



**UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**SÍNTESIS DE COMPUESTOS INORGÁNICOS DE  
MERCURIO Y SISTEMATIZACIÓN DEL  
CONTROL DE PUREZA POR POLAROGRAFÍA**

**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:  
**Q U Í M I C O**  
P R E S E N T A :  
**EDGAR ISLAS ORTIZ**



**MÉXICO, D.F.**

**2011**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## JURADO

Presidente	Eugenio Octavio Reyes Salas
Vocal	Armando Marín Becerra
Secretario	Georgina Artemisa Duarte Lisci
1° Suplente	María Del Pilar Cañizares Macías
2° Suplente	María Kenia Zamora Rosete

Lugar en donde se realizó el trabajo:

Laboratorio 114, sótano del edificio B. Departamento de Química Analítica. DEPg.,  
Facultad de Química, UNAM, Ciudad Universitaria.

**Asesor:** Dr. Eugenio Octavio Reyes Salas \_\_\_\_\_

**Supervisor técnico:** Profa. Selma Sonia Sosa Sevilla \_\_\_\_\_

**Sustentante:** Edgar Islas Ortiz \_\_\_\_\_

## *Agradecimientos y dedicatorias*

*Agradezco a mi alma máter UNAM, a la que debo gran parte de mi vida por haberme dado mis mejores recuerdos, formación y sobre todo enseñarme que la vida es un gran mosaico del cual yo solo soy una pequeña parte. Gracias por darme la oportunidad de ser parte de esta gran universidad. Gracias.*

*Agradezco a Grupo Minero RAGO de México S.A. de C.V. por haber apoyado el proyecto, con material y financieramente, también por haber depositado la confianza para realizar este proyecto, en especial al Sr. Pedro de Verona.*

*Agradezco al departamento de Química Analítica de posgrado de la facultad de Química, por todo el apoyo brindado para la realización de este proyecto.*

*Al Dr. E. Octavio Reyes Salas, por haberme dejado unirme a su grupo de trabajo, aportarme conocimiento y darme una nueva visión del mundo; por ser una gran persona y siempre apoyarme, gracias por darme la mano y sobre todo por ser mi amigo.*

*A la Dr. María Antonia Dosal Gómez, por apoyarme en este proyecto y permitirme trabajar en un gran ambiente dentro del laboratorio.*

*A la Profesora Selma Sonia Sosa Sevilla por siempre apoyarme y ver todo con un gran optimismo; haberme ayudado en el proyecto para comprender varios procesos, gracias.*

*A los Profesores Armando Marín Becerra, Georgina Artemisa Duarte Lisci, María Del Pilar Cañizares Macías y María Kenia Zamora Rosete, por ser parte de mi jurado y dejarme utilizar su tiempo para mejorar. Gracias.*

*Agradezco y dedico a mi Madre María Loreto. Quien es la persona más fuerte que he conocido, gracias por darme principios, libertad y sobre todo amor. El apoyo que siempre me has dado me han impulsado para seguir cuando ya no veo una solución, Eres un gran persona. Nunca te acabare de agradecer.*

*Agradezco y dedico a mi Padre Esteban. Quien es la persona más inteligente que he conocido, por haberme impulsado e involucrado en la ciencia dando tu apoyo. Te quiero; gracias por todo. No tengo palabras para darte las gracias.*

*Dedico y Agradezco a mi Hijo Dante Damián, ya que es la luz dentro de mi vida y haberme dado mi mayor alegría, porque eres mi impulso, perdón por no ser lo mejor para ti, pero yo te amo y quiero; gracias hermoso; gracias Georgina por haberme dado parte de tu tiempo y ser la Madre de este ángel. Gracias Dante por ser parte esencial de mi vida. Nunca te podre agradecer.*

*A mi familia por haberme apoyado de muchas formas, Gracias familia Lino, Iván, Cesar y Patricia, con sus respectivas esposas e hijos.*

*A mis tíos por siempre presionarme para lograr mis metas.*

*A Orlando Hernández Vaca, por ser mi hermano, amigo y compañero de muchas cosas de mi vida, gracias por soportarme; espero nunca defraudarte y seguir siendo iguales, gracias mi mejor amigo. También a tu familia.*

*A Adriana Leticia Meléndez López, por ser mi amiga, no, hermana, y compartido grandes experiencias que han cambiado mi vida, gracias por tu confianza y siempre sigue adelante, cuídate y muchas gracias... también a toda tu familia por haberme permitido estar con ellos y confiar en mí.*

*A Jorge A. Cruz Castañeda, por ser mi amigo, un gran amigo, hermano; siempre hacerme segunda y hacer cosas increíbles, sobre todo por confiar en mí. Gracias .... Por su puesto a toda tú familia que me ha brindado su confianza.*

*A Paola Arévalo López, por ser mi amiga, gracias por apoyarme en muchas ocasiones y confiar en mí, gracias por todo.*

*A Gerardo Hernández Bautista (Lumivi), por ser mi amigo y soportarme en muchas cosas, gracias por tener una gran paciencia conmigo.*

*A Eric Padilla, un buen amigo que siempre me apoya, gracias por tu tiempo y brindarme tu confianza.*

*A Daniel Talancón Sánchez, por ser una persona única que siempre brinda su amistad y apoyo.*

*Al Inge, bueno a Francisco Daniel Maldonado Parra, gracias por ser mi amigo y por todo la confianza que has depositado en mí.*

*A todos las personas del laboratorio 114 de posgrado que he conocido; Sara (una buena persona), Daniel Juárez, Aurora, Joaquín, Gilberto, Aquiles, Diego, Memo, Olga, Damián,*

*Jorge, Ulrich e Hiram, tal vez me faltaron más personas, pero no recuerdo sus nombres, perdón; bueno gracias por compartir estar en este gran grupo de trabajo.*

*A los de la facultad: Poncho, Alan, Hilda, Manuel, Sandra, Esteban (Princesa), Uriel, Rudy, Selene, Moisés, El Hombre oso cerdo (Alvin), Luis (greño), Rubén, Carmen, Marcos, Esteban, Ariel, Paulina, Paulina Pineda, Marisol, Bogus, Karina, Jessica (súper), Claudia, Fermi, Ángel, Ahmed, Mariana, bueno en fin, a todas las personas que compartieron su tiempo.*

