

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO - PUNO
ESCUELA DE POST GRADO
MAESTRÍA EN TECNOLOGÍAS DE PROTECCIÓN AMBIENTAL



**“REMOCIÓN DE METALES PESADOS UTILIZANDO LA PECTINA
COMO MATERIAL BIODEGRADABLE”**

TESIS

PRESENTADO POR:

Ing. WILSON WILFREDO SANGA YAMPASI

PARA OPTAR EL GRADO DE MAGISTER



PUNO - PERÚ

2007

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO
ESCUELA DE POST GRADO
Maestria en tecnologías de protección ambiental



**“REMOCIÓN DE METALES PESADOS UTILIZANDO LA PECTINA
COMO MATERIAL BIODEGRADABLE”**

TESIS

Presentado por:

Ing. Wilson Wilfredo Sanga Yampasi
Para Optar el grado de Magister

Asesor:

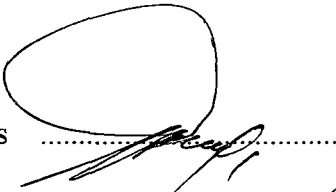
Dr. Felix Sueros Velarde

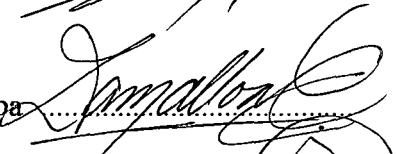
Puno Febrero, 2007

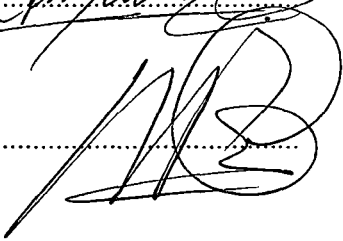
**“REMOCIÓN DE METALES PESADOS UTILIZANDO LA PECTINA
COMO MATERIAL BIODEGRADABLE”**

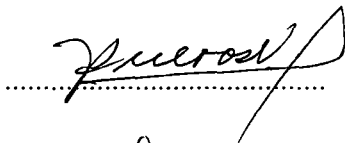
Para Optar el Grado de Magister

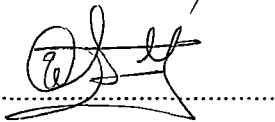
Aprobado por el Jurado:

Presidente: Ing. Dr. Rolando Apaza Campos 

Primer Miembro: Ing. M.Sc. Walter Zamalloa Cuba 

Segundo Miembro: Ing. M.Sc. Alfredo Palao Iturregui 

Asesor: Ing. Dr. Felix Sueros Velarde 

Ejecutor: Ing. Wilson Wilfredo Sanga Yampasi 

Dedicatoria

A mis padres

Fulgencio Sanga y Gervacia Yampasi

A mis hermanos

Agradecimientos

Es grato expresar mi reconocimiento a todos quienes hicieron posible la exitosa culminación de este trabajo:

A Dios luz y guía

A la Universidad Nacional del Altiplano por haberme acogido y forjado

A los docentes que hicieron realidad el desarrollo de la maestría de Tecnologías en Protección Ambiental.

A la Universidad Técnica de Oruro y Spectrolab por su gran apoyo al desarrollo de la maestría.

CONTENIDO

PRESENTACIÓN.....	
RESUMEN.....	
I. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1. Descripción del ámbito de estudio.....	1
1.2. Planteamiento del problema.....	2
1.2.1. Pregunta de Investigación.....	4
1.3. Objetivos.....	5
1.3.1. Objetivo general.....	5
1.3.2. Objetivos específicos.....	5
1.4. Hipótesis.....	6
1.4.1. Hipótesis general.....	6
1.4.2. Hipótesis específica.....	6
1.5. Justificación.....	7
II. MARCO TEÓRICO.....	9
2.1. Metales pesados y su efecto al medio ambiente.....	9
2.2. Fuentes de contaminación de metales pesados.....	11
2.3. Exposición de los metales pesados.....	12
2.4. Límites permisibles.....	14
2.5. Efectos en la salud de los metales pesados.....	20
2.6. Acumulación biológica.....	21
2.7. Bioconcentración.....	22

2.8. Biomagnificación.....	23
2.9. Propiedades fisicoquímicas de los metales pesados en estudio.....	25
2.9.1. pH de precipitación de los iones metálicos en estudio.....	25
2.10. Tecnologías existentes en el tratamiento de metales pesados.....	27
2.10.1. Precipitación química.....	27
2.10.2. Intercambio iónico.....	28
2.10.3. Tratamiento biológico pasivo de agua residual municipal e industrial en humedales.....	28
2.11. Pectina.....	29
2.11.1. Estructura de la pectina.....	30
2.11.2. Propiedades de la pectina.....	36
2.11.2.1. Propiedades físicas.....	36
2.11.2.2. Propiedades fisicoquímicas.....	36
1. Grado de esterificación.....	37
2. Fenómeno de la gelificación de la pectina.....	38
2.11.3. Fuentes de obtención de la pectina.....	41
2.11.4. Aplicaciones actuales de la pectina.....	42
2.11.5. Otros productos similares a la pectina (hidrocoloides).....	42
2.12. Pectina de cítricos.....	43
2.12.1. Extracción de la pectina.....	44
2.12.2. Caracterización de la pectina.....	46
2.13. Aplicación de la pectina para la descontaminación de metales pesados de efluentes industriales.....	47

2.13.1. Reacciones químicas de gelificación de la pectina con metales pesados.....	47
2.13.2. Parámetros requeridos para formar el gel de pectina.....	48
2.13.3. Mecanismos.....	49
III. PARTE EXPERIMENTAL.....	50
3.1. Extracción de la pectina del albedo de la naranja y caracterización..	50
3.1.1. Obtención de las muestras de naranja.....	51
3.1.2. Extracción de la pectina del albedo de la naranja.....	51
3.1.3. CARACTERIZACIÓN DE LA PECTINA.....	54
3.1.3.1. Ensayo de pectina para grupos metoxilo.....	55
3.1.3.2. Ensayo para el ácido galacturónico.....	56
3.2. Determinación de la capacidad de remoción de los metales pesados con la pectina.....	57
3.2.1. Diseño experimental para la investigación.....	58
3.2.2. Desarrollo experimental de la investigación.....	60
3.2.3. Determinación de la capacidad de remoción de los metales pesados de un efluente de drenaje ácido de mina.....	62
IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	72
4.1. Resultados de la extracción y caracterización de Pectina del albedo de la cáscara ne naranja.....	72
4.1.1. Resultados del porcentaje de pectina en la cáscara de naranja.....	73

4.1.2. Determinación de la concentración de la pectina extraída...	74
4.1.3. Resultados de la caracterización de la Pectina extraída.....	75
4.2. Resultados de la capacidad de remoción de los metales pesados con la pectina	84
4.2.1. Resultados de la remoción del cobre con Pectina.....	84
4.2.2. Resultados de la remoción del níquel con Pectina.....	89
4.2.3. Resultados de la remoción del zinc con Pectina.....	94
4.2.4. Resultados de la remoción del cadmio con Pectina.....	99
4.2.5. Resultados de la remoción del plomo con Pectina.....	104
4.2.6. Resultados de la remoción del mercurio con Pectina.....	110
4.3. Resultados de la capacidad de remoción de metales Pesados, de un efluente de drenaje ácido de mina.....	112
4.4. Resumen de resultados.....	116
4.5. Ejemplo de cálculo para un proceso de Descontaminación con pectina.....	119
V. CONCLUSIONES.....	122
VI. SUGERENCIAS.....	123
VII. BIBLIOGRAFÍA.....	124
VIII. ANEXOS.....	127

CONTENIDO DE TABLAS

TABLA 2.1	Fuentes de los metales pesados y su efecto.....	11
TABLA 2.2.	Exposición del hombre a los metales pesados.....	12
TABLA 2.3.	Límites permisibles recomendados por EPA y OSHA.....	15
TABLA 2.4.	Estándares y límites máximos permisibles nacionales e internacionales Agua para consumo humano.....	16
TABLA 2.5.	Clasificación de los cursos de agua y de las zonas costeras del país.....	17
TABLA 2.6.	Límites permisibles en la norma peruana según usos (Valores en mg/l).....	18
TABLA 2.7.	Condiciones para la descarga de aguas residuales industriales al alcantarillado público.....	19
TABLA 2.8.	Efectos en la salud de los metales pesados.....	20
TABLA 2.9.	Composición del albedo.....	41
TABLA 2.10.	Composición del albedo.....	44
TABLA 3.1.	Control y registro de variables.....	57
TABLA 3.2.	Niveles de las variables independientes.....	59
TABLA 3.3.	Matriz de diseño.....	60
TABLA 3.4.	Pruebas experimentales.....	62
TABLA 4.1.	Porcentaje de pectina en la cáscara de naranja.....	73
TABLA 4.2.	Determinación de la concentración de pectina.....	74

TABLA 4.3.	Grado de esterificación y grado ácido de la pectina	
	Extraída.....	75
TABLA 4.4.	Miliequivalentes de los iones metálicos.....	80
TABLA 4.4.	Miliequivalentes de los compuestos.....	81
TABLA 4.6.	Comportamiento de la pectina con ácido y base.....	82
TABLA 4.7.	Cálculo del porcentaje de cobre removido a partir del volumen de EDTA.....	85
TABLA 4.8.	Cálculo del porcentaje de cobre removido a partir de la masa inicial del ión Cobre.....	86
TABLA 4.9.	Resultados de la remoción de Cobre con pectina.....	87
TABLA 4.10.	Calculo del porcentaje de Níquel removido a partir del volumen de EDTA.....	90
TABLA 4.11.	Calculo del porcentaje de Níquel removido a partir de la masa inicial del ión Níquel.....	91
TABLA 4.12.	Resultados de la remoción del Níquel con pectina	92
TABLA 4.13.	Cálculo del porcentaje de Zinc removido a partir del volumen de EDTA.....	95
TABLA 4.14.	Cálculo del porcentaje de Zinc removido a partir de la masa inicial del ión Zinc.....	96
TABLA 4.15.	Resultados de la remoción de Zinc con pectina.....	97
TABLA 4.16.	Resultados de la remoción del Cadmio con pectina expresado en mg/l.....	100
TABLA 4.17.	Calculo del porcentaje de cadmio removido a partir de la	

	masa inicial del ión Cadmio.....	100
TABLA 4.18.	Resultados de la remoción de Cadmio con pectina.....	102
TABLA 4.19.	Resultados de la remoción del Plomo con pectina expresado en mg/L.....	105
TABLA 4.20.	Calculo del porcentaje de Plomo removido a partir de la masa inicial del ión Plomo.....	106
TABLA 4.21.	Resultados de la remoción del Plomo con pectina.....	108
TABLA 4.22.	Resultados de la remoción del Mercurio con pectina expresado en mg/L.....	111
TABLA 4.23.	Comparación de los Resultados con las Normas Peruanas (mg/L).....	112
TABLA 4.24.	Comparación de los Resultados con Normas Internacionales (mg/L).....	113
TABLA 4.25.	Comparación de los resultados del drenaje ácido de mina de la mina Pomperia con las normas de la EPA.....	114
TABLA 4.26.	Resultados de muestra de drenaje ácido de mina sin tratar y tratada con pectina.....	115
TABLA 4.27.	Comparación de los resultados del drenaje ácido de mina de la mina pomperia con las normas de la EPA y tratadas con pectina.....	116
TABLA 4.28.	Rendimiento y caracterización de la cáscara de naranja en pectina.....	117
TABLA 4.29.	Parámetros óptimos para remover Cobre, Níquel, Zinc,	

	Plomo y Mercurio.....	117
TABLA 4.30.	Masa de Cobre y Plomo removido con 0,3472 g de pectina.....	118
TABLA 4.31.	Capacidad de remoción de metales de drenaje ácido de mina.....	118

CONTENIDO DE FIGURAS

Fig. 2.1.	pH donde precipitan los metales pesados.....	26
Fig. 2.2.	Estructura del ácido α -D-galácturónico (Proyección Haworth).....	30
Fig. 2.3.	Diversas formas de representación del ácido α -D-galácturónico.....	31
Fig. 2.4.	Formación de la cadena de la pectina.....	32
Fig. 2.5.	Estructura conformacional de la pectina.....	33
Fig. 2.6.	Estructura enlazada de dos moléculas da ácido α -D-galacturónico.....	34
Fig. 2.7.	Estructura enlazada de cuatro moléculas da ácido galacturónico.....	35
Fig. 2.8.	Pectinas de alto grado metoxilo (COOMe) su grado de esterificación (GE) es superior al 50% Por ejemplo esta pectina tiene 60% GE.....	37
Fig. 2.9.	Pectinas de bajo grado metoxilo su grado de esterificación (GE) es inferior al 50% por ejemplo esta pectina tiene 40% GE.....	37
Fig. 2.10.	Pectinas de bajo grado metoxilo amidadas (COONH ₂) su grado de esterificación (GE) y amidacion (GA) son inferiores a 45% y 25% respectivamente, por ejemplo esta pectina tiene GE = 40% y GE=20%.....	37

Fig. 2.11.	Representación esquemática del modelo “caja de huevos” para la gelificación de pectina de bajo grado de esterificación.....	38
Fig. 2.12.	Gelificación mediante la formación de puentes de hidrógeno.....	39
Fig. 2.13.	Forma de los enlaces del calcio en la formación del gel	39
Fig. 2.14.	Mecanismo de gelificación de pectinas con alto grado de metoxilo.....	40
Fig. 2.15.	Partes de un cítrico (naranja).....	43
Fig. 4.1	Peso Molecular de la Fracción ácida y esterificada de la Pectina.....	78

CONTENIDO DE ANEXOS

ANEXO 1	Resultados de Soluciones de Cadmio Mercurio y Plomo Tratadas con Pectina.....	127
ANEXO 2	Resultados de Muestra de Drenaje Ácido de Mina Sin Tratar y Tratada con 10 ml de Pectina.....	128
ANEXO 3	Cálculo de los parámetros óptimos.....	129
ANEXO 4	Análisis de varianza para los modelos de los programas experimentales de remoción de metales pesados.....	131
ANEXO 5	Estructura del complejo de la pectina con metal pesado...	136
ANEXO 6	Vistas fotográficas.....	137

CONTENIDO DE VISTAS FOTOGRÁFICAS

FOTO 1	Agregado de Agua en el Albedo de la Pectina	137
FOTO 2	Extracción de la pectina en solución acuosa	137
FOTO 3	Precipitación de la pectina con etanol	138
FOTO 4	Formación del gel de pectina	138
FOTO 5	Vista del gel de pectina	138
FOTO 6	Vista del gel concentrado de pectina	139
FOTO 7	Titulación volumétrica para determinación del grado ácido de la pectina	139
FOTO 8	Titulación volumétrica para determinación del grado de esterificación de la pectina	139
FOTO 9	Reacción de solución de pectina con solución de Cobre	140
FOTO 10	Formación del complejo de pectina con Cobre	140
FOTO 11	Precipitación del complejo de pectina con Cobre	140
FOTO 12	Reacción de la solución de pectina con Plomo	141
FOTO 13	Formación del complejo de pectina con Plomo	141
FOTO 14	Precipitación del complejo de pectina con Plomo	141

PRESENTACIÓN

SEÑOR DIRECTOR DE LA MAESTRÍA DE TECNOLOGÍAS DE PROTECCIÓN AMBIENTAL

En cumplimiento a las disposiciones establecidas por la Maestría en Tecnologías de Protección Ambiental y con el propósito de presentar un trabajo de Tesis para optar el grado de Magister, pongo a su consideración el presente trabajo de investigación intitulado:

“REMOCIÓN DE METALES PESADOS UTILIZANDO LA PECTINA COMO MATERIAL BIODEGRADABLE”

El objetivo fundamental del presente trabajo es determinar el comportamiento de la pectina para capturar metales pesados como el Níquel, Cobre, Zinc, Cadmio, Plomo, y Mercurio.

Atentamente:

Ing. Wilson Sanga Yampasi.

RESUMEN

La pectina, se caracteriza porque tiene la propiedad de formar complejos con ciertos los metales, algunos de ellos son geles insolubles que pueden separarse fácilmente por filtración

En el objetivo del presente trabajo, fue evaluar el comportamiento de la pectina del albedo de naranja, con Níquel, Cobre, Zinc, Cadmio, Plomo y Mercurio, para distintas condiciones de pH y temperatura, donde esta evaluación consistió básicamente en la determinación del porcentaje de remoción de metal pesado.

La determinación del Cobre, Níquel y Zinc se desarrollo por el método volumétrico de análisis, y la determinación de Cadmio plomo, se desarrolló por espectrofotometría de absorción atómica, el análisis del mercurio se efectúo por el método de vapor frío, aplicando las normas ASTM D para metales en soluciones acuosas respectivamente

El los resultados se tiene que el Cobre es removido en un porcentaje máximo de 47% a un pH 1 y temperatura de 10°C formando un gel con la pectina, el Níquel en 100% a pH 14 y 87°C no gelifica, el Zinc en 64% a pH 14 y 87°C no gelifica , el cadmio en 100% a pH 14 y 87°C no gelifica, el plomo en 92,6% a pH 6,5 y 60,6°C gelificandose con la pectina finalmente el mercurio no gelifica con la pectina.

Teniendo en cuenta a los elementos que forman gel, se remueven 3,40 y 18,49 miligramos de Cobre y Plomo respectivamente con 0,3472g de pectina. Pero cuando se trata con pectina un drenaje ácido de mina se tiene que tener en consideración todos los cationes presentes en la solución.

ABSTRACT

Pectin, is characterized because it has the property to form complexes with certain metals, some of them are insoluble gels that can be separate easily by filtration

The objective of the present work, was to evaluate the behavior of the pectin from albedo of orange, with nickel, copper, zinc, cadmium, lead and mercury, in different conditions of pH and temperature, where this evaluation consisted basically in the determination of the percentage of removal of heavy metal.

The determination of copper, nickel and zinc were developed by the titrimetric method, and the determination of cadmium and lead, were developed by Atomic-Absorption Spectrometry, the analysis of mercury was performed using cold vapour atomic absorption, applying the procedure ASTM D for metals in watery solutions respectively

In the results, copper is removed in a maximum percentage of 47 % at pH 1 and temperature of 10°C with gel formation with pectin; nickel in 100 % at a pH 14 and 87°C, zinc in 64 % at pH 14 and 87°C, cadmium in 100 % at a pH 14 and 87°C do not form a gel, lead in 92,6 % at pH 6,5 and 60,6°C also with gel formation, finally mercury does not form a gel.

Having the elements that form gels, there were removed 3,40 and 18,49 miligrams of copper and Lead respectively with 0,3472 g of pectin. But when an acid mine drainage is treated with pectin all the present cations have to be had in consideration in the solution.

I. INTRODUCCIÓN

Para el desarrollo del estudio experimental de la Remoción de metales pesados, utilizando la pectina como material biodegradable; se planteó en base al ámbito de estudio, problema de investigación, hipótesis, objetivos, y justificación que se detallan a continuación.

1.1. DESCRIPCIÓN DEL AMBITO DE ESTUDIO

El presente trabajo ha sido desarrollado en el laboratorio de Investigación de la universidad Nacional del Altiplano del departamento de Puno, y Laboratorio Espectrolab de la Universidad Técnica de Oruro.

En el Laboratorio de Investigación de la Universidad Nacional del Altiplano, se extrajo y se caracterizó, la pectina de la cáscara de naranja procedente de Sandia; así mismo se estudió la capacidad de la pectina para remover el Cobre, Níquel, Zinc, Cadmio, Plomo y Mercurio, por facilidad de acceso.

En el Laboratorio Espectrolab se determinó la concentración de los metales pesados muestra de agua de drenaje ácido de mina de la mina abandonada Pomperia, antes y después de tratar con pectina, por la disponibilidad del equipo de absorción atómica. La mina abandonada Pomperia tiene su ubicación salida a Moquegua, de la ciudad de Puno.

Teniendo en consideración el ámbito de estudio, se tuvo el siguiente planteamiento de problema.

1.2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Uno de los recursos importantes en la tierra es el agua dulce que se encuentra en algo menos del 0,7% que equivale unos $4 \cdot 10^{10}$ kg/persona. Teniendo en cuenta que el agua en la tierra es relativamente pequeña y además es un recurso vital, pero es uno de los recursos más deficientemente administrados en el planeta ya que se la desperdicia y contamina tal como lo indica G. Tyler Miller. (1994). Por otro lado existe una grave contaminación de las aguas, aire y suelo en el que están de acuerdo la comunidad científica. Uno de los problemas de contaminación es producido por ciertos metales pesados, debido a que tienen características tóxicas, cuando sobrepasan en la concentración de los límites máximos permisibles. Los principales metales pesados calificados como contaminantes ambientales son el cadmio, mercurio y plomo, que resultan nocivos para el hombre, los animales, las plantas y el ambiente; debido ha que una muy pequeña concentración de esos elementos en las aguas son potencialmente tóxicos.

Teniendo en cuenta la toxicidad de estos elementos en el Perú, La Oroya es el único lugar en América del Sur, de acuerdo al informe (Actualidad minera 2006), presenta los peores niveles de contaminación y afecta seriamente la salud de las personas, y son causados por metales pesados resaltándose al plomo, por ello se

considera uno de los diez lugares más tóxicos o contaminados del planeta. Por otro lado la contaminación del agua con metales pesados en el Perú, es generada por actividades industriales y los relaves mineros principalmente.

Con esta consideración la contaminación de metales pesados en el departamento de Puno es el resultado de actividades mineras que se llevan a cabo en la región, debido a que no se cuenta con infraestructura y la tecnología adecuada para mitigar los impactos ambientales.

Teniendo en cuenta las actividades mineras, uno de los causantes de contaminación son los pasivos ambientales, son causantes de la generación del drenaje ácido de mina, lo que contribuye a la disolución de metales pesados y su posterior arrastre hasta un acuífero, llevando a efecto la contaminación, otro de los aspectos son los relaves que son represados en forma inadecuada, llevándose a cabo la infiltración, lo que conduce a la contaminación de un acuífero subterráneo.

Con todo lo mencionado, hace necesaria la generación de tecnologías que conlleven a la reducción del impacto ambiental, para un desarrollo sostenible, dentro de esta problemática se plantea que se pueden atrapar metales pesados utilizando como material biodegradable la pectina que se encuentra en la cáscara de naranja y vale mencionar que es un material de desecho, por lo tanto pueden aprovecharse sus bondades con la finalidad de remover los metales pesados de lugares contaminados con estos elementos. Se genera este planteamiento debido a que la estructura química de la pectina, presenta bondades, como para poder formar compuestos con los iones de los metales pesados tal como se menciona en la sección del marco teórico

De acuerdo a lo planteado anteriormente se encontraron las preguntas de investigación que se detallan a continuación.

1.2.1. PREGUNTA DE INVESTIGACIÓN

1. ¿Cuál será el rendimiento de la cáscara de naranja procedente de la provincia de Sandia y cuál será el contenido de ácido y el grado de esterificación de la pectina?
2. ¿Cuál será la capacidad que desarrolla la pectina para la remoción de los metales pesados (Ni, Cu, Zn, Cd, Pb, y Hg)?
3. ¿Cuál será la eficiencia que desarrolla la pectina para la remoción de los metales pesados (Ni, Cu, Zn, Cd, Pb, y Hg) contenidos en el efluente de drenaje ácido de mina?

Una vez encontradas las preguntas de investigación se planteó los siguientes objetivos

3.1. OBJETIVOS

3.1.1. OBJETIVO GENERAL

“Estudiar la remoción de metales pesados utilizando la pectina como material biodegradable”

3.1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1.** Caracterizar la pectina de la cáscara de naranja procedente de la provincia de Sandia del departamento de Puno, determinando el rendimiento la proporción ácida y el grado de esterificación.
- 2.** Determinar la capacidad de remoción del Níquel, Cobre, Zinc, Cadmio, Plomo, y Mercurio, empleando la pectina
- 3.** Determinar la eficiencia de remoción de los metales pesados en estudio en un efluente de drenaje ácido de mina aplicando la pectina como material biodegradable.

Teniendo en consideración los objetivos del presente trabajo de investigación a continuación se mencionan las hipótesis.

3.2. HIPÓTESIS

3.2.1. HIPÓTESIS GENERAL

La remoción de los metales pesados de los efluentes industriales aplicando la pectina como material biodegradable es posible.

3.2.2. HIPÓTESIS ESPECÍFICA

- 1.** Se puede determinar el rendimiento de la cáscara de naranja en pectina procedente de la provincia de Sandia y el contenido de ácido y el grado de esterificación de la pectina, mediante análisis volumétrico
- 2.** Es posible determinar la capacidad que desarrolla la pectina para la remoción de los metales pesados (Ni, Cu, Zn, Cd, Pb, y Hg), por análisis volumétrico y absorción atómica
- 3.** Se puede determinar la eficiencia que desarrolla la pectina para la remoción de los metales pesados contenidos en el efluente de un drenaje ácido de mina

Una vez propuesta las hipótesis, se justifica este trabajo por las razones que se indican en el siguiente subtítulo.

3.3. JUSTIFICACIÓN

Los metales pesados son procedentes generalmente de actividades industriales como metalúrgicas, la minería, refinerías de petróleo y textiles; donde los residuos contienen concentraciones elevadas de metales pesados sobrepasando los límites permisibles de descarga recomendados por las normas existentes.

Dentro de los metales pesados encontramos el Níquel, Cobre, Zinc, Cadmio, Plomo, Arsénico y Mercurio los que requieren ser removidos debido a que son contaminantes potenciales que no deben estar presentes en las aguas residuales, en todo caso deben de encontrarse debajo de los límites permisibles recomendados, ya que resultan ser muy tóxicos, tal como se indica en la tabla 2.8.

Los metales pesados, que se encuentran en aguas residuales, se elimina aplicando generalmente el proceso denominado precipitación química¹

Las unidades de proceso convencionales de tratamiento primario y secundario en las plantas de tratamiento de aguas residuales municipales son inadecuadas para la remoción eficaz de metales pesados. Procesos avanzados, incluida la precipitación química, electrólisis, ósmosis inversa e intercambio iónico, son usados para el pretratamiento de fuentes conocidas de metales pesados en aguas residuales industriales. El uso de estos procesos para quitar concentraciones bajas de metales pesados en agua residual municipal tiene la desventaja de un costo de capital alto y unos costos de funcionamiento y mantenimiento también altos. Las desventajas adicionales pueden ser costos de energía eléctrica relativamente altos para la

¹ Metcalf y Hedí, Inc; (1995); "*Ingeniería de Aguas Residuales Tratamiento, Vertido y Reutilización*" Volumen II Tercera Edición, Editorial Mc. Graw Hill.; Interamericana de España; 856

electrólisis y la ósmosis inversa y la producción de cantidades grandes de lodos voluminosos con un alto tiempo de decantación en los procesos de la precipitación químicos.

Una propuesta tecnológica para la remoción de metales pesados es la utilización de materiales biodegradables, donde se puede utilizar la pectina como agente complejante formador de complejos con estos metales, resultando un material gelificado que se puede posteriormente separarse por filtración

II. MARCO TEÓRICO

Para un mejor entendimiento, de cómo los metales pesados son incorporados en la estructura de la pectina. Primeramente se hace referencia a los metales pesados y su efecto en el medio ambiente, las fuentes de contaminación, formas de exposición, límites permisibles, efectos a la salud y tratamiento. Posteriormente se describe a la pectina, considerando su estructura, sus propiedades físicas y fisicoquímicas, las fuentes de obtención y aplicaciones.

