

ANEXOS

En esta sección se presenta los cálculos que fueron necesarios para poder generar los datos a discutir, como lo son: las medidas de seguridad de los reactivos, la preparación de las soluciones de KMnO_4 , los porcentajes de adsorción de los metales pesados, la eficiencia del proceso de oxidación- adsorción de la lignina para la modificación con KMnO_4 y aire, así como también se encuentran los espectros IR de las ligninas modificadas con KMnO_4 y aire en forma individual.

A.1. Medidas de seguridad de los reactivos

Esta sección del informe presenta información resumida sobre las sustancias involucradas en la experimentación que de una u otra forma pueden ser peligrosas y causar efectos sobre la salud. Sin embargo, es importante considerar que los efectos de cualquier sustancia tóxica dependen de la dosis, de la duración y forma de exposición así como de la presencia de otras sustancias.

A.1.1. Medidas de seguridad de la lignina

La lignina considerada para la experimentación es una formulación purificada de la lignina Kraft que se encuentra completamente libre de los materiales celulósicos y es ideal para ser empleada en un amplio rango de aplicaciones poliméricas en donde se requiere de sólidos dispersantes o con propiedades de adsorción.

La lignina presenta potenciales riesgos a la salud con entradas al sistema a través de la ingestión, la inhalación y los ojos. Sin embargo, no existen hasta el momento documentos que demuestren una condición médica grave debido a la exposición.

En los ojos puede causar una irritación ligera con inflamación que debe desaparecer después de 48 horas como máximo. Al notar el enrojecimiento se debe lavar

inmediatamente los ojos con abundante agua durante aproximadamente 15 minutos y en caso de persistir la irritación conseguir asistencia médica de inmediato.

La piel en contacto con la lignina podría irritarse superficialmente, como medida de primeros auxilios es recomendable lavar la zona con agua y jabón y enjuagar completamente, de igual forma se recomienda quitarse cualquier prenda contaminada. En caso de desarrollarse la irritación se debe buscar atención médica.

En cuanto a la ingestión no existe ningún riesgo en el uso industrial normal, sin embargo en caso de ocurrir se recomienda beber abundante agua y consultar al médico. Por último, se tiene que para el caso de la inhalación del polvo puede ocurrir la irritación del sistema respiratorio pero sin ningún efecto adverso documentado; como medida de primeros auxilios se recomienda respirar aire fresco, administrar oxígeno en caso de ser necesario y consultar al médico.

La lignina en mezclas aéreas puede ser explosiva, por lo tanto, si el materia se quema, el fuego liberará de la combustión productos que pueden ser tóxicos (SO₂, CO y CO₂ principalmente) esto implica que se debe evitar la generación y acumulación de polvo, para ello se recomienda el manejo y almacenamiento con condiciones de ventilación adecuadas. Este agente adsorbente debe ser almacenado en lugares frescos y secos, fuera de agentes oxidantes, calor, material combustible y fuentes de ignición.

A.1.2. Medidas de seguridad de las soluciones de Níquel

El Níquel es un elemento natural muy abundante en la naturaleza. Puro es un metal duro, blanco-plateado que puede combinarse con otros metales. Muchos compuestos de Níquel se disuelven fácilmente en agua y son de color verde, no tienen olor ni sabor característicos.

El efecto adverso más común de la exposición al Níquel en seres humanos es una reacción alérgica. Aproximadamente entre un 10 y 15% de la población es sensible a

él, esto puede ocurrir cuando hay contacto directo prolongado con la piel. Una vez que una persona se ha sensibilizado al Níquel, el contacto adicional con el metal producirá una reacción, siendo la más común un salpullido en el área de contacto que también puede aparecer en un área lejos del sitio de contacto.

Con menor frecuencia, es posible que la sensibilidad al Níquel ocasione ataques de asma luego de la exposición. Está documentado que de igual forma ocasiona bronquitis crónica, alteraciones del pulmón, dolores de estómago, así como efectos adversos en la sangre y los riñones, siempre que se inhale cantidades de Níquel mucho más altas que los niveles normales ambientales.

El Níquel metálico es carcinogénico y sus compuestos son sustancias reconocidas como carcinogénicas, por lo tanto se recomienda que el agua potable contenga no más de 0,1 miligramos de Níquel por litro de agua (0,1mg/L) y se ha establecido un límite de 1 miligramo de Níquel por metro cúbico de aire (1mg/m³) para Níquel metálico y compuestos de Níquel.

A.1.3. Medidas de seguridad de las soluciones de Vanadio

El Vanadio es un metal blanco grisáceo, que se encuentra generalmente en forma de cristales. En estado puro no tiene olor, permanece largo tiempo en el aire, el agua o el suelo y no se disuelve muy bien en agua.

La exposición a altos niveles de Vanadio puede causar efectos perjudiciales para la salud. Los efectos principales de respirar altos niveles de Vanadio ocurren en los pulmones, la garganta y los ojos tales como: irritación de los pulmones, tos, respiración con resuello, dolor del pecho, secreción nasal y dolor de garganta.

Se recomienda notificar a los organismos competentes de descargas o derrames de Vanadio al medio ambiente. La Administración de Salud y Seguridad Ocupacional (OSHA) ha establecido un límite de exposición en el aire de trabajo de 0,05

miligramos por metro cúbico (0,05mg/m³) para polvos de pentóxido de vanadio y de 0,1mg/m³ para vapores de pentóxido. Por otra parte, el Instituto Nacional de Salud y Seguridad Ocupacional (NIOSH) recomienda que un nivel de 35mg/m³ de Vanadio sea considerado como de peligro inmediato a la vida y la salud.

A.2 Preparación de las soluciones de KMnO₄

Empleando la ecuación de molaridad donde, es una concentración en la cual un *mol* de una sustancia (KMnO₄) se disuelve lo suficiente en un solvente (agua destilada) para producir un litro de solución. De la molaridad se obtuvieron los moles de KMnO₄, luego se determinó la masa (gr) necesaria para obtener la concentración deseada de 0,15 M y 0,01M de KMnO₄

$$n \text{ KMnO}_4 = V * M \quad (6)$$

$$m \text{ KMnO}_4 = V * M * PM \quad (7)$$

Donde: *n* KMnO₄ : Moles de KMnO₄

V : Volumen de agua (1lt de agua)

M : Molaridad de KMnO₄ (0,15M ó 0,01M)

PM KMnO₄ : Peso Molecular del KMnO₄ (158,04gr)

m KMnO₄ : Masa de KMnO₄

Sustituyendo los valores en la ecuación (7) se tiene la masa de KMnO₄:

- Para una concentración de 0,15M:

$$m \text{ KMnO}_4 = 1\text{lt} * 0,15 \frac{\text{mol}}{\text{lt}} * 158,04 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} = 23,71 \text{ gr de KMnO}_4$$

- Para una concentración de 0,01M:

$$m \text{ KMnO}_4 = 1\text{lt} * 0,01 \frac{\text{mol}}{\text{lt}} * 158,04 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} = 1,5804 \text{ gr de KMnO}_4$$

La cantidad de masa establecida de KMnO₄ se agregó en un balón aforado de 1.000ml. Luego con agua destilada se lleva hasta el aforo. De esta manera se asegura

la concentración de KMnO_4 . Siempre el balón aforado se debe agitar vigorosamente con la finalidad de homogenizar la solución que se encuentra en su interior.

A.3 Cálculo para la obtención de los porcentajes de adsorción.

Las concentraciones iniciales como las concentraciones finales de cada metal fueron medidas por ICP, a partir de estas concentraciones dadas en ppm (mg/L). Finalmente el porcentaje adsorbido se calcula restando los ppm iniciales de los finales dividiendo por los ppm iniciales y multiplicando por cien. A continuación se presenta las tablas que representan el remanente de los metales Níquel y Vanadio:

Tabla N° 15 Concentraciones finales de Níquel y Vanadio para las experiencias por contacto directo con KMnO_4 .

Experiencia	Remanente Ni (ppm)	Remanente V (ppm)
111	18,3	2,71
110	9,84	3,69
101	12,00	0,35
100	12,8	0,62
011	20,2	10
010	17,6	10,1
001	17,4	15,4
000	17,7	13,7
Lignina Original	2,71	18,3
Solución madre (Níquel)	21,7	21,3

Tabla N°16 Concentraciones finales de Níquel y Vanadio para las experiencias de lignina modificada por tratamiento térmico con aire.