*A todas las personas que he conocido por ese gran camino, que han influenciado mi vida en todo los aspectos. .... a Guillermo, Fernando y Alberto unos niños que hacen sentirte bien todo el tiempo. También al Sr. Javier y familia por compartir sus experiencias. Bueno a todas las personas que han dedicado algún tiempo de su vida en mí.*

*Gracias a todos*

Cold silence has  
A tendency to  
Atrophy any  
Sense of compassion

Maynard James Keenan

---

---

**ÍNDICE**

<b>1. Introducción</b>	1
<b>2. Justificación y objetivos</b>	3
2.1 Justificación	3
2.2 Objetivo general	4
2.2.1 Objetivos particulares	4
<b>3. Antecedentes</b>	5
3.1.1 Mercurio	5
3.1.2 Cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ )	7
3.1.3 Cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ )	7
3.1.4 Yoduro mercúrico ( $\text{HgI}_2$ )	8
3.2 Producción en el mundo	9
3.2.1 Historia de la extracción minera de mercurio de Almadén	12
3.2.2 El mercurio en México	13
3.3 Producción de compuestos inorgánicos de mercurio	15
3.4 Problemas de salud	16
3.4.1 El mercurio y el cáncer	16
<b>4. Parte experimental: Metodología</b>	17
4.1 Generalidades	17



---

4.1.1 Síntesis .....	17
4.1.2 Control analítico .....	18
4.2 Reactivos .....	19
4.3 Material y equipo .....	20
4.3.1 De uso general .....	20
4.3.2 Material para el sistema de la síntesis de compuestos de mercurio .....	20
4.3.3 Equipo para el control analítico .....	21
4.4 Metodología de síntesis .....	22
4.4.1 Síntesis de cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) .....	22
4.4. 2 Síntesis de cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ ) .....	23
4.4.3 Síntesis de yoduro mercúrico ( $\text{HgI}_2$ ) .....	23
4.5 Recuperación de subproductos de las reacciones de síntesis .	24
4.5.1 Óxidos de nitrógeno ( $\text{NO}$ y $\text{NO}_2$ ) .....	25
4.5.2 Oxido mercúrico (amarillo) .....	25
4.5.3 Nitrato de potasio ( $\text{KNO}_3$ ) .....	26
4.6 Control analítico .....	29
4.6.1 Cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) .....	29
4.6.2 Cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ ) .....	30
4.6.3 Yoduro mercúrico ( $\text{HgI}_2$ ) .....	30
4.7 Manejo de la muestra .....	31

---

---

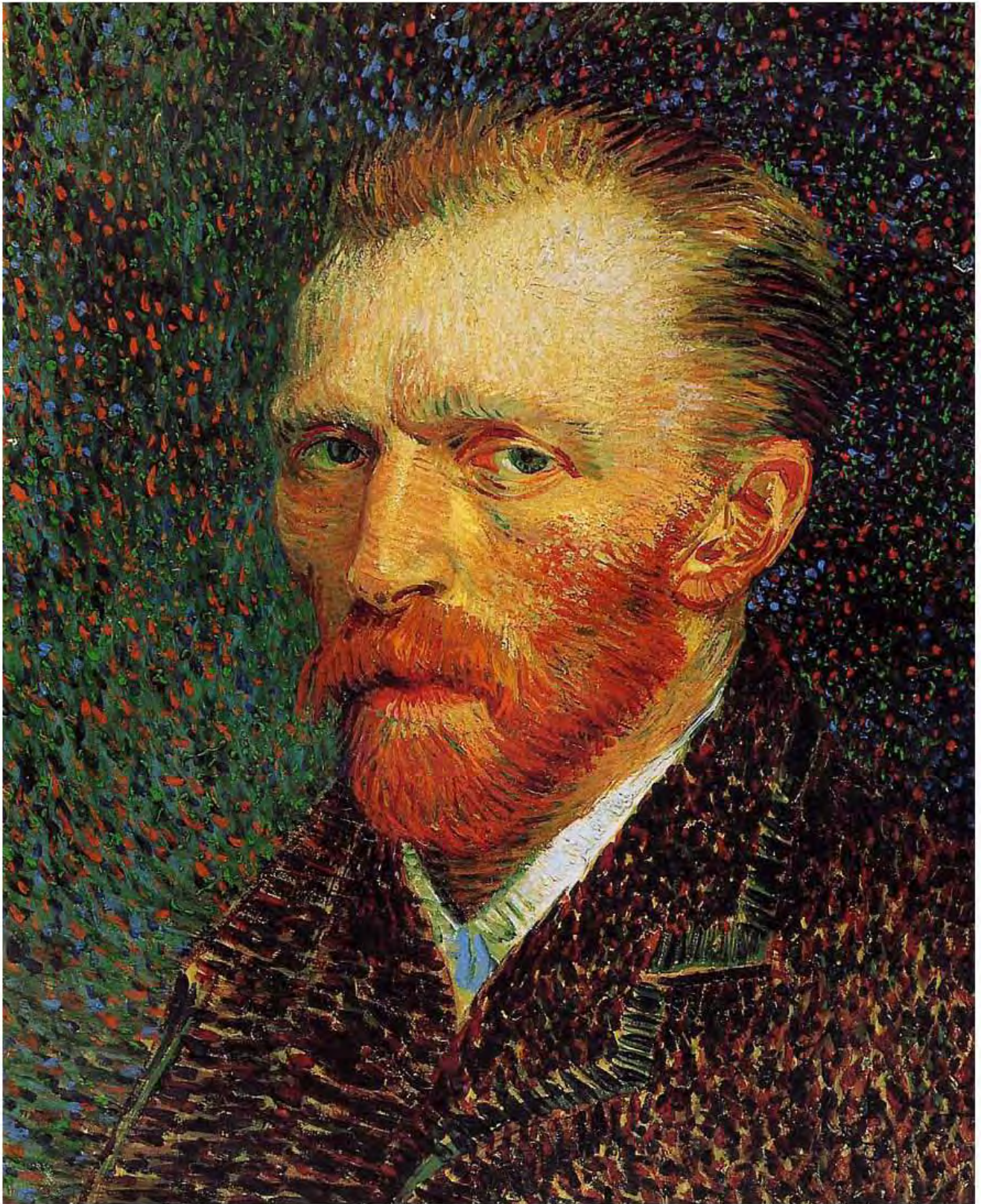
<b>5. Parte experimental: resultados y análisis</b> .....	33
5.1 Síntesis de cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) .....	33
5.1.1 Ejemplo de la síntesis de cloruro mercurioso .....	35
5.2 Síntesis de cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ ) .....	36
5.2.1 Ejemplo de la síntesis de cloruro mercúrico .....	38
5.3 Síntesis de yoduro mercúrico ( $\text{HgI}_2$ ) .....	39
5.3.1 Ejemplo de la síntesis de yoduro mercúrico .....	40
5.4 Análisis de los ejemplos .....	41
5.5 Resultados globales de síntesis .....	42
5.6 Control analítico de cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) .....	43
5.7 Control analítico del cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ ) .....	44
5.8 Cálculos para la determinación de la pureza .....	44
5.8.1 Datos experimentales .....	45
5.8.2 Tratamiento de la muestra .....	45
5.8.3 Tratamiento matemático .....	49
5.9 Resultados globales del control analítico .....	53
<b>6. Conclusiones</b> .....	54
6.1 Síntesis .....	54
6.2 Control analítico .....	55
<b>7. Anexos</b> .....	57
7.1 Anexo A. Electroquímica .....	57

