



Dyna

ISSN: 0012-7353

dyna@unalmed.edu.co

Universidad Nacional de Colombia

Colombia

PRIETO GARCÍA, FRANCISCO; OTAZO SÁNCHEZ, ELENA M.; GORDILLO MARTÍNEZ, ALBERTO J.; MÉNDEZ MARZO, MARÍA A.; SÁNCHEZ DE JESÚS, FÉLIX

Síntesis de arsenoalginato de calcio para eliminación de iones arseniatos en aguas contaminadas

Dyna, vol. 74, núm. 153, noviembre, 2007, pp. 167-179

Universidad Nacional de Colombia

Medellín, Colombia

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=49615316>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica

Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal

Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

SÍNTESIS DE ARSENOALGINATO DE CALCIO PARA ELIMINACIÓN DE IONES ARSENIATOS EN AGUAS CONTAMINADAS

SYNTHESIS OF CALCIUM ARSENOALGINATE FORM ELIMINATION THE ARSENIATE IONS IN CONTAMINATED WATER

FRANCISCO PRIETO GARCÍA

Dr. en Ciencias Químicas, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo prietog@uaeh.reduaeh.mx

ELENA M. OTAZO SÁNCHEZ

Dra. en Ciencias Químicas, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

ALBERTO J. GORDILLO MARTÍNEZ

Dr. en Ciencias Químicas, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

MARÍA A. MÉNDEZ MARZO

Lic. en Química, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

FÉLIX SÁNCHEZ DE JESÚS

Dr. en Materiales y Metalurgia,, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

Recibido para revisar Octubre 30 de 2006, aceptado Febrero 12 de 2007, versión final Febrero 21 de 2007

RESUMEN: Utilizando alginato de sodio comercial, se optimizó la síntesis del arsenoalginato de calcio utilizando el CaCl_2 y arsénico en forma de NaH_2AsO_4 . Se probó concentraciones de As entre $20\text{--}1000\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ para finalmente probar en aguas reales contaminadas con contenidos de $480\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ y evaluar la eficiencia de coprecipitación y eliminación de As. Los resultados optimizados indicaron trabajar con niveles de concentración de alginato de $1.0\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, pH 6 y concentración de CaCl_2 entre $400\text{--}500\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ a temperatura ambiente, mayores temperaturas, favorecen más la redisolución de los precipitados que la sedimentación. Se obtuvo sólidos cristalinos que pudieran ser evaluados en otros estudios con algún uso potencial. La eficiencia de eliminación de As en aguas contaminadas fue de 96 % lo cual es indicativo de que los contenidos de As de esta agua, pueden ser minimizados desde sus valores iniciales a niveles cercanos a lo establecido por la normatividad mexicana actual.

PALABRAS CLAVE: arsénico, optimización, eficiencia, eliminación, sedimentos

ABSTRACT: Synthesis of calcium arsenoalginate was optimized using common sodium alginate, CaCl_2 and NaH_2AsO_4 which brought the arsenic. In order to evaluate the co-precipitation efficiency and elimination of arsenic, several concentrations of As, ranging from 20 to $1000\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ was tested including real contaminated water containing $480\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ of arsenic. Optimized results, by means of factorial design matrix, pointed out the best synthesis conditions; sodium alginate concentration of $1.0\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, pH 6, CaCl_2 concentration between $400\text{--}500\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ and room temperature. Re-dissolution of the precipitates is promoted than sedimentation when temperature is greater than room temperature. The precipitates are crystalline solids that in future studies will be characterized more extensively in order to elucidate potential applications. In contaminated water the arsenic was eliminated with an efficiency of 96% these result allows to consider that is possible to reduce arsenic concentration until levels according to Mexican standard.

KEYWORDS: arsenic, optimisation, efficiency, elimination, sediments

1. INTRODUCCIÓN

En México como en otros países existen zonas minerales donde el arsénico en sus diferentes especies contaminan aguas que son del consumo humano. En cuanto a las reacciones de ligandos con este elemento se tienen muy pocos avances y principalmente en la forma menos tóxica, As(V), como ion arseniato. Lo anterior crea el interés por hacer estudios referentes a buscar moléculas orgánicas que puedan servir para ligar y/o atrapar a estas especies de arsénico y poderlo remover de manera eficiente del agua de consumo.

Los contenidos de As en las aguas de pozo de Zimapán, Estado de Hidalgo, México, resultan evidentes, debido a la presencia de minerales arsenicales: arsenopirita, FeAsS ó $\text{FeS}_2\text{FeAs}_2$ [1]; Rejalgar, As_2S_2 ; Oropimento, As_2S_3 ; Loellingita, FeAs_2 y Tennantita, $\text{Cu}_{12}\text{As}_4\text{S}_{13}$ entre otros [2, 3]. Así también, las actividades mineras para la extracción de recursos minerales de la zona han traído como consecuencia un incremento en el contenido de As en las aguas de los pozos, norias y manantiales de la región, rebasando los límites máximos permitidos por la Normativa Oficial Mexicana [4, 5]. Estudios realizados a las aguas de Zimapán han revelado que se encuentran contaminadas con arsénico [6, 7], que se presenta predominantemente como As(V) en formas de

H_2AsO_4^- y HAsO_4^{2-} , que son menos tóxicas que las de As(III) [7, 8-10]. Concentraciones del orden de 300 a 500 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ de As han sido suficientes para desarrollar cuadros graves de intoxicación [11, 12]. El alginato es un polisacarido que es obtenido de las algas pardas (*Macrocistis Pyrifera*), presenta una amplia y creciente gama de aplicaciones industriales por sus propiedades como estabilizantes y espesantes y son utilizados para la industria farmacéutica, alimenticia, como ablandadores de aguas, entre otros usos [13].

En la búsqueda de compuestos orgánicos que atrapen al arsénico, la síntesis del alginato de calcio en presencia de iones arseniatos, ha sido una opción. En la precipitación del alginato de calcio, el As(V) en forma de arseniato (HAsO_4^{2-} ó H_2AsO_4^-) puede reaccionar y coprecipitar en forma de redes, llamadas “caja de huevos.” (ver figura 1).