Experiencias (°C, min.)	Remanente Ni (ppm)	Remanente V (ppm)
70, 30	3,71	12,5
70, 60	3,31	12,1
100, 30	7,2	11,9
100, 60	9,44	14,5
150, 30	9,78	17,9
150, 60	11,4	15,1
Solución madre(Níquel)	20,9	20,6

- Cálculos de los porcentajes de adsorción para el Níquel y Vanadio por la modificación de KMnO_4 :

$$\% \text{ Adsorción Ni} = \frac{(\text{concentración inicial} - \text{concentración final})}{\text{concentración inicial}} * 100\% \quad (8)$$

Sustituyendo los valores de la tabla N° 15 en la ecuación (8) se tiene:

$$\% \text{ Adsorción Ni} = \frac{(21,7 \text{ ppm} - 18,3 \text{ ppm})}{21,7 \text{ ppm}} * 100\% = 15,67\% \text{ Ni Adsorbido}$$

$$\% \text{ Adsorción V} = \frac{(21,3 \text{ ppm} - 2,71 \text{ ppm})}{21,3 \text{ ppm}} * 100\% = 87,27\% \text{ V Adsorbido}$$

Nota: Este cálculo se realiza para cada una de las experiencias de Níquel y Vanadio encontradas en la tabla N° 15

- Cálculos de los porcentajes de adsorción para el Níquel y Vanadio por la modificación del tratamiento térmico:

Sustituyendo los valores de las tablas N° 16 en la ecuación (8) se tiene:

$$\% \text{ Adsorción Ni} = \frac{(20,9 \text{ ppm} - 3,71 \text{ ppm})}{20,9 \text{ ppm}} * 100\% = 82,24\% \text{ Ni Adsorbido}$$

$$\% \text{ Adsorción V} = \frac{(20,6 \text{ ppm} - 12,5 \text{ ppm})}{20,6 \text{ ppm}} * 100\% = 39,32\% \text{ V Adsorbido}$$

Nota: Este cálculo se realiza para cada una de las experiencias de Níquel y Vanadio encontradas en la tabla N° 16.

Los porcentajes de adsorción calculados para los metales en cada procedimiento de modificación se encuentran presentados en las siguientes tablas.

Tabla N° 17 Porcentaje de adsorción Níquel y Vanadio para las experiencias por contacto directo con KMnO_4 .

Experiencia	% Adsorción Ni	% Adsorción V
111	15,66	87,27
110	54,65	82,67
101	44,70	98,35
100	41,01	97,08
011	6,91	53,05
010	18,89	52,58
001	19,81	27,69
000	18,43	35,68
Lignina Original	87,03	11,16

Tabla N° 18 Porcentaje de adsorción Níquel y Vanadio para las experiencias por la modificación del tratamiento térmico con aire.

Experiencias (°C, min.)	% Adsorción Ni	% Adsorción V
70, 30	82,24	39,32
70, 60	84,16	41,26
100, 30	65,55	42,23
100, 60	54,83	29,61
150, 30	53,20	13,10
150, 60	45,45	26,69

A.4 Cálculo de la Eficiencia de lignina oxidada para el metal X

A partir de la ecuación 4 ubicada en la sección de Discusión de resultados, se obtuvieron las eficiencias respectivas para cada procedimiento de modificación.

Los valores de eficiencias se encuentran presentados en las siguientes tablas:

Tabla N° 19 Eficiencia (ϵ_f) de lignina para el Níquel y el Vanadio para las experiencias por contacto directo con $KMnO_4$

Experiencias	Lig Orig mg	Lig Oxd mg	Cantidad de mg adsorbido de Ni	Cantidad de mg adsorbido de V	mg Lig para adsorber de Ni	mg Lig para adsorber de V	$\epsilon_f \times 10^3$ de Ni mgNi/mg ligorig	$\epsilon_f \times 10^3$ de V mgV/mg ligorig
111	1500,50	2800,20	0,340	1,859	400,70	419,50	1,5835	8,2699
110	1523,70	3485,30	1,186	1,761	403,70	401,60	6,7200	10,030
101	1499,50	3203,30	0,970	2,095	470,10	431,70	4,4079	10,367
100	1495,40	1818,80	0,890	2,068	403,50	401,80	2,6827	6,2599
011	1523,60	1100,10	0,150	1,130	400,40	400,40	0,2704	2,0377
010	1499,20	1354,70	0,410	1,120	411,00	411,00	0,9014	2,4624
001	1489,00	1134,40	0,430	0,590	402,00	402,60	0,8149	1,1165
000	1498,90	1195,40	0,400	0,760	402,50	409,60	0,7925	1,4798
LigninaOrig	1500,00	1500,00	1,899	0,300	400,00	400,00	4,7475	0,750

Tabla N° 20 Eficiencia (ϵ_f) de lignina para el Níquel y el Vanadio para las experiencias por la modificación del tratamiento térmico

Experiencias	Lig Orig mg	Lig Oxd mg	Cantidad de mg adsorbido de Ni	Cantidad de mg adsorbido de V	mg Lig para adsorber de Ni	mg Lig para adsorber de V	$\epsilon_f \times 10^3$ de Ni mgNi/mg ligorig	$\epsilon_f \times 10^3$ de V mgV/mg ligorig
a	2048,0	1807,1	1,719	0,81	410,0	402,3	3,700	1,78
b	2043,6	1853,7	1,759	0,85	413,4	400	3,860	1,93
c	2030,0	1864,7	1,370	0,87	406,4	421,9	3,097	1,89
d	2040,0	1836,0	1,146	0,61	392,1	413,6	2,630	1,33
e	2093,0	1717,0	1,112	0,27	397,7	413,4	2,294	0,536
f	2006,2	1890,0	0,950	0,55	408,3	400	2,192	1,300
LigninaOrig	2000,0	2000,0	1,819	0,300	400,0	400	4,7475	0,750

A.5 Espectros IR de las ligninas modificadas con $KMnO_4$

A.5.1 Experiencia (0,15M-200ml-60min)

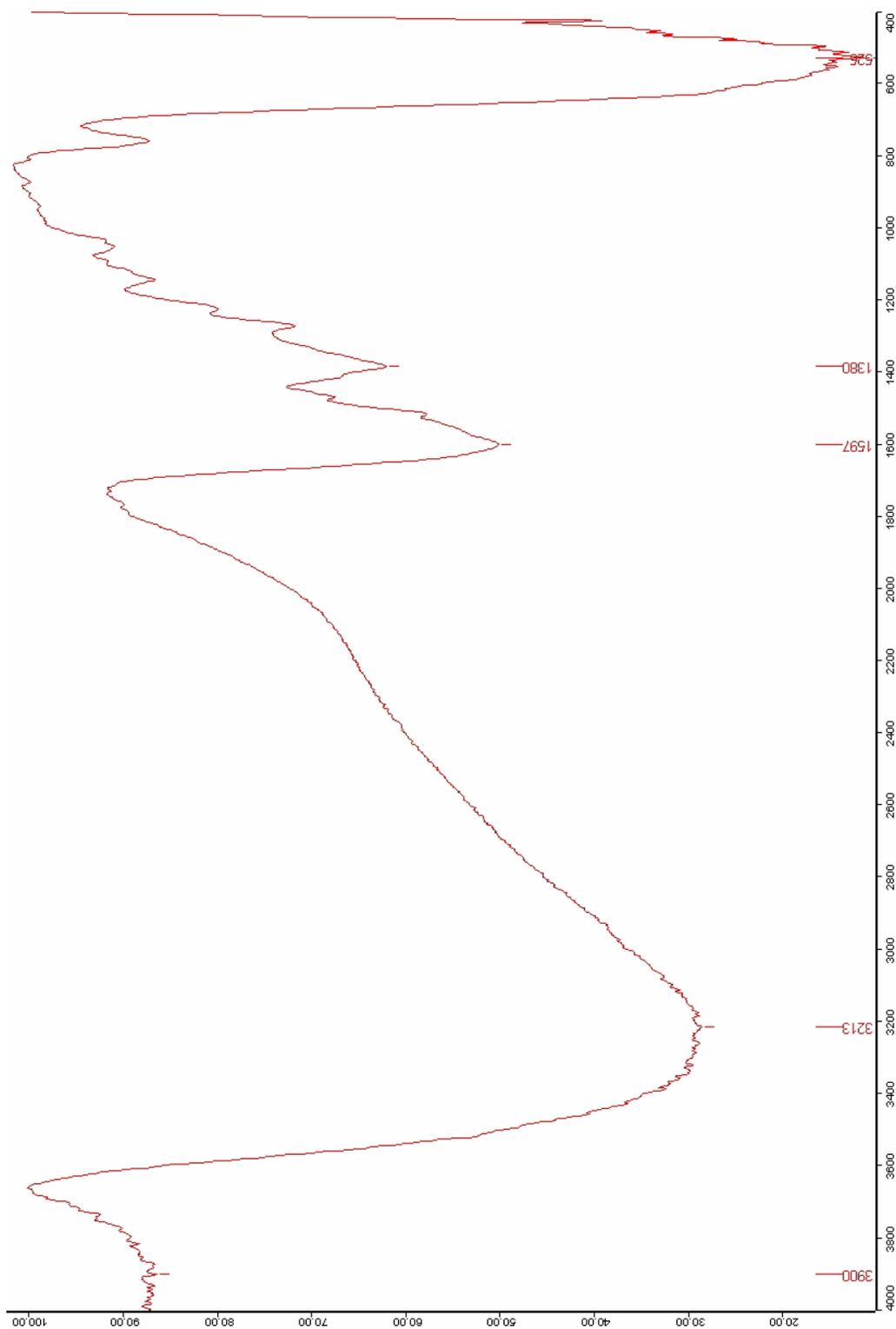


Figura N° 44 IR de la experiencia 111

A.5.2 Experiencia (0,15M-200ml-10min)