---

---

7.1.1 Fundamentos de electroquímica .....	57
7.1.1.2 Sistema de análisis electroquímico .....	58
7.1.2 Voltamperometría .....	59
7.1.3 Polarografía .....	60
7.1.4 Polarogramas .....	60
7.2 Anexo B. Determinación de la concentración del ácido nítrico .	63
7.3 Anexo C. Diagrama de $HgI_2$ ( $K_s$ vs $I^-$ ) .....	65
7.4 Anexo D. Sistema para síntesis .....	67
7.5 Anexo E. Efecto de tensoactivo en polarogramas y voltamperogramas .....	69
<b>8. Bibliografía .....</b>	<b>72</b>





*Autorretrato -Vincent Willem van Gogh (1887)*

*Museo The Art Institute of Chicago, Estados Unidos*

## 1. INTRODUCCIÓN

El mercurio y sus compuestos inorgánicos, han tenido gran presencia en el mundo desde hace muchos siglos. Actualmente la demanda de estos compuestos ha disminuido debido a leyes de cada país o región, como en la Unión Europea, que asocian estas sustancias con problemas ecológicos y de salud, aunque todavía existen grandes consumidores, como es el caso de China. El problema principal de los compuestos de mercurio es la falta de control, tanto en su producción y manejo, como en el análisis de su pureza.

Actualmente se han incrementado las ventas de mercurio crudo (elemental) de los pequeños productores mundiales, esto es debido a que las 2 minas más importantes del mundo han cerrado debido a la política regional (España e Italia), pero los consumidores lo siguen requiriendo.

México no es un gran productor de mercurio y sus derivados, pero existen yacimientos de este metal; debido a que existe la necesidad de consumirlos; ya que los grandes productores han cerrado sus minas, nuestro país se ha beneficiado con su exportación.

El conocimiento del control de calidad, actualmente es indispensable para que los productos compitan internacionalmente y se incida de manera sana en el proceso de globalización. Con respecto al mercurio y sus derivados inorgánicos debe

tenerse un buen control químico de síntesis, ya que estos procesos implican posibles riesgos para la salud y el medio ambiente.





*Mercurio elemental y Cinabrio*  
*Almaden, Ciudad Real, España*

## 2. JUSTIFICACIÓN Y OBJETIVOS

### 2.1 Justificación

El mercurio metálico y sus compuestos inorgánicos se utilizan en distintas áreas como por ejemplo, en el tratamiento de minerales de oro y plata, en la fabricación de amalgamas para empastes dentales, en el llenado de termómetros, bombillas incandescentes, válvulas de radio, tubos de rayos X, interruptores, baterías, rectificadores, como catalizadores para la producción de cloro y álcalis, en la producción de ácido acético y acetaldehído a partir del acetileno, en el curtido de pieles y su tratamiento flexibilizante, en la fabricación de fieltro, en la fotografía y el fotograbado, en las pinturas basadas en mercurio. Es decir, la importancia industrial de los compuestos de mercurio tiene una gran diversidad de aplicaciones.

En México no existen normas y técnicas específicas para el control de calidad en la producción del mercurio y sus derivados inorgánicos.

Por ello, el trabajo realizado en esta tesis se ha enfocado en desarrollar y aplicar métodos analíticos sencillos, prácticos y económicos para la producción y el control de la calidad de los compuestos inorgánicos del mercurio. Se utilizaron los métodos electroquímicos (voltamperometría y polarografía) para diseñar un proceso para analizar la pureza de los derivados del mercurio, esto es, para



finalmente establecer una metodología general para utilizarla en el estudio del control de calidad que pueda respaldar tanto a los productores como a los consumidores.

## **2.2 Objetivo General**

Desarrollo de un método de síntesis de compuestos inorgánicos de mercurio y sistematización de un proceso electroquímico para la determinación de su pureza.

### **2.2.1 Objetivos particulares**

- ✿ Síntesis de los siguientes compuestos: cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ), cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ ) y yoduro mercúrico ( $\text{HgI}_2$ ).
  
- ✿ Determinación de condiciones óptimas para la determinación de la pureza de los compuestos inorgánicos de mercurio.
  
- ✿ Creación de una sistematización para la determinación de pureza de las sales de mercurio sintetizadas por un proceso electroquímico.
  
- ✿ Recuperación y purificación de subproductos de las reacciones de la síntesis de compuestos de mercurio.



*Mercurio metálico*

### 3. ANTECEDENTES

#### 3.1.1 Mercurio

El nombre del mercurio (☿) proviene del latín *hydrargirium* y de *hydrargyrus*<sup>1</sup>, que a su vez proviene del griego *hydrargyros* (*hydros* = agua y *argyros* = plata). Era conocido por los antiguos chinos e hindúes, antes del 2000 a.C.; ha sido encontrado en tumbas egipcias que datan del 1500 a.C.; se usó para formar amalgamas con otros metales en el año 500 a.C.; los griegos utilizaron el mercurio para fabricar pomadas y los romanos para fabricar cosméticos. Es un elemento metálico que permanece en estado líquido a temperatura ambiente<sup>2</sup>.