2.1. METALES PESADOS Y SU EFECTO AL MEDIO AMBIENTE

2.1.1. METALES PESADOS

Se considera metal pesado a aquel elemento que tiene una densidad superior a 5 g cm⁻³ otros autores consideran desde 3,5 g cm⁻³ cuando está en forma elemental, o cuyo número atómico es superior a 20; existen también definiciones que tienen en cuenta la masa atómica, otras propiedades químicas, no el grado de toxicidad, y sin considerar aspectos químicos; en conclusión este término de metal pesado está quedando obsoleta, por no existir una definición clara²

² Duffus, John H.; (2002); "*Heavy Metals*"—A Meaningless Term? (Iupac Technical Report); Unión Internacional de Química Pura y aplicada

Dentro de los metales pesados, teniendo en cuenta estudios biológicos y ambientales se encuentran dos grupos:

Oligoelementos o micronutrientes, que son los requeridos en pequeñas cantidades, o cantidades traza por plantas y animales, y son necesarios para que los organismos completen su ciclo vital. Pasado cierto umbral se vuelven tóxicos. Dentro de este grupo están: As, B, Co, Cr, Cu, Mo, Mn, Ni, Se y Zn.

Metales pesados sin función biológica conocida, cuya presencia en determinadas cantidades en seres vivos lleva aparejadas disfunciones en el funcionamiento de sus organismos. Resultan altamente tóxicos y presentan la propiedad de acumularse en los organismos vivos. Son, principalmente: Cd, Hg, Pb, Cu, Ni, Sb, Bi.

De acuerdo a lo comentado se considera entonces que los metales pesados en estudio son tóxicos. Por lo que es necesario el conocimiento de sus fuentes y efectos tóxicos tal como se menciona a continuación.

2.2. FUENTES DE CONTAMINACIÓN Y EFECTOS DE LOS METALES PESADOS

Las fuentes de contaminación se muestran en la siguiente tabla

TABLA 2.1 Fuentes de los metales pesados y su efecto

Metal Pesado	Fuente	Efectos tóxicos
Ni	Recubrimiento de metales; Aleaciones, Baterías, Catalizadores, pigmentos,	Cancerígeno de alta dosis, dermatitis, náuseas
Cu	Recubrimiento de metales; Minería; Corrosión	Tóxico en algas y plantas. No muy tóxico en animales; sistema digestivo
Zn	Recubrimiento de metales; Aleaciones, pigmentos, pinturas, catalizador	Fitotóxico a altas concentraciones
Cd	Carbón; Minería; Tratamiento de metales	Afecciones renales, cardiovasculares. Hipertensión. Reemplaza bioquímicamente al Zn
Pb	Minería; Carburantes; Pinturas; Corrosión	Muy tóxico en niños y mujeres embarazadas. Daños al sistema nervioso, riñón. Anemia
Hg	Minería; Carbón; Industria química; Fungicidas	Tóxico agudo y crónico. Daños al sistema nervioso y riñón

FUENTE: Orozco Barrenetxea, Carmen; Pérez Serrano, Anntonio; Gonzales Delgado Ma Nieves; Rodríguez Vidal, Francisco; Alfayate Blanco José Marcos; 2003; Internacional Thomson Editores; España; pág. 91.

De acuerdo a la tabla anterior se observa que los metales pesados que se estudia tienen efecto considerable en la salud por lo que es necesario el conocimiento de cómo un individuo puede estar expuesto a estos metales

Mencionado las fuentes y los efectos de los metales pesados, ha continuación se muestra, las ocurrencias para cuando uno es expuesto a los metales pesados en estudio

2.3. EXPOSICIÓN DE LOS METALES PESADOS

A continuación se describe, las diversas maneras en que una persona puede estar expuesta a los metales pesados en estudio:

TABLA 2.2. Exposición del hombre a los metales pesados

Metal Pesado	Como el hombre es expuesto a los metales pesados
Ni	<ul style="list-style-type: none"> • Al ingerir alimentos contaminados con níquel, lo que representa la fuente de exposición más importante para la mayoría de la gente. • A través de contacto de la piel con suelo, agua o metales que contienen níquel, como también al tocar monedas o joyas que contienen níquel. • Al tomar agua que contiene pequeñas cantidades de níquel. • Al respirar aire o usar tabaco que contienen níquel. • Si se trabaja en industrias que procesan o usan níquel puede exponerse a cantidades de níquel más altas.
Cu	<ul style="list-style-type: none"> • Respirando aire, tomando agua, comiendo alimentos, y por contacto de la piel con polvo, agua, u otras sustancias que contienen cobre. • Las plantas y animales pueden incorporar cierta cantidad de cobre del ambiente. • Una exposición más alta puede ocurrir si el agua en su hogar es corrosiva y usted tiene cañerías de cobre y llaves del agua hechas de bronce. • Usted puede estar expuesto a cantidades de cobre más elevadas si toma agua o nada en lagos o en albercas tratadas recientemente con cobre para controlar algas o recibe agua de refrigeración de una

<p>Metal</p> <p>Pesado</p>	<p>Como el hombre es expuesto a los metales pesados</p>
	<p>planta de energía que puede tener altas cantidades de cobre disuelto.</p> <ul style="list-style-type: none"> • Usando ciertos productos para el jardín (por ejemplo, fungicidas) para controlar enfermedades de las plantas. • Vivir cerca de facilidades que producen latón o bronce puede exponerlo a niveles de cobre en el suelo más altos. • Usted puede respirar polvo que contiene cobre o tener contacto de la piel con cobre si trabaja en la industria de minería de cobre o procesando el mineral. Usted puede respirar altos niveles si pulveriza cobre o usa cobre metálico para soldar.
<p>Zn</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Al ingerir pequeñas cantidades presentes en los alimentos y el agua. • Al tomar agua contaminada o una bebida que se ha guardado en un envase metálico o agua que fluye a través de cañerías que han sido revestidas con cinc para resistir la corrosión. • Al comer muchos suplementos dietéticos que contienen cinc. • Al trabajar en alguna de las siguientes ocupaciones: construcción, pintor, mecánico de automóviles, minería, fundiciones y soldador; manufactura de latón, bronce u otras aleaciones que contienen cinc; manufactura de metales galvanizados; y manufactura de partes de maquinarias, caucho, pintura, linóleo, paños para limpiar aceite, baterías, ciertos tipos de vidrios, cerámicas y tinturas.
<p>Cd</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Al respirar aire contaminado en el trabajo (fábrica de baterías, soldadura de metales). • Al ingerir alimentos que contienen cadmio; todo alimento tiene cadmio en bajos niveles (los niveles más altos se encuentran en mariscos, hígado y riñones). • Al respirar humo de cigarrillos (duplica la ingesta diaria de cadmio). • Al tomar agua contaminada. • Al respirar aire contaminado cerca de donde se queman combustibles fósiles o desechos municipales.
<p>Pb</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Comiendo alimentos o tomando agua que contienen plomo. • Pasando tiempo en áreas donde se han usado pinturas con base de plomo y que están deteriorándose. • Trabajando en ocupaciones en las que se usa el plomo. • Usando productos para la salud o remedios caseros que contienen plomo. • Practicando ciertas aficiones en las que se usa plomo (por ejemplo, confeccionar vidrios de colores).

Metal Pesado	Como el hombre es expuesto a los metales pesados
Hg	<ul style="list-style-type: none"> • Al comer pescados o mariscos contaminados con metilmercurio. • Al respirar vapores de mercurio generados por incineradores, industrias que queman combustibles que contienen mercurio o cerca de donde se ha derramado mercurio. • Por liberación de mercurio durante tratamientos médicos o dentales. • Al respirar aire contaminado en el trabajo o por contacto de la piel durante uso en el trabajo (servicios dentales y de salud y otras industrias que usan mercurio). • En la práctica de ceremonias o ritos en que se usa el mercurio.

FUENTE: Agencia para sustancias tóxicas y registro de enfermedades 2005
Departamento de salud servicios humanos de los EE.UU., servicio de salud pública,

La tabla anterior señala, que diversas actividades del hombre, libera metales pesados al medio ambiente, por lo tanto una persona esta constantemente expuesta a metales pesados por lo que es necesario conocer, entonces, los límites máximos permisibles que debe tener el agua en concentración de estos elementos

2.4. LÍMITES PERMISIBLES

Los límites permisibles recomendados por EPA (Agencia de protección ambiental) y OSHA (Administración de Salud y Seguridad Ocupacional) se muestran en la siguiente tabla:

TABLA 2.3. Límites permisibles recomendados por EPA y OSHA

Metal	Recomendado por EPA	OSHA
Pesado	En el agua potable	En el aire
Zn	5 mg/L	1 mg/m ³
Cu	1.3 mg/L	0.1 mg/m ³
Ni	0.7 mg/L	1 mg/m ³
As	0.01 mg/L	10 µg/m ³
Pb	15 µg por litro	1.5 µg/m ³ (EPA)
Cd	5 ppb (partes por billón)	100 g/m ³ (vapores) 200 g de cadmio/m ³ (polvo)
Hg	2 ppm (2 partes de mercurio por mil millones de partes de agua)	0.1 mg/m ³ (mercurio orgánico) 0.05 mg/m ³ (vapor de mercurio)

FUENTE: EPA y OSHA

La tabla anterior señala, que más contaminantes y por lo tanto tóxicos son el plomo cadmio y mercurio, estos valores nos permitirán evaluar si un efluente cumple o no con estos requerimientos. Ahora es importante analizar los límites permisibles que existen en otros organismos

A continuación en la tabla siguiente se muestra los límites permisibles que existe en la normativa peruana y otros organismos internacionales

TABLA 2.4. Estándares y límites máximos permisibles nacionales e internacionales

Agua para consumo humano

Elemento	PERÚ NUEVOS STANDARES		Regulación de la calidad del agua 1989 EEC	OMS (1984)	USA (1998)
	VMR	VMA			
Zinc	5 mg/l		5000 µg/l	5 mg/l	5 mg/l
Arsénico	0,05 mg/l	0,1 mg/l	50 µg/l	0,05 mg/l	0,05
Cobre			3000 µg/l		1,3mg/l
Níquel	0,05 mg/l	0,05 mg/l	50 µg/l	No definido	-
Plomo	0,05 mg/l	0,1 mg/l	50 µg/l	0,05 mg/l (1)	0
Selenio	0,01 mg/l	0,05 mg/l	10 µg/l	0,01 mg/l	0,05 mg/l
Cadmio	0,005 mg/l	0,01 mg/l	5 µg/l	0,005 mg/l	0,005mg/l
Mercurio	0,001 mg/l	0,001 mg/l	1 µg/l	0,001 mg/l	0,002mg/l

Fuente: Diversas de Internet: OPS/OMS – EPA/USA – MINSA-

Elaborado en base a la tabla de Raymundo Carranza Noriega “Medio Ambiente problemas y soluciones”

(1) Recientemente revisado a 0,01

A partir del arsénico son considerados como sustancias tóxicas o de importancia para la salud

VMR, Valor máximo requerido

VMA, Valor máximo aceptado

EEC, Comunidad económica europea

En la tabla anterior se aprecia que el más tóxico es el mercurio, debido a que el límite permisible es muy bajo, siguiéndole en su grado de toxicidad el cadmio.

Los límites permisibles que se encuentran en las normas peruanas, se encuentran en la Ley General de Agua (D.S. N°261-69-AP), y según la clase de agua donde se consideran primeramente la siguientes clases de agua

TABLA 2.5. Clasificación de los cursos de agua y de las zonas costeras del país

CLASE	CARACTERÍSTICAS
I	Aguas de abastecimiento doméstico con simple desinfección
II	Aguas de abastecimiento doméstico con tratamiento equivalente a procesos combinados de mezclas y coagulación, sedimentación, filtración y cloración, aprobación por el ministerio de salud.
III	Aguas para riego de vegetales de consumo crudo y bebida de animales.
IV	Aguas de zonas recreativas de contacto primario (baños y similares).
V	Aguas de zonas de pesca de mariscos bivalvos.
VI	Aguas de zonas de Preservación de Fauna Acuática y Pesca Recreativa comercial.

FUENTE: Nuevo texto dado por D.S. – N° 007 – 83 – S.A. - MINSA

Según la tabla anterior en la normativa peruana, seis clases de agua, de acuerdo al uso.

En la siguiente tabla se muestra los límites permisibles de sustancias consideradas potencialmente peligrosas, según usos

TABLA 2.6. Límites permisibles en la norma peruana según usos
(Valores en mg/l)

PARÁMETROS	I	II	III	V	VI
Mercurio	0,002	0,002	0,01	0,0001	0,0002
Níquel	0,002	0,002	1+	0,002	**
Cadmio	0,01	0,01	0,05	0,0002	0,004
Plomo	0,05	0,05	0,1	0,01	0,03
Arsénico	0,1	0,1	0,2	0,01	0,05
Cobre	1	1	0,5	0,01	*
Zinc	5	5	25	0,02	**

NOTAS:

* Pruebas de 96 horas LC50 multiplicadas por 0,1.

** Pruebas de 96 horas multiplicadas por 0,02.

1+ Valores a ser determinados: En caso de sospechar su presencia se aplicará los valores de la columna V provisionalmente.

FUENTE: Carranza Noriega, Raymundo (2001) Medio Ambiente, Problemas y Soluciones; Editorial Universidad Nacional del Callao, Lima-Perú.

En la tabla anterior se observa, también el orden de toxicidad, que en segundo lugar, después del mercurio ocupa el Níquel, en tercer lugar el Cadmio y en último lugar el Zinc. Si se efectúa comparaciones con las normas internacionales, no son iguales los límites permisibles en todos los casos

Considerando, los criterios anteriores, sería necesario conocer los valores máximos permisibles pero para condiciones de descarga de efluentes de aguas residuales industriales, hacia el alcantarillado público

Continuando con el análisis en los límites permisibles, se tiene estos valores en la siguiente tabla:

TABLA 2.7. Condiciones para la descarga de aguas residuales industriales al alcantarillado público

PARAMETROS	UNIDADES DE MEDIDAS	CONCENTRACIÓN O VALOR ESTABLECIDO Máximos admisibles
Arsénico	mg/L As	2
Cádmio	mg/L Cd	1
Zinc	mg/L Zn	10
Cobre	mg/L Cu	4
Cromo	mg/L Cr	1
Mercurio	mg/L Hg	0,1
Níquel	mg/L Ni	10
Plomo	mg/L Pb	4
Selenio	mg/L Se	2

FUENTE: TECSUP, Programa de Capacitación - Parámetros Físicos-Químicos del Agua, Diciembre 2000.

Como se podrá observar, mas importante resulta tratar el mercurio por el bajo valor le sigue el cadmio, luego viene el plomo y cobre, finalmente el Zinc.

Considerando las normas nacionales e internacionales en sus valores de límites máximos permisibles, se ha encontrado que entre los más tóxicos son el mercurio, cadmio y plomo. El Níquel, Cobre y Zinc presentan relativamente valores un poco elevados en sus límites máximos permisibles

2.5. EFECTOS EN LA SALUD DE LOS METALES PESADOS

Seguidamente los efectos en la salud, que presentan los metales pesados se presentan en la siguiente tabla:

TABLA 2.8. Efectos en la salud de los metales pesados

Metal Pesado	Efectos en la salud
Ni	Alergias, en menor proporción asma, bronquitis crónica y alteraciones del pulmón, dolores en el estómago y efectos adversos en la sangre y los riñones. EPA ha determinado que los polvos de refineras de níquel y el subsulfuro de níquel son carcinogénicos en seres humanos
Cu	El cobre es esencial para mantener buena salud, pero altas cantidades pueden ser perjudiciales. La exposición prolongada a polvo de cobre puede irritar la nariz, la boca y los ojos, y producir dolores de cabeza, mareo, náusea y diarrea. Tomar agua con niveles de cobre mayores que lo normal puede causar vómitos, diarrea, calambres estomacales y náusea. La ingestión de altos niveles de cobre puede producir daño al hígado y al riñón y puede aun causar la muerte.
Zn	El cinc puede causar calambres estomacales y anemia, y puede alterar los niveles de colesterol. El Departamento de Salud y Servicios Humanos (DHHS) y la Agencia Internacional para la Investigación del Cáncer (IARC) no han clasificado al cinc en cuanto a carcinogenicidad. Basado en información incompleta de estudios en seres humanos y en animales, la EPA ha determinado que el cinc no es clasificable en cuanto a carcinogenicidad en seres humanos.
Cd	Bronquitis, enfisema; nefrotoxicidad; infertilidad; cáncer de próstata; alteraciones neurológicas; hipertensión; enfermedades vasculares
Pb	Alteraciones neurológicas (disminución del coeficiente intelectual infantil); nefrotoxicidad; anemia; cáncer de riñón
As	Bronquitis; cáncer de esófago, laringe, pulmón y vejiga; hepatotoxicidad; enfermedades vasculares
Hg	Alteraciones neurológicas; afecciones del sistema respiratorio

FUENTE: Agencia para sustancias tóxicas y registro de enfermedades 2005
Departamento de salud servicios humanos de los EE.UU., servicio de salud pública,

Luego de haber analizado los efectos de los metales pesados, estos cuando exceden en sus límites permisibles llegarían a bioacumularse, para ello, es necesario definir términos que expliquen la retención de estos elementos en los seres vivos, como son Bioacumulación, biomagnificación y acumulación biológica

2.6. ACUMULACIÓN BIOLÓGICA

Es la bioacumulación de sustancias como metales pesados, compuestos organoclorados y PCB en aves mamíferos e invertebrados marinos³. Es este caso los metales pesados son incorporados en los seres vivos cuando hay exposición por lo que debe ser evitado.

La bioacumulación se refiere al grado de que un organismo toma y retiene un contaminante de todas las rutas de exposición aplicables. La Bioacumulación toma en cuenta de que los organismos pueden aumentar contaminantes a través de múltiples rutas de exposición y que la acumulación total dependerá en la proporción de succión contra la proporción en que el organismo es capaz de eliminar (a través de orina o excremento) o destruyéndose químicamente a través de los procesos metabólicos.

De acuerdo al nivel de toxicidad de los metales pesados en estudio, y la facultad de bioacumulación, esto ocurre por las propiedades fisicoquímicas que presentan, como

³ García brague, Antonio; (1999); "Ingeniería Ambiental Fundamentos entornos, tecnologías y sistemas de gestión" Volumen I; Editorial McGraw-Hill; Esapaña; Pág 371

son el pH a la que precipitan, lo que nos permitirá remover de la mejor manera estos metales cuando se encuentran disueltos.

2.7. BIOCONCENTRACIÓN

Bioconcentración se refiere a la absorción o captación de un químico del medio a concentraciones en los tejidos del organismo que son mayores que en el ambiente circundante. El grado a que un contaminante se concentrará en un organismos se expresa como un factor de bioconcentración (BCF) que se define como la concentración de un químico en los tejidos de un organismo dividido por la concentración de la exposición. Así, un BCF de 100 significa que el organismo concentra ese químico a una concentración 100 veces mayor que en los medios circundantes. Los factores de Bioconcentración son más comúnmente aplicados a los organismos acuáticos como peces o los invertebrados acuáticos. Dentro de una especie, los factores del bioconcentración difieren para compuestos químicos diferentes.

2.8. BIOMAGNIFICACIÓN.

Es una secuencia de procesos que conducen a aumentar la concentración de una sustancia en un organismo con respecto a la del medio que se lo ha aportado. Se suele aplicar a los ecosistemas más que a los individuos.⁴

También se afirma que es la tendencia de algunos productos químicos a acumularse a lo largo de la cadena trófica, exhibiendo concentraciones sucesivamente mayores al ascender el nivel trófico. La concentración del producto en el organismo consumidor es mayor que la concentración del mismo producto en el organismo consumido. Los productores suben los nutrientes del ambiente circundante para sintetizar las moléculas complejas requeridas para los varios procesos biológicos. Porque el suministro disponible de muchos nutrientes cuida ser limitado en el ambiente, las plantas utilizan a menudo la energía considerable para bombear estos nutrientes activamente en sus células. Ellos incluso pueden tomar inmediatamente a más de lo que se necesitó y los guarda para el uso futuro. Así, las plantas tienen a menudo concentraciones en el tejido de nutrientes importantes que son más altos que las concentraciones de medios circundantes. En algunos casos, los contaminantes que son químicamente similar ha algunos de estos nutrientes inorgánicos están presentes en el ambiente circundante y se suben y también y se guardan en los tejidos de la planta.

⁴ Repetto, Sanz y Peña; *"Glosario de términos toxicológicos"*; (1993) IUPAC

El primer paso en la biomagnificación ocurre cuando se almacenan los contaminantes en los tejidos productores en alta concentración que en el ambiente circundante. La segunda fase de biomagnificación ocurre cuando el productor es consumido por un consumidor. Una energía relativamente pequeña está disponible en el nivel trófico próximo. Esto significa que un consumidor (de cualquier nivel) tiene que consumir mucha biomasa de los más bajos niveles del tróficos. Si esa biomasa contiene un contaminantes, los contaminantes son tomados en cantidades grandes por el consumidor. Contaminantes que biomagnifican tienen otra característica. No sólo tomados por los productores, pero ellos están absorbidos y almacenados en los cuerpos de los consumidores. Esto ocurre a menudo con contaminantes que son solubles en la grasa, como DDT o PCB. Estos materiales se digieren del productor y pasan a la grasa del consumidor. Si el consumidor es consumido por otro consumidor, su grasa se digiere y el contaminante se guarda entonces en los tejidos del nuevo consumidor. De esta manera, el contaminante construye los tejidos grasos de los consumidores y la concentración del contaminante en los tejidos de consumidores se pone más alto con cada nivel de la cadena trófica. Los contaminantes solubles en agua normalmente no biomagnifican de esta manera porque ellos disolverían en los fluidos corporales del consumidor. Desde que cada organismo pierde el agua al ambiente, con el agua perdida el contaminante también saldría.

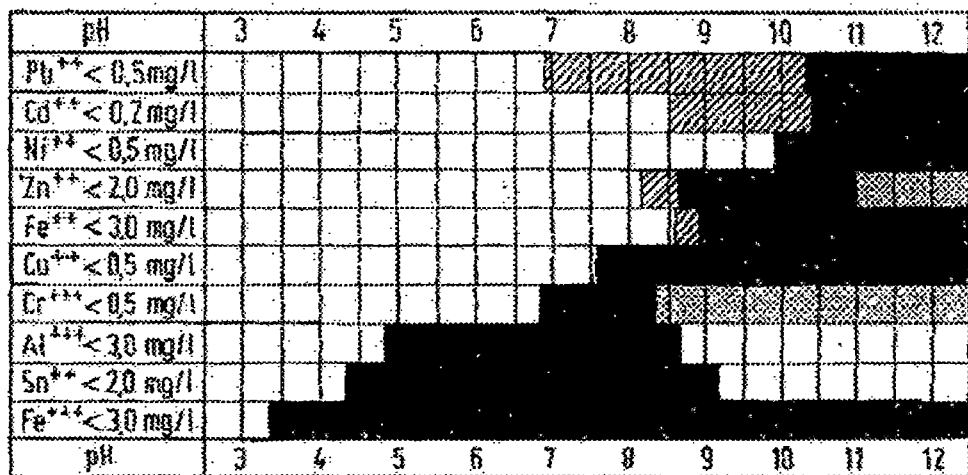
2.9. PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS DE LOS METÁLES PESADOS EN ESTUDIO

Entre las propiedades fisicoquímicas más importantes se considera la solubilidad, el que depende principalmente del pH. Por ello el conocimiento sobre los rangos de precipitación de metales pesados es importante como se trata a continuación

2.9.1. pH DE PRECIPITACIÓN DE LOS IONES METÁLICOS EN ESTUDIO

El pH de precipitación nos permite explorar, como se comportan estos metales ya sea en un medio ácido y en un medio básico, esto permite tener el conocimiento más claro acerca del rango de pH donde se encuentran disueltos para luego poderlos removerlos como se mostrará a continuación

En la siguiente figura se observan los rangos de pH a la que precipitan los metales pesados



- ▨ La solubilidad en la precipitación con NaOH se encuentra dentro del requer
- ▨ Prolongación del rango de precipitación con CaO
- ▨ Prolongación del rango de precipitación NaCO.

Fig. 2.1. pH donde precipitan los metales pesados

Según la figura anterior:

El Plomo precipita a partir del pH 10,5 aproximadamente

El Cadmio precipita a partir del pH 10,7 aproximadamente

El Níquel precipita a partir del pH 9,8 aproximadamente

El Zinc precipita a partir del pH 8,6 aproximadamente

El Cobre precipita a partir del pH 7,6 aproximadamente

Se deduce que la mayoría de los metales pesados que se estudian precipitan en un pH básico, entonces será necesario tener presente que en un medio ácido están generalmente disueltos.

Hasta ahora se ha visto cómo se comportan los metales pesados en nuestro medio ambiente, y como es posible removerlos del agua. A continuación se da a conocer

las tecnologías existentes para la eliminación de metales pesados de efluentes industriales

2.10. TECNOLOGIAS EXISTENTES EN EL TRATAMIENTO DE METALES PESADOS

La descripción de las tecnologías existentes en la eliminación de metales pesados permitirá reconocer el aporte que se efectúa con el presente trabajo, en materia de tratamiento de metales pesados. Entre las tecnologías existentes se consideran las operaciones y procesos unitarios que son la precipitación química, el intercambio iónico, la ultrafiltración, la ósmosis inversa, y la electrodiálisis los que son considerados para la eliminación de sustancias inorgánicas disueltas en general⁵; pudiendo incluirse la electrólisis. A continuación se hace referencia a los procesos de precipitación química, intercambio iónico y el tratamiento por humedales

2.10.1.PRECIPITACIÓN QUÍMICA

De estos la precipitación química se considera para la eliminación de la mayoría de los metales pesados, debido a que en un medio básico y por lo general son solubles en medio ácido según la figura 2.1

⁵ Metcalf y Hedí, Inc; 1995; *"Ingeniería de Aguas Residuales Tratamiento, Vertido y Reutilización"* Tomo I y II Tercera Edición; Editorial Mc. Graw Hill.; Interamericana de España; 856

2.10.2.INTERCAMBIO IÓNICO

El intercambio iónico es un proceso unitario en el que los iones de las diferentes especies en disolución desplazan a los iones insolubles de un determinado material de intercambio; el uso más extendido de este proceso es el ablandamiento de aguas residuales domésticas⁶

2.10.3.TRATAMIENTO BIOLÓGICO PASIVO DE AGUA RESIDUAL MUNICIPAL E INDUSTRIAL EN HUMEDALES

Un proceso del tratamiento que precipita y retiene metales pesados en el área confinada de un **humedal artificial** logra el mismo nivel de remoción que los procesos convencionales con menos mano de obra y menores costos de energía que los convencionales. Los humedales se utilizan como sistemas pasivos de tratamiento de agua, que tienen un cuerpo de suelo sin o con plantas del pantano (hilófitos), donde el agua residual lo atraviesa. Estos sistemas pasivos son muy eficientes y requieren poca mano de obra.

Hasta aquí se tiene la idea clara de cómo los metales pesados se remueven de un efluente contaminado; como en este trabajo se tiene planteado utilizar la pectina

⁶ Metcalf y Hedí, Inc; 1995; *"Ingeniería de Aguas Residuales Tratamiento, Vertido y Reutilización"* Tomo I y II Tercera Edición, Editorial Mc. Graw Hill; Interamericana de España; 857

como material biodegradable, para capturar los metales pesados; corresponde al proceso de precipitación química, debido a que se busca obtener un producto insoluble entre la pectina y el metal pesado; a continuación se hace referencia a la pectina desde los puntos de vista que de los objetivo del presente trabajo.

2.11. PECTINA

La pectina es un carbohidrato, que pertenece a los polisacáridos, es decir está formado por la unión de muchos monosacáridos, denominado ácido α -D-galacturónico.