Químicamente los alginatos son polímeros cuyas unidades monoméricas son los ácidos urónicos, azúcares donde el grupo CH_2OH del C_6 ha sido reemplazado por un grupo COOH , una de las unidades deriva de la D-manosa y se llama ácido D-manurónico (M) la otra es su epímero en C_5 , el ácido L-gulurónico (G), solo difieren en la configuración del C_5 [14].

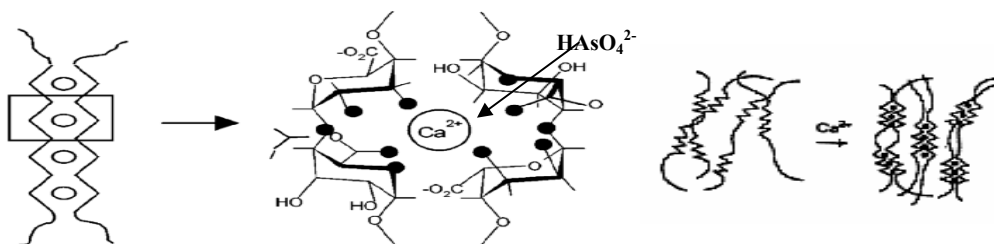


Figura 1. Formación de la “caja de huevos” y la ubicación de los iones polivalentes que sirven de enlace de dos moléculas de polímero. La presencia de iones arseniatos pueden permitir su coprecipitación.

Figure 1. Formation of the "egg box" and the location of the polyvalence ions that serve as connection of two polymer molecules. The ion presence arsenates can allow its coprecipitation.

2 PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Desarrollo de la Síntesis

Para la síntesis del arsenoalginato de calcio, se utilizó el diseño experimental que se indica en las

tablas 1 y 2 que corresponden a los factores de control y los niveles a que fueron evaluados para optimizar la síntesis y la matriz del diseño factorial utilizada, respectivamente.

Se consideraron estas variables teniendo en cuenta que los alginatos de sodio son utilizados como

polielectrolitos coagulantes en este intervalo de concentraciones ($0.1-2.0 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$), así como en estos mismos niveles en la industria alimenticia [14]; las concentraciones de arseniato fueron tomadas teniendo en consideración que fueran valores en el mínimo establecido por la normatividad mexicana actual ($20 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$, NOM 1996) [16] y valores por debajo y por encima de los niveles conocidos de las aguas de pozo en Zimapán ($300-500 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$). Los valores del pH del medio se preestablecieron mediante ensayos previos para ajustar a conseguir los mayores niveles de precipitación; así mismo los niveles de temperaturas. Finalmente las concentraciones de CaCl_2 se establecieron sobre la base de no rebasar valores de Ca^{2+} mas allá de los valores que se establecen para aguas potables (NOM, 1996) [5].

Por otra parte se trataron de obtener como respuestas de la optimización de la síntesis, los

mayores porcentajes de sedimentación a diferentes tiempos, la mayor cristalinidad de los sólidos y la menor concentración de As remanente en el agua utilizada.

Tabla 1. Factores de control o variables a optimizar en el proceso de síntesis y niveles elegidos.

Table 1. Factors of control or variables to optimize in the synthesis process and chosen levels.

factores niveles	[Alginato] ($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	[Arsénico] ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	pH	[CaCl_2] ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)
1	0.5	20	1	300	25
2	1.0	100	3	400	40
3	1.5	1000	6	500	60

Tabla 2. Matriz de Diseño $L_9(3^4)$, arreglo ortogonal considerando los factores de control (A, B, C y D) y la temperatura como factor de ruido (R).

Table 2. Matrix of design $L_9(3^4)$, orthogonal adjustment considering the factors of control (A, B, C and D) and the temperature like noise factor (R).

[Alginato] ($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$) (A)	[As] ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$) (B)	pH (C)	[CaCl_2] ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) (D)	TEMPERATURA $^{\circ}\text{C}$ (R)		
				1 (25°C)	2 (40°C)	3 (60°)
0.50	20.00	1.00	300.00	1	2	3
1.00	100.00	6.00	500.00	4	5	6
1.50	1000.00	3.00	400.00	7	8	9
0.50	100.00	6.00	400.00	10	11	12
1.00	1000.00	3.00	500.00	13	14	15
1.50	20.00	1.00	300.00	16	17	18
0.50	1000.00	1.00	500.00	19	20	21
1.00	20.00	3.00	400.00	22	23	24
1.50	100.00	6.00	300.00	25	26	27

2.2 Caracterización de los Sólidos Obtenidos

Los sólidos obtenidos fueron evaluados por DRX, con el objetivo de valorar su cristalinidad; se realizaron en un espectrofotómetro de Difracción de rayos X (DRX) con fuente de radiación CuK_{α} , $\lambda=0.15406 \text{ nm}$, filtro de níquel, porta muestra con aleación de Titanio, tensión del generador de 40 KV y corriente de 30 mA con barridos angulares (2θ) desde 5 hasta 70° . Se evaluaron también por microscopía electrónica de barrido (MEB)

mediante el espectro de energía dispersiva, para identificar la presencia de Ca y As; se utilizó un microscopio JEOL JSM-820, los espectros se realizaron a 20 KV, a la misma distancia de trabajo ($d=39 \text{ mm}$) y aumentos de X350.

Se les determinó a los sólidos obtenidos el tamaño de partícula, se utilizó un equipo de determinación de distribución de tamaño de partículas en suspensión por difracción de rayos láser LS 13-320 de la firma Beckman Coulter.