Tabla 3.1.1.a. Propiedades del mercurio<sup>2</sup>

Número atómico	80
Grados de oxidación	+II , +I
Electronegatividad (Pauling)	1,9
Radio covalente (Å)	1,49
Radio iónico (Å)	1,10
Radio atómico (Å)	1,57
Configuración electrónica	[Xe] <sup>54</sup> 4f <sup>14</sup> 5d <sup>10</sup> 6s <sup>2</sup>
Primer potencial de ionización (eV)	10,51
Masa atómica (g/mol)	200,59
Densidad (g/mL)	13,534
Punto de ebullición (°C)	357
Punto de fusión (°C)	-38,4

En otra época fue llamado plata líquida o azogue, y fue objeto de estudio de la alquimia. El químico francés Antoine Laurent de Lavoisier lo identificó por primera vez como elemento durante sus investigaciones sobre la composición del aire. Ocupa el lugar 67 en abundancia entre los elementos de la corteza terrestre.

Su uso más antiguo, aparte de la extracción de oro y plata, fue en la confección de espejos, que aún hoy día se aplica. Se utiliza también en instrumentos de medición principalmente termómetros y tensiómetros, enchufes, rectificadores eléctricos, interruptores, lámparas fluorescentes y como catalizador.

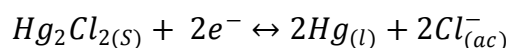
Otro uso del mercurio es en la denominada lámpara de vapor de mercurio como fuente de luz ultravioleta o esterilizador de agua, así como la iluminación de calles y autopistas. El vapor de mercurio se utiliza también en los motores de turbinas, reemplazando al vapor de agua de las calderas.

Ha tenido usos en medicina a través del thiomersal ( $C_9H_9HgNaO_2S$ ), conocido también como timerosal, metorgán, mertorgán, mertiolato; que es un compuesto organomercúrico (aproximadamente 49% de mercurio en peso), usado como antiséptico y agente antifúngico. También con hidrargirol (parafeniltoniato o parafenolsulfonato de mercurio) que se utiliza como antiséptico.

### 3.1.2 Cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ )

El cloruro mercurioso (calomel)  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , es un polvo blanco, insoluble en agua, que se ocupa en la medicina como purgante débil y es empleado también como desinfectante. Fue el primer remedio eficaz contra la sífilis. El  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  sublima a  $383^\circ\text{C}$ , su vapor tiene una densidad correspondiente a  $\text{HgCl}^3$ .

Una aplicación amplia del calomel se encuentra en los electrodos de referencia para sistemas electroquímicos. Es uno de los sistemas más extensamente usados como electrodo de referencia (mercurio metálico que tiene como estado de oxidación cero y el ión mercurioso proveniente de la sal cloruro mercurioso en la cual el metal tiene un estado de oxidación de más uno)<sup>4</sup>.

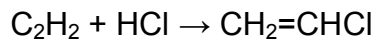


$$E^\circ = +0.241\text{V}/\text{ENH}$$

### 3.1.3 Cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ )

El cloruro mercúrico (llamado también “sublimado corrosivo”). Se presenta en forma de cristales blancos que son solubles en agua, éter, alcohol etílico, y ácido acético; en punto de fusión  $276^\circ\text{C}$ . El  $\text{HgCl}_2$  es muy venenoso<sup>3</sup>.

La principal aplicación del cloruro mercúrico es como catalizador en la conversión del acetileno a cloruro de vinilo, el precursor del PVC:



Otras aplicaciones importantes del cloruro mercúrico incluyen su uso como un despolarizador en pilas, como reactivo en la síntesis orgánica y en química analítica.

El cloruro mercúrico se utiliza a menudo para formar una amalgama de metales, por ejemplo con el aluminio. Cuando tiras de aluminio se sumergen en una solución de cloruro de mercurio, se recubre rápidamente con una capa delgada de mercurio. Normalmente, el aluminio está protegido por una fina capa de óxido por lo que es inerte. Una vez amalgamado, el aluminio puede someterse a una variedad de reacciones. Otro metal comúnmente amalgamado con cloruro de mercurio es el zinc.

#### **3.1.4 Yoduro mercúrico (HgI<sub>2</sub>)**

El yoduro mercúrico, se presenta en forma de cristales rojos que pasan a amarillo a 130 °C; es soluble en alcohol hirviendo, en solución de tiosulfatos sódicos o en yoduro potásico, insoluble en agua y tiene un punto de fusión de 259 °C<sup>3</sup>.

Se utiliza para la preparación del reactivo de Nessler, utilizado para la detección de la presencia de amoníaco. Es un material semiconductor, usado en algunos

equipos de rayos X, detección de rayos gamma y los dispositivos de imagen que operan a temperatura ambiente. En medicina, se utilizó anteriormente como un tratamiento para la sífilis. En medicina veterinaria, se utiliza en pomadas para la exostosis.

### 3.2 Producción en el mundo

El mercurio es un elemento presente en la corteza terrestre a razón promedio de 0.05 mg/kg de tierra. La extracción de mercurio primario es a partir de minerales que contienen cerca de 1% de mercurio; aunque en Almadén (España) los minerales contienen generalmente hasta 12 o 14% de mercurio. Su obtención se lleva al triturar el mineral (cinabrio) y posteriormente calentando en un horno a unos 700°C en una corriente de aire. El vapor se condensa y se recoge en recipientes<sup>5</sup>.

El cinabrio (figura 3.2.1.A) es el mineral más explotado para la obtención del mercurio; el cinabrio (también conocido como bermellón o cinabarita), es un mineral de la clase de los sulfuros. Está compuesto en un 85% por mercurio en relación a su peso. Su fórmula química es HgS (sulfuro de mercurio).



Figura 3.2.1.A. Cinabarita de Almadén

El mercurio primario (Hg) en el mercado mundial se obtiene de diversas fuentes<sup>5</sup>:

- ⊗ Producción minera de mercurio primario
  - Producto principal de la actividad minera
  - Subproducto de la extracción o refinamiento de otros metales (zinc, oro, plata) o minerales
- ⊗ Reprocesamiento o minería secundaria de residuos mineros antiguos que contienen mercurio
- ⊗ Mercurio reciclado, recuperado de productos usados y desechos de procesos de producción industrial
- ⊗ Mercurio de las reservas gubernamentales



Tabla 3.2.1.a. Producción mundial de mercurio primario (toneladas)<sup>6-21</sup>