Las sustancias pécticas son mezclas complejas de polisacáridos que constituyen una tercera parte de la pared celular de las plantas dicotiledóneas y de algunas monocotiledóneas. Una menor proporción de estas sustancias se encuentran en las paredes celulares de las plantas herbáceas.

La pectina, deriva de la palabra griega “Pekos” (denso, espeso, coagulado), y es usado para designar a una sustancia mucilaginosa de las plantas superiores. Esta sustancia asociada con la celulosa y le confiere a la pared celular la habilidad de absorber grandes cantidades de agua. La celulosa tiene un importante rol en la estructura y rigidez de las células, mientras que la pectina contribuye con la textura.

A continuación se describe aspectos referidos a la estructura, propiedades, aplicaciones, fuentes de obtención y extracción de la pectina.

2.11.1. ESTRUCTURA DE LA PECTINA

Teniendo en consideración que pectina esta formada por unidades estructurales de ácido α -D-galácturónico, a continuación se muestra la estructura de este monómero:

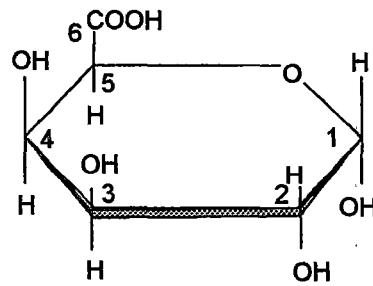


Fig. 2.2. Estructura del ácido α -D-galácturónico
(Proyección Haworth)

La figura muestra un ciclo formado de seis carbonos, cuatro radicales oxhidrilo, y un radical carboxilo

Teniendo en consideración la estructura del ácido α -D-galacturónico, seguidamente se muestra las diversas formas de representación espacial

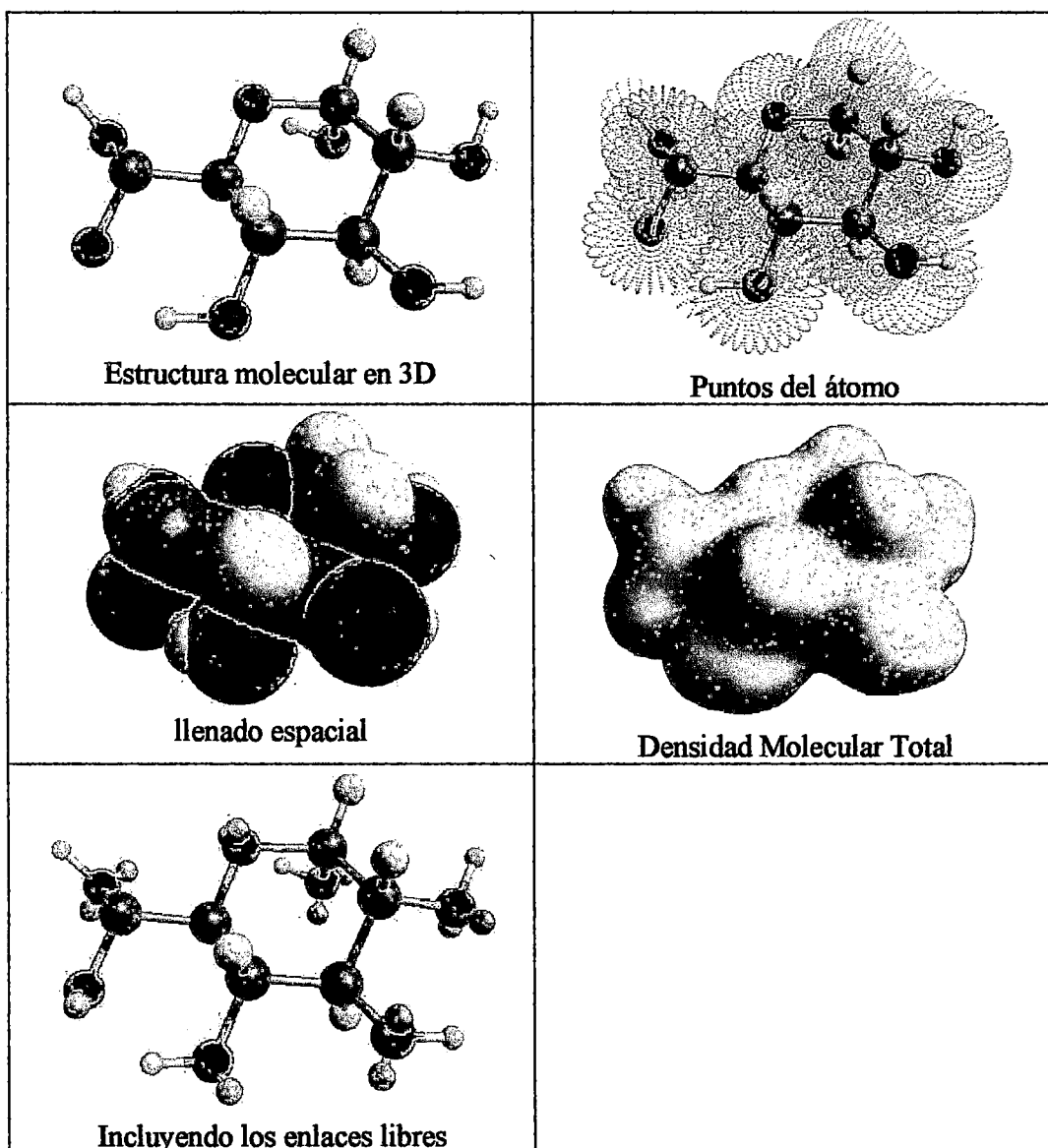


Fig. 2.3. Diversas formas de representación del ácido α -D-galacturónico

La figura anterior nos da la idea de cómo están distribuidos los átomos y enlaces del ácido α -D-galacturónico, en su entorno espacial

La unión de unidades de ácido α -D- galacturónico se realiza perdiéndose una molécula de agua tal como se muestra en la siguiente figura:

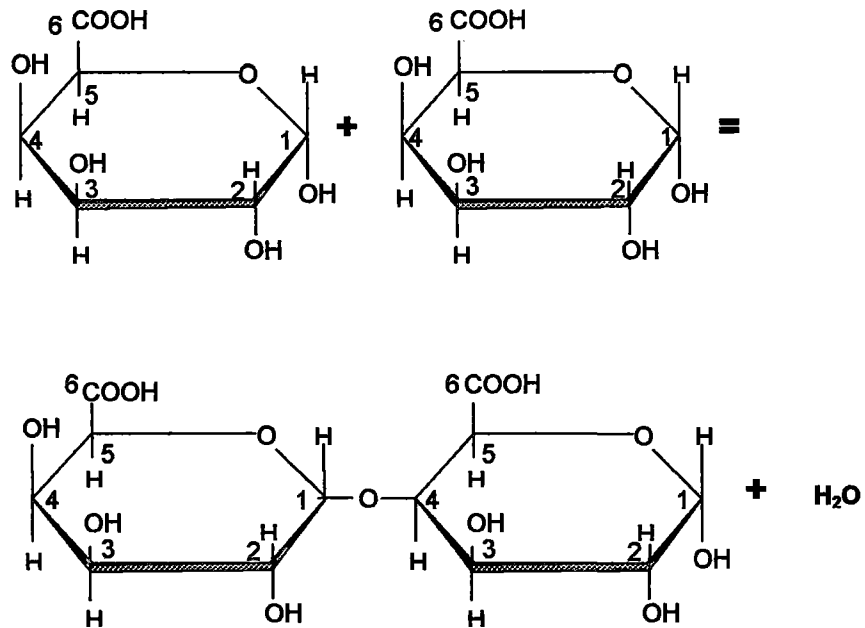


Fig. 2.4. Formación de la cadena de la pectina

En la figura anterior se observa la condensación de las unidades de la pectina, formándose el enlace glicosídico α -1-4 claramente, de esta manera se forma la pectina, uniéndose varias unidades de monómeros.

En su estructura conformacional la pectina tal como esta en el espacio se aprecia en la siguiente figura:

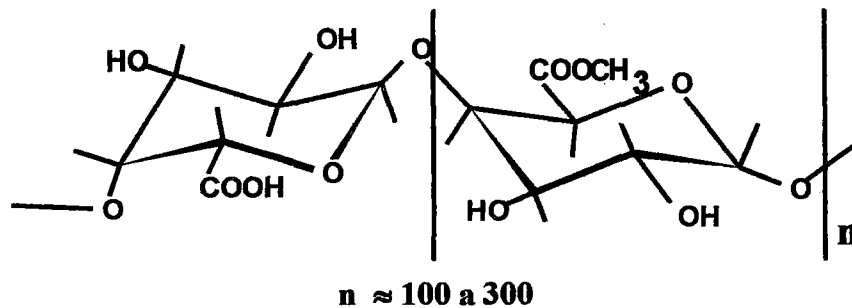


Fig. 2.5. Estructura conformacional de la pectina

En la figura anterior se indica también el número de monómeros de la pectina y se puede afirmar que las pectinas son esteres de ácido poligalacturónico, debido a que algunos radicales carboxilo se encuentran esterificados con el radical metilo. pueden tener pesos moleculares de 20 000 a 400 000. Estos polisacáridos están presentes en muchas frutas, particularmente en la cáscara de naranja y limón, donde pueden constituir como más del 30% del peso total

Dependiendo del origen botánico y el proceso de extracción los grupos carboxílicos están parcialmente esterificados con metanol y en ciertas pectinas los grupos hidroxilo están parcialmente acetilados. Azúcares neutros también están presentes, a saber, ramnosa, arabinosa, galactosa, xilosa y glucosa.

La representación tridimensional de la unión de dos monómeros de ácido α -D-galacturónico tomaría la siguiente forma:

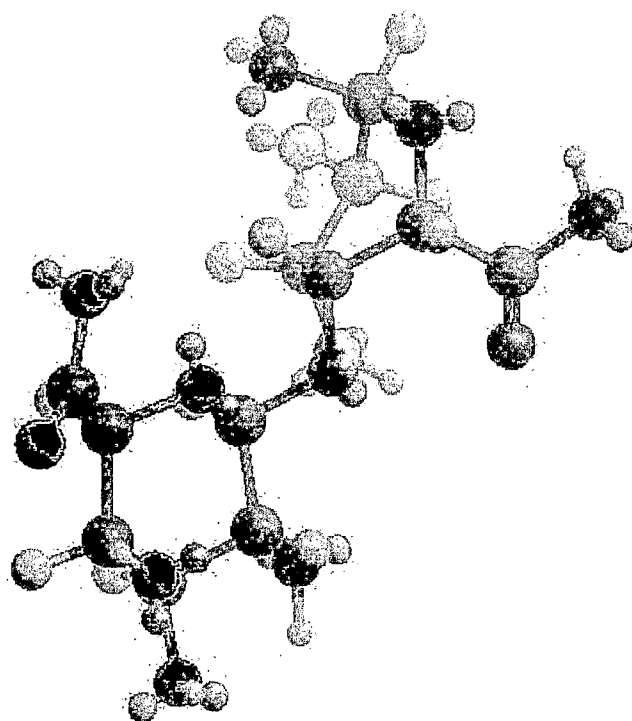


Fig. 2.6. Estructura enlazada de dos moléculas da ácido α -D-galacturónico

En esta figura se puede apreciar la conformación de los átomos en el espacio

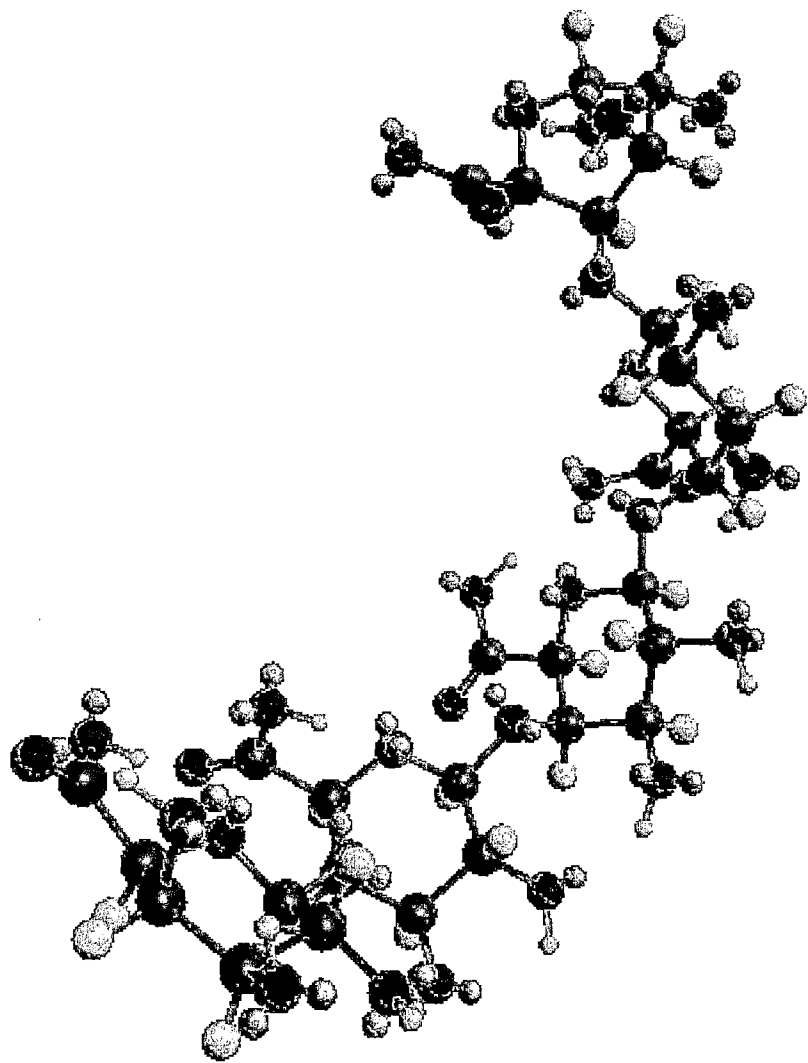


Fig. 2.7. Estructura enlazada de cuatro moléculas da ácido galacturónico

Aquí con la representación de cuatro unidades, se busca organizar los átomos en forma espacial para tener una idea de cómo estaría hasta con 300 unidades descritas anteriormente

Como ya se tiene la idea de la estructura de la pectina ahora se describen las propiedades físicas y fisicoquímicas

2.11.2. PROPIEDADES DE LA PECTINA

Aquí podemos considerar las propiedades físicas y fisicoquímicas, como se describen a continuación.

2.11.2.1. PROPIEDADES FÍSICAS

COLOR: Blanco Amarillento

SOLUBILIDAD: Insoluble en etanol

Soluble en agua

2.11.2.2. PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS

Dentro de las propiedades fisicoquímicas se consideran, el grado de esterificación y el fenómeno de la formación del gel, como se desarrolla seguidamente:

1. GRADO DE ESTERIFICACIÓN

Según el grado de esterificación las pectinas pueden clasificarse en:

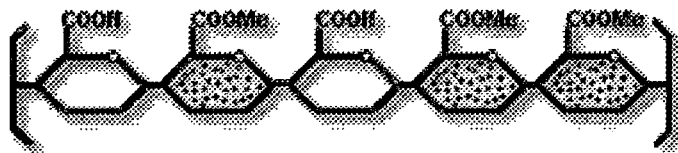


Fig. 2.8. Pectinas de alto grado metoxilo (COOMe) su grado de esterificación (GE) es superior al 50% Por ejemplo esta pectina tiene 60% GE

La figura previa es un ejemplo de pectina con alto grado metoxilo, las estructuras sombreadas corresponden, a unidades esterificadas



Fig. 2.9. Pectinas de bajo grado metoxilo su grado de esterificación (GE) es inferior al 50% por ejemplo esta pectina tiene 40% ge

La figura previa es un ejemplo de pectina con bajo grado metoxilo, las estructuras sombreadas corresponden, a unidades esterificadas

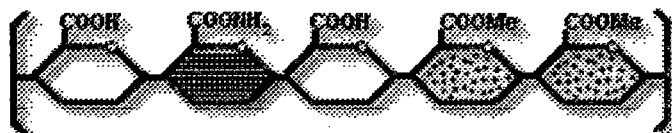


Fig. 2.10. Pectinas de bajo grado metoxilo amidadas (COONH₂) su grado de esterificación (GE) y amidación (GA) son inferiores a 45% y 25% respectivamente, por ejemplo esta pectina tiene GE = 40% y GE=20%

La figura anterior es un ejemplo de pectinas de bajo grado metoxilo amidadas, se puede apreciar claramente el grupo amido en la estructura sombreada de color oscuro

Según lo tratado anteriormente, ahora se puede explicar como es que ocurre el fenómeno de gelificación en la pectina, tal como se desarrolla seguidamente.

2. FENOMENO DE GELIFICACIÓN DE LA PECTINA

De acuerdo al grado de esterificación (GE), las pectinas forman geles en un medio ácido y alta concentración de azúcar (pectinas de alto GE -mayor a 50 %-), o por interacción con cationes divalentes, particularmente Ca^{2+} (pectina de bajo GE -menor a 50 %-).

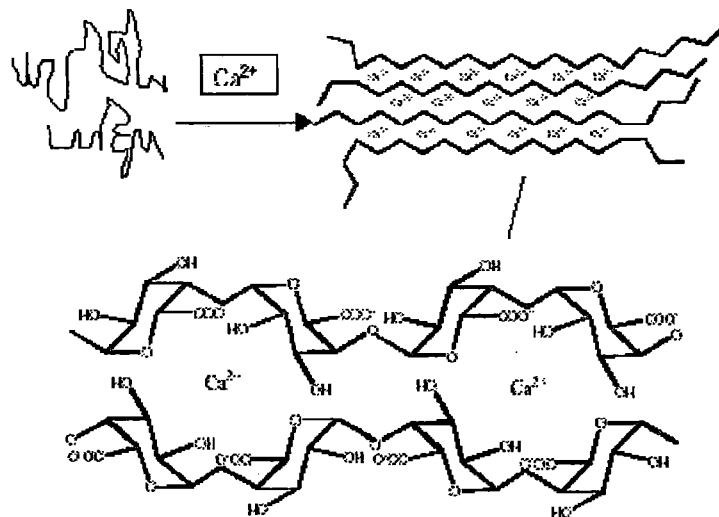


Fig. 2.11. Representación esquemática del modelo “caja de huevos” para la gelificación de pectina de bajo grado de esterificación

En la figura se aprecia que el calcio interactúa entre dos polímeros de pectina, formando el gel respectivo.

Seguidamente puede apreciarse la formación de puentes de hidrógeno cuando la pectina gelifica

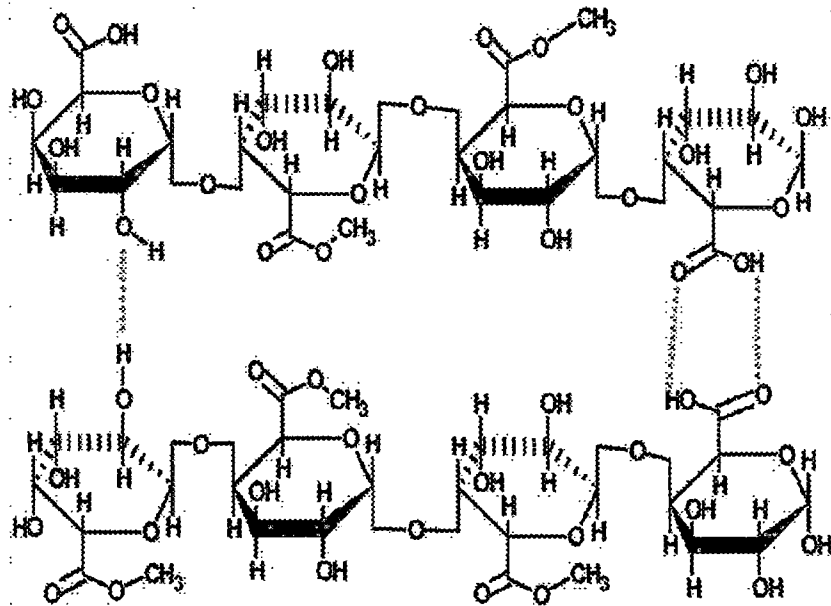


Fig. 2.12. Gelificación mediante la formación de puentes de hidrógeno
En la figura se aprecia en la línea de puntos los puentes de hidrógeno que hace posible la interacción entre dos polímeros de pectina

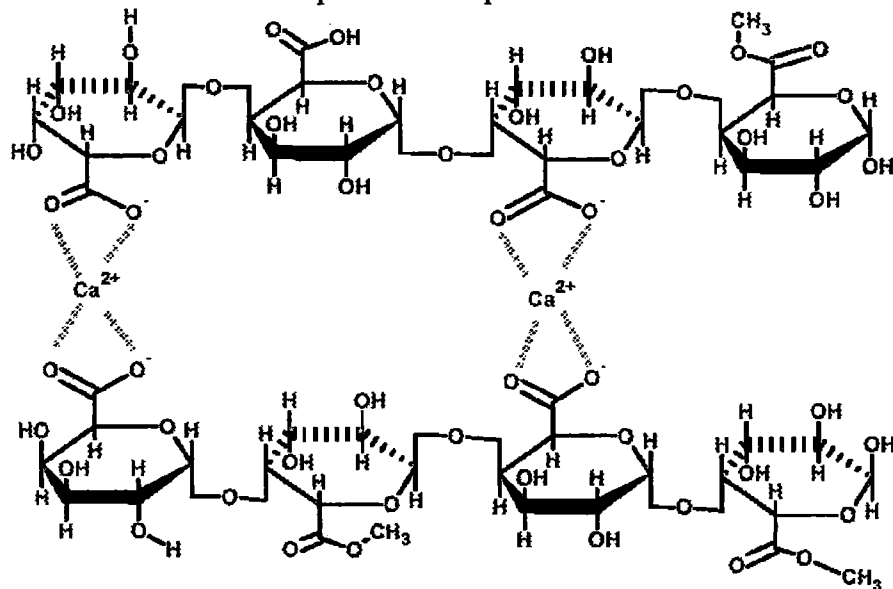


Fig. 2.13. forma de los enlaces del calcio en la formación del gel
En esta figura se ve la participación del grupo carboxilo para la formación del gel, formando así un complejo con calcio.

Continuando el análisis, en la siguiente figura se puede apreciar el mecanismo de gelificación de pectinas con alto grado de metoxilo

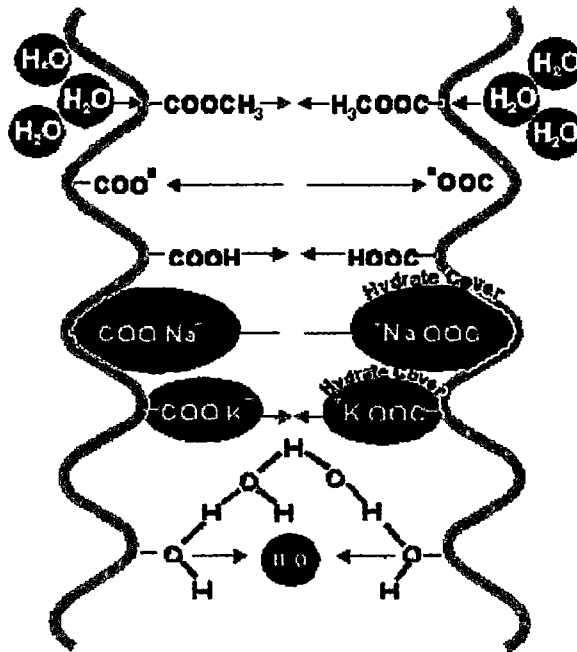


Fig. 2.14. Mecanismo de gelificación de pectinas con alto grado de metoxilo

En la figura se aprecia que la esterificación favorece la atracción de los polímeros, lo que es reforzada con la formación de puentes de hidrógeno, cuando se encuentra en solución.

Como se conoce la fisicoquímica para que la pectina forme gel. A continuación se describe las fuentes de donde se pueden obtener la pectina.

2.11.3. FUENTES DE OBTENCIÓN DE LA PECTINA

Las fuentes de obtención de la pectina, son mayormente frutas tal como se muestra a continuación:

TABLA 2.9. Composición del albedo

Origen	Contenido en pectina	%
Patata		2,5
Zanahoria		10,0
Tomate		3,0
Manzana		5,5
Torta de manzana (residuos)		17,5
Girasol		25,0
Albedo de agrios		32,5
Fibra de algodón		0,7
Pepitas de limón		6,0
Corteza de limón		32,0
Pulpa de limón		25,0
Melocotón		7,5

FUENTE: Pagán i Gilabert, Jordi (1989). Degradación enzimática y características físicas y químicas de la pectina del bagazo de melocotón. Tesis Doctoral de la Escuela Técnica Superior de la Universidad de Lleida. 1,15

Se observa que en mayor porcentaje está en la pulpa del limón

2.11.4. APLICACIONES ACTUALES DE LA PECTINA

Las pectinas son utilizadas ampliamente en la industria de alimentos como agentes hidrocoloides (gomas) gelificantes.

La pectina de Cítrico, son en la actualidad, ingredientes muy importantes en la industria de alimentos, para hacer gelatinas, helados, salsas, queso. También se emplean en otras industrias, como la farmacéutica, que requieren modificar la viscosidad de sus productos y en la industria de los plásticos, así como en la fabricación de productos espumantes, como agente de clarificación y aglutinantes⁷.

2.11.5. OTROS PRODUCTOS SIMILARES A LA PECTINA

(HIDROCOLOIDES)

Entre otros hidrocoloides se conocen por ejemplo carrageninas, alginatos, goma arábica o goma guar. Los alginatos forman gel en presencia de cationes como calcio.

⁷Devia Pineda, Jorge Enrique; (2003) "Proceso para producir pectinas cítricas"; Revista Universidad EAFIT N° 129. Pág 22.

2.12. PECTINA DE CÍTRICOS

La pectina es parte constituyente del albedo de los cítricos como se ilustra en la siguiente figura:

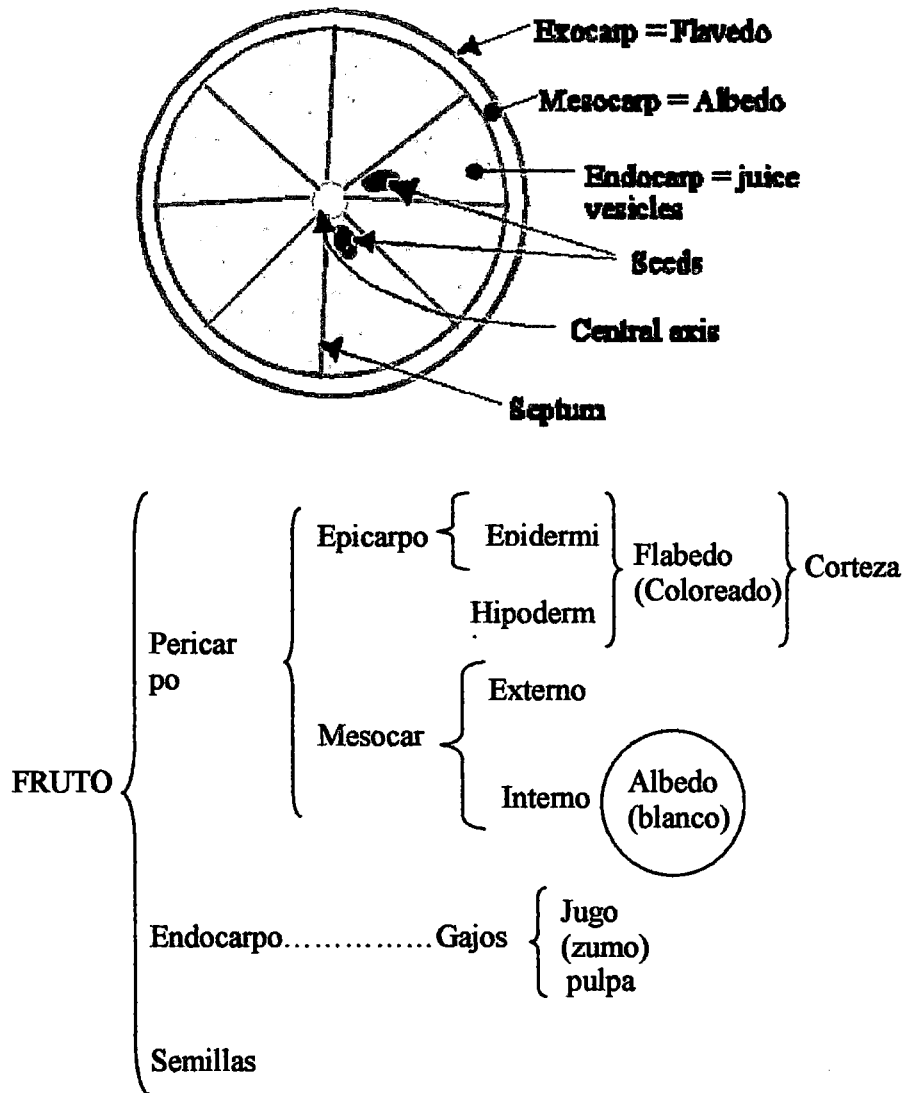


Fig. 2.15. Partes de un cítrico (naranja)

Por último hay un centro esponjoso al que también se le denomina placenta⁸.

