UNMSM. Perú.
https://sisbib.unmsm.edu.pe/bibvirtual/publicaciones/geologia/v05_n9/prec_i_quimi.htm

Vásquez, N. (2012). *Validación del método de espectrofotometría de absorción atómica electrotermica para la determinación de cobre y vanadio en aguas limpias y residuales*. Universidad Central del Ecuador-Facultad de Ciencias Químicas, Pág.18. <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/1198>

Wilely, J. (1959). *Extractive Metallurgy*, Library of Congress Catalog Card Number: 59-14124 Printed in USA.

ANEXO

- Anexo A. Matriz de consistencia
- Anexo B. Límites permisibles
- Anexo C. Fotografías de la parte experimental
- Anexo D. capturas del resultado del instrumento de medición
- Anexo E. Valores de los parámetros para la precipitación química de metales.

Anexo A: Matriz de Consistencia

“Minimización de la Concentración de Plomo en el Nitrato de Manganeso con Zinc”

| Formulación del problema | Objetivos | Hipótesis | Variables | Dimensiones | Indicadores | Método |
|--|---|--|---|------------------------------------|---|---|
| Problema General | Objetivo General | Hipótesis General | V. Dependientes | | | |
| ¿Se podrá minimizar la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso, usando zinc? | Minimizar el contenido de plomo en la solución de nitrato de manganeso, usando zinc. | Se logrará minimizar la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso, utilizando zinc. | Y= Concentración de Pb en la solución de $Mn(NO_3)_2$ | (mg/L) | Concentración de Pb | Instrumental Medición ICP-MS |
| Problemas Específicos | Objetivos Específicos | Hipótesis Específicos | V. Independientes | | | |
| <p>✓ ¿Cuáles son los valores de los parámetros del proceso, que permita la minimización de la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso?</p> <p>✓ ¿Cuál será la cantidad de zinc requerido para minimizar la concentración de plomo en la solución del nitrato de manganeso?</p> | <p>✓ Determinar los valores de los parámetros del proceso para permitir la minimización de la concentración de Pb.</p> <p>✓ Determinar la cantidad de zinc necesario, para minimizar la concentración de plomo.</p> | <p>✓ Las condiciones en las cuales se obtiene la minimización de la concentración de plomo en la solución de nitrato de manganeso son: Tiempo de agitación 15 min y pH 5.</p> <p>✓ Empleando la cantidad adecuada de zinc se podrá reducir el plomo en la solución de nitrato de manganeso</p> | <p>✓ X_1= Cantidad de zinc</p> <p>✓ X_2= Concentración de iones Hidronio</p> <p>✓ X_3= Tiempo de agitación</p> | <p>gramos</p> <p>pH</p> <p>min</p> | <p>Cantidad de zinc</p> <p>Tiempo de agitación</p> <p>pH de la solución</p> | <p>Experimental</p> <p>Experimental</p> <p>Experimental</p> |

Anexo B. Límites permisibles

- Decreto supremo N° 002-2008-MINAM**

(Estándares Nacionales de Calidad Ambiental para Agua)

Categoría 1: Poblacional y Recreacional

| PARÁMETRO | UNIDAD | Aguas superficiales destinadas a la producción de agua potable | | | Aguas superficiales destinadas para reacción | |
|--------------|--------|--|---|---|--|---------------------|
| | | A1 | A2 | A3 | B1 | B2 |
| | | Aguas que pueden ser potabilizadas con desinfección | Aguas que pueden ser potabilizadas con tratamiento convencional | Aguas que pueden ser potabilizadas con tratamiento avanzado | Contacto Primario | Contacto secundario |
| | | VALOR | VALOR | VALOR | VALOR | VALOR |
| Plomo | mg/L | 0.01 | 0.05 | 0.05 | 0.01 | ** |

** Se entenderá que, para esta subcategoría, el parámetro no es relevante, salvo casos específicos que la Autoridad competente determine.

Categoría 2: Actividades Marino Costeras

| PARÁMETRO | UNIDADES | AGUA DE MAR | | |
|--------------|----------|---|---|------------------------|
| | | Sub Categoría 1 | Sub Categoría 2 | Sub Categoría 3 |
| | | Extracción de Cultivo de Moluscos Bivalvos (C1) | Extracción y cultivo de otras especies hidrobiológicas (C2) | Otras Actividades (C3) |
| Plomo | mg/L | 0.0081 | 0.0081 | 0.0081 |

Categoría 3: Riego de Vegetales y Bebidas de Animales

| Parámetros para riego de vegetales de tallo bajo y tallo alto | | |
|---|--------|-------|
| Parámetros | Unidad | Valor |
| Plomo | mg/L | 0.05 |

Categoría 4: conservación del ambiente acuático

| Parámetros | Unidades | Lagunas y Lagos | Ríos | | Ecosistemas Marino Costeros | |
|------------|----------|-----------------|----------------|-------|-----------------------------|---------|
| | | | Costa Y Sierra | Selva | Estuarios | MARINOS |
| Plomo | mg/L | 0.001 | 0.001 | 0.001 | 0.0081 | 0.0081 |