2.3 Análisis de la Fase Líquida.

El medio acuoso contaminado por presencia de iones arseniato fue evaluado al final de cada experimento para evaluar las concentraciones remanentes de As y analizar la eficiencia del proceso para la depuración de este tipo de aguas; se utilizó espectroscopía absorción atómica (EAA) con la técnica de generación de hidruros, y previa prerreducción del As. Se usó un espectrofotómetro Perkin Elmer, modelo AANALYST 100, con llama acetileno-aire, flujo de aire de 0,8-1,1 L/min y flujo de acetileno de 0,8 a 1,2 L.min⁻¹. El procedimiento se realizó tomando una cantidad de 0.300 gr de sólido que fue digerida con 5 ml de HNO₃ concentrado y 5 ml de agua desionizada, en horno de microondas Marca Questron modelo 1000 Wave con una potencia de 1000 Watts y un gradiente de calentamiento de 20 min a 170 °C manteniendo una presión interna en los vasos digestores menor a 180 psi. La prerreducción del As se realizó con mezcla de KI/ácido ascórbico al 0.2% cada uno [15].

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Sedimentación y Eficiencia

Variaron desde un mínimo de 28% hasta 92%; es importante destacar que a mayores porcentajes de sedimentación mejores resultados se esperan. De estos valores se pudo concluir que en promedio, bajo condiciones de 25°C, 40°C y 60°C, los porcentajes de sedimentación fueron 67, 59 y 53, respectivamente (tabla 3). Se presenta el análisis de varianza (ANOVA) realizado a partir de los datos experimentales obtenidos, los valores se muestran en la tabla 4. Se puede apreciar que las variables de mayor contribución a los resultados en cuanto a obtener los mejores índices de sedimentación fueron la concentración de CaCl₂ que contribuye con un 8.9% (variable D) y la variable A, concentración de alginato con un 3.2%. Todo ello indica que la relación estequiométrica entre estos dos productos es fundamental para lograr la mayor precipitación y sedimentación del sólido.

La variable B, concentración de iones arseniato no afectó significativamente. La variable considerada como ruido (R) contribuye de manera importante a los resultados (17.6%), lo cual es lógico toda vez

que el efecto de temperatura indica que a mayores temperaturas puede favorecerse, por una parte una mayor floculación y con ello mejor sedimentación; pero por otra parte un incremento desmedido de la temperatura puede provocar una redisolución del precipitado.

Tabla 3. Datos obtenidos del % de sedimentación para un tiempo de 30 minutos, medición en probetas.

Table 3. Collected data of % of sedimentation for a time of 30 minutes, measurement in test tubes.

% de Sedimentación en 30 minutos		
Experimentos		
1 (25°C)	2 (40°C)	3 (60°)
62	56	44
88	86	60
82	28	40
42	40	32
88	92	92
92	62	42
68	80	55
50	32	44
35	54	66

Como una respuesta gráfica se pudo apreciar en los resultados de la figura 2, que al nivel de ruido 1 (temperatura de 25°C) se logran mejores resultados, por tanto se corrobora que aumentar la temperatura, favorece mas la redisolución del precipitado que la sedimentación o mejor floculación.

Se observa en la figura 3 los resultados de donde se concluye que la condición óptima para una mejor sedimentación se logra cuando las variables se trabajan a niveles de:

A₂ (Concentración de Alginato): 1.0 g.L⁻¹

B₂ (Concentración de iones arseniato): 100 µg.L⁻¹

C₃ (pH): 6.0

D₁ & 2 (Concentración de CaCl₂): entre 400 y 500 mg.L⁻¹

R₁ (Temperatura): 25°C

La evaluación del efecto del tiempo a los 60 minutos permitió constatar lo reflejado en las tablas 5 y 6 donde se recogen los resultados y su análisis de varianza.

A este tiempo de sedimentación los porcentajes de sedimentación variaron desde 30 % hasta 92 % y como promedio resultaron ser de 67%, 67% y 60% a temperaturas de 25, 40 y 60°C, respectivamente.

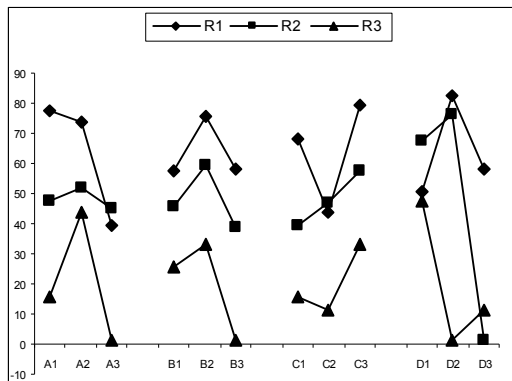


Figura 2. Respuesta gráfica del ANOVA con Valores promedios para diferentes niveles
Figure 2. Graphical answer of the ANOVA with values average for different levels from noise

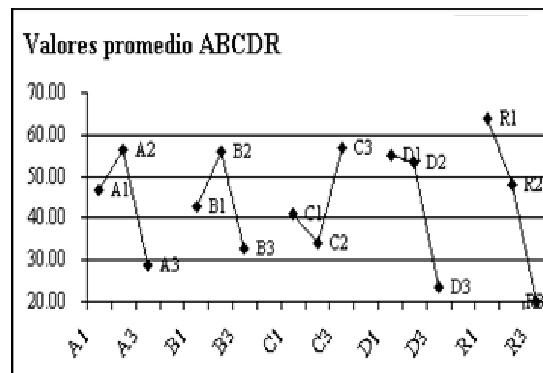


Figura 3. Respuesta a la ANOVA con valores promedio para las variables del sistema a los 30 minutos
Figure 3. Answer to the ANOVA with values average for the variables of the system to the 30 minutes.

Tabla 4. Datos del ANOVA para el sedimento de 30 minutos
Table 4. Data of the ANOVA for the sedimentation to the 30 minutes.

Variable	significación	Grados de libertad	S	V	F	S'	%
A	N	2	3609.85	1804.93	1.47	1154.44	3.2
B	Y	2	2464.52	1232.26			
C	Y	2	2450.3	1225.15			
D	N	2	5679.19	2839.59	2.31	3221.78	8.94
R	N	2	8816.96	4408.48	3.59	6359.56	17.64
e1	N	16	13021.04	813.81	0.66	6638.22	18.42
e2	N	0	0	-	-	-	-
(e)		4	4914.81	1228.7	-	31946.3	88.64
TOTAL		26	36041.85	1386.23	-	-	-

Tabla 5. Datos obtenidos del % de sedimento para un tiempo de 60 minutos.
Table 5. Collected data of % of sediment for a time of 60 minutes.