La composición del albedo es el siguiente:

TABLA 2.10. Composición del albedo

Agua	75%
Azúcares	9,0%
Celulosa y lignina	6,5%
Sustancias pécticas	4,0%
Glucósidos (principalmente hesperidina)	3,5%
Ácidos orgánicos	1,5%
Otras sustancias	0,5%
Total	100%

FUENTE: Fálder Rivero, A.; (2003); "Enciclopedia de los alimentos"; España; 4,115-134

Una Naranja mediana contiene aproximadamente 1-2% de pectina.

2.12.1. EXTRACCIÓN DE LA PECTINA

Comercialmente, se derivan de desechos de frutas, particularmente de desechos y subproductos de la manufactura de jugos (manzana y cítricos).

La extracción de la pectina de un cítrico en laboratorio, en planta piloto, y a nivel industrial se efectúa generalmente aplicando el método de hidrólisis ácida⁹.

⁸ Proaño, L. (1971); Estudio Integral de Naranja. En: Politécnica. 2(2).

⁹ Devia Pineda, Jorge Enrique; (2003) ; "Proceso para producir pectinas cítricas" ; Revista Universidad EAFIT N° 129

utilizando como agente extractor el ácido clorhídrico diluido, siendo el agente precipitador el etanol, el que luego es filtrado y secado¹⁰.

Se tiene que tener presente que se ha obtenido el extracto de pectina de las pencas de nopal obtenido por medio de un proceso alcalino utilizando hexametáfosfato como secuestrante, coincide bien con el de pectina obtenida de cáscara de limón y de remolacha azucarera.¹¹

Según Págan J., Ibarz A., Llorca M., Pagán A., Barbosa-Cánovas G.V.¹²; 2001; para la extracción de la pectina, de frutas de mezclas de variedades y maduración de diferente estado son lavados con agua y presionados. Luego con tratamiento de agua acidificada con ácido sulfúrico, nítrico, fosfórico, acético o ácido clorhídrico a temperaturas entre 80 y 100 °C. La pectina de la naranja se extrae óptimamente con ácido nítrico a 84 °C a un pH de 1,60 por 60 minutos.

Ros, José M.; Schols Henk A.; Voragen Alfons G. J.¹³; 1995, extrajeron, caracterizaron y evaluaron la degradación enzimática de la pectina de la cáscara de limón de España, donde obtuvieron el 61,3; 12,4 y 10,4% de pectina.

¹⁰ Medicinal Chemistry Laboratory Manual

¹¹ Goycoolea V., Francisco M. y Cárdenas B., Adriana; (2001); "Propiedades gelificantes de la pectina del Nopal; "XXV Premio Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos 2001"; auspiciado por la Industria Mexicana de Coca Cola y el CONACyT".

¹² Según Págan J., Ibarz A., Llorca M., Pagán A., Barbosa-Cánovas G.V.¹²; 2001; Artículo de Investigación "Extraction and characterization of pectin from stored peach pomace" España y USA pág 605.

¹³ Ros, Jose M.; Schols Henk A.; Voragen Alfons G. J.; 1995 Artículo de investigación "Extraction, characterization, y enzymatic degradation of lemon peel pectins" Wageningen Agricultural University, Department of Food Science, Bomenweg, Netherlands 1995

2.12.2. CARACTERIZACIÓN DE LA PECTINA

La pectina tiene las siguientes características en la cáscara de mandarina y naranja¹⁴:

Cáscara de Mandarina

Rendimiento de pectina	:	12,56 %
Ácido galacturónico	:	53,48 %
Grado de esterificación	:	63,62 %
Grupos metoxilo esterificados	:	30,20 %
Tiempo de gelificación	:	96,00 segundos

Cáscara de naranja agria

Rendimiento de pectina	:	12,93 %
Ácido galacturónico	:	67,11%
Grado de esterificación	:	70,48 %
Grupos metoxilo esterificados	:	30,20 %
Tiempo de gelificación	:	58,08 segundos

¹⁴ Quijano C. E. M., Brito L. W.F., Marrufo G. J.M., Mena R. G. J., López C., J. R.; "Análisis de productos obtenidos de los desechos derivados de la Extracción del jugo de cuatro especies de cítricos que se cultivan en Yucatán" Memorias **25015-B**.; Universidad Autónoma de Yucatán; México.

A continuación se muestra los antecedentes de cómo se puede descontaminar aguas que tengan metales pesados

2.13. APLICACIÓN DE LA PECTINA PARA LA DESCONTAMINACIÓN DE METALES PESADOS DE EFLUENTES INDUSTRIALES

2.13.1. REACCIONES QUÍMICAS DE GELIFICACIÓN DE LA PECTINA CON METALES PESADOS

Según M. Kacurakova y R.H. Wilson¹⁵, 2001, La formación de complejos de pectinatos con los elementos Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} y Pb^{2+} , donde se forman coordinaciones con las cadenas de pectatos de acuerdo a la hipótesis de caja de huevo en la región de banda 1617 y 1420 cm^{-1} del espectro FT-IR. La interacción de estos cationes divalentes han sido efectuados con muestras de pectato de potasio y el pectinato 3 de potasio, con un grado de esterificación 23, 59 y 93%.

Según P. Pellerin y M.A. O'Neill¹⁶ en su trabajo intitulado "The interaction of the pectic polysaccharide Rhamnogalacturonan II with heavy metals and lanthanides in wines and fruit juices" afirma que: La formación de complejos de cationes divalentes

¹⁵ Kacurakova, M. y Wilson R.H.; 2001; Artículo "Developments in mid-infrared FT spectroscopy of selected carbohydrates"; Institute of chemistry, Slovak Academy of Sciences and Institute of Food Research, Norwich Research Park, Colney, Norwich; pág 295.

¹⁶ P. Pellerin y M.A. O'Neill; Artículo; 1998 "The interaction of the pectic polysaccharide Rhamnogalacturonan II with heavy metals and lanthanides in wines and fruit juices"; *ANALISIS MAGAZINE*, 1998, 26, N° 6 © EDP Sciences, Wiley-VCH

con grupos de ácido carboxílico de ácidos urónicos de pectinas esta bien establecida. Como quiera un polisacárido péctico, Rhamnogalacturonan II, existe como un ester borato dímero cruzado y enlazado que forma complejos de coordinación con cationes divalentes selectos (Pb, Ba, y Sr) y trivalentes lantánidos. El complejo Cation-Rhamnogalacturonan II cuenta la mayoría de plomo en vinos y jugos de frutas y puede también contener para algunos de los metales pesados presentes en paredes de células de plantas

La pectina ayuda a nuestro cuerpo a eliminar metales pesados como el plomo y mercurio¹⁷.

2.13.2. PARÁMETROS REQUERIDOS PARA FORMAR EL GEL DE PECTINA

Los factores del medio más importantes que influyen en la formación del gel son:

- La temperatura
- El pH
- Los iones

-Temperatura. Cuando se enfría una solución caliente que contiene pectina las energías térmicas de las moléculas decrecen y su tendencia a gelificar aumenta. Cualquier sistema que contenga pectina, tiene un límite superior de temperatura por

¹⁷ <http://www.enbuenasmanos.com/articulos/muestra.asp?art=62>

encima de la cual la gelificación nunca ocurrirá. Por debajo de esta temperatura crítica, las pectinas de bajo metoxilo gelifican casi instantáneamente mientras que la gelificación de las de alto metoxilo depende del tiempo. En contraste con las pectinas de bajo metoxilo, las de alto no son termorreversibles.

-pH. La pectina es un ácido con pK de aproximadamente 3,5. Un porcentaje alto de grupos ácido disociados respecto a no disociados hace la pectina más hidrofílica. Por lo tanto, la tendencia a gelificar aumenta considerablemente al bajar el pH. Esto se hace especialmente evidente en pectinas de alto metoxilo las cuales requieren normalmente un pH por debajo de 3,5 para gelificar. El pH para pectinas con bajo grupo metoxilo esta comprendido entre 2,5 y 6,5.

2.13.3.MECANISMOS

El mecanismo de la formación del gel está basado en la interacción de los metales divalentes con las cadenas de pectina, formando enlaces coordinados, donde existe la formación de ligandos entre la cadena péctica y el metal, los radicales carboxílicos son los que se encargan de unirse a los metales, por ello es conveniente, que la pectina contenga una proporción considerable de este radical ya que se efectúa el intercambio del ión hidrógeno con el calcio

III. PARTE EXPERIMENTAL

Descrita aspectos teóricos referentes a la remoción de metales pesados utilizando la pectina como material biodegradable. A continuación se describen las fases de las etapas experimentales:

1. Extracción de la pectina del albedo de la naranja y caracterización
 - Obtención de muestras de naranja
 - Extracción de la pectina del albedo
 - Caracterización de la pectina: Determinación del grado de esterificación
2. Determinación de la capacidad de remoción de los metales Cu, Zn , Cd, Pb, y Hg
3. Determinación de la eficiencia de remoción de los metales contenidos en el efluente de un drenaje ácido de mina

A continuación se describe la metodología utilizada

3.1. EXTRACCIÓN DE LA PECTINA DEL ALBEDO DE LA NARANJA Y CARACTERIZACIÓN

Para la extracción de la pectina se procedió, primeramente ha obtener las muestras de naranja, para luego obtener el albedo que tiene la cáscara, y seguidamente se efectuó su caracterización respectiva, como se describe en esta sección

3.1.1. OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS DE NARANJA

Las muestras de naranja se obtuvieron, adquiriendo del mercado de frutas en ciudad de Juliaca los que fueron procedentes de la Provincia de sandia, las muestras fueron en número de 25 para cada extracción de pectina. Se efectuaron las extracciones requeridas para, completar todo el programa experimental, según el procedimiento que se describe a continuación.

3.1.2. EXTRACCIÓN DE LA PECTINA DEL ALBEDO DE LA NARANJA

Una vez obtenida las naranjas, se procedió a la extracción y la metodología empleada para la extracción de la pectina, fue por hidrólisis acuosa, es decir al albedo de la cáscara de naranja que se tenía en pequeños trozos, se le llevó a ebullición 45 minutos, a la parte líquida que tenía la pectina se le precipitó con etanol para separarle del agua, como se describe seguidamente.

ENSAYO PRELIMINAR

En esta parte del trabajo de investigación, se desarrollaron pruebas de laboratorio con una pequeña proporción de muestra de cáscara de naranja.

MATERIALES y EQUIPOS

- 1 Vaso de precipitados de 250 mL o extractor soxhlet
- Cocinilla eléctrica
- Equipo de filtración (embudo de vidrio, papel filtro, soporte de embudo, vaso de precipitado)
- Balanza analítica

REACTIVOS

- Una Naranja
- Etanol al 95% en volumen
- Agua destilada
- Ácido Clorhídrico diluído 100 ml (0,1 N)

PROCEDIMIENTO

1. Triturar 20 gramos de cáscara de naranja (sin la piel externa) y ubique en 250 mL de un frasco de ataque para un Soxhlet extractor.
2. Adicionar 100 mL de ácido clorhídrico diluido y hervir suavemente por una hora. Este proceso disuelve la pectina de la cáscara y lo transfiere a la solución.
3. Después refrigerar, adicionar 100 mL de 95% de etanol, quién precipita la pectina. Filtrar, secar, y pesar. El polvo es blanco amarillento, casi inodoro, poseendo un tacto mucílago

EXTRACCIÓN DE LA PECTINA PARA ENSAYOS DE CARACTERIZACIÓN Y PRUEBAS DE REMOCIÓN DE METALES PESADOS

MATERIALES y EQUIPOS

- 1 Recipientes de 3 litros de capacidad
- Cocinilla eléctrica
- Equipo de filtración (tela fina para filtro, otro recipiente de 3 litros de capacidad)
- Balanza de triple barra
- Balanza analítica

REACTIVOS

- 25 Naranjas
- 2 litros de Etanol al 95% en volumen
- Agua destilada
- Ácido Clorhídrico diluido 2,5 l (0,1 N) (Opcional ya que es posible la extracción sin ácido)

PROCEDIMIENTO

1. Triturar 25 Naranjas la cáscara de naranja (sin la piel externa) y ubique en el recipiente de 3 litros.
2. Adicionar 2,5 litros de ácido clorhídrico diluido (Opcional puede reemplazarse sólo agua destilada) y hervir suavemente por una hora. Este proceso disuelve la pectina de la cáscara y lo transfiere a la solución.

3. Después refrigerar, adicionar 2 litros de 95% de etanol, quien precipita la pectina. Filtrar, secar, y pesar. El polvo es blanco amarillento, casi inoloro, poseendo un tacto mucilago

3.1.3. CARACTERIZACIÓN DE LA PECTINA

Una vez extraída la pectina del albedo de la cáscara de naranja. Se caracterizó determinando el grado de acidez y el grado de esterificación, para la determinación del grado ácido se efectuó por el método de análisis volumétrico, empleándose hidróxido de sodio y para el grado de esterificación un exceso de hidróxido de sodio en la misma solución ayudó a saponificar la pectina, es decir que reaccione con todos los grupos metoxilo. Luego con una titulación con ácido clorhídrico se determino el hidróxido de sodio sobrante, y así finalmente los volúmenes gastados del agente titulante en cada etapa del análisis permitieron caracterizar la pectina. Como se detalla en esta sección, en el ensayo de pectina para grupos metoxilo y ensayo para el ácido galacturónico; en la primera parte se incluye la caracterización, como también la determinación del OCH_3 - (grupo metoxilo); En la segunda los cálculos que determinan la masa del ácido galacturónico.

3.1.3.1. ENSAYO DE PECTINA PARA GRUPOS METOXILO

MATERIALES Y EQUIPOS

- Vaso de 500 mL
- Agitador Magnético

Equipo de titulación

- 5 Matraces erlenmeyer
- 2 Buretas de 50 mL
- Soporte universal

REACTIVOS

- 10 mL de solución de pectina
- 50 ml Hidróxido de Sodio 0,1N (NaOH)
- 50 ml ácido Clorhídrico 0.1N (HCl)
- Fenolftaleína

PROCEDIMIENTO

1. Transferir 10 mL de solución de pectina extraída a un vaso de 500 mL .
2. Añadir 100 mL de agua recientemente hervida y enfriada, tapar y remover ocasionalmente hasta que la pectina este completamente disuelta.
3. Añadir 5 gotas de fenolftaleína y titular con 0,1 N de NaOH y anotar los resultados de la titulación inicial.

4. Añadir 2 mL de 0,1 N de NaOH de nuevo, tapar y agitar. Dejar y reposar por 15 minutos.
5. Añadir exactamente 2 mL de 0,1 N de HCl y agitar hasta que el color rosa desaparezca.
6. Después añadir 3 gotas de fenolftaleína titular con 0,1 N de NaOH hasta una persistente débil color rosa. Cada mL de 0,1 N de NaOH es la titulación de saponificación y es equivalente a 3,104 mg de metoxi (-OCH₃) en una base no seca.: Resultado..... mL (NaOH) x 3,104..... mg (-OCH₃)

3.1.3.2. ENSAYO PARA EL ÁCIDO GALACTURÓNICO

Cada mL del 0,1 N de NaOH usado en la titulación total (más saponificación inicial) equivalente a 19,414 mg de ácido galacturónico (C₅H₉O₅COOH) en una base seca.

Resultados:

Titulación inicial	mL NaOH
Titulación de saponificación.....	mL NaOH
Total	=	mL NaOH
x 19,414	=	mg de ácido galacturónico

Luego de caracterizar la pectina se procedió a la determinación de la capacidad de remoción de los metales pesados, como sigue.

3.2. DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE LOS METALES PESADOS CON LA PECTINA

La determinación de la capacidad de remoción de los metales pesados con la pectina, se desarrollo de acuerdo al diseño experimental propuesto, como se muestra en la sección 3.2.1 siguiente y dentro de este diseño, la metodología empleada para la determinación de los metales pesados fue como se muestra en la tabla siguiente:

TABLA 3.1. Control y registro de variables

VARIABLES	METODOS
. Níquel	Volumétrico
. Cobre	Volumétrico
. Zinc	Volumétrico
. Cádizio	Absorción atómica
. Plomo	Absorción atómica
. Mercurio	Absorción atómica
. pH	Potenciométrico

ELABORACIÓN: El autor

Los métodos de análisis elegidos fueron, teniendo en cuenta el grado de toxicidad que presentan cada uno de ellos, basándose en los límites permisibles que se muestran en las tablas 2.4, 2.6 y 2.7. en esta parte se describe:

- El diseño experimental de la investigación y
- El desarrollo experimental de la investigación

3.2.1. DISEÑO EXPERIMENTAL PARA LA INVESTIGACIÓN

El desarrollo del diseño experimental comprendió la elaboración de una matriz de diseño, mediante las siguientes etapas:

1. Identificación de variables
2. Elección del diseño experimental
3. formulación o propósito
4. Niveles de las variables independientes
5. Codificación de variables y matriz de diseño

Las etapas mencionadas se muestran, como sigue.

1. IDENTIFICACIÓN DE LAS VARIABLES

VARIABLES INDEPENDIENTES

1. pH de la solución
2. Temperatura

VARIABLE DEPENDIENTE

1. Concentración del ión metálico en el filtrado

PARÁMETROS DE TRABAJO

- Concentración de pectina: 34,72 g/l
- Concentración de las soluciones con los iones: 0,1N
- Tiempo de agitación ½ hora
- Condiciones ambientales:

. Temperatura ambiente: 10-20 °C

. Presión atmosférica: 486 mmHg

. Humedad relativa: 30- 50 %

2. ELECCIÓN DEL DISEÑO EXPERIMENTAL

Se aplicó el DISEÑO FACTORIAL CENTRADO DE DOS FACTORES

$$2^2 = 4 \text{ ensayos experimentales}$$

El número dos del exponente significa 2 las dos variables independientes como es el pH y temperatura, la base 2 significa el manejo de dos niveles para cada variable independiente, el mínimo y el máximo.

3. FORMULACIÓN O PROPÓSITO

De acuerdo al diseño experimental propuesto se obtendrá la siguiente ecuación

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2$$

4. NIVELES DE LAS VARIABLES INDEPENDIENTES

TABLA 3.2. Niveles de las variables independientes

VARIABLE	UNIDAD DE MEDIDA	NIVELES	
		MINIMO	MAXIMO
A: pH	pH	1	9
B: Temperatura	° C	10	87

ELABORACIÓN: El autor

4. CODIFICACIÓN DE VARIABLES Y MATRIZ DE DISEÑO

TABLA 3.3. Matriz de diseño

PRUEBA	COMBINACIÓN DE NIVELES DE LAS VARIABLES NATURALES		MATRIZ DE DISEÑO	
	A= pH	B=Temperatura	X ₁	X ₂
1	1	10	-1	-1
2	11	87	+1	-1
3	1	10	-1	+1
4	11	87	+1	+1

ELABORACIÓN: El autor

La tabla anterior es una matriz de cuatro ensayos experimentales, para combinaciones de pH y temperatura en los niveles máximo y mínimo, de esta se desarrolla una más elaborada como se muestra en la tabla 3.4. de las pruebas experimentales.

3.2.2. DESARROLLO EXPERIMENTAL DE LA INVESTIGACIÓN

El siguiente procedimiento corresponde a los ensayos que se efectuaron con el catión Cobre, el mismo procedimiento se considera para los otros cationes de metales

MATERIALES Y EQUIPO

- 7 Vasos de precipitado de 250 mL
- Agitador Magnético
- Termómetro

- 1 Matraz aforado de 250 mL
- Equipo de filtración (Papel filtro, embudo)

REACTIVOS

- Sal soluble del catión en estudio (ejemplo CuSO_4) para evaluar la remoción del Cobre
- Agua destilada

PROCEDIMIENTO

1. Preparar siete soluciones de sulfato de cobre (CuSO_4) con una concentración de 0,1 N y un volumen de 100 mL cada uno con las siguientes características
 - 2 soluciones con pH 1
 - 2 soluciones con pH 11
 - 3 soluciones con pH 4,5 (adicional para ver el comportamiento en los puntos intermedios)
2. Verter las soluciones preparadas de sulfato de cobre preparada en 7 vasos precipitados (100 mL a cada vaso) y codificar
3. A cada recipiente agregar 10 mL de pectina extraída
4. Llevar a una agitación de ½ hora cada recipiente, a las siguientes condiciones de pH y temperatura.

TABLA 3.4. Pruebas experimentales

PRUEBA	COMBINACIÓN DE NIVELES DE LAS VARIABLES NATURALES	
	A= pH	B=Temperatura
1	1	10
2	11	87
3	1	10
4	11	87
5	4,5	20
6	4,5	20
7	4,5	20

ELABORACIÓN: El autor

5. Filtrar la gelificación formada
6. Determinar la concentración del residuo líquido y anotar los resultados
7. Repetir el procedimiento del 2 al 6 , pero en esta vez llevar a ebullición por 5 minutos cada una de las muestras enfriar por una noche, filtrar y determinar la concentración del residuo líquido

Repetir este procedimiento para evaluar el comportamiento de la pectina con el resto de metales pesados.

De los resultados determinar el metal que tiene mejor afinidad a la pectina

3.2.2.1. DETERMINACION DE LA CONCENTRACIÓN DE LOS METALES PESADOS

Luego de desarrollar los ensayos para la remoción de los iones de metales pesados con pectina de acuerdo al programa experimental, planificado con el diseño

experimental, se determinaron las concentraciones de estos iones siguiendo los procedimientos siguientes:

1. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL COBRE

Se determinó la concentración del cobre por análisis volumétrico con EDTA, con el procedimiento siguiente.

- Agregar 10 mL de la muestra problema en un matraz erlenmeyer
- Disolver la muestra con 50 mL de agua destilada
- Agregar dos a tres gotas de solución concentrada o una muy pequeña porción del polvo de indicador murexida
- Agregar 15 gotas de solución buffer de pH 10
- Efectuar la titulación con una solución estándar de EDTA 0,01 M hasta el cambio a coloración violeta
- Registrar el volumen gastado en la bureta
- Efectuar los cálculos volumétricos para la determinación de la concentración del cobre

$$C_{ppm} = \frac{V_{EDTA} M_{EDTA} \bar{M}_{Cu}}{V_{MUESTRA}} \times 10^3$$

Donde: Cppm = concentración en partes por millón (mg/L)

M_{EDTA} = peso molecular de EDTA

\bar{M}_{Cu} = peso molecular del cobre

2. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL NIQUEL

Se determinó la concentración del níquel por análisis volumétrico con EDTA, con el procedimiento siguiente:

- Agregar 10 mL de la muestra problema en un matraz erlenmeyer
- Disolver la muestra con 50 mL de agua destilada
- Agregar dos a tres gotas de solución concentrada o una muy pequeña porción del polvo de indicador murexida
- Agregar 5 mililitros de solución buffer de pH 10
- Efectuar la titulación con una solución estándar de EDTA 0,01 M hasta el cambio a coloración violeta
- Registrar el volumen gastado en la bureta
- Efectuar los cálculos volumétricos para la determinación de la concentración del níquel.

$$C_{ppm} = \frac{V_{EDTA} M_{EDTA} \bar{M}_{Ni}}{V_{MUESTRA}} \times 10^3$$

3. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE ZINC

Se determinó la concentración del zinc por análisis volumétrico con EDTA, con el procedimiento siguiente:

- Agregar 10 mL de la muestra problema en un matraz erlenmeyer
- Disolver la muestra con 50 mL de agua destilada

- Agregar dos a tres gotas de solución concentrada o una muy pequeña porción del polvo de Erio T
- Agregar 5 mililitros de solución buffer de pH 10.
- Efectuar la titulación con una solución estándar de EDTA 0,01 M hasta el cambio de coloración rojo a azul.
- Registrar el volumen gastado en la bureta
- Efectuar los cálculos volumétricos para la determinación de la concentración del zinc.

$$C_{ppm} = \frac{V_{EDTA} M_{EDTA} \bar{M}_{Zn}}{V_{MUESTRA}} \times 10^3$$

4. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE PLOMO

Se determinó la concentración del plomo por análisis volumétrico con EDTA, con el procedimiento siguiente:

- Agregar 10 mL de la muestra problema en un matraz erlenmeyer
- Disolver la muestra con 50 mL de agua destilada
- Agregar dos a tres gotas de solución concentrada o una muy pequeña porción del polvo de Erio T
- Agregar 5 mililitros de solución buffer de pH 10.
- Efectuar la titulación con una solución estándar de EDTA 0,01 M hasta el cambio de coloración violeta a azul claro
- Registrar el volumen gastado en la bureta

- Efectuar los cálculos volumétricos para la determinación de la concentración del plomo.

$$C_{ppm} = \frac{V_{EDTA} M_{EDTA} \bar{M}_{Pb}}{V_{MUESTRA}} \times 10^3$$

La determinación de plomo por espectrofotometría de absorción atómica se desarrolló con los materiales aparatos y procedimiento siguiente:

MATERIAL Y APARATOS.

- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Lámpara de plomo.
- Material de vidrio

REACTIVOS

- Ácido nítrico al 70 por 100 (d = 1,41) p.a.
- Ácido nítrico al 1 por 100 en agua destilada (v/v).
- Ácido clorhídrico al 37 por 100 (d=1,19) p.a.
- Disolución de ácido nítrico y ácido clorhídrico.
- Disolución patrón de 1.000 mg de pb/l. Disolver 1.598 mg de (no 3) 2 pb p.a. enrasando a 1 litro con ácido nítrico al 1 por 100.

PROCEDIMIENTO

- Preparación de la muestra. Disolver la muestra con la disolución de ácido nítrico, llevar a un matraz de 10 mL y enrasar con dicha disolución.
- Construcción de la recta de calibración. Diluir alícuotas apropiadas de la disolución patrón con la disolución de ácido para obtener una recta de calibración dentro de los límites apropiados en mg/l de plomo.
- determinación. Operar según las especificaciones del aparato. Las longitudes de onda para leer el plomo son 217 o 283,3 NM.
- Cálculos. Calcular el contenido en plomo, expresado en mg/L, mediante comparación con la correspondiente recta de calibración, y teniendo en cuenta el factor de dilución. El límite de cuantificación del método es de 0,03 ppm.

5. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE CADMIO

La determinación de cadmio por espectrofotometría de absorción atómica se desarrollo con los materiales, aparatos y procedimiento siguiente:

MATERIAL Y APARATOS

- Lámpara de cadmio
- Los utilizados para el plomo

REACTIVOS

- Los utilizados para el plomo
- Disoluciones de ácido clorhídrico.
- Disolución patrón de 1.000 mg de Cd/l. Disolver 1.000 mg de cadmio puro p.a. en el mínimo volumen necesario de ácido clorhídrico al 50 por 100 y diluir a 1 litro con ácido clorhídrico al 1 por 100.

PROCEDIMIENTO

- Preparación de la muestra (como para el plomo).
- Construcción de la recta de calibración. Diluir alícuotas apropiadas de la disolución patrón con la disolución de ácido para obtener una recta de calibración dentro de los rangos especificados.
- Determinación. Operar según las especificaciones del aparato. La longitud de onda 228,8 NM.
- Cálculos. Calcular el contenido en cadmio, expresado en mg/L, mediante comparación con la correspondiente recta de calibración, y teniendo en cuenta el factor de disolución. El límite de cuantificación del método es de 0,005 ppm.

6. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE MERCURIO

La determinación de mercurio por absorción atómica con técnica de vapor frío previa digestión de la muestra, se desarrolló con los materiales aparatos y procedimiento siguiente:

MATERIAL Y APARATOS

- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Lámpara de mercurio.
- Cámara de absorción acoplable al espectrofotómetro.
- Equipo de reducción del ion mercurio a mercurio metálico y de arrastre hasta la cámara de absorción, incluyendo sistema de desecación.
- Registrador grafico de voltaje y velocidad de registro variable.
- Material de vidrio corriente de laboratorio lavado con ácido nítrico (1:1) y enjuagado con agua destilada.

REACTIVOS

- Ácido nítrico 70 por 100 ($d=1,41$) p.a.
- Cloruro estannoso p.a. al 10 por 100 disuelto en ácido clorhídrico al 10 por 100 (prepararse en el momento de su utilización).
- Disolución patrón de mercurio concentrada de 1.000 mg/l. Disolver 0,1354 g de cloruro mercúrico ($HgCl_2$) p.a. en 75 mL de agua destilada.

- Disolución patrón de mercurio de 0,1 mg/l. Se obtiene de la anterior por sucesivas diluciones con agua destilada. Debe prepararse, al igual que las disoluciones intermedias, diariamente.

PROCEDIMIENTO

- Preparación de la muestra: Transferir las disoluciones a matraces de 100 mL y enrasar con agua destilada.
- Determinación: se analiza la muestra por la técnica de vapor frío de absorción atómica, según las instrucciones propias del aparato, utilizando cloruro estannoso como agente reductor, siendo la longitud de onda de 253,7 nm.
- Construcción de la recta de calibración: se obtiene representando en abcisas los contenidos en mercurio de los patrones preparados con alícuotas de solución patrón de 0,1 mg/L, de forma que contengan la concentración de mercurio dentro del rango especificado, y en ordenadas la altura de los correspondientes máximos de absorción. Dichos patrones, al igual que el blanco, se habrán sometido al mismo procedimiento que las muestras.
- Cálculos. Calcular el contenido en mercurio, expresado en mg/L, mediante comparación con la correspondiente recta de calibración, y teniendo en cuenta el factor de dilución. El límite de cuantificación del método es de 0,001 ppm.
- Observaciones. La lectura del contenido de mercurio se podrá realizar alternativamente utilizando el accesorio de generación de hidruros.

3.3. DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE LOS METALES PESADOS DE UN EFLUENTE DE DRENAJE ÁCIDO DE MINA

Para realizar esta prueba se ha elegido, el efluente del drenaje ácido de la mina abandonada Pompería localizada a 8 Km. de la ciudad de Puno dirección a Moquegua

MATERIALES Y EQUIPO

- 2 Vasos de precipitado de 1000 mL
- Agitador Magnético
- 1 Matraz aforado de 250 mL
- Equipo de filtración (Papel filtro, embudo)
- pHmetro

PROCEDIMIENTO

1. Muestrear el efluente líquido de un drenaje ácido de mina, 1 litro en volumen.
2. Caracterizar, la muestra líquida del efluente determinando las concentraciones de metales pesados que contiene.
3. Verter 10 mL de la muestra en un vaso de precipitado, de volumen 500 mL
4. Agregar al recipiente 10 mL de solución de pectina.
5. Agitar las muestras durante media hora y registrar las condiciones de pH y temperatura y determinar las concentraciones respectivas de los iones.

IV. RESULTADOS Y DISCUSION

Teniendo en consideración la parte experimental, descrita anteriormente, de su desarrollo, se obtuvieron los resultados que se describen a continuación en el orden siguiente:

1. Resultados de la extracción y caracterización de la pectina del albedo de la cáscara de naranja.
2. Resultados de la capacidad de remoción de los metales pesados con la pectina
3. Resultados de la remoción de metales pesados, del drenaje ácido de la mina abandonada Pompería.

4.1. RESULTADOS DE LA EXTRACCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PECTINA DEL ALBEDO DE LA CÁSCARA NE NARANJA

Una vez que se extrajo la pectina de la cáscara de naranja de la parte denominada albedo; se determinó el porcentaje de contenido de esta sustancia extraída, también se calculó la concentración en el agua donde se extrajo; así mismo se caracterizó; tal como se muestra seguidamente:

4.1.1. RESULTADOS DEL PORCENTAJE DE PECTINA EN LA CÁSCARA DE NARANJA

Los resultados correspondientes a la extracción de pectina de la cáscara de naranja por hidrólisis acuosa, se muestran en la siguiente tabla:

TABLA 4.1. Porcentaje de pectina en la cáscara de naranja

Nº Ensayo	Nº Naranjas	Peso Naranjas Gramos	Peso de cáscara	Peso de pectina gramos	Porcentaje de pectina en la cáscara
1	10	1343,9	342,5	1,4	0.41
2	10	1240,1	340,1	1,8	0.53
3	10	1145,0	350,2	1,6	0,46
4	10	1342,2	344,4	1,9	0,55
5	10	1096,3	300,2	1,5	0.50

ELABORACIÓN: El autor

Análisis estadísticos en el porcentaje de contenido de pectina:

Promedio = 0.49 %

Desviación estándar = 0.05612

Desviaciones (0,08) (0,04) (0,03) (0,06) (0,01)

Desviación al 95% $0.49 \pm 2(0.056) = 0,602$ máximo 0,378mínimo

Los valores del resultado del pectina porcentaje de pectina se encuentran en los rangos de desviación al 95%, por lo tanto se afirma que los ensayos experimentales han sido correctos

De la tabla anterior se deduce que el peso de la cáscara de cada naranja es 33,548 g en promedio, por lo tanto el contenido de pectina que es el 0,49% es decir 0,16g. Se debe tener presente que si se extrae en medio ácido o por más de una vez se puede obtener más de este porcentaje. El porcentaje extraído es bajo en comparación con la sección 2.11.2; que indica que una cáscara agria tiene 12,93 %, en contenido de pectina.

Otra observación importante, cuando las naranjas son frescas tienen más albedo, que cuando son muy maduras; fenómeno que se observó, al desarrollar el proceso de extracción.

Luego de haber extraído la pectina, en agua por ebullición, se determinó su concentración en esta solución, cuyo resultado, se muestra a continuación.

4.1.2. DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE LA PECTINA EXTRAÍDA

Para la determinación de la concentración de pectina extraída por hidrólisis acuosa, se seco 10 mL de pectina en solución en una estufa tal como fue descrita en la parte experimental, cuyos cálculos se muestran en la siguiente tabla:

TABLA 4.2. Determinación de la concentración de pectina

Ensayo	1	2	3
Peso de cápsula de porcelana (g)	90,901	90,4027	90,9124
Peso de cápsula más 10 mL de muestra (g)	100,8938	100,5195	100,9001
Peso de muestra (g)	9,9928	10,1168	9,9877
Peso muestra seca mas cápsula (g)	91,2592	90,7374	91,2611
Peso de muestra seca (pectina) (g)	0,3582	0,3347	0,3487
Densidad de pectina en solución (g/cc)	0,99928	1,01168	0,99877
Concentración de pectina (g/mL)	0,03582	0,03347	0,03487
Concentración de pectina (g/l)	35,82	33,47	34,87
Valor promedio (g/l)	34,72		

FUENTE: Elaboración Propia

De la tabla anterior, la Concentración de Pectina es 34,72 g/l. Este es un valor que permite determinar los gramos de pectina ha utilizar de un determinado volumen de solución. También la tabla indica que en 10 mL de solución de pectina se tiene 0,3472 g de pectina sólida.

4.1.3. RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE LA PECTINA EXTRAIDA

Una vez extraída la pectina o colocada en solución de agua, se aprovechó esta solución para caracterizarla y se tomo 10 mL de muestra en un matraz erlenmeyer, se tituló con hidróxido de sodio 0,1 N y ácido clorhídrico según el procedimiento indicada en la parte experimental 3.1.3.1. Cuyos resultados de Grado de esterificación y grado de acidez se muestran en la siguiente tabla:

TABLA 4.3. Grado de esterificación y grado ácido de la pectina extraída

Nº	Primer Gasto NaOH (mL)	Sapo_nificación Exceso NaOH (mL)	Neutra_lización HCl (mL) a 15 min	Segundo gasto NaOH (mL)	Total Gasto NaOH (mL)	Grado de Esterificación %	Grado Acido %
1	1,200	2,000	2,000	0,610	1,810	33,70	66,30
2	0,840	2,000	2,000	0,640	1,480	43,24	56,76
3	0,902	2,000	2,000	0,516	1,418	36,39	63,61
4	0,852	2,000	2,000	0,652	1,504	43,35	56,65
5	0,950	2,000	2,000	0,600	1,550	38,71	61,29

ELABORACIÓN: El autor

Análisis estadísticos en el grado de esterificación de la pectina:
 Promedio = 30,08 % (Grado acido 69,92 %)

Desviación estándar = 4,23

Desviación al 95% $30,08 \pm 2(4,23) = 47,56$ máximo 30,60 mínimo

Los valores del resultado del porcentaje de pectina se encuentran en los rangos de desviación al 95%, por lo tanto se afirma que los ensayos experimentales han sido correctos.

De los resultados de la tabla anterior se observa, un grado de esterificación de 30,08%, lo que indica que es un tipo de pectina de BAJO GRADO METOXILO, por lo tanto, como se discutió en la sección 2.10.2.2-2, este tipo de pectina gelifica formando complejos con iones de carga positiva como son los metales pesados, por lo que es un resultado que favorece la remoción de estos elementos.

De la etapa de la titulación que corresponde a la saponificación se determinó la masa de grupo metoxilo tal como se muestra a continuación:

MASA DEL GRUPO METOXILO

Promedio de NaOH gastados en la etapa de saponificación: 0,604 mL

Masa del grupo metoxilo: $0,604 \times 3,104 = 1,875$ mg de grupo metoxilo

El valor de 3,0104 viene de:

1 meq de NaOH = 1 meq de $-\text{OCH}_3$

$$\overbrace{\frac{\text{NaOH}}{VN}} = \frac{W}{\text{meq} - \text{OCH}_3}$$

$$\overbrace{1\text{mL} \times 0,1 \frac{\text{meq}}{\text{mL}}}_{\text{NaOH}} \times \frac{31,04\text{mgOCH}_3}{1\text{meqNaOH}} = 3,104\text{mgOCH}_3$$

1,875 mg de $-\text{OCH}_3$, están contenidos en 0,3472 g de pectina sólida

Seguidamente se determina los miligramos de ácido galacturónico, contenidos en los 0,3472 g de pectina analizada:

RESULTADOS EN ÁCIDO GALACTURÓNICO

De la tabla anterior se tiene los siguientes promedios:

Titulación inicial	0.949 mL de NaOH
Titulación de saponificación	0,604 mL de Na OH
Total	1,553 mL de NaOH
$1,553 \times 19,414$	30,150 mg de ácido galacturónico en 0,3472 g de pectina

El valor de 19,414 viene de la masa del ácido galacturónico ($C_5H_9O_5COOH$)

Si se conoce la estructura de la pectina, se puede determinar la masa caracterizada, a partir de los volúmenes gastados en la titulación. La titulación inicial permite determinar la masa de ácido galacturónico dentro del polímero, la titulación de saponificación permite calcular la fracción de ácido galacturónico esterificado. Si se suman estas masas resulta la masa de pectina caracterizada, pero a este valor resultante se debe sumar la masa de los átomos que están en los extremos de la cadena, como en este caso es un OH y H.

Teniendo en cuenta la consideración anterior, se calcula la masa total de la pectina caracterizada.

MASA TOTAL DE LA PECTINA CARACTERIZADA

Si las masas de la fracción ácida y esterificada, en la pectina es como se muestra en la siguiente figura:

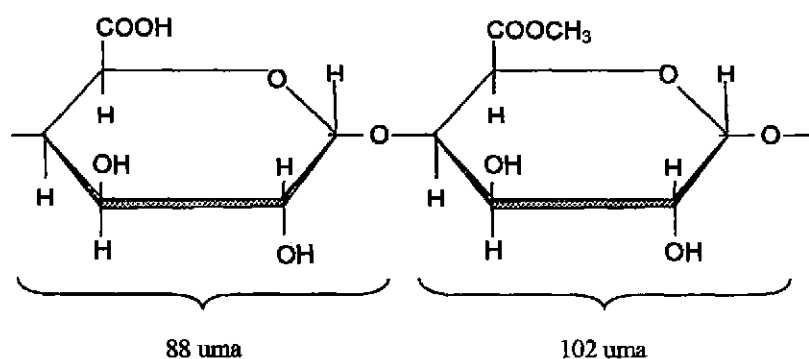


Fig. 4.1. Peso Molecular de la Fracción ácida y esterificada de la Pectina

La masa total resultaría:

Masa de la fracción ácida	$0,949 \times 8,8 \text{ mg} = 8,351 \text{ mg}$
Masa de la fracción esterificada	$0,604 \times 10,2 \text{ mg} = 6,161 \text{ mg}$
Masa de H ₂ O en los extremos del polímero	1,8 mg
Masa Total	16,312 mg

De acuerdo a la muestra caracterizada que tenía una masa de 0,3472 g, vale indicar que sólo se caracterizó 0,016312 g es decir el 4,698%. De aquí se asume lo siguiente:

- La pectina contiene otras sustancias que requiere ser investigada.
- Un porcentaje de la pectina puede tener otros sustituyentes

Lo más importante de la pectina analizada es su grado de acidez, esta característica permite determinar su capacidad de reacción con los cationes metálicos que se estudian. Aplicando la estequiometría de la química, se puede predecir la cantidad de ión metálico que reaccionará, como se puede apreciar en seguida.

CAPACIDAD REACTIVA CONSIDERANDO LA FRACCIÓN ÁCIDA

Si la normalidad del hidróxido de sodio es 0,1 Normal, y el volumen gastado en la titulación fue de 0,949 mL, el número de miliequivalentes-gramo del ácido está dado por:

$$\text{Numero miliequivalente-gramo} = \text{numero meq-g} = 0,1 \times 0,949 = 0,0949 \text{ meq-g}$$

Este valor permitirá determinar la eficiencia de reacción con los iones de metales pesados. Teniendo en cuenta que 1 meq-g de pectina reacciona con 1 meq-g de catión metálico cuyo valor en gramos está descrito en la siguiente tabla

$$1 \text{ meq-g pectina} = 1 \text{ meq-g Cation metálico}$$

También:

$$1 \text{ meq-g pectina} = 1 \text{ meq-g Sal de Cation metálico}$$

De aquí los miligramos de los iones metálicos que se pueden atrapar se puede determinar teóricamente.

Para determinar la cantidad de metal pesado que se estudia, que se puede atrapar, se requiere conocer la masa de un meq-g de cada ión metálico. Lo que se muestra a continuación, en la siguiente tabla:

TABLA 4.4. Miliequivalentes de los iones metálicos

Ión Metálico	Masa de 1 mol	Masa de 1 eq-g	Masa de 1 meq-g	Masa de 1 meq-g
Cu ⁺⁺	63,54	63,54/2	63,54/2000	0,03177 g
Ni ⁺⁺	58,31	58,31/2	58,31/2000	0,02916 g
Zn ⁺⁺	65,37	65,37/2	65,37/2000	0,03269 g
Cd ⁺⁺	112,40	112,40/2	112,40/2000	0,05620 g
Pb ⁺⁺	207,19	207,19/2	207,19/2000	0,10360 g
Hg ⁺⁺	200,59	200,59/2	200,59/2000	0,10030 g

ELABORACIÓN : El autor

La última columna resulta de la operación indicada en la penúltima columna

De la tabla anterior deducimos que teóricamente que 0,3472 gramos de pectina

reaccionarían con:

$$\begin{aligned}
 &0,0949 \text{ meq-g} \times 0,03177 \text{ g/ meq-g} = 0,00301 \text{ g de Cu} \\
 &0,0949 \text{ meq-g} \times 0,02916 \text{ g/ meq-g} = 0,00277 \text{ g de Ni} \\
 &0,0949 \text{ meq-g} \times 0,03269 \text{ g/ meq-g} = 0,00310 \text{ g de Zn} \\
 &0,0949 \text{ meq-g} \times 0,05620 \text{ g/ meq-g} = 0,00533 \text{ g de Cd} \\
 &0,0949 \text{ meq-g} \times 0,10360 \text{ g/ meq-g} = 0,00983 \text{ g de Pb} \\
 &0,0949 \text{ meq-g} \times 0,10030 \text{ g/ meq-g} = 0,00518 \text{ g de Hg}
 \end{aligned}$$

En función de las sales a emplear se tendría:

TABLA 4.5. Miliequivalentes de los compuestos

Ión Metálico	Masa de 1 mol	Masa de 1 eq-g	Masa de 1 meq-g
CuSO ₄ .5H ₂ O	249,68	249,68/2	249,68/2000
NiSO ₄ .6H ₂ O	262, 71	262, 71/2	262, 71/2000
ZnSO ₄ .7H ₂ O	287,54	287,54/2	287,54/2000
CdSO ₄ .8H ₂ O	496,40	496,40/2	496,40/2000
Pb(NO ₃) ₂	331,20	331,20/2	331,20/2000
HgCl ₂	271,49	271,49/2	271,49/2000

ELABORACIÓN : El autor

Hasta aquí se ha determinado la cantidad de metales pesados que puede reaccionar con la pectina, en forma teórica. Pero se sabe bien que esta reacción química depende mucho del pH y la temperatura principalmente; por eso es necesario tener en cuenta las modificaciones del pH de la pectina cuando se agrega un ácido o una base respectivamente. Esta evaluación se ha efectuado y se muestra a continuación:

RESULTADOS DEL COMPORTAMIENTO DE LA PECTINA EN MEDIO ÁCIDO Y BÁSICO

A continuación se muestra el comportamiento de la pectina en medio ácido y básico, para la determinación de la cantidad de iones de metales pesados que son atrapados

TABLA 4.6. Comportamiento de la pectina con ácido y base

pH	NaOH 0.1N y HCl 1N (ml)
0,86	14
0,91	10
0,99	6
1,07	4
1,19	2
4,5	0
8,5	2
9,64	4
10,59	5
10,96	6
11,42	8
11,72	10
12,08	14

ELABORACION: El autor

En la tabla anterior se observa que, la pectina normalmente tiene un pH de 4,5. Luego de adicionar, por ejemplo, 10 mL de hidróxido de sodio el pH de la solución cambia a 0,91; de igual manera si se adiciona a la solución de pectina 10 mL de ácido aumenta el pH hasta 11,72. En total se muestran resultados que varían desde 0,86 hasta 12,08 según la adición de ácido o base

El comportamiento de este pH es útil para evaluar las reacciones químicas de los metales pesados con la pectina, esta característica se muestra en la siguiente figura:

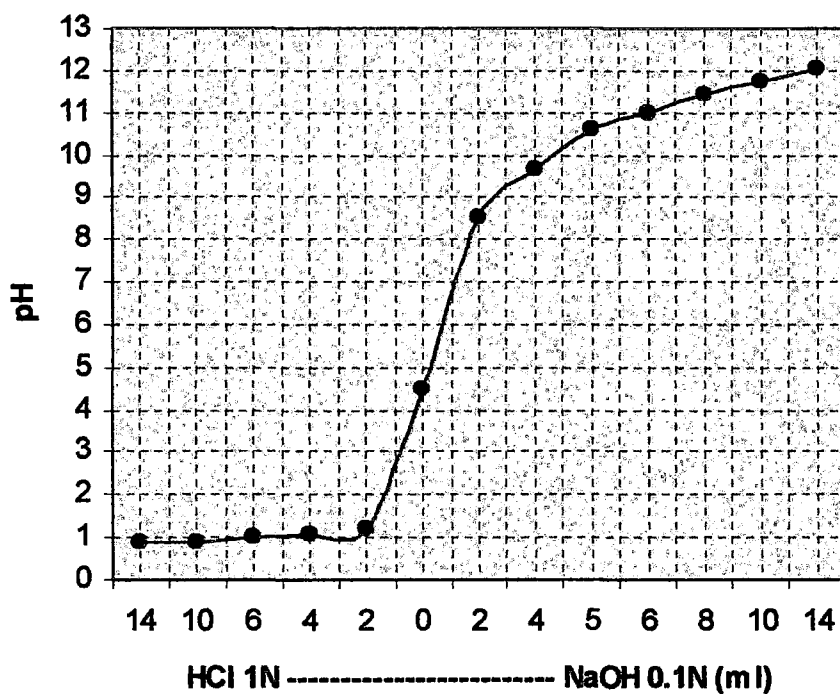


Fig. 4.2. pH de la pectina al agregar ácido o base

En la figura anterior se aprecia que al añadir a la pectina 6 mL de NaOH el pH toma el valor de 11. Los metales en su remoción con pectina tienen el comportamiento como se muestra de aquí a adelante

4.2. RESULTADOS DE LA CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE LOS METALES PESADOS CON LA PECTINA

Una vez caracterizada la pectina, de la cáscara de naranja, se desarrollaron pruebas en laboratorio, efectuando ensayos con 10 mL de solución de pectina, de concentración 34,74 g/L; con cada uno de las soluciones de metales pesados, de acuerdo al diseño experimental propuesto; cuyos resultados se muestran en esta sección.

4.2.1. RESULTADOS DE LA REMOCIÓN DEL COBRE CON PECTINA

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL COBRE POR ANÁLISIS VOLUMÉTRICO

En el análisis volumétrico se utilizó 0,0133 N de EDTA para la determinación de Cobre. El volumen gastado en la solución de cobre sin tratamiento con pectina fue de 17 mL, que corresponde a una concentración de Cobre de 0,0226 N y 0,00723 g de Cobre en 10 mL de solución.

Al efectuar la mezcla de 10 mL de solución de pectina y 10 mL de solución de cobre 0,0226 N, regulando el pH y la temperatura según el diseño experimental planteado, se obtuvieron los siguientes resultados:

TABLA 4.7. Cálculo del porcentaje de Cobre removido a partir del volumen de EDTA

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	Volumen 1 EDTA mL	Volumen 2 EDTA mL	% Removido
1	Cu-1	1	10	9,0	8	47,06
2	Cu-2	1	87	13,5	3,5	20,59
3	Cu-3	11	10	13,6	3,4	20,00
4	Cu-4	11	87	13,6	3,4	20,00
5	Cu-0	4,5	40	11,4	5,6	32,94
6	Cu-0	4,5	40	11,9	5,1	30,00

ELABORACIÓN: El autor.

Volumen 1: Corresponde al gasto en la solución filtrada donde se encuentra el remanente de cobre no atrapado por la pectina.

Volumen 2: Corresponde a la diferencia de 17 mL, que correspondería al cobre atrapado en la pectina.

De acuerdo a la tabla anterior se puede remover Cobre en una proporción máxima a un pH 1 y una temperatura de 10°C. Lo que indica que las condiciones ácidas y una temperatura relativamente ambiental favorecen la reacción química entre el Cobre y la pectina. Sin embargo a las demás condiciones los valores de porcentaje de remoción, quedan, disminuidas

Una observación importante de estas pruebas es que el Cobre formó gel, con la pectina, de una coloración azul clara, lo que favoreció su separación, por filtración; Esta gelificación es muy importante debido a que ocurre la generación de dos fases una fase líquida y una fase del gel de pectina que tiene atrapada el cobre, por lo tanto con este resultado se comprueba la hipótesis de que es posible remover el cobre

Por otro lado es importante conocer la masa de Cobre atrapado en 0,3472 g de pectina que se emplearon. Aplicando la ley de combinación química de Richter de la

estequiometría, se determinó esta masa para cada una de las pruebas experimentales cuyos resultados se muestran en la tabla siguiente:

TABLA 4.8. Cálculo del porcentaje de cobre removido a partir de la masa inicial del ión cobre

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	Cobre no Removido g	Cobre Removido g	% Removido
1	Cu-1	1	10	0,00383	0,00340	47,06
2	Cu-2	1	87	0,00575	0,00149	20,59
3	Cu-3	11	10	0,00579	0,00145	20,00
4	Cu-4	11	87	0,00579	0,00145	20,00
5	Cu-0	4,5	40	0,00485	0,00238	32,94
6	Cu-0	4,5	40	0,00506	0,00217	30,00

ELABORACIÓN: El autor.

Cobre removido = $VN(EDTA) \cdot meqCu = V \cdot 0,0133 \cdot 0.032$

Cobre no removido = $VN(EDTA) \cdot meqCu = V \cdot 0,0133 \cdot 0.032$

Si estequiométricamente según calculado en la sección 4.1.3 10 mL (0,3472 g) de pectina captura 0,00301 g de Cu y el máximo removido es 0,00340 g según la tabla anterior, entonces la reacción es con más de 100% de eficiencia estequiométrica.

TABLA 4.9. Resultados de la remoción de Cobre con pectina

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	% Remoción
1	Cu-1	1	10	47
2	Cu-2	1	87	20,6
3	Cu-3	11	10	20
4	Cu-4	11	87	20
5	Cu-0	4,5	40	33
6	Cu-0	4,5	40	30

ELABORACIÓN: El autor

$$z=53,47-1,497*x-0,535*y-0,129*x*x+0,034*x*y+0,002*y*y$$

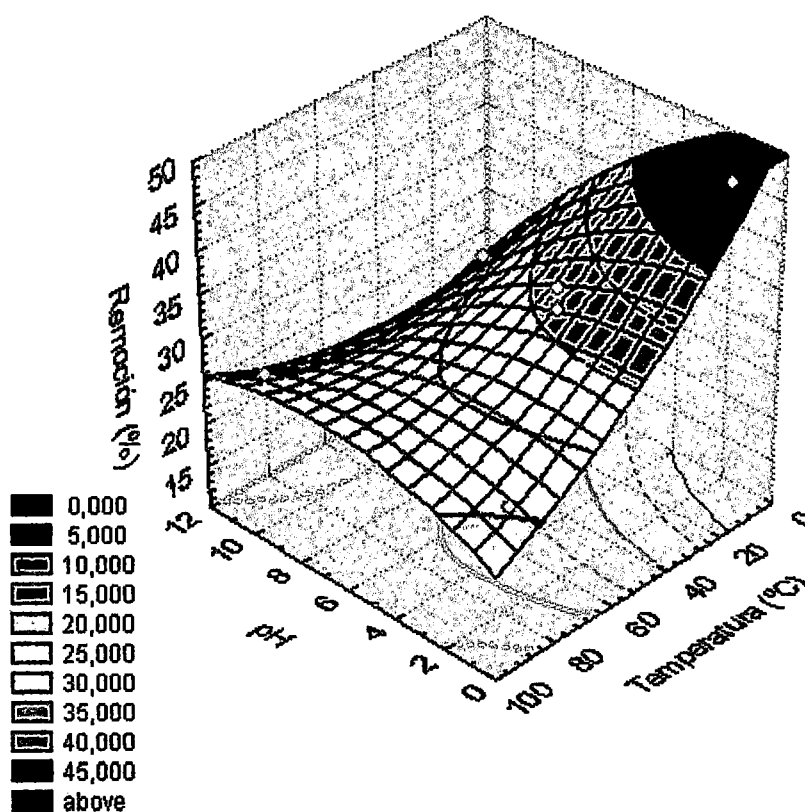


Fig. 4.3. Superficie respuesta para remover el Cobre con pectina

En la figura, se observa claramente que a un pH ácido y elevada temperatura aumenta el porcentaje de remoción, así mismo se tiene la ecuación matemática que explica este comportamiento

Para la obtención de la superficie respuesta, se ha utilizado el programa Statistica 5.1.; el análisis de varianza para este diseño experimental se encuentra en el anexo. Al modelo matemático obtenido se ha simulado, para determinar las condiciones a las cuales se puede remover la máxima cantidad de Cobre, para tal propósito se ha llevado a optimización, hallando la derivada para obtener los puntos críticos de pH y temperatura tal como se muestra seguidamente.