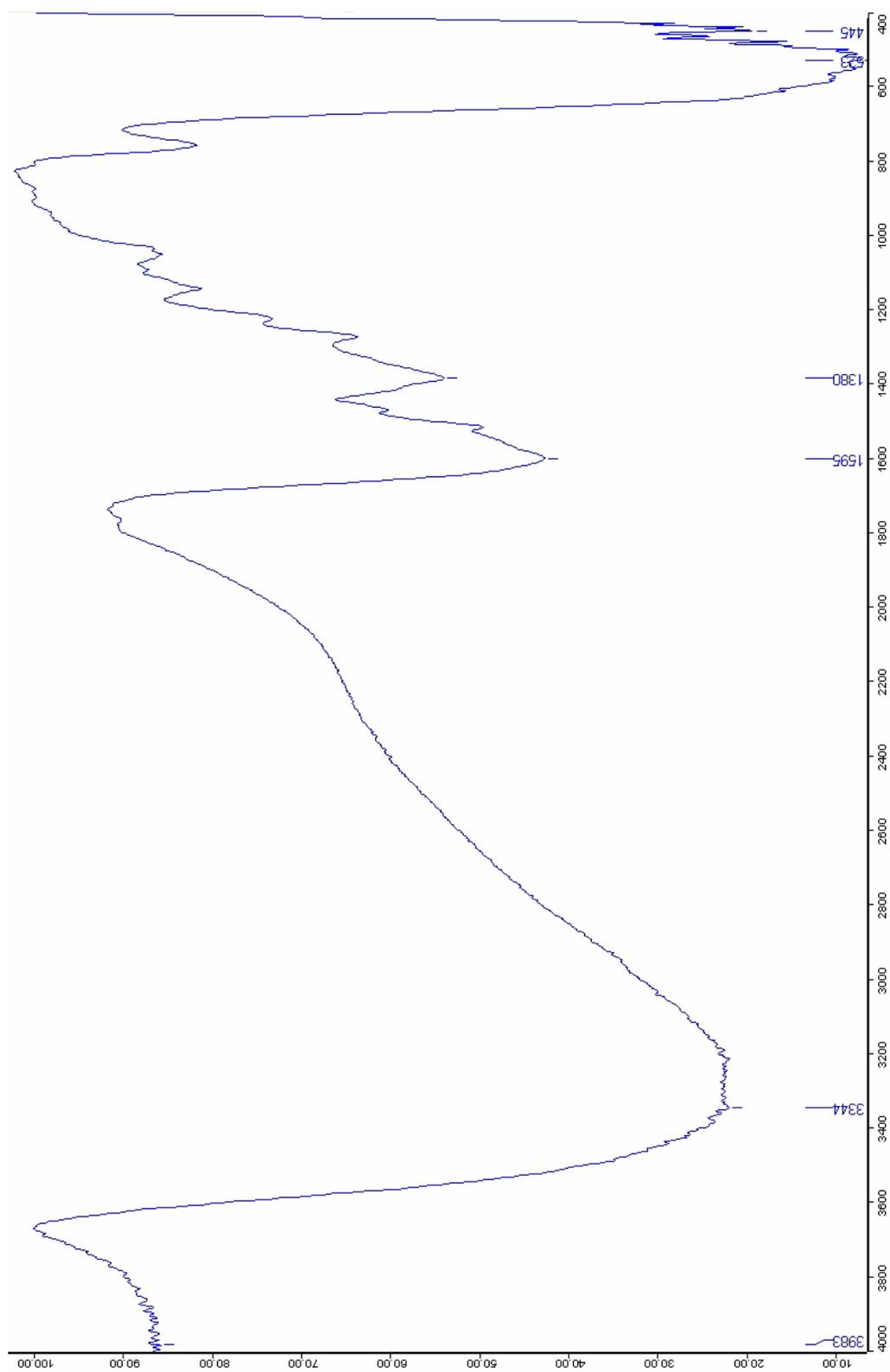


Figura N° 45 IR de la experiencia 110

A.5.3 Experiencia (0,15M-50ml-60min)