% Sedimento 60 minutos		
Experimentos		
1 (25°C)	2 (40°C)	3 (60°)
62	48	42
80	79	92
74	90	50
60	70	30
86	84	82
88	56	58
48	30	90
56	90	60
45	60	40

Tabla 6. Datos del ANOVA para la sedimentación a los 60 minutos
Table 6. Data of the ANOVA for the sedimentation to the 60 minutes.

Variable	significación	Grados de libertad	S	V	F	S'	%
A	N	2	2099.85	1049.93	2.24	1164.22	5.3
B	N	2	5111.19	2555.59	5.46	4175.56	19.0
C	Y	2	702.3	351.15			
D	Y	2	1168.96	584.48			
R	N	2	1726.74	803.37	1.85	791.11	3.6
e1	N	16	11172.59	698.29	1.49	3687.56	16.78
e2	N	0	0	-	-	-	-
(e)		4	1871.26	467.81	-	12163.1	55.33
Total		26	21981.63	845.45	-	-	-

A este tiempo se destaca que es importante por su contribución la concentración de iones arseniatos en el medio (variable B) con un 19.0 %, lo cual es indicativo que los efectos de coprecipitación de estos iones tienen una componente cinética a tener en consideración. Además la concentración de alginato sigue manteniendo una contribución considerable (variable A) y ya la concentración de los iones calcio no resulta significativa (ver figura 4).

En estas condiciones se observó que la incidencia del efecto del ruido (temperatura) ya no es tan marcado como en los 30 minutos. De esta manera concluimos que los niveles óptimos para una mejor sedimentación, siguen siendo los mismos anteriores (A_2 , B_2 , C_3 y D_1 ó 2) como se indica en la figura 5.

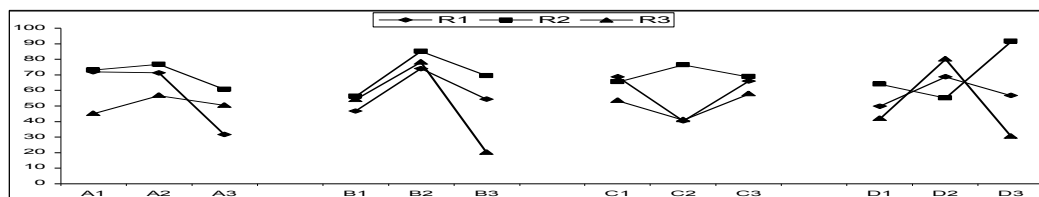


Figura 4. Respuesta del ANOVA con valores promedio a los 60 minutos de sedimentación.
Figure 4. Answer of the ANOVA with values average to the 60 minutes of sedimentation.

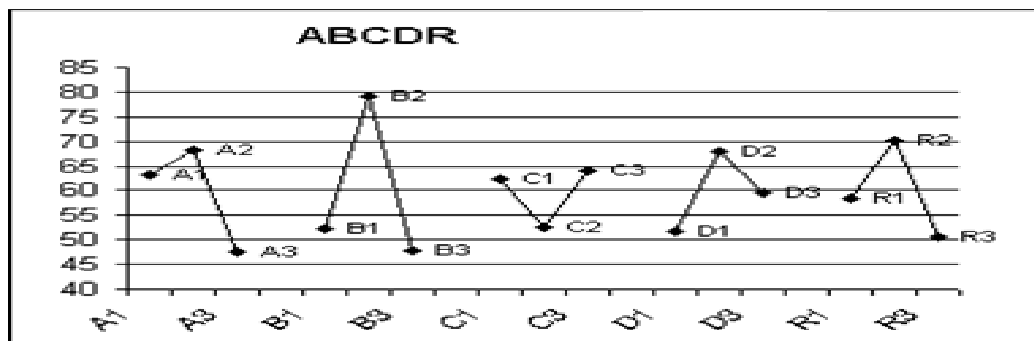


Figura 5. Respuesta del ANOVA con valores promedio a los 60 minutos.
Figure 5. Answer of the ANOVA with values average to the 60 minutes

Por su parte a las 24 horas de sedimentación se obtuvo los valores de la tabla 7. De nueva cuenta el factor ruido (temperatura) ya no es significativo por su contribución; los porcentajes de sedimentación alcanzados como promedios fueron de 56 %, 56 % y 44 % a las temperaturas de 25, 40 y 60°C, respectivamente. Sin embargo resultaron importante las contribuciones de las concentraciones de alginato, iones arseniato e iones calcio (21%, 13.5% y 10% respectivamente).

En la tabla 8 del ANOVA se observan estos valores. De nuevo resulta ser indicativo de que el proceso de coprecipitación del As en presencia de alginato tiene una contribución cinética importante y a su vez la presencia de iones Ca^{2+} contribuye de forma importante.

La figura 6 indica la poca diferencia entre los valores de ruido o efecto de la temperatura.

Por eso los resultados de las variables a este tiempo de sedimentación se ven modificadas con respecto a las anteriores (A_2 , B_2 , C_3 y $D_{1 \text{ ó } 2}$); ahora estas condiciones señalan como niveles óptimos los valores de: A_1 , B_2 , C_3 (condiciones B y C se mantienen) y D_3 . En la figura 7 se puede observar estos resultados.

Esto permite definir que las variables B y C (concentración de iones arseniato y pH, respectivamente) tendrían sus óptimos niveles en valores de concentración de $100 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ de iones arseniato) y de pH 6.0. Por su parte las variables A y D (concentración de alginato y de CaCl_2 respectivamente) pueden ser establecidas en rangos de $0.5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ hasta $1.5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ para la concentración de alginato, en tanto que la concentración de CaCl_2 puede variar desde 300 a $500 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

Tabla 7. Datos obtenidos del % de sedimento para un tiempo de 24 horas
Table 7. Collected data of % of sediment for a time of 24 hours

% Sedimento 24 horas		
Experimentos		
1 (25°C)	2 (40°C)	3 (60°)
48	42	38
54	60	80
62	74	78
62	86	30
70	54	60
54	48	0
56	24	40
52	70	44
50	45	25

Tabla 8. Datos del ANOVA para el sedimento de 24 horas.
Table 8. Data of the ANOVA for the sediment of 24 hours.