DETERMINACIÓN DE LOS PARAMETROS ÓPTIMOS DE REMOCIÓN DEL COBRE:

Sea la ecuación de la superficie de respuesta de remoción

$$z = 53,47 - 1,497x - 0,535y - 0,129x^2 + 0,034xy + 0,002y^2$$

Derivando con respecto a x , y se tiene:

$$\frac{\partial z}{\partial x} = -1,497 - 0,258x + 0,034y = 0$$

$$\frac{\partial z}{\partial y} = -0,535 + 0,034x + 0,004y = 0$$

Esta ecuación tiene un máximo en los siguientes puntos: Resolviendo el sistema de ecuaciones se tiene:

$$\text{pH} = x = 5,6$$

$$\text{Temperatura} = y = 86,4 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Los valores óptimos de remoción se encuentran a pH ácido y temperatura alta. El porcentaje de remoción a las condiciones óptimas reemplazando en la ecuación resulta 26,2%, debido este resultado y de acuerdo al análisis de varianza que se tiene

un porcentaje de confiabilidad de 44,89% mostrado en el anexo, se requiere aun mas pruebas para obtener una curva representativa.

En resumen 0,3472 g de pectina remueve 0,00340 g de cobre a un pH de 1 como valor óptimo.

En seguida se muestran los resultados de la remoción del Níquel.

4.2.2. RESULTADOS DE LA REMOCIÓN NIQUEL CON PECTINA

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL NIQUEL POR ANÁLISIS VOLUMÉTRICO

En el análisis volumétrico, se utilizó 0,0133 N de EDTA para la determinación de Níquel. El volumen gastado en la solución de Níquel sin tratamiento con pectina fue de 10,4 mL, que corresponde a una concentración de Níquel de 0,0138 N y 0,00403 g de Níquel en 10 mL de solución.

Al efectuar la mezcla de 10 mL de solución de pectina y 10 mL de solución de Níquel 0,0138 N, regulando el pH y la temperatura según el diseño experimental planteado, se obtuvieron los siguientes resultados:

TABLA 4.10. Calculo del porcentaje de Níquel removido a partir del volumen de EDTA

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	Volumen 1 EDTA mL	Volumen 2 EDTA mL	% Removido
1	Ni-1	1	10	5,4	5,0	48,08
2	Ni-2	1	87	8,8	1,6	15,38
3	Ni-3	11	10	4,1	6,3	60,58
4	Ni-4	11	87	1,9	8,5	81,73
5	Ni-5	4,5	20	6,2	4,2	40,38
6	Ni-6	4,5	20	5,2	5,2	50,00
7	Ni-7	4,5	20	5,8	4,6	44,23

ELABORACIÓN: El autor.

Volumen 1: Corresponde al gasto en la solución filtrada donde se encuentra el remanente de Níquel no atrapado por la pectina.

Volumen 2: Corresponde a la diferencia de 10,4 mL, que correspondería al Níquel atrapado en la pectina.

De acuerdo a la tabla anterior se puede remover Níquel en una proporción máxima del 81,73% a un pH 11 y una temperatura de 87°C. Lo que indica que las condiciones de pH básicas y una temperatura elevada favorece la reacción química entre el Níquel y la pectina. Sin embargo es necesario considerar que este resultado no es por el efecto de la pectina sino, se debe al comportamiento del Níquel en medio básico como se observa en la figura 2.1. A las demás condiciones los valores de porcentaje de remoción, quedan, disminuidas. En medio ácido a temperatura ambiental resulta óptima la remoción de este ión metálico.

Una observación importante de estas pruebas es que el Níquel no formó gel, con la pectina en ninguna de las pruebas experimentales, por lo que la separación, por filtración, se realizo con ayuda de etanol. La no formación de un gel hace que no se forme dos fases, y resulta difícil la separación de la solución, por lo tanto con este resultado se niega la hipótesis de que es posible remover el Níquel, porque se requiere

etanol para facilitar la precipitación de la pectina que tiene el Níquel y eso hace que se incremente costos.

Por otro lado es importante conocer la masa de Níquel atrapado en 0,3472 g de pectina que se emplearon. Aplicando la ley de combinación química de Ríchter de la estequiometría, se determinó esta masa para cada una de las pruebas experimentales cuyos resultados se muestran en la tabla siguiente:

TABLA 4.11. Calculo del porcentaje de Níquel removido a partir de la masa inicial del ión Níquel

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	Níquel no Removido g	Níquel Removido g	% Removido
1	Ni-1	1	10	0,00209	0,00194	48,08
2	Ni-2	1	87	0,00341	0,00062	15,38
3	Ni-3	11	10	0,00159	0,00244	60,58
4	Ni-4	11	87	0,00074	0,00330	81,73
5	Ni-5	4,5	20	0,00240	0,00163	40,38
6	Ni-6	4,5	20	0,00202	0,00202	50,00
7	Ni-7	4,5	20	0,00225	0,00178	44,23

ELABORACIÓN: El autor.

Níquel removido = $VN(EDTA) \cdot meq Ni = V \cdot 0,0133 \cdot 0,0292$

Níquel no removido = $VN(EDTA) \cdot meq Ni = V \cdot 0,0133 \cdot 0,0292$

V es el volumen de EDTA de la tabla 4.10

El porcentaje removido resulta del 100% que es 0,00403 g

Si estequiométricamente según calculado en la sección 4.1.3 10 mL (0,3472 g) de pectina, captura 0,00277 g de Ni y el máximo removido a un pH ácido es 0,00194 g según la tabla anterior, entonces la reacción tendría 70% de eficiencia estequiométrica, pudiéndose optimizarse dentro de este rango de pH

TABLA 4.12. Resultados de la remoción del Níquel con pectina

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	% Remoción
1	Ni-1	1	10	48
2	Ni-2	1	87	15
3	Ni-3	11	10	61
4	Ni-4	11	87	82
5	Ni-0	4,5	20	40
6	Ni-0	4,5	20	50
7	Ni-0	4,5	20	44

ELABORACIÓN: El Autor

$$z=53,332+1,272*x-0,751*y-0,056*x*x+0,07*x*y+0,003*y*y$$

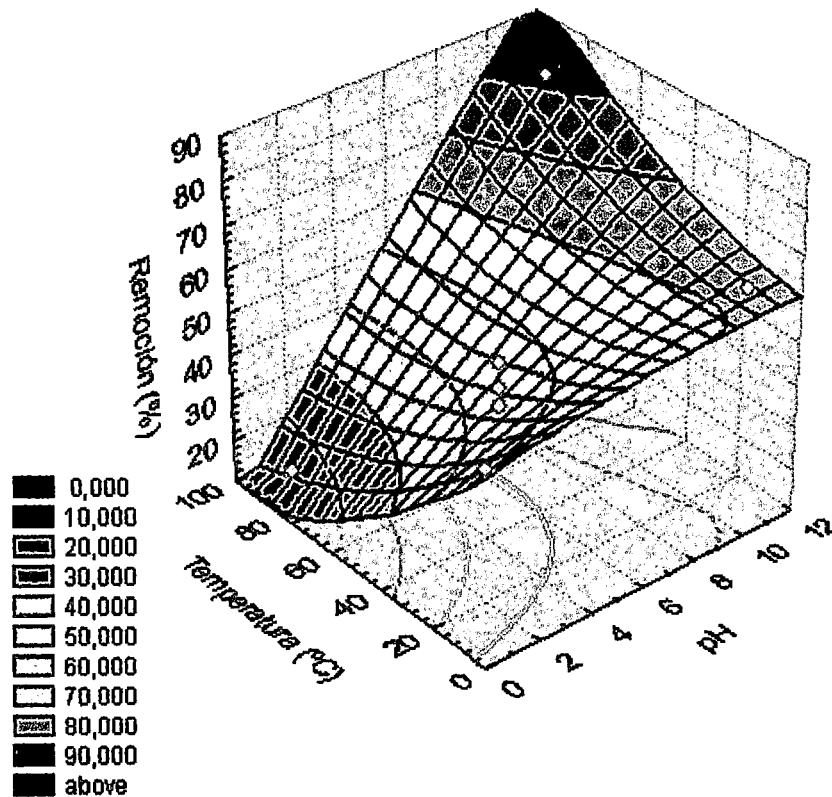


Fig. 4.4. Superficie respuesta para remover el Níquel con pectina

En la figura, se observa claramente que a un pH básico y elevada temperatura aumenta el porcentaje de remoción, así mismo se tiene la ecuación matemática que

explica este comportamiento. Además también se observa que si se baja la temperatura es mejor remover a pH ácido, que es lo más importante.

Para la obtención de la superficie respuesta, se ha utilizado el programa Statistica 5.1.; el análisis de varianza para este diseño experimental se encuentra en el anexo.

Al modelo matemático obtenido se ha simulado, para determinar las condiciones a las cuales se puede remover la máxima cantidad de Níquel, para tal propósito se ha llevado a optimización, hallando la derivada para obtener los puntos críticos de pH y temperatura tal como se muestra seguidamente.

DETERMINACIÓN DE LOS PARAMETROS ÓPTIMOS DE REMOCIÓN DEL NIQUEL:

Sea la ecuación de la superficie de respuesta de remoción

$$z = 53,32 + 1,272x - 0,751y - 0,056x^2 + 0,07xy + 0,003y^2$$

Derivando con respecto a x , y se tiene:

$$\frac{\partial z}{\partial x} = 1,272 - 0,112x + 0,007y = 0$$

$$\frac{\partial z}{\partial y} = -0,5751 + 0,007x + 0,006y = 0$$

Esta ecuación tiene un máximo en los siguientes puntos: Resolviendo el sistema de ecuaciones se tiene:

$$\text{pH} = x = 16,2 \text{ (No existe en la práctica)}$$

$$\text{Temperatura} = y = 77,0 \text{ }^\circ\text{C}$$

Los valores óptimos de remoción se encuentran a pH básico (14) y temperatura alta. Estos resultados son sólo matemáticos, pero no prácticos, debido a que el medio básico naturalmente debe favorecer a la precipitación del níquel y ayudar a la pectina

En resumen 0,3472 g de pectina remueve 0,00194 g Níquel a un pH de 1 como valor óptimo, pero no se forma el gel esperado.

En seguida se muestran los resultados de la remoción del Zinc

4.2.3. RESULTADOS DE LA REMOCIÓN ZINC CON PECTINA

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL ZINC POR ANÁLISIS

VOLUMÉTRICO

En el análisis volumétrico se utilizó 0,0133 N de EDTA para la determinación de Zinc. El volumen gastado en la solución de Zinc sin tratamiento con pectina fue de 10,0 mL, que corresponde a una concentración de Zinc de 0,0133 N y 0,00388 g de Zinc en 10 mL de solución.

Al efectuar la mezcla de 10 mL de solución de pectina y 10 mL de solución de Zinc 0,0133 N, regulando el pH y la temperatura según el diseño experimental planteado, se obtuvieron los siguientes resultados:

TABLA 4.13. Cálculo del porcentaje de Zinc removido a partir del volumen de EDTA

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	Volumen 1 EDTA mL	Volumen 2 EDTA mL	% Removido
1	Zn-1	1	10	9,9	0,1	1,00
2	Zn-2	1	87	9,9	0,1	1,00
3	Zn-3	11	10	7,6	2,43	24,30
4	Zn-4	11	87	4,9	5,12	51,20
5	Zn-5	4,5	20	6,7	3,3	33,00
6	Zn-6	4,5	20	6,7	3,33	33,30
7	Zn-7	4,5	20	6,6	3,4	34,00

ELABORACIÓN: El autor.

Volumen 1: Corresponde al gasto en la solución filtrada donde se encuentra el remanente de Zinc no atrapado por la pectina.

Volumen 2: Corresponde a la diferencia de 10 mL, que correspondería al Zinc atrapado en la pectina.

De acuerdo a la tabla anterior se puede remover Zinc en una proporción máxima del 51,20% a un pH 11 y una temperatura de 87°C. Lo que indica que las condiciones de pH básicas y una temperatura elevada favorece la reacción química entre el Zinc y la pectina. Sin embargo es necesario considerar que este resultado no es por el efecto de la pectina sino, se debe al comportamiento del Zinc en medio básico como se observa en la figura 2.1. A las demás condiciones los valores de porcentaje de remoción, quedan disminuidas. En medio ácido la remoción de este ión metálico es muy bajo tomando un valor del 1%

Una observación importante de estas pruebas es que el Zinc no formó gel, con la pectina en ninguna de las pruebas experimentales, por lo que la separación, por filtración, se realizo con ayuda de etanol. La no formación de un gel hace que no se forme dos fases, y resulta difícil la separación de la solución, por lo tanto con este resultado se niega la hipótesis de que es posible remover el Zinc, porque se requiere

etanol para facilitar la precipitación de la pectina que tiene el Zinc y eso hace que se incrementen los costos, y además el rendimiento es bajo.

Por otro lado es importante conocer la masa de Zinc atrapado en 0,3472 g de pectina que se emplearon. Aplicando la ley de combinación química de Richter de la estequiometría, se determinó esta masa para cada una de las pruebas experimentales cuyos resultados se muestran en la tabla siguiente:

TABLA 4.14. Cálculo del porcentaje de Zinc removido
a partir de la masa inicial del ión Zinc

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura	Zinc no Removido	Zinc Removido	% Removido
1	Zn-1	1	10	0,00430	0,00004	1,12
2	Zn-2	1	87	0,00430	0,00004	1,12
3	Zn-3	11	10	0,00329	0,00106	27,24
4	Zn-4	11	87	0,00212	0,00223	57,40
5	Zn-5	4,5	20	0,00291	0,00143	37,00
6	Zn-6	4,5	20	0,00290	0,00145	37,33
7	Zn-7	4,5	20	0,00287	0,00148	38,12

ELABORACIÓN: El autor.

Cobre removido = $VN(EDTA) \cdot meq\ Zn = V \cdot 0,0133 \cdot 0,0292$

Cobre no removido = $VN(EDTA) \cdot meq\ Zn = V \cdot 0,0133 \cdot 0,0292$

Si estequiométricamente según calculado en la sección 4.1.3 10 mL (0,3472 g) de pectina, captura 0,00310 g de Zn y el máximo removido a un pH ácido es 0,00148 g según la tabla anterior, entonces la reacción tendría 47,7% de eficiencia estequiométrica, pudiéndose optimizar dentro de este rango de pH

TABLA 4.15. Resultados de la remoción de Zinc con pectina

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura	% Remoción
1	Zn-1	1	10	1
2	Zn-2	1	87	1
3	Zn-3	11	10	24,3
4	Zn-4	11	87	51,2
5	Zn-0	4,5	20	33
6	Zn-0	4,5	20	33,3
7	Zn-0	4,5	20	34

ELABORACIÓN: El Autor

$$z = -13,432 + 3,031^*x + 1,246^*y - 0,088^*x^2 + 0,035^*x^*y - 0,013^*y^2$$

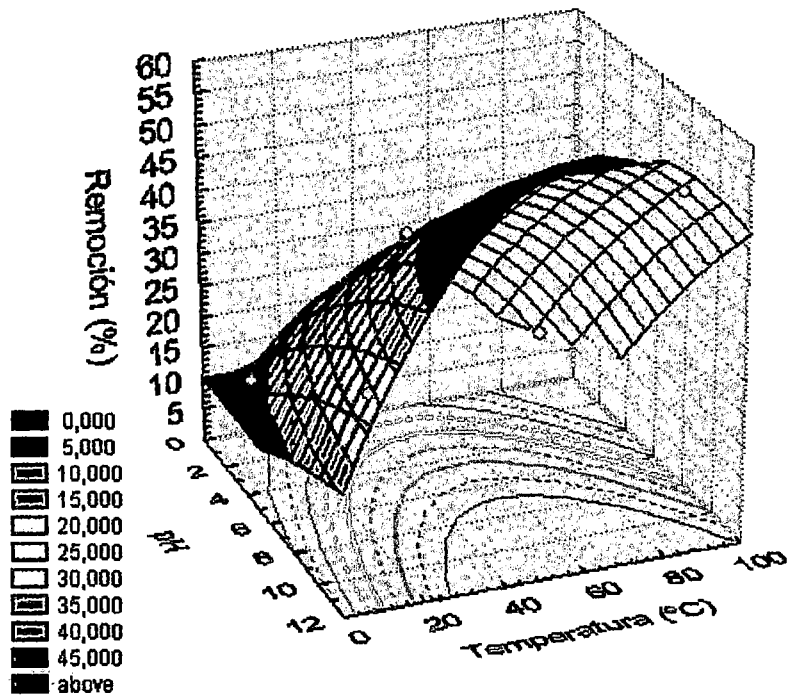


Fig. 4.5. Superficie respuesta para remover el Zinc con pectina

En la figura, se observa claramente que a un pH básico y temperatura moderada aumenta el porcentaje de remoción, así mismo se tiene la ecuación matemática que

explica este comportamiento. Además también se observa que a temperatura moderada es mejor remover a pH con tendencia al básico, que es lo más importante.

Para la obtención de la superficie respuesta, se ha utilizado el programa Statistica 5.1.; el análisis de varianza para este diseño experimental se encuentra en el anexo. Al modelo matemático obtenido se ha simulado, para determinar las condiciones a las cuales se puede remover la máxima cantidad de Zinc, para tal propósito se ha llevado a optimización, hallando la derivada para obtener los puntos críticos de pH y temperatura tal como se muestra seguidamente.

DETERMINACIÓN DE LOS PARAMETROS ÓPTIMOS DE REMOCIÓN DEL ZINC:

Sea la ecuación de la superficie de respuesta de remoción

$$z = -13,432 + 3,031x + 1,246y - 0,088x^2 + 0,035xy - 0,013y^2$$

Derivando con respecto a x , y se tiene:

$$\frac{\partial z}{\partial x} = 3,031 - 0,176x + 0,035y = 0$$

$$\frac{\partial z}{\partial y} = 1,246 + 0,035x - 0,026y = 0$$

Esta ecuación tiene un máximo en los siguientes puntos: Resolviendo el sistema de ecuaciones se tiene:

$$\text{pH} = x = 36,53 \text{ (No existe en la práctica)}$$

$$\text{Temperatura} = y = 97,1 \text{ }^\circ\text{C}$$

Los valores óptimos de remoción se encuentran a pH básico 14 y temperatura alta.

Estos resultados son sólo matemáticos, pero no prácticos, debido a que el medio básico naturalmente debe favorecer a la precipitación del Zinc y ayudar a la pectina

En resumen 0,3472 g de pectina remueve es 0,00148 g Zinc a un pH de de 4,5 como valor óptimo según lo observado, pero no se forma el gel esperado.

En seguida se muestran los resultados de la remoción del Cadmio.

4.2.4. RESULTADOS DE LA REMOCIÓN DEL CADMIO CON PECTINA

Para la evaluación de la remoción de Cadmio se partió de una concentración conocida que fue de 0,15 Molar, es decir 16 880 mg/l ó 16 880 ppm. Se tomo 10 mililitros de solución de pectina y se mezclo con 1 mililitro de solución de Cadmio 0,15 M, se procedió tal como indica la parte experimental, al filtrado donde contenía la fracción no removida de Cadmio se le sometió a análisis por espectrofotometría de absorción atómica, tal como se indica a continuación.

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL CADMIO POR ANÁLISIS DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Según el diseño experimental planteado, se obtuvieron resultados, obtenidos en los laboratorios de Spectrolab de la Universidad Técnica de Oruro Bolivia. En la tabla 4.16 se muestran resultados de los análisis, del filtrado es decir del Cadmio no removido, además se indica el volumen de muestra empleada.

TABLA 4.16. Resultados de la remoción del Cadmio con pectina
expresado en mg/l

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	No Removido mg/L	Volumen muestra mL
1	Cd-1	1	10	370,19	34
2	Cd-2	1	87	336,83	49
3	Cd-3	11	10	8,58	10,5
4	Cd-4	11	87	12,31	4
5	Cd-0	4,5	20	114,37	90
6	Cd-0	4,5	20	109,32	95
7	Cd-0	4,5	20	127,78	82

ELABORACIÓN: El autor.

Los ensayos adicionales se efectuaron por análisis volumétrico

De la tabla anterior se determinó la masa de Cadmio no removido y removido, utilizando el volumen de muestra, tal como se muestra en la siguiente tabla.

TABLA 4.17. Calculo del porcentaje de cadmio removido a partir de la masa inicial del ión Cadmio

pH	Temperatura °C	No Removido mg/l	Volumen Muestra (mL)	No Removido mg	Removido mg	Removido %
1	10	370,19	34	12,59	4,27	25,35
1	87	336,83	49	16,50	0,36	2,11
11	10	8,58	10,5	0,09	16,77	99,47
11	87	12,31	4	0,049	16,81	99,71
4.5	20	114,37	90	10,29	6,57	38,95
4.5	20	109,32	95	10,39	6,47	38,40
4.5	20	127,78	82	10,48	6,38	37,85

ELABORACIÓN: El autor.

La concentración inicial de Cd fue de 0,15 M = 16 880 mg/l y la masa inicial de 16,86 mg

De acuerdo a la tabla anterior se puede remover Cadmio en una proporción máxima del 99,71% a un pH 11 y una temperatura de 87°C. Lo que indica que las condiciones de pH básicas y una temperatura elevada favorece la reacción química entre el Cadmio y la pectina. Sin embargo es necesario mencionar que este resultado no es por el efecto de la pectina sino, se debe al comportamiento del Cadmio en medio básico como se observa en la figura 2.1. A las demás condiciones los valores de porcentaje de remoción, quedan disminuidas. En medio ácido la remoción de este ión metálico es bajo tomando un valor del 2,11%, pero a temperatura de 10°C se tiene un valor de remoción del 25,35% y a pH 4,5 y 20°C, se tiene un valor máximo de 38,95%.

Una observación importante de estas pruebas es que el Cadmio no formó gel, con la pectina en ninguna de las pruebas experimentales, por lo que la separación, por filtración, se realizo con ayuda de etanol. La no formación de un gel hace que no se forme dos fases, y resulta difícil la separación de la solución, por lo tanto con este resultado se niega la hipótesis de que es posible remover el Cadmio, porque se requiere etanol para facilitar la precipitación de la pectina que tiene el Cadmio y eso hace que se incremente costos, y además el rendimiento es bajo.

Estequiométricamente según calculado en la sección 4.1.3 10 mL (0,3472 g) de pectina, captura 0,00533 g de Cd y el máximo removido a un pH ácido es 6,57 mg (0,00657 g) según la tabla anterior, entonces la reacción tendría más del 100 % de eficiencia estequiométrica, dentro de este rango de pH

El modelo matemático y la superficie respuesta que simula el comportamiento de la remoción del Cadmio se muestran en la Tabla 4.18 y figura 4.6 respectivamente

TABLA 4.18. Resultados de la remoción de Cadmio con pectina

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura	% Remoción
1	Cd-1	1	10	25,35
2	Cd-2	1	87	2,11
3	Cd-3	11	10	99,47
4	Cd-4	11	87	99,71
5	Cd-0	4,5	20	38,95
6	Cd-0	4,5	20	38,40
7	Cd-0	4,5	20	37,85

ELABORACIÓN: El Autor

$$z=29,644+3,337^*x-0,882^*y+0,314^*x^*x+0,03^*x^*y+0,006^*y^*y$$

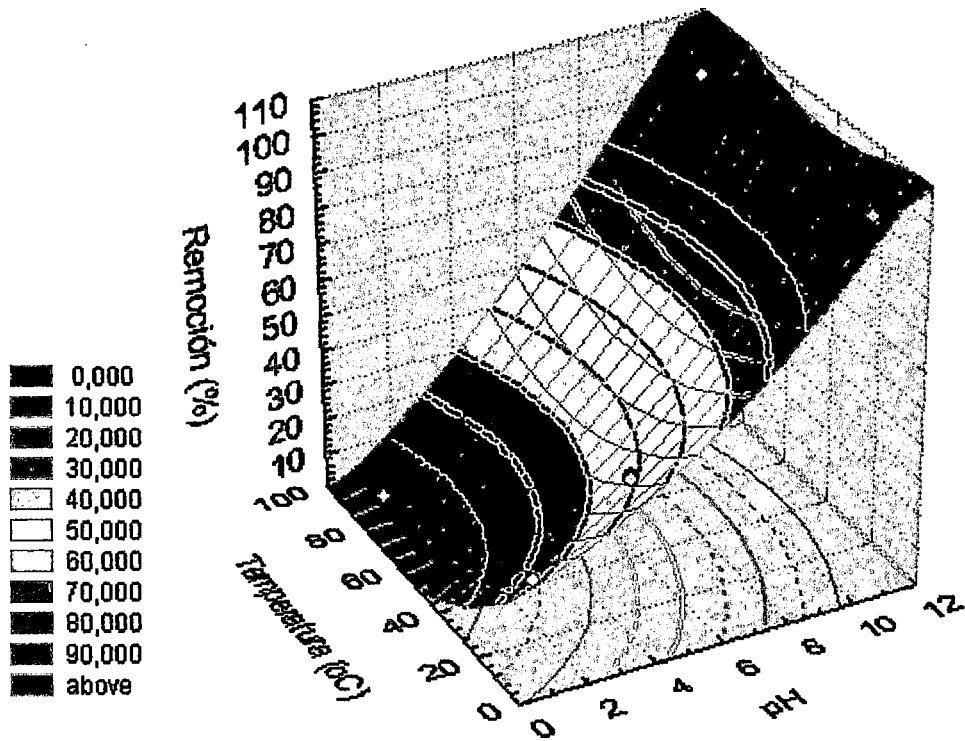


Fig. 4.6. Superficie respuesta para remover el Cadmio con pectina

En la figura, se observa claramente que a un pH básico y en el rango de temperatura de experimentación aumenta el porcentaje de remoción, así mismo se tiene la

ecuación matemática que explica este comportamiento. Además también se observa que a temperatura moderada es mejor remover a pH con tendencia al básico, que es lo más importante.

Para la obtención de la superficie respuesta, se ha utilizado el programa Statistica 5.1.; el análisis de varianza para este diseño experimental se encuentra en el anexo. Al modelo matemático obtenido se ha llevado a optimización, para determinar las condiciones a las cuales se puede remover la máxima cantidad de Cadmio, para tal propósito se ha hallado la derivada para obtener los puntos críticos de pH y temperatura tal como se muestra seguidamente.