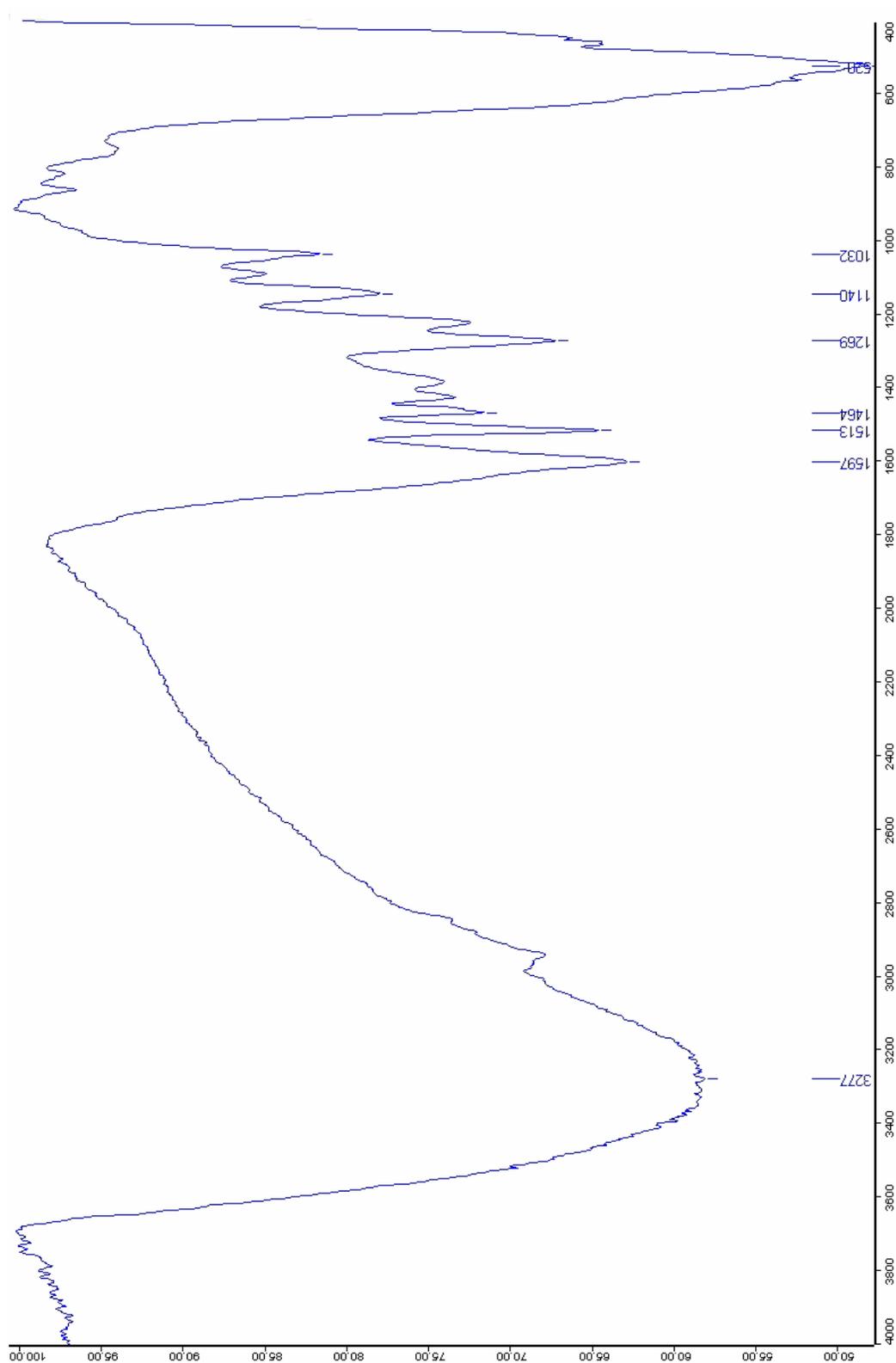


Figura N° 46 IR de la experiencia 101

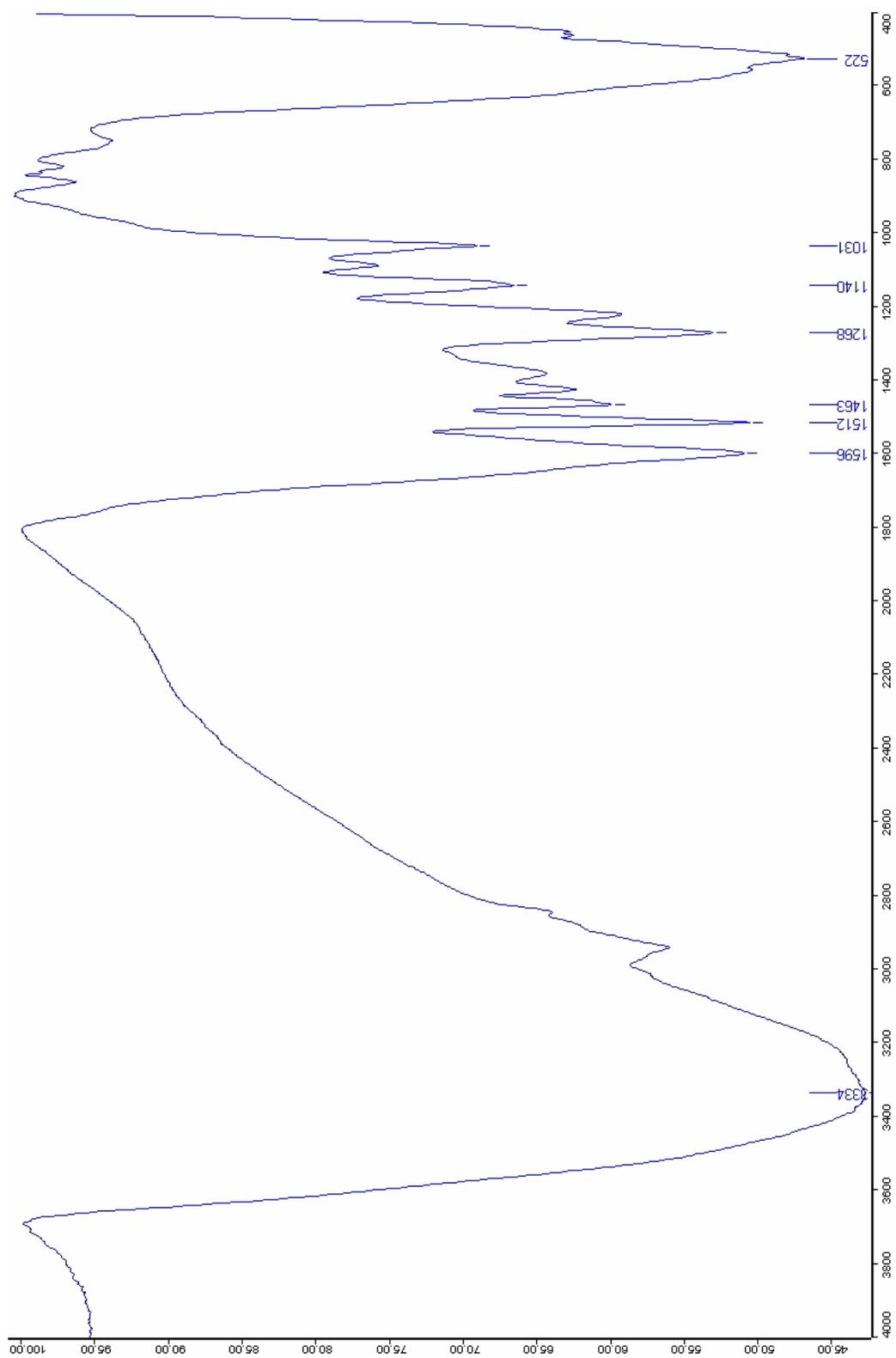
A.5.4 Experiencia (0,15M-50ml-10min)

Figura N° 47 IR de la experiencia 100

A.5.5 Experiencia (0,01M-200ml-60min)

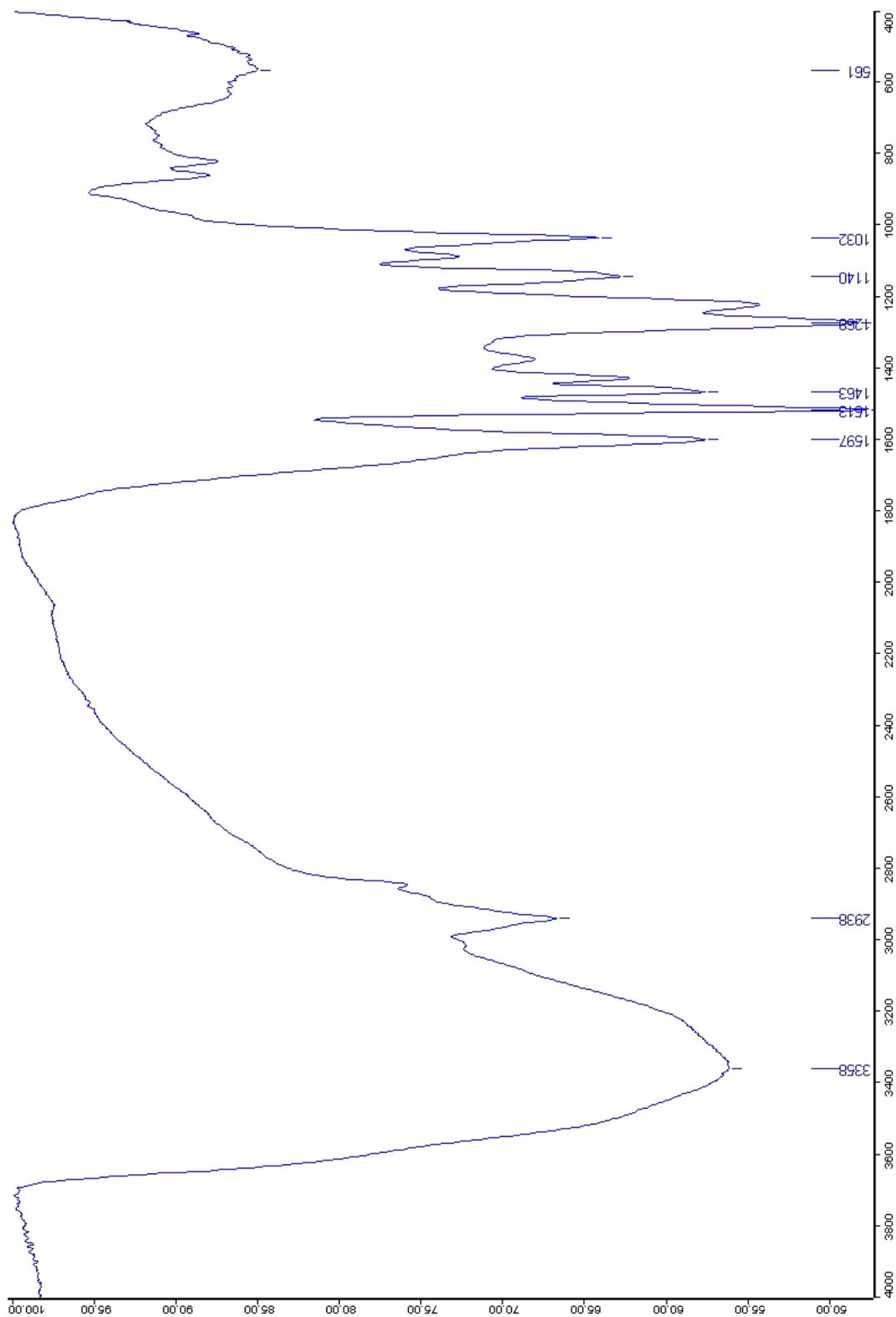


Figura N° 48 IR de la experiencia 011

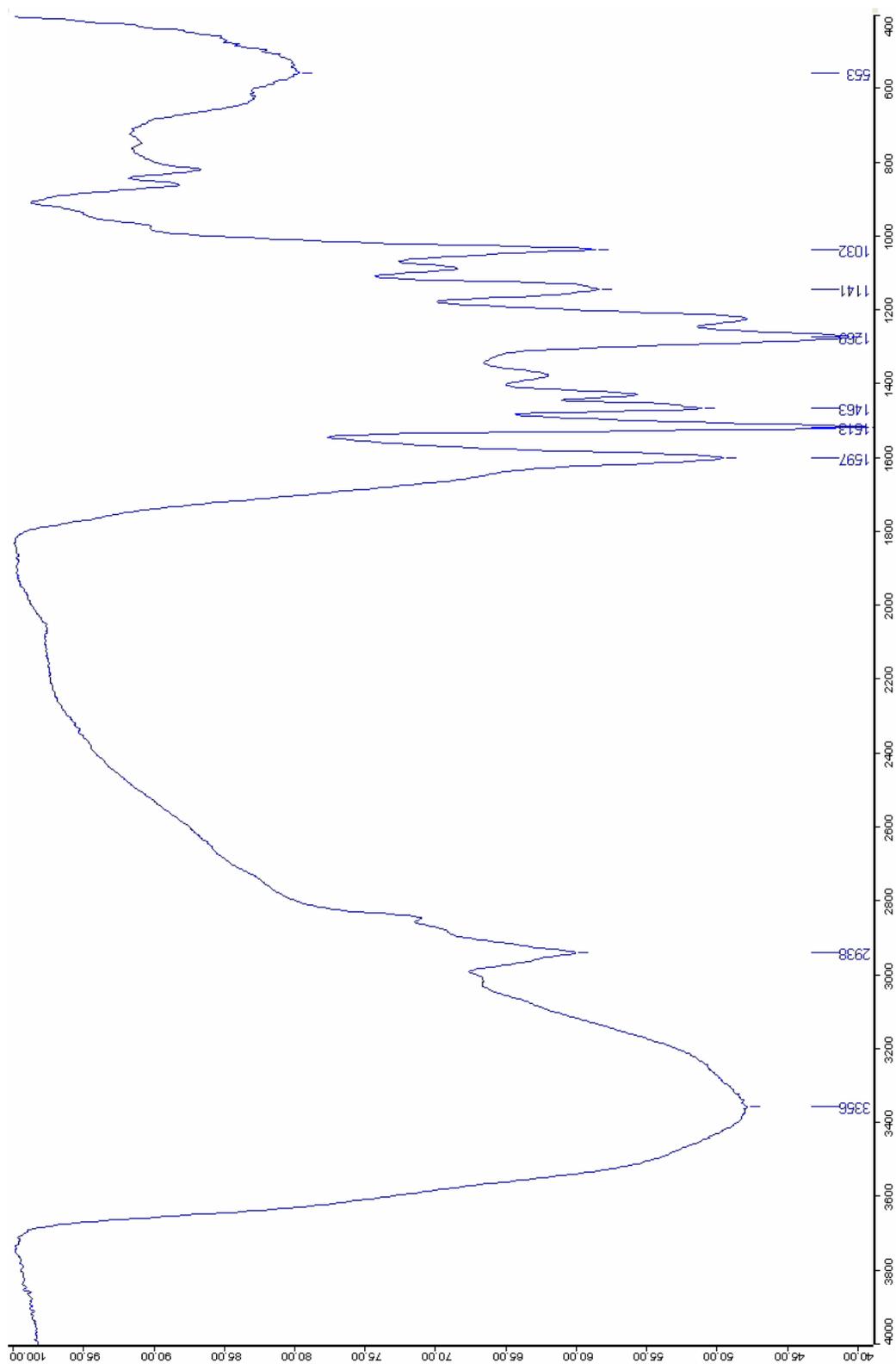
A.5.6 Experiencia (0,01M-200ml-10min)