Variable	significación	Grados de libertad	S	V	F	S'	%
A	N	2	4366.89	2183.44	5.08	3506.67	21.03
B	N	2	3110.22	1555.11	3.62	2250.00	13.50
C	Y	2	1317.56	658.78			
D	N	2	2522.00	1261.00	2.93	1661.78	9.97
R	Y	2	402.89	201.44			
e1	N	16	4951.11	309.44	0.72	1930.67	11.58
e2	N	0	0.00	-	-	-	-
(e)		0	1720.44	430.11	-	11182.89	67.08
Total		26	16670.67	641.18	-	-	-

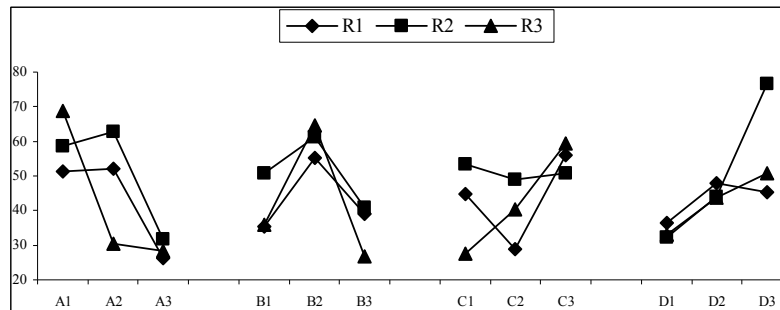


Figura 6. Respuesta del ANOVA con valores promedio a las 24 horas.

Figure 6. Answer of the ANOVA with values average to the 24 hours.

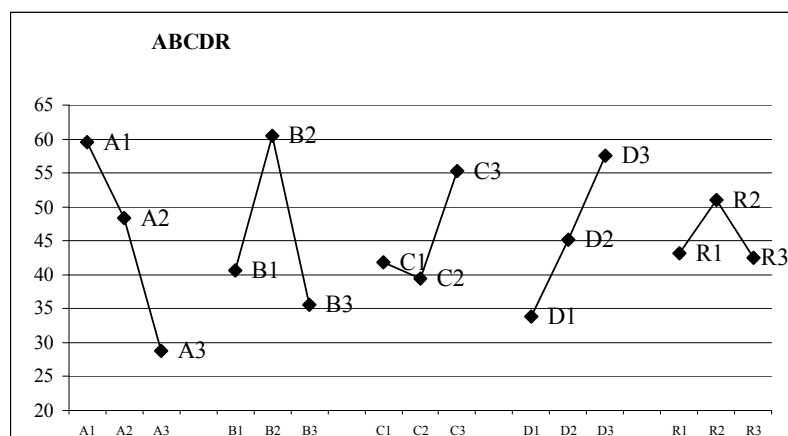


Figura 7. Respuesta del ANOVA con valores promedio a las 24 horas.

Figure 7. Answer of the ANOVA with values average to the 24 hours

3.2 Experimentos Confirmatorios

Se eligieron así, las mejores condiciones para realizar los experimentos confirmatorios; para ello se plantearon los siguientes ensayos (tabla 9). A modo de ejemplo se ilustra la matriz del experimento confirmatorio a los 60 minutos de sedimentación (tabla 10). Con estas condiciones y variando la temperatura (niveles de R) a los valores de 25, 40 y 60°C, se muestra en la tabla 11 los resultados de los % de sedimentación. Se puede apreciar que con el aumento del tiempo se produce aparentemente una compactación del sedimento, incluso extrapolando a 48 horas (ver figura 8). Así mismo se observa que a temperatura de 25°C se alcanza el mejor

resultado, lo cual permite confirmar que el aumento de temperatura no favorece de manera apreciable la sedimentación.

3.3 Caracterización de los Sólidos

A mayores porcentajes de sedimentación es lógico esperar mayores tamaños de partículas por lo cual fue evaluado este parámetro. La distribución de tamaño de partículas en suspensión por difracción de rayos láser se realizó en suspensión acuosa y en la tabla 12 se muestran los resultados de los 27 experimentos. Los valores que resultaron de interés fueron todos aquellos con tamaños mayores de 600

micras y marcados en negritas en la propia tabla. Partículas con tamaños mayores de 600 micras pueden presentar en medios acuosos, mejores potencialidades de sedimentación [12]. Como valores promedios se obtuvo 625.7, 405.7 y 341.9 micras, a 25, 40 y 60 °C; se corresponde que a 25°C se obtuvo los mayores tamaños.

Al realizar el análisis de varianza de estos resultados, se pudo notar (tabla 13) la alta contribución de las variables C (pH), B (concentración de iones arseniatos) y A (concentración de alginato), observando que la concentración de calcio no es significativa. Tampoco resulta importante el efecto de la temperatura (R), lo cual es demostrable en la figura 9.

Tabla 9. Condiciones para los ensayos confirmatorios.

Table 9. Conditions for the confirming tests.

30 Minutos				
A2	B2	C3	D1 ó D2	R1
60 Minutos				
A2	B2	C3	D2	R2
24 Horas				
A1	B2	C3	D3	R3

Tabla 10. Parámetros para experimento confirmatorio a los 60 minutos.

Table 10. Parameters for confirming experiment to the 60 minutes.

Experimento Confirmatorio (60 minutos)				
A2	B2	C3	D2	R2
[Alginato]	[As]	pH	[CaCl ₂]	Temperatura
1 g.L ⁻¹	100 µg.L ⁻¹	6	400 mg.L ⁻¹	40°C

Tabla 11. Experimento confirmatorio con parámetros iguales y variación de la temperatura.