	1995	1996	1997	1998	1999	2000	2001
Finlandia	90,2	88,1	63	54	40	76	71
Rusia	50	50	50		50	50	50
Argelia	295,2	379,5	276	414	204	216	321
Marruecos	-	-	-	-	10	10	10
México	15	15	-	-	15	15	15
Estados Unidos	15	15	15	-	-	-	-
Chile	9	5	-	-	-	-	-
China	779	508	-	-	200	200	190
Kirgizstan	280	584	620,7	630	300	257	300
Tayikistan	50	45	66	-	35	40	40
Ucrania	40	30	-	-	-	-	-
Eslovaquia	50	20	-	-	-	-	-
Eslovenia	5	5	5	-	-	-	-
España	1501	861,8	389,2	672,7	433	500	500
<b>Total</b>	<b>3179,4</b>	<b>2606,4</b>	<b>2138</b>	<b>2417</b>	<b>1320</b>	<b>1380</b>	<b>1500</b>
<b>México %</b>	<b>0,47</b>	<b>0,57</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>1,13</b>	<b>1,08</b>	<b>1</b>

	2002	2003	2004	2005	2006	2007	2008
Finlandia	70	65	23,5	34,2	22,8	45,2	33,1
Rusia	50	50	50	50	50	50	50
Argelia	307	176	67	0,3	-	-	-
Marruecos	9	10	10	10	10	10	10
México	15	15	15	6	8	21.3	58
Estados Unidos	-	-	15	15	15	15	15
Chile	-	-	50	50	50	50	50
China	435	610	1140	1000	760	798	600
Kirgizstan	300	300	488	304	250	250	250
Tayikistan	20	20	30	30	30	30	30
España	300	150	250	-	-	-	-
<b>Total</b>	<b>1510</b>	<b>1730</b>	<b>2300</b>	<b>1600</b>	<b>1200</b>	<b>1200</b>	<b>1100</b>
<b>México %</b>	<b>0,99</b>	<b>0,86</b>	<b>0,652</b>	<b>0,37</b>	<b>0,67</b>	<b>1,77</b>	<b>5,27</b>

### 3.2.1 Historia de la extracción minera de mercurio de Almadén<sup>22</sup>

Las minas de Almadén son importantes ya que se estima que han producido aproximadamente la tercera parte del mercurio consumido por la humanidad, con una cantidad total extraída de siete millones y medio de frascos que corresponden a  $2,6 \times 10^5$  toneladas (un frasco es la medida de comercialización del mercurio elemental y contiene 34,5 kg de metal). Más del 90% del cinabrio extraído en Almadén se dirige a la exportación, que representa el 14,5% del total de minerales exportados por España, antecedido por las de hierro, cobre y zinc. Los principales importadores han sido Rusia (recibe el 34,5%), China, Estados Unidos de Norteamérica y Japón.

Tabla 3.2.1.1.a Cronograma de las minas de Almadén

Época	
A.C	Inicia la explotación por los cartagineses.
	Los romanos continúan y aumenta la explotación.
Edad media	Los musulmanes continúan la explotación, dándole a la localidad el nombre de <i>al-ma' dín</i> (nombre actual).
Siglo XII	Tras la conquista cristiana la explotación que a cargo de al conde Nuño y la Orden de Calatraba.
1512	Pasan a ser parte de las arcas reales.
1523	La Corona de Castilla se apropió definitivamente de los yacimientos.
1525 - 1625	Carlos I tuvo que arrendarlas a los Fugger (Fúcares), como pago de los prestamos recibidos para sufragar los gastos de su coronación como emperador.
1735	Se crea el Tribunal de Superintendencia General de Azogues para la supervisión de la explotación de la minas.

Época	
1835	Son arrendadas a los Rothschild.
1870	Los Rothschild consiguen una exclusiva de venta por treinta años.
1921	Son definitivamente recuperadas por Hacienda, de quien depende el Consejo de Administración de las Minas de Almadén y Arrayanes.
2002	Las minas se encuentran clausuradas debido a la normatividad de la Unión Europea.
2006	Las puertas de la mina de Almadén fueron abiertas al público para poder visitarlas.

### 3.2.2 El mercurio en México<sup>23-31</sup>

En México aún no se han desarrollado normas muy precisas en cuanto a la producción ni al manejo del mercurio y sus derivados, ni tampoco para la determinación de su pureza. Existen normas (tabla 3.2.2.a) donde están contemplados algunos apartados para el mercurio; en general estas normas son sobre toxicidades y riesgos a la salud.

Tabla 3.2.2.a. Normas oficiales mexicanas relacionadas con la regulación del mercurio

Norma	Tipo de reglamento
NOM-052-ECOL-93.	Que establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.
NOM-053-ECOL-93.	Que establece el procedimiento para llevar a cabo la prueba de extracción para determinar los constituyentes que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente.

Norma	Tipo de reglamento
NOM-001-ECOL-1996.	Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.
NOM-002-ECOL-1996.	Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal.
NOM-117-SSA1-1994.	Bienes y servicios. Método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, fierro, zinc y mercurio en alimentos, agua potable y agua purificada por espectrometría de absorción atómica.
NOM-048-SSA1-1993.	Que establece el método normalizado para la evaluación de riesgos a la salud como consecuencia de agentes ambientales.
NOM-118-SSA1-1994.	Bienes y servicios. Materias primas para alimentos, productos de perfumería y belleza. Colorantes y pigmentos inorgánicos. Especificaciones sanitarias.
NOM-010-STPS-1994.	Relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se produzcan, almacenen o manejen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral.
NOM-002-SCT2/1994.	Listado de las sustancias y materiales peligrosos más usualmente transportados.
NOM-016-ZOO-1994	Análisis de Mercurio en órganos de animales

Detalle de la norma NOM-016-ZOO-1994: establece el análisis en hígado, músculo y riñón de bovinos, equinos, porcinos, ovinos y aves por espectrometría de absorción atómica; se establece con el fin de asegurar a los consumidores el suministro de alimentos que no rebasen los límites máximos permisibles de mercurio en este tipo de productos.

En México existe una producción de mercurio elemental, cuya mayor parte proviene de la industria minera; en los últimos años ha incrementado la producción de mercurio, debido a la demanda que existe en el mercado de este producto.

### **3.3 Producción de compuestos inorgánicos de mercurio**

Aunque no existen estadísticas en México, ni en el mundo, sobre la producción de los compuestos inorgánicos de mercurio, se conocen algunas aplicaciones de estos.