Figura N° 49 IR de la experiencia 010

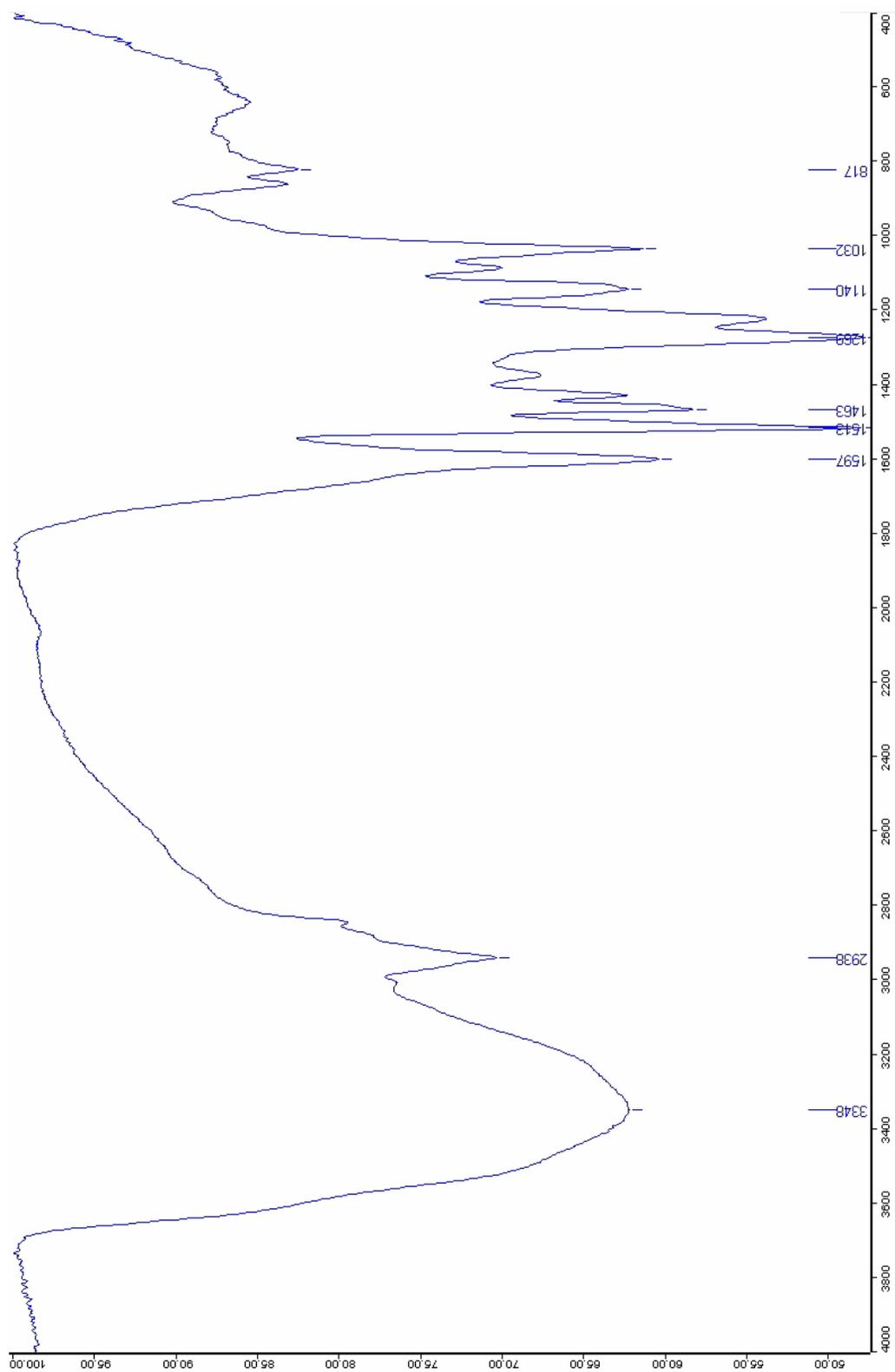
A.5.7 Experiencia (0,01M-50ml-60min)

Figura N° 50 IR de la experiencia 001

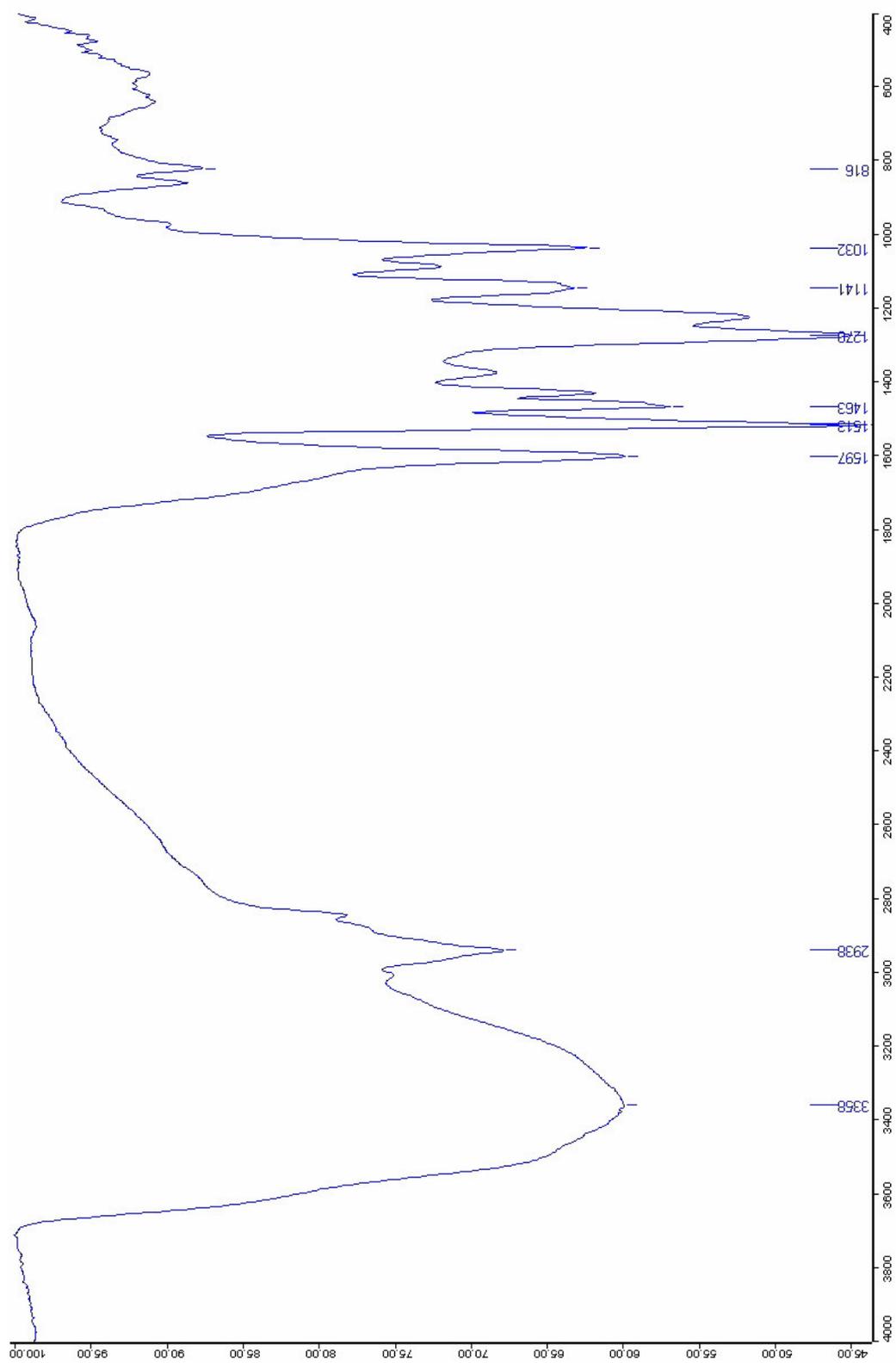
A.5.8 Experiencia (0,01M-50ml-10min)