- Decreto Supremo N° 010-2010-MINAM**

(Límites máximos permisibles para la descarga de efluentes líquidos de actividades minero – metalúrgicas)

| Parámetro | Unidad | Límite en cualquier momento | Límite para el Promedio anual |
|-------------------------------|--------|-----------------------------|-------------------------------|
| pH | mg/L | 6-9 | 6-9 |
| Sólidos Totales en suspensión | mg/L | 50 | 25 |
| Aceites y grasas | mg/L | 20 | 16 |
| Cianuro total | mg/L | 1 | 0,8 |
| Arsénico total | mg/L | 0,1 | 0,08 |
| Cadmio total | mg/L | 0.05 | 0,04 |
| Cromo hexavalente | mg/L | 0,1 | 0,08 |
| Cobre total | mg/L | 0,5 | 0,4 |
| Hierro (disuelto) | mg/L | 2 | 1,6 |
| Plomo total | mg/L | 0,2 | 0,16 |
| Mercurio total | mg/L | 0,002 | 0,0016 |
| Zinc total | mg/L | 1,5 | 1,2 |

Anexo C. Fotografías de la parte experimental

Figura 6

Fotografía de síntesis del nitrato de manganeso



Figura 7

Fotografía de la solución final con masa de 16g de zinc



Figura 8

Solución de nitrato de manganeso con pH corregido



Anexo D. capturas del resultado del instrumento de medición

Figura 9

Captura de la data de análisis instrumental

| tapape... | | Fuente | Alineación | Número | | | | |
|-----------|-------------|----------|------------|----------|----------|---------|---------------|--------------|
| 17 | | =G7*100 | | | | | | |
| A | B | C | D | E | F | G | H | I |
| Sample_ID | EL | Sam_Time | Mean_Sig | Mean_ST | RSD | Mean_SA | Samp_Units | |
| 2 | Calib Blank | Pb | 18:16:27 | 0,000206 | | 30,45 | mg/L | |
| 3 | STD1 | Pb | 18:16:49 | 0,001082 | | 10,98 | mg/L | |
| 4 | STD2 | Pb | 18:17:14 | 0,001723 | | 5,031 | mg/L | |
| 5 | STD3 | Pb | 18:17:40 | 0,003982 | | 2,934 | mg/L | |
| 6 | STD5 | Pb | 18:18:08 | 0,019013 | | 0,224 | mg/L | |
| 7 | M-000 100X | Pb | 18:23:05 | 0,025425 | 3,851673 | 0,388 | 3,851673 mg/L | 385,1673 ppm |
| 8 | M-000 100X | Pb | 18:24:11 | 0,025491 | 3,866325 | 0,855 | 3,866325 mg/L | |
| 9 | | | | | | | | |

Figura 10

Captura de la data de análisis instrumental muestra final

| F | G | H | I | J |
|---------|------|---|---------------|---|
| 601657 | mg/L | | | |
| 006067 | mg/L | | | |
| 011764 | mg/L | | | |
| 183136 | mg/L | | | |
| 054108 | mg/L | | | |
| 0205055 | mg/L | | | |
| 8100895 | mg/L | | | |
| 2026667 | mg/L | | 40,53334 mg/L | |
| 5316419 | mg/L | | | |
| 578343 | mg/L | | | |
| 3795106 | mg/L | | | |
| 0125767 | mg/L | | | |

Anexo E. Valores de los parámetros para la precipitación química de metales.

Figura 11

Remoción de metales pesados empleando técnicas de precipitación química.

| Especie | Condiciones | | | | Método y complemento | % Eficiencia de remoción | Ref. |
|---|-------------|--|------|----------------|--|--------------------------|-----------------------------|
| | pH | Concentración Inicial | tTr | Temperatura °C | | | |
| Ni, Zn, Al | 12 | 22 mg/L | 1h | Ambiente | Precipitación por galvanoplastia Ni servoaistida por LDH. | 80-90 | Xu, <i>et al</i> ; 2015 |
| Hg ²⁺ | 4,7 – 6,4 | 65,6 µg/L | 1h | Ambiente | Precipitación con 1,3-benzenediamidoethanet hiolate | >99.9 | Blue, <i>et al</i> ; 2008 |
| As ²⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Pb ²⁺ | 1 | As 6,080 mg/L, Cd 95 mg/L, Cu 70 mg/L y Pb 45 mg/L | 1h | Ambiente | Reactor con distribuidor multiarranque sumergido para la alimentación de sulfuro. | >99.9 | Gou, <i>et al</i> ; 2015 |
| Cd, Cr, Cu, Pb, Zn, As, Hg | 4 | 1 mg/L | 5min | Ambiente | Nanocompuestos como Micropartículas superparamagnéticas que actúan como semillas para precipitados de hidróxido de hierro. | 95 - 99 | Mandel, <i>et al</i> ; 2013 |

t_{Tr}: Tiempo de tratamiento

Fuente: Caviedes et al., (2015)