Table 11. Confirming experiment with equal parameters and variation of the temperature

Temperatura	25°C	40°C	60°C
Respuesta % Sedimento			
30 minutos	32	24	20
60 minutos	88	74	70
24 horas	62	56	44

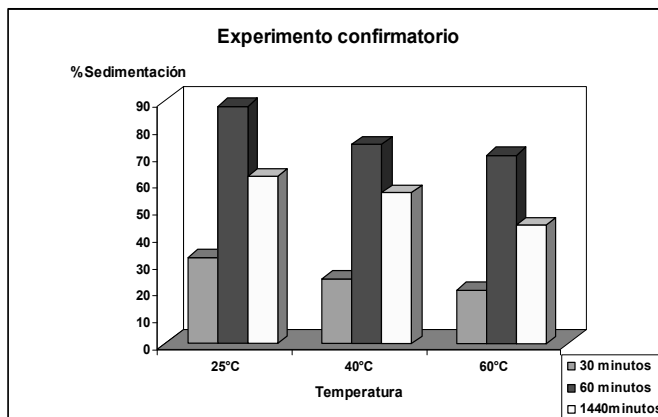


Figura 8. Tendencia del % de sedimento, a mayor tamaño mejor sedimento
Figure 8. Tendency of % of sediment, to greater size better sediment

En la figura 10 se muestran los niveles óptimos para el mayor tamaño de partícula. En la figura 11 se muestra la distribución de tamaño de partículas en los experimentos confirmatorios que se realizaron en condiciones de A₂, B₂, C₃,

D₂ y a valores de R₁, R₂, y R₃. Los sólidos evaluados por DRX mostraron la cristalinidad de los mismos, la que se puede apreciar en la figura 12.

Tabla 12. Tamaño de partícula en micras medido con equipo para determinar distribución de tamaños de partículas por difracción de rayos láser LS 13-320.

Table 12. Size of particle in microns measured with equipment to determine distribution of sizes of particles by laser beams diffraction LS 13-320

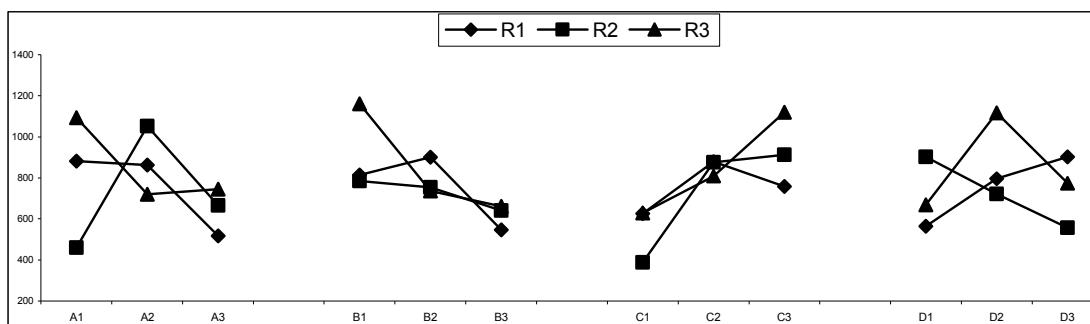
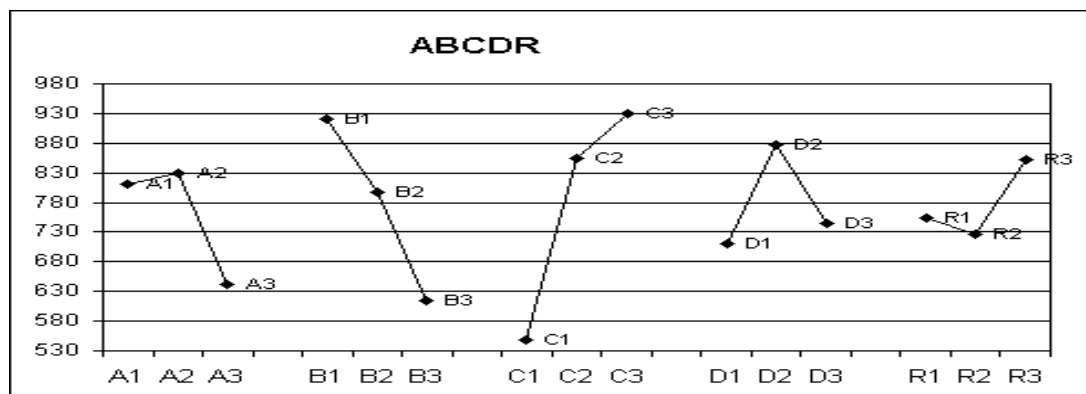
Tamaño de partículas (micras)		
1 (25°C)	2 (40°C)	3 (60°)
623,3	356,1	793,6
419,7	632,5	119,7
824,5	390,9	109,2
519,2	109,0	605,1
824,5	144,3	684,2
667,7	623,3	567,7
623,3	605,1	158,4
684,2	185,4	324,4
445,2	605,2	320,2

Por MEB se observó en el espectro de energía dispersiva la presencia de Ca y As (figura 13) y en la microfotografía que se muestra en la figura 14 se observa la morfología de los sólidos. Bajo las condiciones de los experimentos confirmatorios se evaluó la eficiencia de eliminación de As en las muestras reales de agua. Los resultados obtenidos trabajando con

una muestra del Distribuidor de agua potable de Zimapán con contenidos iniciales de As de 480.0 µg·L⁻¹, arrojaron un 95.6 % de eficiencia; es decir las concentraciones remanentes de As en agua fueron de 21.6 ± 1.4 µg·L⁻¹. Estos resultados son comparables con los obtenidos por Zouboulis y Katsoyiannis [14].