Figura N° 51 IR de la experiencia 000

A.6 Espectros IR de las ligninas modificadas con tratamiento térmico aire

A.6.1 Experiencia 70°C-30min

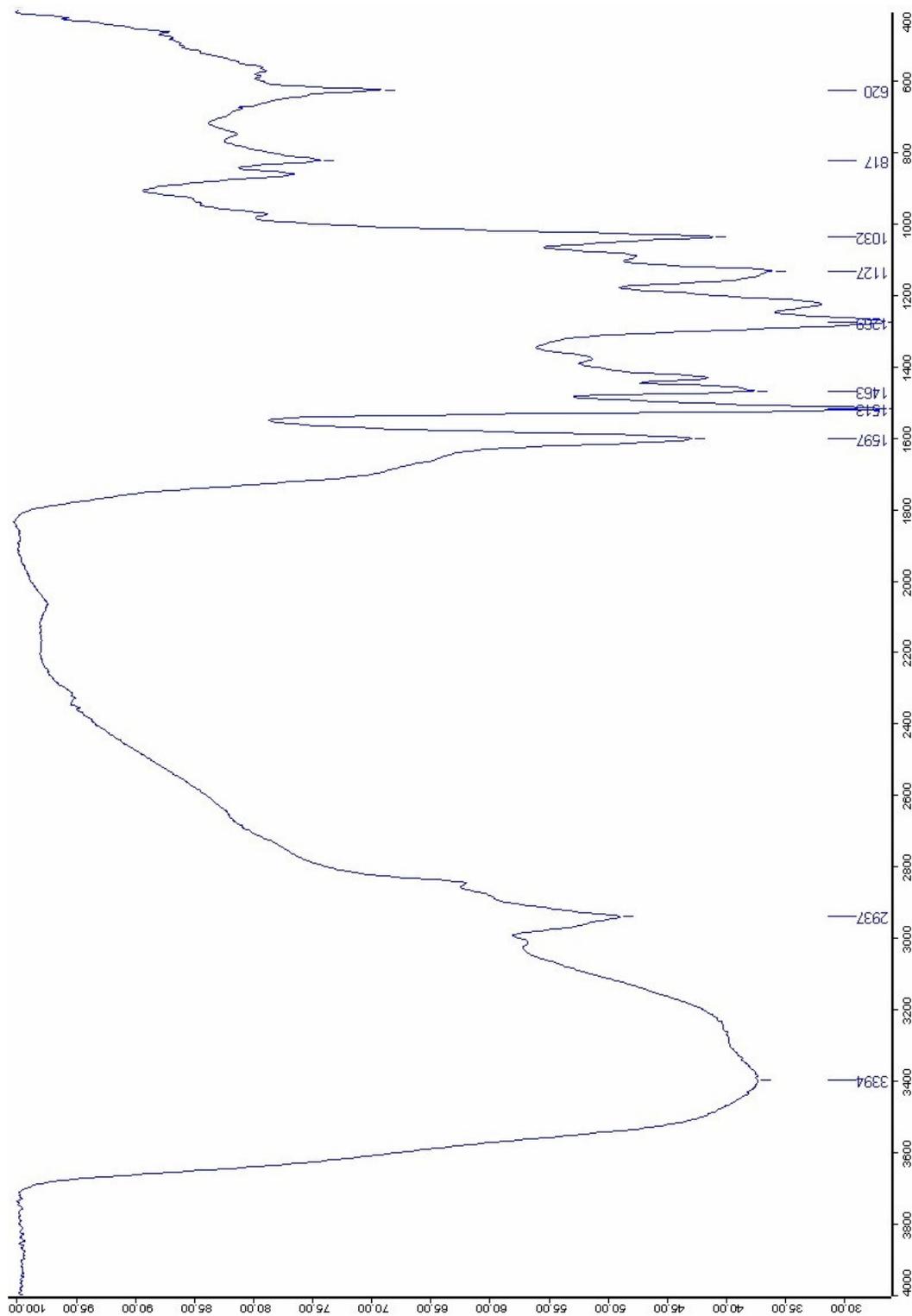


Figura N° 52 IR de la experiencia 70°C-30min

A.6.2 Experiencia 70°C-60min

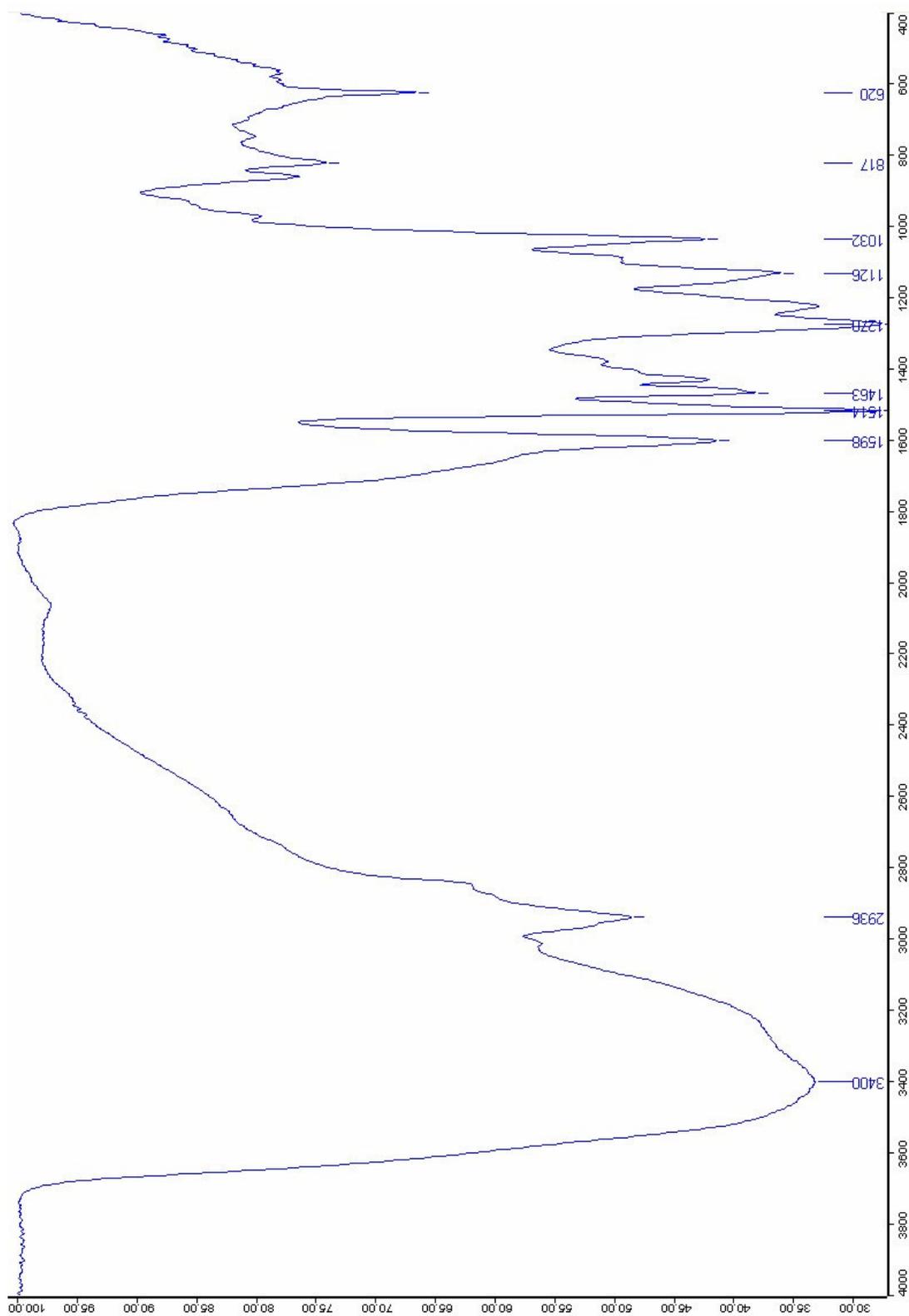