- ⊗ Baterías
- ⊗ Biocidas en la industria del papel, pinturas o en semillas
- ⊗ Antiséptico
- ⊗ Reactivos para análisis de laboratorio
- ⊗ Catalizadores
- ⊗ Pigmentos y colorantes
- ⊗ Detergentes
- ⊗ Explosivos

### 3.4 Problemas de salud

El Mercurio y sus derivados tienen un número de efectos sobre el ser humano, que se engloban a continuación:

- ⊗ Daño al sistema nervioso
- ⊗ Daño a las funciones del cerebro
- ⊗ Efectos negativos en la reproducción; posible daño al ADN y cromosomas
- ⊗ Reacciones alérgicas, irritación de la piel, cansancio, y dolor de cabeza

#### 3.4.1 El mercurio y el cáncer<sup>5,32</sup>

En 1993, el centro internacional de investigación sobre el cáncer, hizo una evaluación sobre el mercurio metálico y los compuestos inorgánicos de mercurio y encontró que las pruebas de la carcinogenicidad del mercurio en animales de laboratorio eran inadecuadas y las del cloruro de mercurio limitadas. En su evaluación general, llegó a la conclusión de que el mercurio metálico y los compuestos inorgánicos de mercurio no son clasificables (grupo 3) en función de su carcinogenicidad para los seres humanos.



II. ALCHEMY  
Bas-relief on the Great Porch of Notre-Dame, Paris.



XIII. NOTRE-DAME, PARIS—CENTRAL PORCH  
Conjunction of Sulphur and Mercury.



VII. NOTRE-DAME, PARIS—CENTRAL PORCH  
Philosophic Mercury.

*Relieves de la Catedral de Notre-Dame, Francia*

## 4. PARTE EXPERIMENTAL: METODOLOGÍA

### 4.1 Generalidades

El proceso dentro de esta tesis se basa en 3 partes; la primera es las síntesis de los compuestos  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{HgCl}_2$  y  $\text{HgI}_2$ , a partir del Hg elemental. La segunda parte la recuperación de subproductos de síntesis. La tercera parte se basa en el control analítico de los compuestos que fueron sintetizados por polarografía y voltamperometría.

#### 4.1.1 Síntesis

El sistema de las síntesis fue diseñado para ser un proceso que se lleve a cabo en disolución y las principales variables sean controlables (temperatura, concentración, tiempo, etc.). La reacción se basa en 2 sustancias, el Hg y el  $\text{HNO}_3$  concentrado. Al modificar algunas variables se puede llevar a cabo la formación presente de  $\text{Hg}^{2+}$  o la de  $\text{Hg}_2^{2+}$  que son la base de nuestros compuestos de estudio. El sistema contempla la formación de gases y subproductos los cuales son recuperables dentro de este proceso.



#### **4.1.2 Control analítico**

Para la determinación polarográfica y voltamperométrica se utilizó la técnica de adiciones estándar; el electrolito soporte fue ácido nítrico aproximadamente de 0,60 mol/L.

El método de adiciones estándar (adiciones patrón) consiste en añadir cantidades conocidas de un estándar al problema cuyo contenido de especie se quiere determinar. A partir del aumento de señal se deduce la concentración que había en la muestra problema. Este método requiere una respuesta lineal y permite eliminar los problemas de matriz.

## 4.2 Reactivos

Tabla 4.2.a. Reactivos

Reactivo	Marca	Pureza
Acido nítrico	Merck	Minimo 65%
Cloruro de potasio	Mallinckrodt	Q.A.
Yoduro de potasio	Mallinckrodt	Q.A.
Etanol	J.T.Baker	Q.A.
Acetona	Blaiska	Q.P.
Estandar de Hg <sup>II</sup>	Sigma-Aldrich	991 ppm <sup>▮</sup>
Hg	Grupo minero Rago de México	Q.A.

El ácido nítrico fue utilizado con una concentración determinada por valoración de 67,54% con una densidad de 1,4 g/ml.

▮ Estándar certificado: 991 µg/mL de Hg en 9,2% peso en HNO<sub>3</sub> ( $4,94 \times 10^{-3}$  mol/L), densidad 1,04 g/mL PM: 200,59 (Hg).

### **4.3 Material y equipo**

#### **4.3.1 De uso general**

- ✿ Balanza analítica Mettler AE240
- ✿ Material de Laboratorio de uso común: vasos de precipitado, vidrio de reloj, matraces volumétricos, pipetas (volumétricas y graduadas), micropipetas, espátulas, soporte universal, papel filtro, etc.

#### **4.3.2 Material para el sistema de la síntesis de compuestos de mercurio**

- ✿ Matraz de bola de 2 bocas de 1 L.
- ✿ Parrilla de calentamiento y agitación.
- ✿ Barra de agitación.
- ✿ Embudo de separación de 1 L.
- ✿ Matraz kitasato de 1 L.
- ✿ Refrigerante.
- ✿ Matraz kitazato de 250 mL.
- ✿ Tubo de vidrio.
- ✿ Tapones.
- ✿ Manguera.

### 4.3.3 Equipo para el control analítico

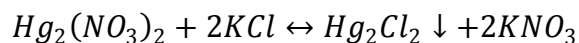
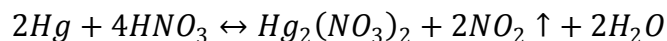
- ⊗ Polarógrafo VA TraceLab modelo POL150 marca Radiometer Analytical, con el programa TraceMaster 5 de Radiometer Analytical.
- ⊗ Polarógrafo VA VoltaLab 80 marca Radiometer Analytical con el programa VoltaMaster 4 de Radiometer Analytical.
- ⊗ Electrodo de trabajo: Electrodo giratorio de platino o electrodo de gota de mercurio.
- ⊗ Electrodo de referencia: Ag/AgCl, KCl 3 mol/L.
- ⊗ Electrodo auxiliar: Platino.

## 4.4 Metodología de síntesis

### 4.4.1 Síntesis de cloruro mercurioso ( $Hg_2Cl_2$ )

Se coloca mercurio metálico (Hg) en el matraz de 2 bocas, se adiciona el ácido nítrico (1 gota cada 20 segundos) al Hg. Cuando todo el Hg ha reaccionado, se adiciona a la mezcla de reacción la cantidad estequiométrica de cloruro de potasio en disolución y se deja en reposo para que precipite el cloruro mercurioso, que se filtra en papel Whatman del No. 42. Se lava con agua destilada 2 veces y por último se lava con acetona. Se deja secar al vacío.