DETERMINACIÓN DE LOS PARAMETROS ÓPTIMOS DE REMOCIÓN DEL CADMIO:

Sea la ecuación de la superficie de respuesta de remoción

$$z = 29,644 + 3,337x - 0,882y + 0,314x^2 + 0,03xy + 0,006y^2$$

Derivando con respecto a x , y se tiene:

$$\frac{\partial z}{\partial x} = 3,337 + 0,628x + 0,03y = 0$$

$$\frac{\partial z}{\partial y} = -0,882 + 0,03x + 0,012y = 0$$

Esta ecuación tiene un mínimo en los siguientes puntos: Resolviendo el sistema de ecuaciones se tiene:

$$\text{pH} = x = -10, 0 \text{ (No existe en la práctica)}$$

$$\text{Temperatura} = y = 98,6 \text{ }^\circ\text{C}$$

En este caso se ha determinado los valores mínimos por la característica de la curva. Los valores óptimos de remoción se encuentran a pH básico y temperatura alta, siendo ligeramente mejor cuando más alta es la temperatura. También se observa que es posible remover a temperatura ambiente.

En resumen 0,3472 g de pectina remueve es 0,00657 g de Cadmio a un pH de de 4,5 como valor óptimo según lo observado, pero no se forma el gel esperado.

En seguida se muestran los resultados de la remoción del Plomo.

4.2.5. RESULTADOS DE LA REMOCIÓN DEL PLOMO CON PECTINA

Para la evaluación de la remoción del Plomo se partió de una concentración conocida que fue de 0,097 Molar, es decir 20 000 mg/l ó 20 000 ppm. Se tomo 10 mililitros de solución de pectina y se mezcló con 1 mililitro de solución de Plomo 0,097 M, se procedió tal como indica la parte experimental, al filtrado donde contenía la fracción no removida de Plomo se le sometió a análisis por espectrofotometría de absorción atómica, tal como se indica a continuación.

**DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL PLOMO POR ANÁLISIS
DE ABSORCIÓN ATÓMICA**

Según el diseño experimental planteado, al igual que el Cadmio se obtuvieron resultados, obtenidos en los laboratorios de Spectrolab de la Universidad Técnica de Oruro Bolivia. En la tabla 4.19 se muestran resultados de los análisis, del filtrado es decir del Plomo no removido, además se indica el volumen de muestra empleada.

TABLA 4.19. Resultados de la remoción del Plomo con pectina expresado en mg/l

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	No Removido mg/l	Volumen Muestra mL
1	Pb-1	1	10	28,21	100
2	Pb-2	1	87	40,81	85
3	Pb-3	11	10	44,52	72
4	Pb-4	11	87	48,52	62
5	Pb-0	4,5	15	376,4	4
6	Pb-0	4,5	15	376,4	4

ELABORACIÓN: El autor.

Los ensayos adicionales se efectuaron por análisis volumétrico

De la tabla anterior se determinó la masa de Plomo no removido y removido, utilizando el volumen de muestra, tal como se muestra en la siguiente tabla.

TABLA 4.20. Calculo del porcentaje de Plomo removido a partir de la masa inicial del ión Plomo

pH	Temperatura °C	No Removido mg/L	Volumen Muestra mL	No Removido mg	Removido mg	Removido %
1	10	28,21	100	2,82	17,18	85,9
1	87	40,81	85	3,47	16,53	82,7
11	10	44,52	72	3,21	16,79	84,0
11	87	48,52	62	3,01	16,99	85,0
4,5	15	376,4	4	1,51	18,49	92,5
4,5	15	376,4	4	1,51	18,49	92,5

ELABORACIÓN: El autor.

La concentración inicial de Plomo es de $0,097 \text{ M} = 20\ 000 \text{ mg/l}$

De acuerdo a la tabla anterior se puede remover Plomo en una proporción máxima del 92,5% a un pH 11 y una temperatura de 15°C. Lo que indica que las condiciones de pH ácidas y una temperatura prácticamente ambiental favorece la reacción química entre el Plomo y la pectina. Sin embargo es necesario mencionar que este resultado es por el efecto de la pectina, y este comportamiento además se realiza en medio ácido. A las demás condiciones los valores de porcentaje de remoción, quedan disminuidas sólo ligeramente. En medio básico la remoción de este ión metálico ligeramente bajo tomando un valores de 84 y 85 % respectivamente.

Una observación importante de estas pruebas es que el Plomo no formó gel, con la pectina en todas las pruebas experimentales, por lo que la separación, por filtración, se realizo con facilidad. La formación de un gel hace que se forme dos fases, y resulta sencilla la separación de la solución, por lo tanto con este resultado se afirma la hipótesis de que es posible remover el Plomo y con facilidad, porque además no se

requiere etanol para facilitar la precipitación de la pectina que tiene el Plomo y eso hace que se los costos sean bajos, y además el rendimiento es alto.

Estequiométricamente según calculado en la sección 4.1.3 10 mL (0,3472 g) de pectina, captura 0,00983 g de Pb y el máximo removido a un pH ácido es 0,01849 g (18,49 mg) según la tabla anterior, entonces la reacción tendría más del 100 % de eficiencia estequiométrica, dentro de este rango de pH

El modelo matemático y la superficie respuesta que simula el comportamiento de la remoción del Plomo se muestran en la Tabla 4.21 y figura 4.6 respectivamente

TABLA 4.21. Resultados de la remoción del Plomo con pectina

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	% Remoción
1	Pb-1	1	10	85,9
2	Pb-2	1	87	82,6
3	Pb-3	11	10	84
4	Pb-4	11	87	85
5	Pb-0	4,5	20	92,5
6	Pb-0	4,5	20	92

ELABORACIÓN: El Autor

$$z=83,057+4,665*x-0,158*y-0,409*x*x+0,006*x*y+0,001*y*y$$

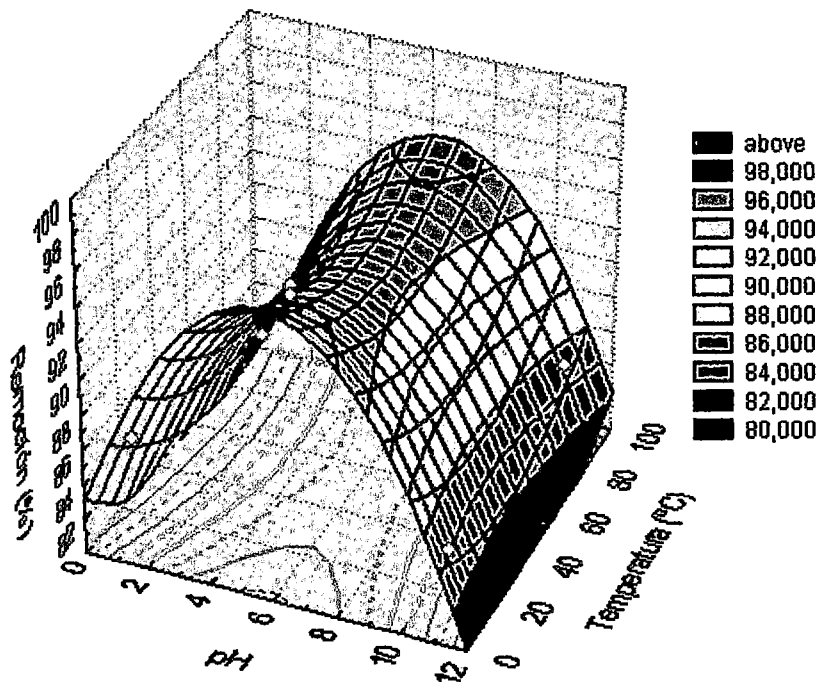


Fig. 4.7. Superficie respuesta para remover el Plomo con pectina

En la figura, se observa claramente que varía desde el 4 hasta 8 y en el rango de temperatura de experimentación aumenta el porcentaje de remoción, así mismo se tiene la ecuación matemática que explica este comportamiento. Además también se

observa que a pH muy ácido o muy básico y en el rango de temperatura evaluado la remoción del plomo es bajo.

Para la obtención de la superficie respuesta, se ha utilizado el mismo programa que para los anteriores metales; el análisis de varianza para este diseño experimental se encuentra en el anexo. Al modelo matemático obtenido se ha llevado a optimización, para determinar las condiciones a las cuales se puede remover la máxima cantidad de Plomo, para tal propósito se ha hallado la derivada para obtener los puntos críticos de pH y temperatura tal como se muestra seguidamente.

DETERMINACIÓN DE LOS PARAMETROS ÓPTIMOS DE REMOCIÓN DEL PLOMO:

Sea la ecuación de la superficie de respuesta de remoción

$$z = 83,057 + 4,665x - 0,158y - 0,409x^2 + 0,006xy + 0,001y^2$$

Derivando con respecto a x , y se tiene:

$$\frac{\partial z}{\partial x} = 4,665 - 0,818x + 0,006y = 0$$

$$\frac{\partial z}{\partial y} = -0,158 + 0,006x + 0,002y = 0$$

Esta ecuación tiene un máximo en los siguientes puntos: Resolviendo el sistema de ecuaciones se tiene:

$$\text{pH} = x = 6.15$$

$$\text{Temperatura} = y = 60,6^\circ\text{C}$$

Los valores óptimos de remoción se encuentran a pH ligeramente ácido 6,15 y temperatura 60,6°C. Es posible también remover temperatura ambiente.

En seguida se muestran los resultados de la remoción del Mercurio.

4.2.6. RESULTADOS DE LA REMOCIÓN MERCURIO CON PECTINA

Para la evaluación de la remoción del Mercurio se partió de una concentración conocida que fue de 0,1 Molar, es decir 20 059 mg/L ó 20 059 ppm. Se tomó 10 mililitros de solución de pectina y se mezcló con 1 mililitro de solución de Mercurio 0,1 M, se procedió tal como indica la parte experimental, al filtrado donde contenía la fracción no removida de Mercurio se le sometió a análisis por espectrofotometría de absorción atómica, tal como se indica a continuación.

DETERMINACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DEL PLOMO POR ANÁLISIS DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Según el diseño experimental planteado, al igual que el Plomo se obtuvieron resultados, obtenidos en los laboratorios de Spectrolab de la Universidad Técnica de Oruro Bolivia. En la tabla 4.22 se muestran resultados de los análisis, en los que no pudo determinarse la concentración de mercurio del filtrado es decir del Mercurio no removido, debido a las interferencias de materia orgánica tal como también se muestra en el Anexo 1.

TABLA 4.22. Resultados de la remoción del Mercurio con pectina expresado en mg/l

Nº Prueba	Código	pH	Temperatura °C	No Removido mg/l
1	Hg-1	1	10	No medido
2	Hg-2	1	87	No medido
3	Hg-3	11	10	No medido
4	Hg-4	11	87	No medido
5	Hg-0	4,5	15	No medido

ELABORACIÓN: El autor.

Una observación importante de estas pruebas es que el Mercurio no formó gel, con la pectina en ninguna de las pruebas experimentales, por lo que la separación, por filtración, se realizo con ayuda de etanol. La no formación de un gel hace que no se forme dos fases, y resulta difícil la separación de la solución, por lo tanto con este resultado se niega la hipótesis de que es posible remover el Mercurio con la facilidad que se plantaba, porque se requiere etanol para facilitar la precipitación de la pectina que tiene el Mercurio y eso hace que se incremente costos, y además se esperaba que el rendimiento sea bajo.

Luego de haber evaluado cada ión de metal pesado con la pectina, se encontró que los que mayor afinidad tienen a la pectina para formar complejos con una gelificación son el Cobre y el Plomo, lo que favorece su separación posterior por filtración. Este resultado es lo rescatable de esta investigación y por lo tanto se requiere desarrollar más trabajos que conlleven a optimizar bajo varios puntos de

vista fisicoquímicos y termodinámicos. Con el objetivo de darle aplicabilidad a la capacidad de la pectina que tiene atracción a los metales pesados indicados. A continuación se describe el comportamiento de la pectina frente a un efluente de drenaje ácido de mina.

4.3. RESULTADOS DE LA CAPACIDAD DE REMOCIÓN DE METALES PESADOS, DE UN EFLUENTE DE DRENAJE ÁCIDO DE MINA

El efluente elegido tal como se ha indicado fue de la mina abandonada Pompería. Primeramente se caracterizó el efluente, y luego se evaluó el tratamiento con pectina, de acuerdo al procedimiento indicado en la parte experimental, sección 3.3. Los resultados de obtenidos de la caracterización (Anexo 2) y además comparadas con las normas peruanas se muestran en la siguiente tabla:

TABLA 4.23. Comparación de los Resultados con las Normas Peruanas (mg/L)

Parámetros	Resultados	I	II	III	V	VI	Discusión
Cobre	<0,02	1	1	0,5	0,01	*	?
Níquel	<0,02	0,002	0,002	1+	0,002	**	?
Zinc	0,404	5	5	25	0,02	**	Alto
Cádmio	0,018	0,01	0,01	0,05	0,0002	0,004	Alto
Plomo	<0,03	0,05	0,05	0,1	0,01	0,03	Bajo
Arsênico	<0,002	0,1	0,1	0,2	0,01	0,05	Bajo
Hierro	23,55	0,3	--	--	--	--	Alto

ELABORACIÓN: El Autor

Los números I, II, III, V, VI, son las clases de agua descritas en la Tabla 2.6. El cobre y el Níquel requieren ensayos con límite de detección más bajos. El Zinc, Cadmio y el Hierro se encuentran sobre los límites permisibles.

A continuación se compara los resultados de la caracterización con las normas internacionales pero para el caso del agua para consumo humano.

TABLA 4.24. Comparación de los Resultados con Normas Internacionales (mg/L)

Elemento	Perú Nuevos estandares		Regulación de la calidad del agua 1989 EEC	OMS (1984)	USA (1998)	Resultados	Discusión
	VMR	VMA					
Cobre			3		1,3	<0,02	Bajo
Níquel	0,05	0,05	0,05	No definido	-	<0,02	Bajo
Zinc	5		5	5	5	0,404	Bajo
Cadmio	0,005	0,01	0,005	0,005	0,005	0,018	Alto
Plomo	0,05	0,1	0,05	0,05	0	<0,03	Bajo?
Arsénico	0,05	0,1	0,050	0,05	0,05	<0,002	Bajo
Hierro	0,3			0,3	0,3	23,55	Alto

ELABORACIÓN: El Autor

La tabla anterior muestra que los únicos que presentan valor elevado el Cadmio y el Hierro. A continuación se compara con los límites permisibles de la EPA

TABLA 4.25. Comparación de los resultados del drenaje ácido de mina de la mina Pompería con las normas de la EPA

Metal Pesado	Recomendado por EPA En el agua potable	Muestra Sin Tratar (ppm)	Comparación Con la Norma
Ni	0,7	<0,02	Aceptable
Cu	1,3	<0,02	Aceptable
Zn	5	0,404	Aceptable
Cd	0,005	0,018	Fuera de Norma
Pb	0,015	<0,03	Fuera de Norma?
As	0,010	<0,002	Fuera de Norma?
Hg	0,002	---	----

ELABORACIÓN: El Autor

El Cadmio se encuentra con un valor de concentración superior a los límites permisibles con 0,018 mg/L siendo el valor requerido con más exigencia de 0,004 mg/L. El hierro se encuentra con un valor de concentración de 23,55 mg/L el que es un valor muy elevado sobre los límites permisibles, siendo el requerimiento de 0,3 mg/L

Una vez caracterizada el efluente del drenaje ácido de mina que tenía un pH de 6,75 a una temperatura de 10°C. se procedió a la evaluación, con pectina obteniéndose los resultados de muestra tratada, como se indica en la siguiente tabla.

TABLA 4.26. Resultados de muestra de drenaje ácido de mina sin tratar y tratada con pectina

Parámetros	Unidades	Norma/Método	LD/ppm	Código Cliente	Muestra	Muestra
				Código Laboratorio	Sin Tratar	Tratada
					3889	3890
Arsénico As	[mg/L]	ASTM D 2972 B	0,002		<0,002	0,044
Cadmio Cd	[mg/L]	ASTM D 3557 A	0,003		0,018	0,033
Cobre Cu	[mg/L]	ASTM D 1688 B	0,02		<0,02	0,05
Hierro Fe	[mg/L]	ASTM D 1068 A	0,02		23,55	0,89
Mercurio Hg	[mg/L]	ASTM D 3223	0,001		***	***
Níquel Ni	[mg/L]	ASTM D 1886 A	0,02		<0,02	0,41
Plomo Pb	[mg/L]	ASTM D 3559 A	0,03		<0,03	<0,03
Zinc Zn	[mg/L]	ASTM D 1691	0,005		0,404	0.209

FUENTE: Elaboración propia

La muestra Tomada de La mina abandonada Pompería tiene los resultados como Muestra Sin Tratar, efectuados en los laboratorios Spectrolab en la Universidad Técnica de Oruro (Anexo N° 2). Una observación importante de estos resultados es que, no existe gelificación con la pectina, por lo que se desarrollo la separación de la pectina con ayuda de etanol. Otra observación, se nota claramente la disminución notable en la concentración del hierro, por lo que se afirma que el hierro tiene notable influencia al querer tratar un drenaje ácido de mina con pectina, además se incluye también al Zinc.

Haciendo una comparación de los resultados con los límites permisibles de la EPA, se ubican dentro del rango aceptable, como se puede observar en la siguiente tabla

TABLA 4.27. Comparación de los resultados del drenaje ácido de mina de la mina Pompería con las normas de la EPA y tratadas con pectina

Metal Pesado	Recomendado por EPA En el agua potable (ppm)	Muestra Tratada (ppm)	Comparación Con la Norma
Ni	0,7	0,41	Aceptable
Cu	1,3	0,05	Aceptable
Zn	5	0,209	Aceptable
Cd	0,005	0,033	Aceptable
Pb	0,015	<0,03	Aceptable
As	0,01	0,044	Aceptable
Hg	0,002	---	----

ELABORACIÓN: El Autor

Para condiciones de descarga el Plomo se encuentra dentro de la norma. De acuerdo a la tabla anterior El Hierro y el Zinc tiene más afinidad a la pectina

De todas las etapas experimentales desarrolladas para alcanzar a cumplir los objetivos planteados, se presenta seguidamente el resumen de resultados que reflejaría la utilidad del trabajo

4.4. RESUMEN DE RESULTADOS

Teniendo en cuenta los objetivos específicos planteados, como son la extracción y caracterización de la pectina de la cáscara de naranja, las pruebas de remoción de los metales pesados y el ensayo en un drenaje ácido de mina; a continuación se muestra el resumen de estos resultados:

TABLA 4.28. Rendimiento y caracterización de la cáscara de naranja en pectina

CARACTERISTICA	PORCENTAJE
Rendimiento	0,49
Grado de esterificación	30,08
Grado de acidez	69,92

ELABORACIÓN: El autor

Según la tabla anterior el grado de esterificación es inferior al 50% por lo tanto esta pectina es buena para formar complejos con iones de metales, según se analizó en la parte teórica

TABLA 4.29. Parámetros óptimos para remover Cobre, Níquel, Zinc, Plomo y Mercurio

Metal	pH	Temperatura °C	% Remoción	Formación de gel
Cobre	1	10	47	Si
Níquel	14	87	100	No
Zinc	14	87	64	No
Cadmio	14	87	100	No
Plomo	6,15	60,6	92,6	Si
Mercurio	14	87	100	No

ELABORACIÓN: El autor

De acuerdo a la tabla anterior es conveniente tratar metales pesados Cobre y Plomo debido a que forman gel, por lo tanto el resto de los metales no forma gel entonces no puede ser tratado con pectina, la remoción en 100% solo es posible en un pH básico, pero aquí no actúa la pectina si se toma en cuenta el pH de precipitación

Según las hipótesis planteada, se deduce que la pectina si es posible ser utilizada para remover sobre todo plomo y cobre, en las proporciones como se muestra en la siguiente tabla

TABLA 4.30. Masa de Cobre y Plomo removido con 0,3472 g de pectina

Metal	pH	Temperatura °C	Masa removida g	Masa removida mg
Cobre	1	10	0,00340	3,40
Plomo	4,5	15	0,01849	18,49

ELABORACIÓN: El autor

Veamos ahora como la pectina se comporta con un drenaje ácido de mina.

TABLA 4.31. Capacidad de remoción de metales de drenaje ácido de mina

Metal	Muestra sin tratar ppm	Muestra Tratada ppm	% Rendimiento
Cu	<0,02	0,05	Cero
Ni	<0,02	0,41	Cero
Zn	0,404	0,209	51,7
Cd	0,018	0,033	Cero
Pb	<0,03	<0,03	---
Hg	No determinado		

ELABORACIÓN: El autor

De acuerdo a la tabla anterior y el anexo 2 el Hierro tiene efecto significativo en el tratamiento del drenaje ácido de mina, debido a que se presentan resultados no previstos, y además la concentración del Zinc disminuye. El efecto del Hierro tendrá que ser tomado en cuenta ya que este es respaldado por la fuente de información encontrada "Determinación de la actividad floculante de la pectina en soluciones de hierro III y Cromo III" desarrollada en la universidad peruana de Cayetano Heredia el año 2004, y publicada por la Sociedad Química del Perú.

4.5. EJEMPLO DE CÁLCULO PARA UN PROCESO DE DESCONTAMINACIÓN CON PECTINA

Como sólo el Cobre y el Plomo gelifican con la pectina se puede extrapolar los cálculos así:

EJEMPLO DE CÁLCULO PARA LA DESCONTAMINACIÓN DE UN EFLUENTE CON CONTENIDO DE COBRE

Determinar la cantidad de pectina y número de naranjas requeridas para remover un efluente contaminado con Cobre que tiene una concentración de este metal en forma de ión de 1,02 ppm. Si se conoce que 0,3472 g de pectina remueven 3,40 mg de Cobre y además la cáscara de una naranja mediana proporciona 0,16 g tal como se indica debajo de la tabla 4.1.

SOLUCIÓN

Base de Cálculo: Sea 1000 litros de efluente contaminado con Cobre

Límite permisible: Recomendado 1ppm para tipo de agua I

Concentración de Cobre a descontaminar: 1,02 -1= 0,02 ppm

Masa de Cobre a descontaminar: 0,02 ppm x 1000 litros = 20 mg

$$\text{Pectina requerida} = 20 \text{ mg} \times \frac{0,3472 \text{ g}}{3,40 \text{ mg}} = 2,04 \text{ g de pectina}$$

$$\text{Número de naranjas} = 2,04 \text{ g} \times \frac{1 \text{ naranja}}{0,16 \text{ g}} = 12,75 \approx 13 \text{ naranjas}$$

COMENTARIO:

Se requieren 319 naranjas medianas para descontaminar 1000 litros de un efluente, que tiene una concentración de 1,5 ppm en Cobre. Por cada 1 ppm y 1000 litros del catión Cobre se requerirán:

$$\text{Naranjas/ppm} = 1 \text{ ppm Cu} \times 1000 \text{ L} \times \frac{0,3472 \text{ g pectina}}{3,40 \text{ mg Cu}} \times \frac{1 \text{ Naranja}}{0,16 \text{ g pectina}} = 638 \text{ Naranjas}$$

Si la pectina en la cáscara es del 12,93 % (sección 2.11.2) y se ha recuperado sólo el 0,49% es decir la 26ava parte, entonces de utilizar 638 naranjas se utilizaría 26 naranjas

EJEMPLO DE CÁLCULO PARA LA DESCONTAMINACIÓN DE UN EFLUENTE CON CONTENIDO DE PLOMO

Determinar la cantidad de pectina y número de naranjas requeridas para remover un efluente contaminado con Plomo que tiene una concentración de este metal en forma de ión de 0,07 ppm. Si se conoce que 0,3472 g de pectina remueven 18,49 mg de Plomo y además la cáscara de una naranja mediana proporciona 0,16 g tal como se indica debajo de la tabla 4.1.

SOLUCIÓN

Base de Cálculo: Sea 1000 litros de efluente contaminado con Plomo

Limite permisible: Recomendado 0,05 ppm para tipo de agua I

Concentración de Plomo a descontaminar: $0,07 - 0,05 = 0,02$ ppm

Masa de Cobre a descontaminar: $0,02 \text{ ppm} \times 1000 \text{ litros} = 20 \text{ mg}$

$$\text{Pectina requerida} = 20 \text{ mg} \times \frac{0,3472 \text{ g}}{18,49 \text{ mg}} = 0,376 \text{ g de pectina}$$

$$\text{Número de naranjas} = 0,376 \text{ g} \times \frac{1 \text{ naranja}}{0,16 \text{ g}} = 2,35 \approx 2,5 \text{ naranjas}$$

COMENTARIO:

Se requieren 2,5 naranjas medianas para descontaminar 1000 litros de un efluente, que tiene una concentración de 0,07 ppm en Plomo. Si se mejora el rendimiento de extracción de pectina el número de naranjas puede disminuir . Por cada 1 ppm y 1000 litros del catión plomo se requerirán:

$$\text{Naranjas/ppm} = 1 \text{ ppm Pb} \times 1000 \text{ L} \times \frac{0,3472 \text{ g pectina}}{18,49 \text{ mg Pb}} \times \frac{1 \text{ Naranja}}{0,16 \text{ g pectina}} = 117 \text{ Naranjas}$$

Si la pectina en la cáscara es del 12,93 % (sección 2.11.2) y se ha recuperado sólo el 0,49% es decir la 26ava parte, entonces de utilizar 117 naranjas se utilizaría 4,5 naranjas

V. CONCLUSIONES

1. Al efectuar la extracción de la pectina del albedo de la cáscara de una naranja mediana, por el método de hidrólisis acuosa, se determinó un peso promedio de 33,548 g de cáscara el que contenía 0,49% de pectina lo que equivale a 0,16 g por cáscara de naranja. Al desarrollar la caracterización de la pectina extraída por el método de análisis volumétrico se encontró que tenía un Grado de Esterificación de 30,08 % y un Grado ácido del 69,92 %, lo que indica que este tipo de pectina gelifica formando complejos con cationes sobre todo divalentes, lo que favoreció el trabajo de investigación.
2. Al evaluar la capacidad de remoción de los metales pesados con la pectina, se analizaron las concentraciones de estos metales por el método de análisis volumétrico y absorción atómica, donde se encontró que el Cobre puede removerse hasta un 47%, el Níquel puede llegar al 100 %, el Zinc al 64%, el Cadmio al 100%, el plomo al 92,6% y el mercurio tiene comportamiento similar al Cadmio. Teniendo en cuenta a los elementos que forman gel, se remueven 3,40 y 18,49 miligramos de Cobre y Plomo respectivamente con 0,3472 g de pectina.
3. Después de evaluar la capacidad de remoción de los metales pesados, en un efluente de drenaje ácido de mina, que correspondía a la mina abandonada ubicada en el cerro Pompería, el único elemento que se pudo separar es el Hierro y Zinc con un rendimiento del 51%, debido a que los otros componentes se encontraban debajo de los límites de detección.