Tabla 13. ANOVA para el tamaño de partícula.**Table 13.** ANOVA for the size of particle

Variable	significación	Grados de libertad	S	V	F	S'	%
A	N	2	266471,27	133235,64	2,43	156823,76	4,5
B	N	2	422136,06	211068,03	3,85	312488,54	8,96
C	N	2	740504,37	370252,18	6,74	630856,85	18,08
D	Y	2	139994,45	69997,22			
R	Y	2	79300,59	39650,29			
e1	N	16	4951,11	114996,21	2,1	962759,24	27,6
e2	N	0	0.00	-	-	-	-
(e)		4	1317.56	54823,76	-	1425417,71	40,86
Total		26	1570918.82	60419.95	-	-	-

**Figura 9.** Valores promedio del efecto del ruido (temperatura) para el tamaño de partícula.**Figure 9.** Values average of the effect of the noise (temperature) for the size of particle.**Figura 10.** Respuesta del ANOVA para el tamaño óptimo de partícula.**Figure 10.** Answer of the ANOVA for the optimal size of particle.

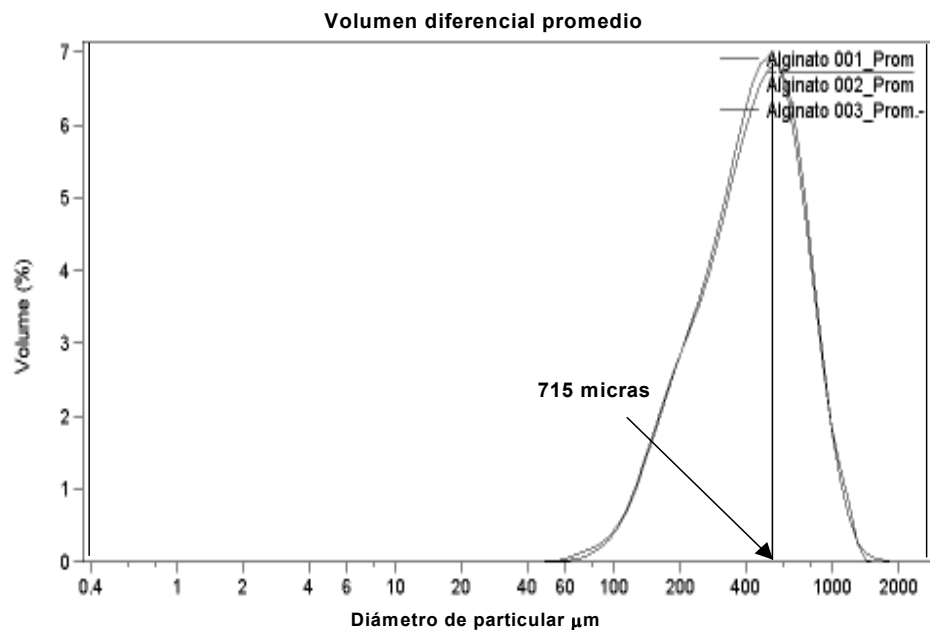


Figura 11. Distribución de los tamaños de partículas de arsenoalginato de calcio en las suspensiones acuosas de los experimentos confirmatorios.

Figure 11. Distribution of the sizes of particles of arsenoalginato of calcium in the watery suspensions of the confirming experiments

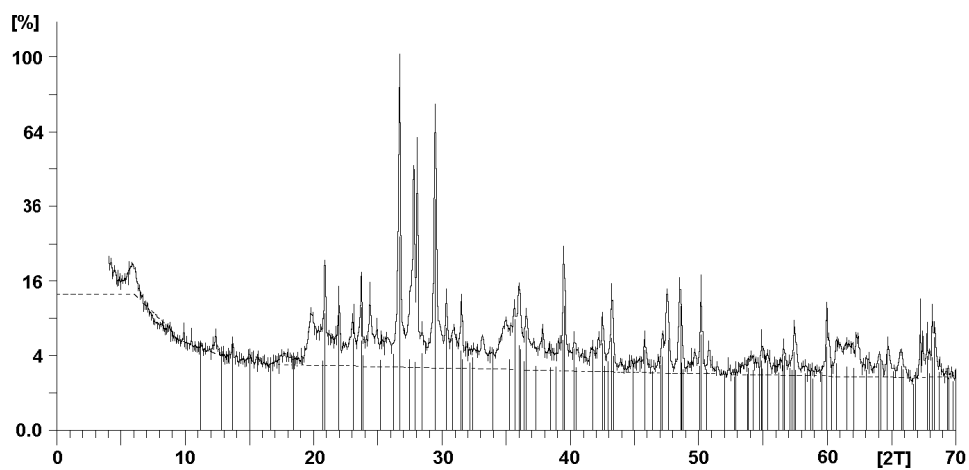


Figura 12. Difractograma de rayos X de los sólidos de arsenoalginato de calcio con fuente de radiación $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 0.15406 \text{ nm}$, tensión en el generador de 40 Kv, corriente de 30 mA y barridos de ángulos (2θ) desde 5 a 70° .

Figure 12. Diffractograph of x-ray of solids of arsenoalginato of calcium with radiation source $\text{CuK}\alpha = 0.15406 \text{ nm}$, tension in the generator of 40 Kv, current of 30 mA and sweepings of angles (2θ) from 5 to 70°

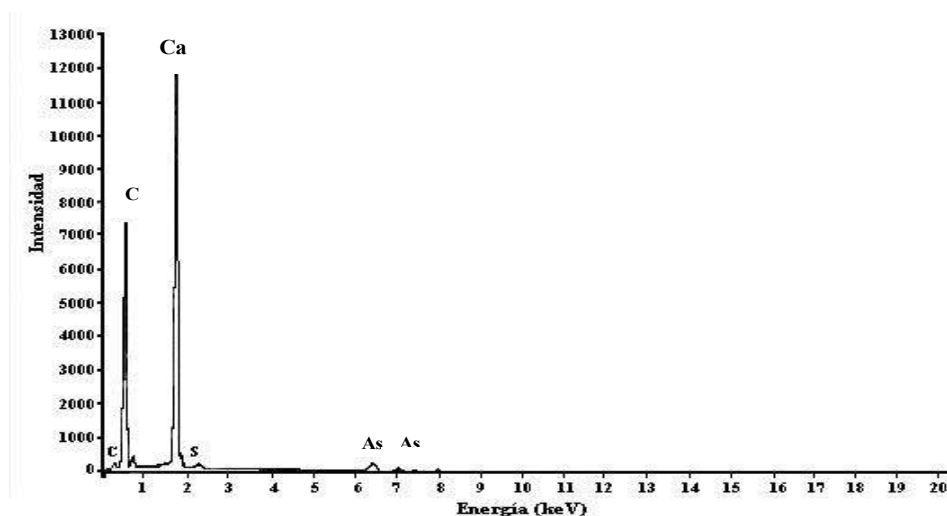


Figura 13. Espectro obtenido en un microscopio electrónico de barrido marca Jeol con columna Jeol 6300 Pioneer con voltaje de aceleración de 20 KeV y detector EDS de Silicón/Litio.