Figura N° 53 IR de la experiencia 70°C-30min

A.6.3 Experiencia 100°C-30min

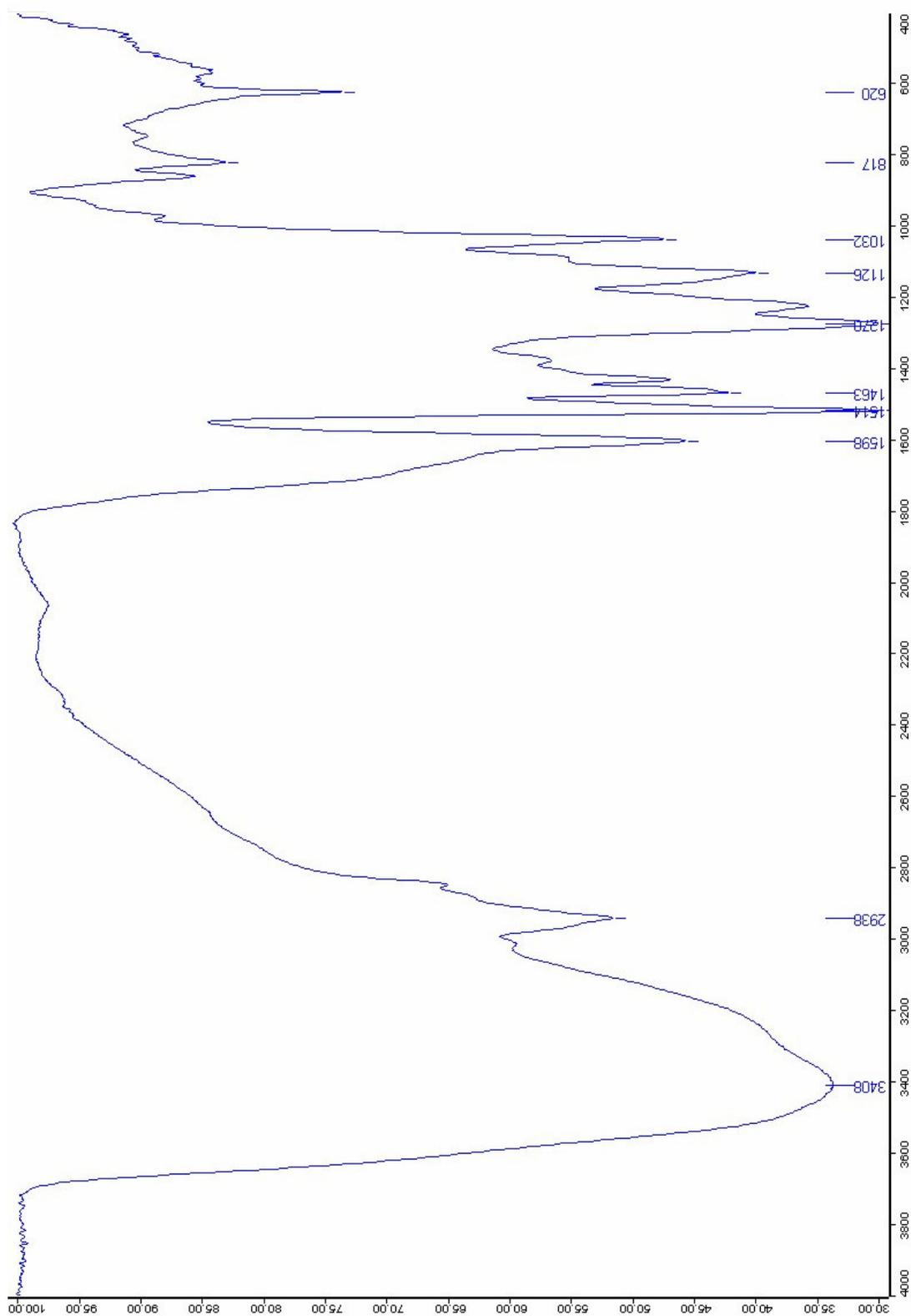


Figura N°54 IR de la experiencia 100°C-30min

A.6.4 Experiencia 100°C-60min

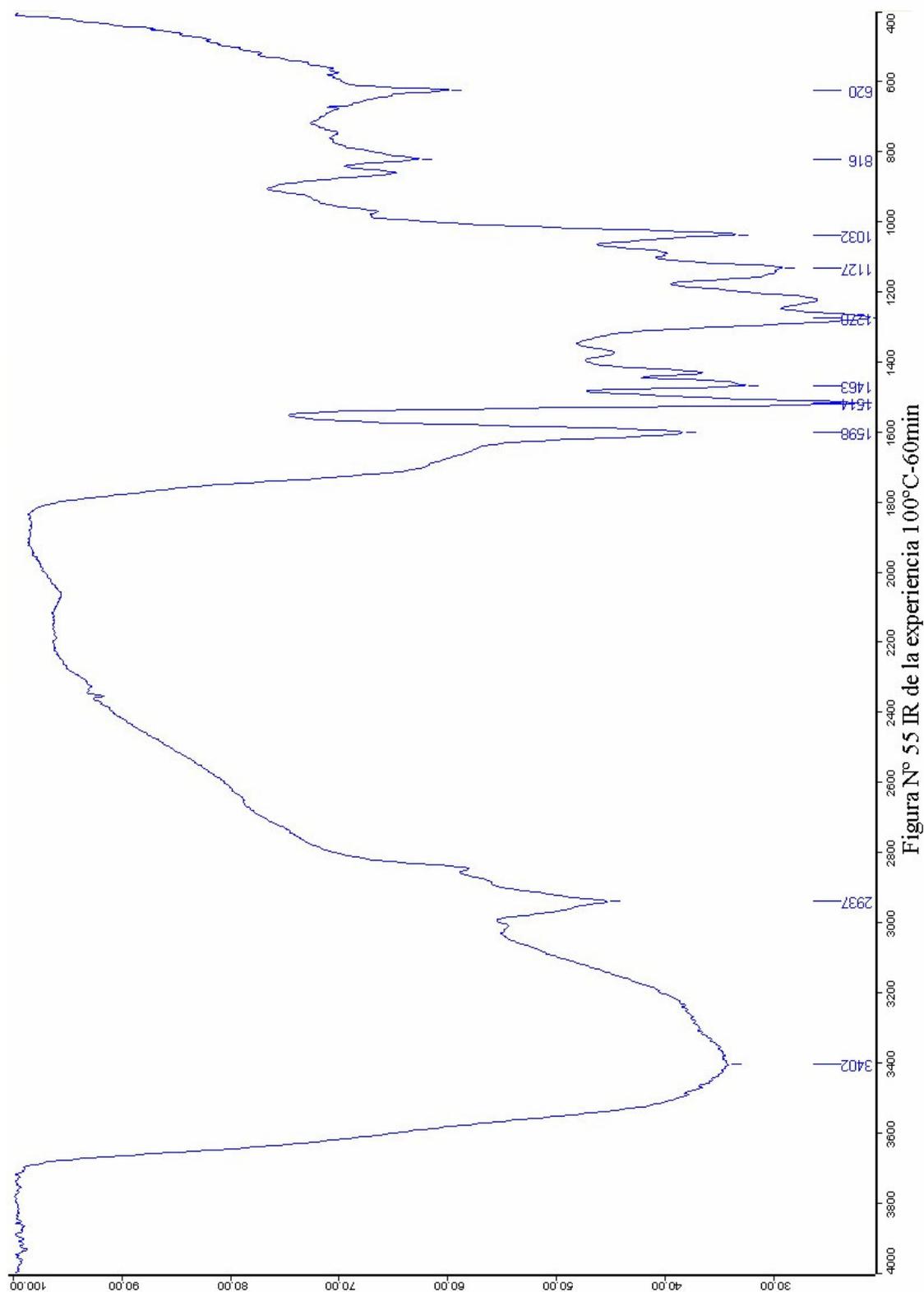


Figura N° 55 IR de la experiencia 100°C-60min

A.6.5 Experiencia 150°C-30min