VI. SUGERENCIAS

1. Se puede mejorar el rendimiento de la pectina por extracción en etapas es decir más de una vez, por las razones que por el método de hidrólisis acuosa se extrae en menor proporción.
2. Se sugiere efectuar ensayos para, determinar la mínima concentración de Cobre y Plomo a la que pueden formar geles con la pectina, para mejorar el proceso de remoción cuando se aplique a nivel de mayor escala.
3. Se sugiere efectuar optimizaciones con la presencia de cationes interferentes, como es el caso del Calcio y el Hierro y haciendo un balance de cationes, teniendo en cuenta las constantes de equilibrio con el objetivo de mejorar la aplicación en un efluente contaminado
4. Se sugiere desarrollar trabajos de investigación, con la pectina de plantas de la zona, debido a que la pectina podría ser el que bioacumula sobre todo el Plomo y Cobre, en la estructura de las células

VII. BIBLIOGRAFÍA

1. Araneo A.; (1972); *“Química Analítica Cualitativa”*; Editorial Mc Graw Hill-Colombia; lámina 9.2
2. Carranza Noriega Raymundo (2001); *“Medio Ambiente, Problemas y Soluciones”*; Editorial Universidad Nacional del Callao; Lima-Perú; 38-41
3. Cooperación Acción Solidaria para el Desarrollo, *“Actualidad Minera”* (2006)-90; Lima - Perú.
4. Crespo Milliet Alberto; (2005); *“Lago Titicaca Agua y Cultura de las poblaciones indígenas”*; 1er Diálogo Crisis mundial del Agua Sevilla.
5. Devia Pineda, Jorge Enrique; (2003); *“Proceso para producir pectinas cítricas”* ; Revista Universidad EAFIT N° 129; 22-29
6. Duffus, John H. (2002); *“Heavy Metals”—A Meaningless Term?*(Iupac Technical Report); Unión Internacional de Química Pura y aplicada; 3
7. G. Tyler Miller, Jr. (1994); *“Ecología y medio ambiente”* Grupo editorial Iberoamérica; México; 363.
8. García Brague, Antonio; (1999); *“Ingeniería Ambiental Fundamentos entornos, tecnologías y sistemas de gestión”* Volumen I; Editorial McGraw-Hill; España; 371.
9. Hamilton – Simpson – Ellis (1998); *“Cálculos De Química Analítica”*. Octava Edición; Edit, Mc Graw Hill – México; 229
10. Kacurakova, M. y Wilson R.H.; (2001); Artículo *“Developments in mid-infrared FT spectroscopy of selected carbohydrates”*; Institute of chemistry, Slovak

- Academy of Sciences and Institute of Food Research, Norwich Research Park, Colney, Norwich; 295.
11. Manzaneda Cabala Jose; (2000); "*Diseño experimental*"; Post Grado de la Universidad Nacional de Ingeniería; Lima – Perú; 80-81
 12. Medicinal Chemistry Laboratory Manual
 13. Metcalf y Hedí, Inc; (1995); "*Ingeniería de Aguas Residuales Tratamiento, Vertido y Reutilización*" Tomo I y II Tercera Edición; Editorial Mc. Graw Hill, Interamericana de España; 856-857.
 14. Millar, Dennis D; (1998); "*Food chemistry laboratory a laboratory manual*" editorial John Wiley & Sons, INC; EEUU; 25-29.
 15. Montgomery Douglas C; (1991); "*Diseño y análisis de experimentos*"; Ed. Grupo editorial Iberoamérica S.A. de C.V.; México; 478-481.
 16. Ocúltate T.P.; (1998); "*Manual de Química y Bioquímica de los Alimentos*"; Tercera edición. Edit. ACRIBIA S.A.; Zaragoza-España; 36-40
 17. Orozco Barrenetxea, Carmen; Pérez Serrano, Anntonio; Gonzales Delgado Ma Nieves; Rodríguez Vidal, Francisco; Alfayate Blanco José Marcos; "*Contaminación ambiental una visión desde la química*" (2003); Internacional Thomson Editores; España; 91.
 18. Págan J., Ibarz A., Llorca M., Pagán A., Barbosa-Cánovas G.V.¹; (2001); Artículo de Investigación; "*Extraction and characterization of pectin from stored peach pomace*"; España y USA; 605.
 19. Ros, Jose M.; Schols Henk A.; Voragen Alfons G. J.; (1995); Artículo de investigación "*Extraction, characterization, y enzymatic degradation of lemon*

peel pectins” Wageningen Agricultural University, Department of Food Science,
Bomenweg, Netherlands.

20. Sánchez Fiorentini, Samuel A. y Bermudez Untiveros, Graciela; (2004); Artículo de investigación; “*Determinación de la actividad floculante de la pectina en soluciones de hierro (III) y Cromo (III)*”; Revista de la sociedad química del Perú 2004, 70, Nº4; Pág 201-208.

VIII. ANEXOS

ANEXO 1

Resultados de Soluciones de Cadmio Mercurio y Plomo Tratadas con Pectina



spectro lab
 Servicios Analíticos - Laboratorio Químico
 Unidad Descentralizada • Universidad Técnica de Oruro

Nº. 19488

INFORME DE ANALISIS

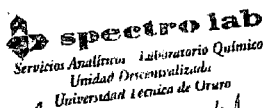
NOMBRE DEL CLIENTE Wilson Wilfredo Sanga Yampari
DIRECCION DEL CLIENTE Puno - Perú
CARACTERISTICAS Soluciones
PROCEDENCIA **
RESPONSABLE MUESTREO ** **FECHA DE MUESTREO** **
FECHA RECEPCION: 30-Jun-06 **FECHA DE ENTREGA** 19-Jul-06
PAGINA 2/2

RESULTADOS:

Código Cliente	Código Laboratorio	Parámetros	Cadmio Cd	Mercurio Hg	Plomo Pb
		Unidades Norma/Método	[mg/L] ASTM D 3557 A	[mg/L] ASTM D 3223	[mg/L] ASTM D 3559 A
		LD/ppm	0,003	0,001	0,01
Cd - 0	3891		114,37	—	—
Cd - 1	3892		370,19	—	—
Cd - 2	3893		336,83	—	—
Cd - 3	3894		8,58	—	—
Cd - 4	3895		12,31	—	—
Hg - 0	3896		—	***	—
Hg - 1	3897		—	***	—
Hg - 2	3898		—	***	—
Hg - 3	3899		—	***	—
Hg - 4	3900		—	***	—
Pb - 0	3901		—	—	376,4
Pb - 1	3902		—	—	28,21
Pb - 2	3903		—	—	40,81
Pb - 3	3904		—	—	44,52
Pb - 4	3905		—	—	48,52

REFERENCIAS

- ** Responsabilidad del cliente
- *** = No se pudo analizar por interferencia de matriz. Envases contenían materia orgánica.
- Valor con el símbolo "<" implica por debajo del límite de determinación.
- L.D / ppm = Límite de determinación en partes por millón
- = No solicitado por el cliente



T.S. Rosmery Torrez Y.
Supervisor

Ricardo Solís
Dipl. Ing. Ricardo Solís
Jefe Laboratorio

Milton Salas Cazon
Dr. Ing. Milton Salas Cazon
Résp. Control de Calidad

- Las firmas de los responsables de este trabajo confirman que los resultados finales reflejan verdaderamente los datos originales. Los resultados se refieren únicamente a las muestras ensayadas.
- Prohibida la reproducción total o parcial de este documento sin previa autorización escrita del laboratorio.
- En caso de que el laboratorio no efectuó el muestreo, no es responsable para la representabilidad, ni la preservación de las muestras.
- Las muestras serán almacenadas por un lapso no mayor a 3 meses en un depósito del laboratorio (en relación a la estabilidad).

Dir.: Ciudadela Universitaria
 Casilla 252
 Oruro - Bolivia

e-mail: spectrolab@cofeor.net.bo
 Página Web: <http://www.geocities.com/spectrolab2000/spectrolab.html>

Teléfono: 2 - 5280008
 2 - 5262983
 Fax: 2 - 5260008

ANEXO 2

Resultados de Muestra de Drenaje Ácido de Mina Sin Tratar y Tratada con 10 ml de Pectina



Nº. 19488

INFORME DE ANALISIS

NOMBRE DEL CLIENTE	Wilson Wilfredo Sanga Yampari	
DIRECCION DEL CLIENTE	Puno - Perú	
CARACTERISTICAS	Soluciones	
PROCEDENCIA	**	
RESPONSABLE MUESTREO	**	FECHA DE MUESTREO **
FECHA RECEPCION:	30-Jun-06	FECHA DE ENTREGA 19-Jul-06
PAGINA	1/2	

RESULTADOS:

Parámetros	Unidades	Norma/Método	LD/ppm	Muestra	
				Sin Tratar	Tratada
			Código Cliente	3889	3890
			Código Laboratorio	3889	3890
Arsénico As	[mg/L]	ASTM D 2972 B	0,002	<0,002	0,044
Cadmio Cd	[mg/L]	ASTM D 3557 A	0,003	0,018	0,033
Cobre Cu	[mg/L]	ASTM D 1688 B	0,02	<0,02	0,05
Hierro Fe	[mg/L]	ASTM D 1068 A	0,02	23,55	0,89
Mercurio Hg	[mg/L]	ASTM D 3223	0,001	***	***
Níquel Ni	[mg/L]	ASTM D 1886 A	0,02	<0,02	0,41
Plomo Pb	[mg/L]	ASTM D 3559 A	0,03	<0,03	<0,03
Zinc Zn	[mg/L]	ASTM D 1691	0,005	0,404	0,209

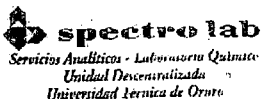
REFERENCIAS

** Responsabilidad del cliente

*** = No se pudo analizar por interferencia de matriz. Envases contenían materia orgánica.

Valor con el símbolo "<" implica por debajo del límite de determinación.

L.D / ppm = Límite de determinación en partes por millón



T.S. Rosmery Forrez Y.
T.S. Rosmery Forrez Y.
Supervisor

Ricardo Solís
Dipl. Ing. Ricardo Solís
Jefe Laboratorio

Milton Salas Cazon
Dr. Ing. Milton Salas Cazon
Resp. Control de Calidad

- Las firmas de los responsables de este trabajo confirman que los resultados finales reflejan verdaderamente los datos originales. Los resultados se refieren únicamente a las muestras ensayadas.
- Prohibida la reproducción total o parcial de este documento sin previa autorización escrita del laboratorio.
- En caso de que el laboratorio no efectuó el muestreo, no es responsable para la representabilidad, ni la preservación de las muestras.
- Las muestras serán almacenadas por un lapso no mayor a 3 meses en un depósito del laboratorio (en relación a la estabilidad).

Dir.: Ciudadela Universitaria
Casilla 252
Oruro - Bolivia

e-mail: spectrolab@coteor.net.bo
Página Web: <http://www.geocities.com/spectrolab2000/spectrolab.html>

Telfs.: 2 - 5260098
2 - 5262983
Fax: 2 - 5260008

ANEXO 3

CÁLCULO DE LOS PARAMETROS ÓPTIMOS

Calculo de los valores de mínima remoción del Cobre con pectina
Efectuada en programa de Excel

	$ax + by = c$	
	$dx + ey = f$	
Datos		
a	b	c
-0,258	0,034	1,497
d	e	f
0,034	0,004	0,535
SOLUCIÓN		
X	Y	
5,58	86,35	

Calculo de los valores de máxima remoción del Niquel con pectina
Efectuada en programa de Excel

	$ax + by = c$	
	$dx + ey = f$	
Datos		
a	b	c
-0,112	0,007	-1,272
d	e	f
0,007	0,006	0,5751
SOLUCIÓN		
X	Y	
16,17	76,99	

Calculo de los valores de máxima remoción del Zinc con pectina
Efectuada en programa de Excel

	$ax + by = c$	
	$dx + ey = f$	
Datos		
a	b	c
-0,176	0,035	-3,031
d	e	f
0,035	-0,026	-1,246
SOLUCIÓN		
X	Y	
36,53	97,10	

Calculo de los valores de mínima remoción del Cadmio con pectina
Efectuada en programa de Excel

	$\begin{cases} ax + by = c \\ dx + ey = f \end{cases}$	
Datos		
a	b	c
0,628	0,03	-3,337
d	e	f
0,03	0,012	0,882
SOLUCIÓN		
x	y	
-10,02	98,55	

Calculo de los valores de máxima remoción del Plomo con pectina
Efectuada en programa de Excel

	$\begin{cases} ax + by = c \\ dx + ey = f \end{cases}$	
Datos		
a	b	c
-0,818	0,006	-4,665
d	e	f
0,006	0,002	0,158
SOLUCIÓN		
x	y	
6,15	60,56	

ANEXO 4

ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LOS MODELOS DE LOS PROGRAMAS EXPERIMENTALES DE REMOCIÓN DE METALES PESADOS

ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EL MODELO DEL PROGRAMA EXPERIMENTAL DEL COBRE

TABLA 8.1. Determinación de la suma de cuadrados

Nº Prueba	pH	Tem Peratura °C	% Remoción Observados	% Remoción Ajustados	Cuadrado Ajustados	Cuadrado Observados
1	1	10	48	48,0	0,30	0,33
2	1	87	15	18,0	934,86	1127,04
3	11	10	61	61,0	155,12	154,47
4	11	87	82	84,9	1319,47	1117,47
5	4,5	20	40	50,4	3,31	73,47
6	4,5	20	50	50,4	3,31	2,04
7	4,5	20	44	50,4	3,31	20,90
Promedios			48,57	51,9		
Suma de cuadrados					2419,67	2495,71

El Cuadrado de los valores observados y ajustados esta en función al valor observado

ELABORACIÓN: El Autor

TABLA 8.2. Análisis de varianza para el modelo de segundo orden del cobre

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de Libertad	Media de cuadrados	F ₀	Porcentaje Confiabilidad 5 y 1
Regresión	503,70	5	100,74	1,48	44,89
Error	67,93	1	67,93		
Total	571,63	6			

ELABORACIÓN: El Autor

**ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EL MODELO DEL PROGRAMA
EXPERIMENTAL DEL NIQUEL**

TABLA 8.3. Determinación de la suma de cuadrados

Nº Prueba	pH	Tem peratura °C	% Remoción Observados	% Remoción Ajustados	Cuadrado Ajustados	Cuadrado Observados
1	1	10	48	48,0	0,30	0,33
2	1	87	15	18,0	934,86	1127,04
3	11	10	61	61,0	155,12	154,47
4	11	87	82	84,9	1319,47	1117,47
5	4,5	20	40	50,4	3,31	73,47
6	4,5	20	50	50,4	3,31	2,04
7	4,5	20	44	50,4	3,31	20,90
Promedios			48,57	51,9		
Suma de cuadrados					2419,67	2495,71

El Cuadrado de los valores observados y ajustados esta en función al valor observado
ELABORACIÓN: El Autor

TABLA 8.4. Análisis de varianza para el modelo de segundo orden del Niquel

Fuente de Variación	Suma de cuadrados	Grados de Libertad	Media de cuadrados	F ₀	Porcentaje Confiabilidad 5 y 2
Regresión	2419,67	5	483,93	12,73	92,56
Error	76,05	2	38,02		
Total	2495,71	7			

ELABORACIÓN: El Autor

**ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EL MODELO DEL PROGRAMA
EXPERIMENTAL DEL ZINC**

TABLA 8.5. Determinación de la suma de cuadrados

Nº Prueba	pH	Tem peratura °C	% Remoción Observados	% Remoción Ajustados	Cuadrado Ajustados	Cuadrado Observados
1	1	10	1	1,0	594,34	595,36
2	1	87	1	2,6	521,62	595,36
3	11	10	24,3	24,3	1,27	1,21
4	11	87	51,2	52,8	748,62	665,64
5	4,5	20	33	21,3	16,85	57,76
6	4,5	20	33,3	21,3	16,85	62,41
7	4,5	20	34	21,3	16,85	73,96
Promedios			25,40	20,6		
Suma de cuadrados					1916,40	2051,70

El Cuadrado de los valores observados y ajustados esta en función al valor observado
ELABORACIÓN: El Autor

TABLA 8.6. Análisis de varianza para el modelo de segundo orden del Zinc

Fuente de Variación	Suma de cuadrados	Grados de Libertad	Media de cuadrados	F ₀	Porcentaje Confiabilidad 5 y 2
Regresión	1916,40	5	383,28	5,67	84,32
Error	135,30	2	67,65		
Total	2051,70	7			

ELABORACIÓN: El Autor

ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EL MODELO DEL PROGRAMA
EXPERIMENTAL DEL CADMIO

TABLA 8.7. Determinación de la suma de cuadrados

Nº Prueba	pH	Tem Peratura °C	% Remoción Observados	% Remoción Ajustados	Cuadrado Ajustados	Cuadrado Observados
1	1	10	25,35	25,4	550,34	551,51
2	1	87	2,11	4,6	1958,00	2183,16
3	11	10	99,47	99,4	2559,42	2563,98
4	11	87	99,71	101,7	2798,49	2588,34
5	4,5	20	38,95	38,5	107,23	97,70
6	4,5	20	38,4	38,5	107,23	108,87
7	4,5	20	37,85	38,5	107,23	120,65
Promedios			48,83	49,5		
Suma de cuadrados					8187,94	8214,21

El Cuadrado de los valores observados y ajustados esta en función al valor observado
ELABORACIÓN: El Autor

TABLA 8.8. Análisis de varianza para el modelo de segundo orden del Cadmio

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de cuadrados	F ₀	Porcentaje Confiabilidad 5 y 2
Regresión	8187,94	5	1637,59	124,66	99,20
Error	26,27	2	13,14		
Total	8214,21	7			

ELABORACIÓN: El Autor

**ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EL MODELO DEL PROGRAMA
EXPERIMENTAL DEL PLOMO**

TABLA 8.9. Determinación de la suma de cuadrados

Nº Prueba	pH	Temperatura °C	% Remoción Observados	% Remoción Ajustados	Cuadrado Ajustados	Cuadrado Observados
1	1	10	85,9	85,9	1,23	1,21
2	1	87	82,6	81,7	28,54	19,36
3	11	10	84	84,1	8,63	9,00
4	11	87	85	84,4	6,51	4,00
5	4,5	20	92,5	93,5	42,87	30,25
6	4,5	20	92	93,5	42,87	25,00
Promedios			87,00	87,2		
Suma de cuadrados					130,63	88,82

El Cuadrado de los valores observados y ajustados esta en función al valor observado
ELABORACIÓN: El Autor

TABLA 8.10. Análisis de varianza para el modelo de segundo orden del cadmio

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Media de cuadrados	F ₀	Porcentaje Confiabilidad 5 y 1
Regresión	130,63	5	26,13	0,62	26,16
Error	41,81	1	41,81		
Total	88,82	6			

ELABORACIÓN: El Autor

ANEXO 5

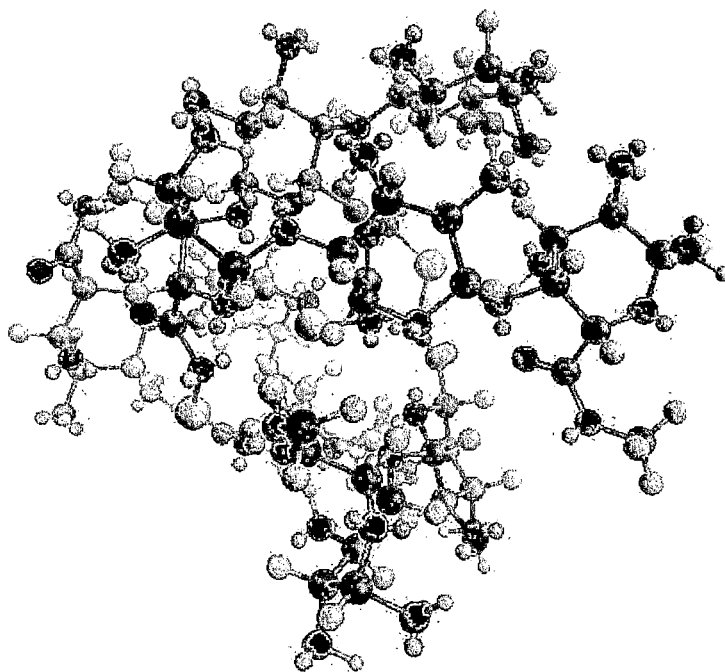


Fig. 8.1. Estructura del complejo de la pectina con metal pesado

ANEXO 5
VISTAS FOTOGRÁFICAS

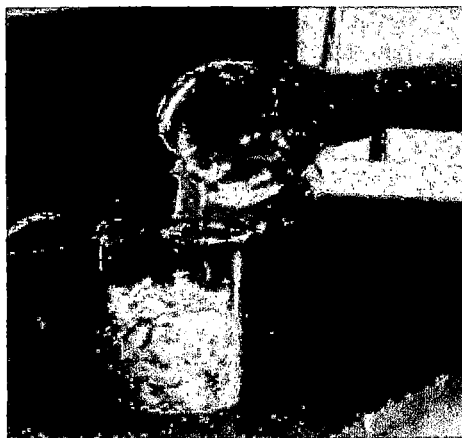


Foto 1 Agregado de Agua en el Albedo de la Pectina



Foto 2 Extracción de la pectina en solución acuosa



Foto 3 Precipitación de la pectina con etanol

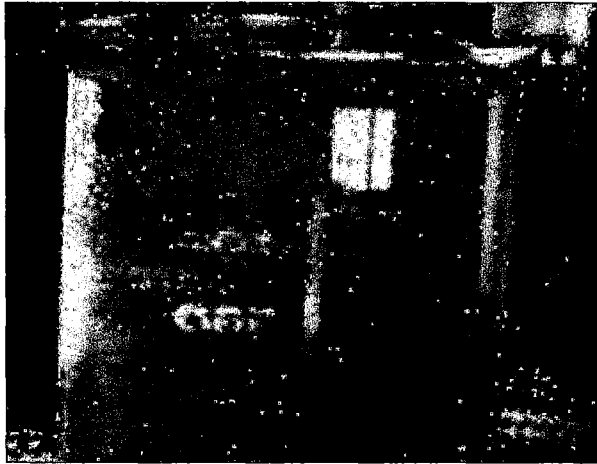


Foto 4 Formación del gel de pectina



Foto 5 Vista del gel de pectina

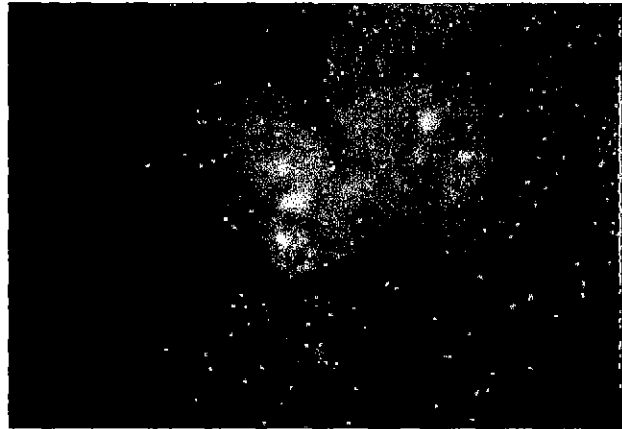


Foto 6 Vista del gel concentrado de pectina

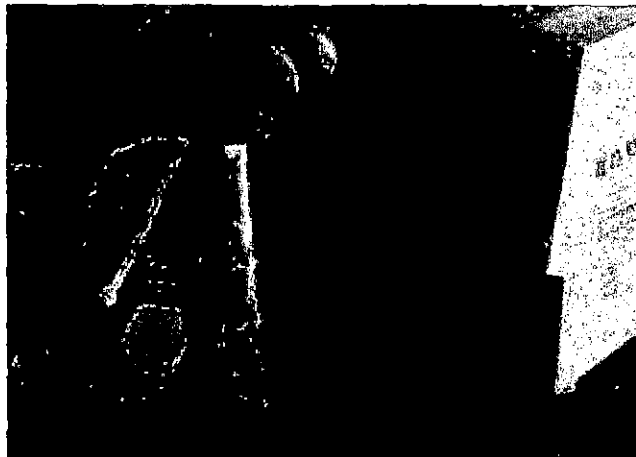


Foto 7 Titulación volumétrica para determinación del grado ácido de la pectina

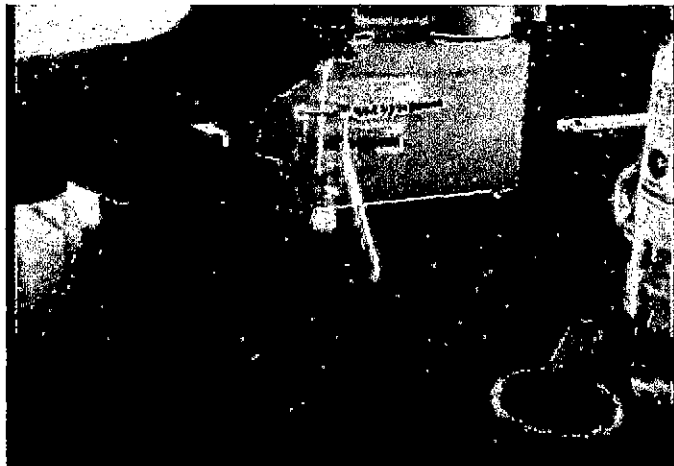


Foto 8 Titulación volumétrica para determinación del grado de esterificación de la pectina

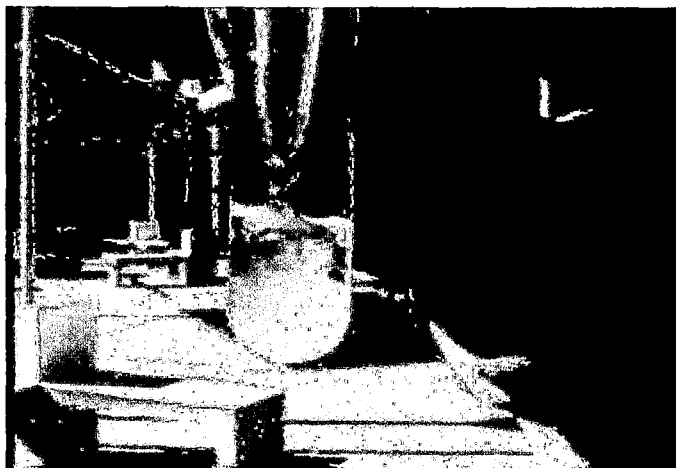


Foto 9 Reacción de solución de pectina con solución de Cobre



Foto 10 formación del complejo de pectina con Cobre



Foto 11 Precipitación del complejo de pectina con Cobre

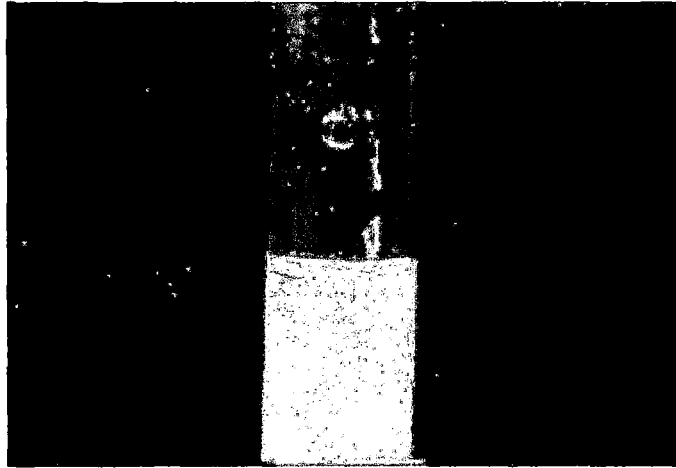


Foto 12 Reacción de la solución de pectina con Plomo



Foto 13 Formación del complejo de pectina con Plomo

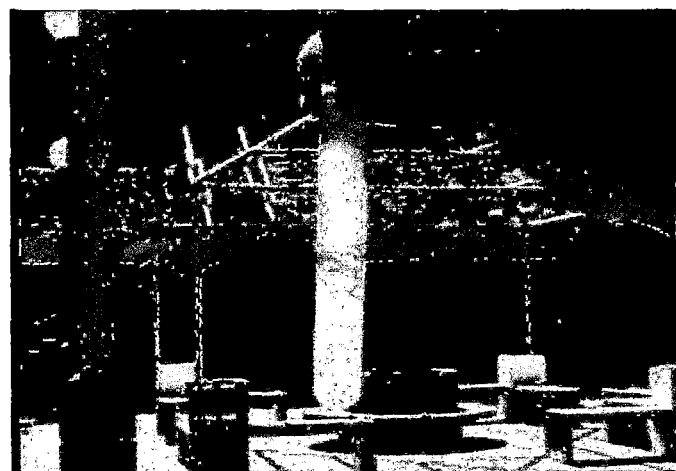


Foto 14 Precipitación del complejo de pectina con Plomo