Figure 13. Spectre obtained in microscopy (SEM) marc Jeol in column 6300 Pioneer, voltage of 20 KeV and detector EDS of silicon/Li.

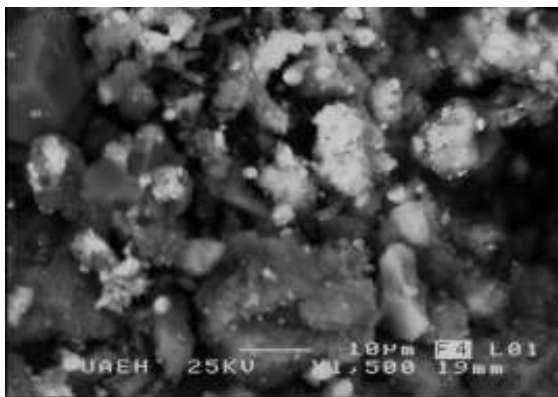


Figura 14. Microfotografía de de los sólidos de arsenoalginato de calcio, obtenidos en presencia de agua del distribuidor general de Zimapán, Hidalgo. Se observan los vértices, ángulos y aristas del material cristalino en estudio.

Figure 14. Microphotography of of solids of arsenoalginates of calcium, obtained in the presence of water of the general distributor of Zimapán, Hidalgo. The vertices, angles and edges of the crystalline material in study are observed.

4. CONCLUSIONES

Se ha podido comprobar la factibilidad de coprecipitar iones arseniatos presentes en medios acuosos contaminados por formación de arsenoalginato de calcio en condiciones optimizadas para conseguir mayores sedimentos

y una elevada eficiencia de eliminación de As. Las condiciones mejores se logran trabajando bajo niveles de concentración de alginato de sodio de 1.0 g.L^{-1} , pH de 6.0, concentración de CaCl_2 entre 400 y 500 mg.L^{-1} y a temperatura ambiente. En este sentido se puede alcanzar eficiencias de eliminación de As superiores al 95 %.

REFERENCIAS

- [1] CÁRDENAS, V. J. Monografía Geológico-Minera del Estado de Hidalgo. Secretaria de Energía Minas e Industria Paraestatal, Subsecretaria de Minas e Industria Básica. Consejo de Recursos Minerales. Pub. M-3e. Hidalgo, México. p.96. 1992).
- [2] NUÑEZ, B. J. Evaluación Hidrológica de la Cuenca de Zimapán y sus implicaciones con la presencia de Arsénico. Informe final. IICT-UAEH. Inédito. 1999.
- [3] BURRIEL, M. F.; LUCENA, C. F.; ARRIBAS, J. S y J. H. MÉNDEZ. Química Analítica Cualitativa. Ed. Paraninfo. Madrid, España. 1994.
- [4] VARGAS, P. Datos demográficos del Estado de Hidalgo. Editora UAEH. 94-96. 1994.
- [5] NOM-1996. Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-1996. Salud ambiental, agua para uso y consumo humano- Límites permisibles de calidad y tratamiento a que debe someterse para su potabilización. Diario Oficial de la Federación del 18 de enero de 1996. PROY-99. 2000.
- [6] ARMIENTA, M. A.; RODRÍGUEZ, R.; AGUAYO, A.; CISNEROS, N.; VILLASEÑOR, G. and O. CRUZ. Arsenic contamination of groundwater at Zimapán, Mexico. J. Hydrogeology. 5(2): 39-46. 1997.
- [7] PÉREZ MORENO, F.; F. PRIETO GARCÍA; A. ROJAS HERNÁNDEZ; C. A. GALÁN VIDAL; Y. MARMOLEJO SANTILLÁN; C. ROMO GÓMEZ; A. CASTAÑEDA; J. A. RODRÍGUEZ ÁVILA; E. BARRADO ESTABAN. Caracterización química de aguas subterráneas en pozos y un distribuidor de agua de Zimapán, Estado de Hidalgo, México. Hidrobiológica, 13 (2): 96-102.2003.
- [8] HARPER, T. R. and N. W. KINHAM. Removal of arsenic from wastewater using chemical precipitation methods. Water Environ. Res. 64: 200-203. 1992.
- [9] HEMMINGS, M. J. and E. A. JONES. The speciation of arsenic (V) and arsenic (III), by ion-exclusion chromatography, in solutions containing iron and sulphuric acid. Talanta 38: 151-155. 1991.
- [10] WASAY, A. S. HARON, J. UCHIUMI, A. and S. TOKUNAGA. Removal of arsenite and arsenate ions from aqueous solution by basic yttrium carbonate. Water. Res. 30: 1143-1148. 1996.
- [11] GALVÃO, L. A. C. and COREY, G. Arsénico. Serie Vigilancia 3. Ed. Centro Panamericano de Ecología Humana y Salud. Organización Panamericana de la Salud y Organización Mundial de la Salud. p.70. 1987.
- [12] BATSHEBA, A. G. Drinking water regulations in the United States of America. Texas, USA. p.1-15. 1996.
- [13] <http://www.kimica.jp/spanish/pag10.htm>, Diciembre. 2004.
- [14] ZOUBOULIS, KATSOYIANNIS. Arsenic removal using iron oxide loaded alginate beads, Ind. Eng. Chem. Res. 41, 6149-6155. 2002.
- [15] DAVIDOWSKI, L. A simple continuous flow hydride generator for ICP-OES in: Optima 3000. ICP Application studies 67. Perkin Elmer. 1-7. 1993.