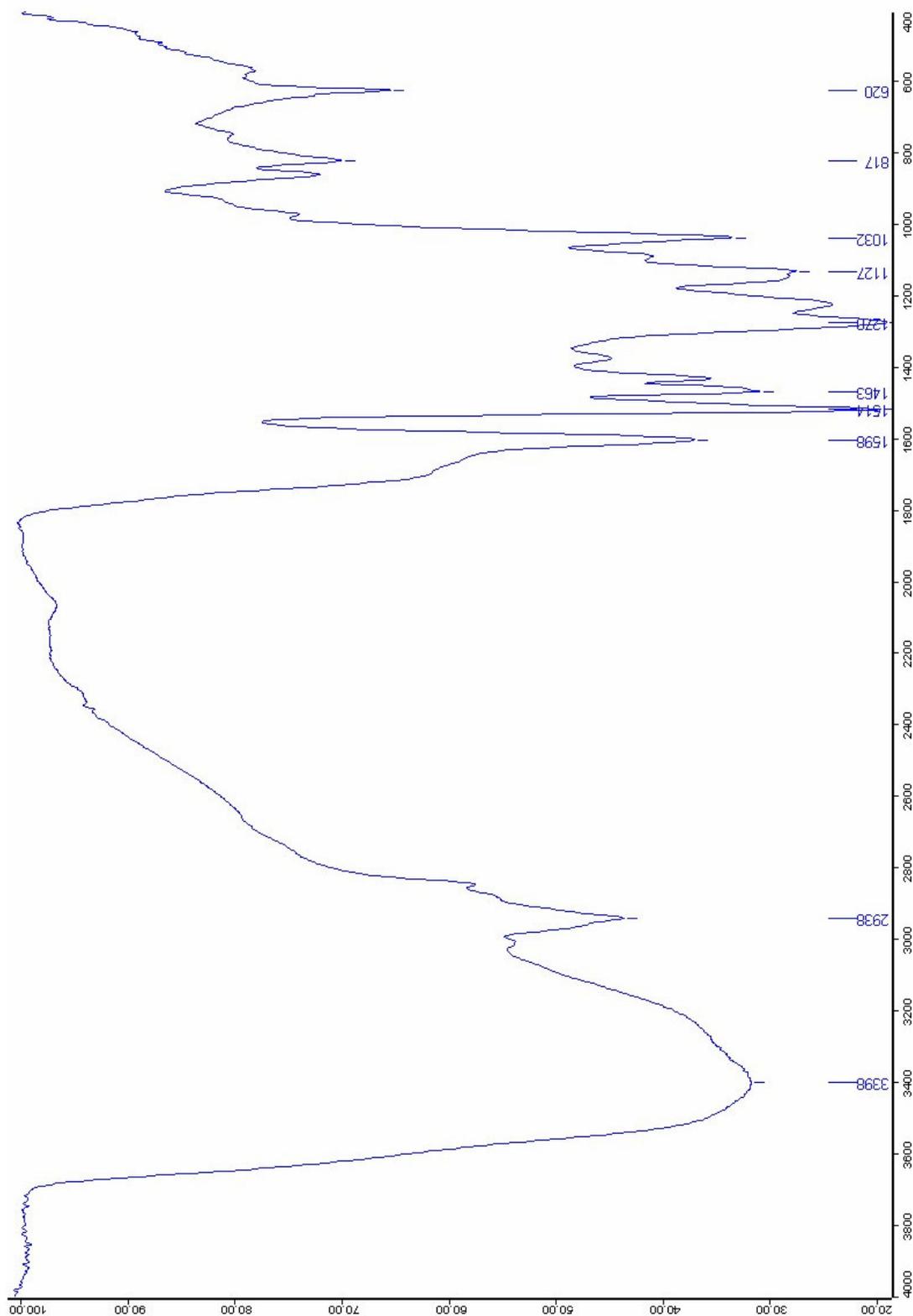


Figura °N 56 IR de la experiencia 150°C-30min

A.6.6 Experiencia 150°C-60min

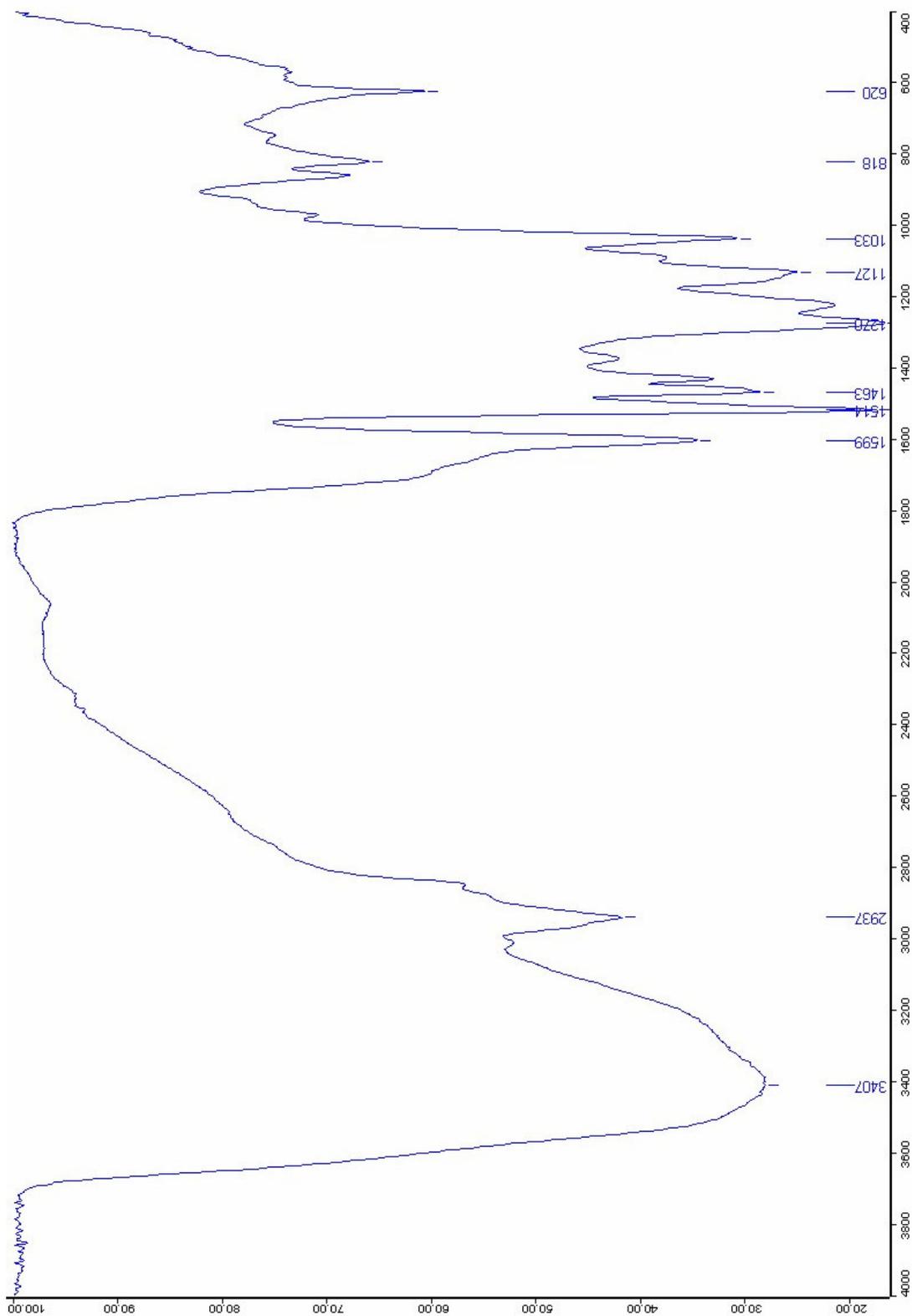


Figura °N 57 IR de la experiencia 150°C-60min

A.7 Espectro IR de la Lignina sin modificar

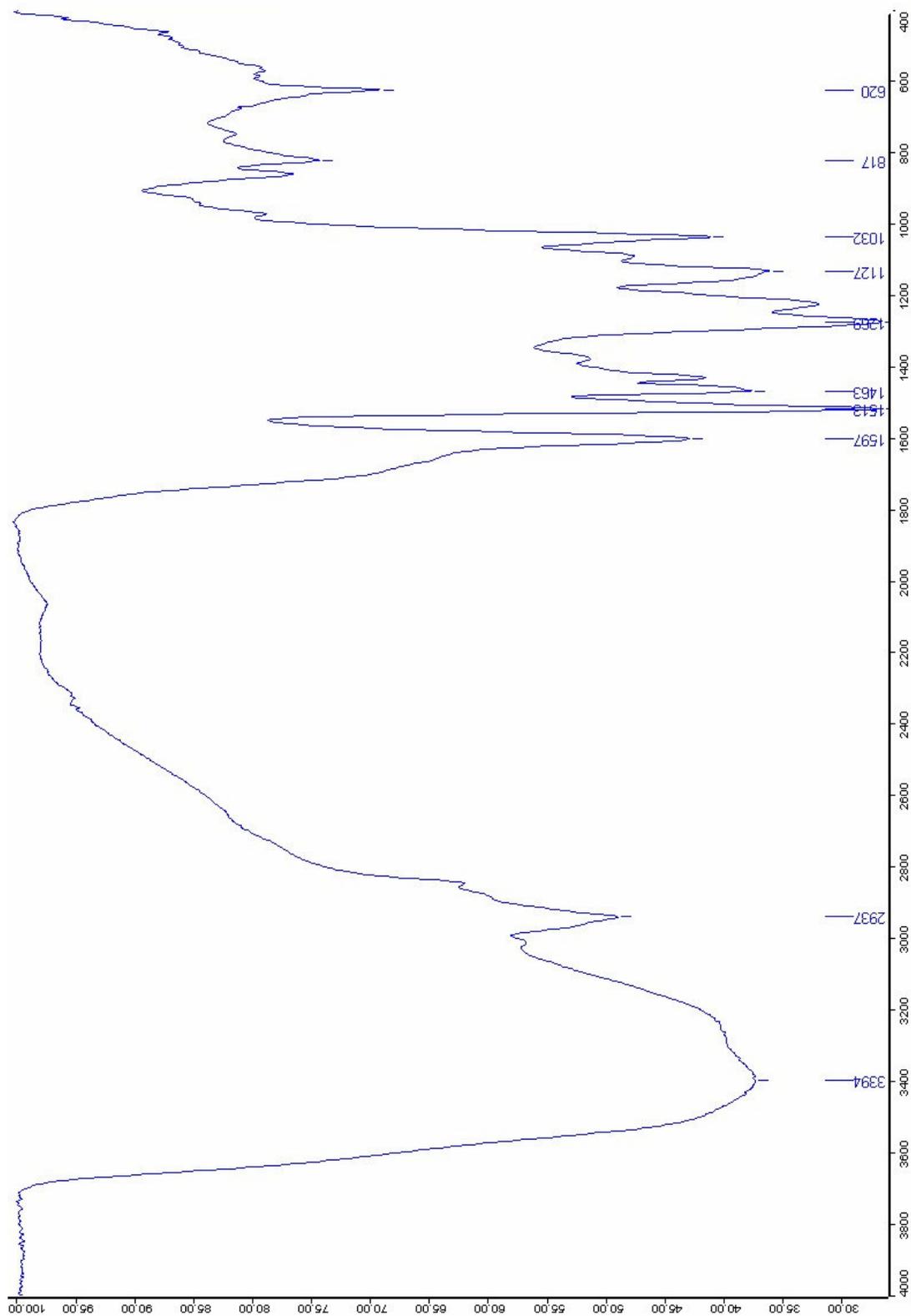


Figura °N 58 IR de la lignina sin modificar