Reacciones:

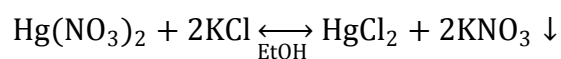
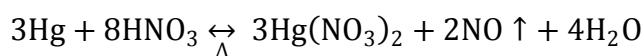


El control de la temperatura dentro del sistema es muy importante, ya que la reacción es exotérmica lo que provoca un aumento de la temperatura de la mezcla de reacción, que favorece la formación de  $Hg^{2+}$ ; para evitarlo, se coloca alrededor del matraz un serpentín haciendo pasar agua para mantener la temperatura constante (alrededor de 25°C).

#### 4.4. 2 Síntesis de cloruro mercúrico (HgCl<sub>2</sub>)

Se coloca mercurio metálico (Hg) en un matraz, se adiciona el ácido nítrico concentrado (1 gota cada 20 segundos) al Hg. Se añade el 2% de ácido nítrico en exceso respecto a la cantidad estequiométrica y se deja en ebullición suave hasta que la disolución se vea incolora; Se adiciona a la mezcla de reacción la cantidad estequiométrica de cloruro de potasio en disolución, se deja enfriar un poco, se adiciona un volumen igual de etanol frío, con lo que se precipita el nitrato de potasio, que se filtra en papel Whatman del No.42. Se lava con etanol frío. El efecto de enfriamiento al vacío en las aguas de filtrado inicia la precipitación del cloruro mercúrico, se deja secar al vacío, previa colocación de una trampa para el etanol.

Reacciones:

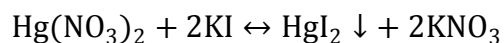
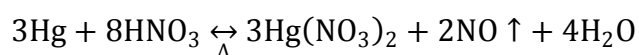


#### 4.4.3 Síntesis de yoduro mercúrico (HgI<sub>2</sub>)

Se coloca mercurio metálico (Hg) en un matraz, se adiciona el ácido nítrico concentrado (1 gota cada 20 segundos) al Hg. Se añade el 2% de ácido nítrico en exceso respecto a la cantidad estequiométrica y se deja en ebullición suave hasta

que la disolución se vea incolora. Se adiciona a la mezcla de reacción la cantidad estequiométrica de yoduro de potasio menos 0,01 % de esta en disolución, se deja enfriar un poco para que precipite el yoduro mercúrico, que se filtra en papel Whatman del No. 42. Se lava con agua destilada 2 veces. Se deja secar al vacío.

Reacciones:



Se coloca 0,01 % menos del yoduro de potasio ya que se conocen las constantes complejas de otros cuatro complejos de  $\text{Hg}^{2+}$  con el ion  $\text{I}^-$ , los cuales desplazarían el equilibrio de precipitación del  $\text{HgI}_2$  y disminuiría el rendimiento del compuesto insoluble.

#### **4.5 Recuperación de subproductos de las reacciones de síntesis**

En todas las reacciones antes mencionadas se obtienen óxidos de nitrógeno y nitrato de potasio, además el  $\text{Hg}^{\text{I}}$  y  $\text{Hg}^{\text{II}}$  que hayan quedado en las aguas de lavado y que se recuperan como óxido de mercurio.

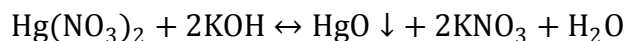
#### 4.5.1 Óxidos de nitrógeno (NO y NO<sub>2</sub>)

Los óxidos de nitrógeno son recuperados en el sistema por las trampas de agua, que se colocan para evitar su liberación al medio. Por otro lado el burbujeo del óxido nítrico en las trampas de agua, van produciendo disoluciones de ácido nítrico diluido que puede ser aprovechado posteriormente.

#### 4.5.2 Óxido mercúrico (amarillo)

Las aguas de lavado de las reacciones de síntesis de los compuestos inorgánicos de mercurio (cloruro mercurioso, cloruro mercúrico y yoduro mercúrico) y del KNO<sub>3</sub>, son recuperadas, se acidifican con HNO<sub>3</sub> 50 % V/V hasta pH=2 y a estas disoluciones se les agrega KOH en lentejas hasta pH 10 para la formación de óxido de mercurio (HgO, amarillo) que se recupera por filtración con papel Whatman del No. 42. Se deja secar.

Reacción:

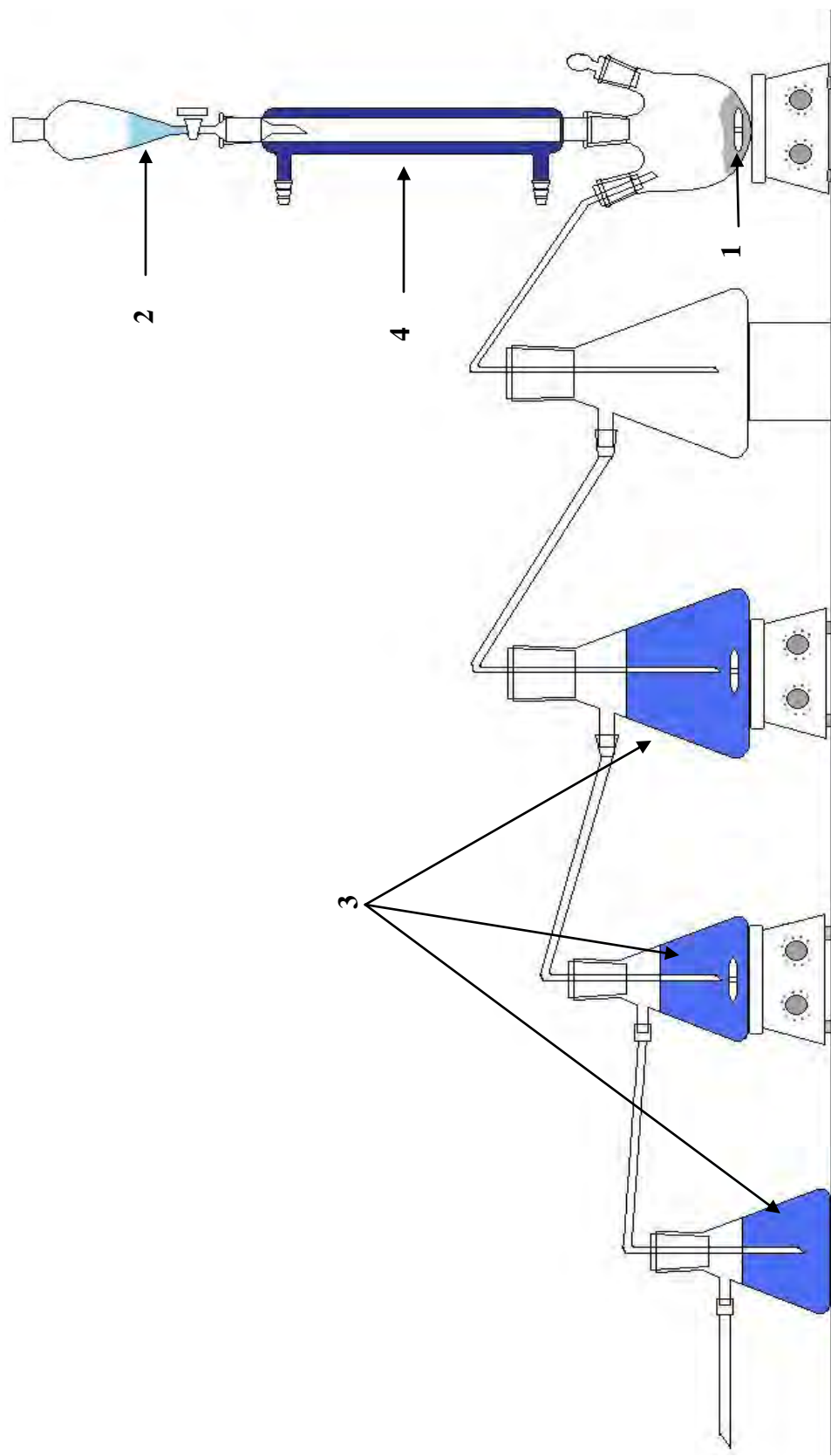




#### **4.5.3 Nitrato de potasio ( $\text{KNO}_3$ )**

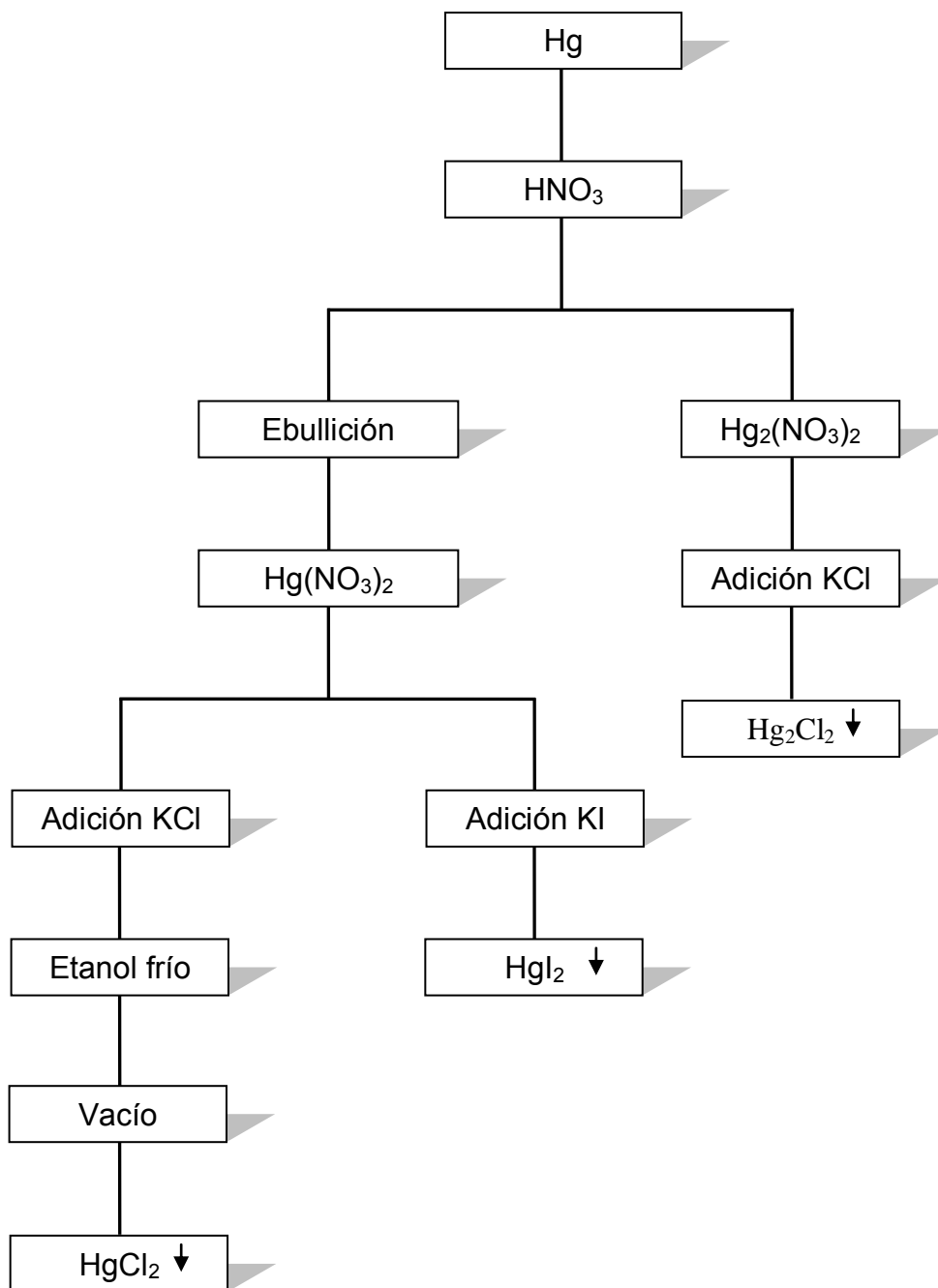
Después de la recuperación del óxido de mercurio, las aguas de lavado contienen nitrato de potasio que se filtra en papel Whatman del No. 42, para eliminar las posibles impurezas sólidas; el filtrado se evapora y se le agrega etanol frío, para precipitar el  $\text{KNO}_3$  que posteriormente se filtra en papel Whatman del No. 42 y se deja secar.

4.5.A Esquema del equipo de síntesis



1: Hg, 2: HNO<sub>3</sub>, 3: Agua destilada, 4: Agua

**4.5.a Diagrama simplificado de síntesis de los compuestos inorgánicos de mercurio**



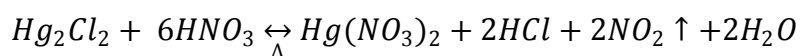
El diagrama esta simplificado, en todas las reacciones de síntesis se forman los óxidos de nitrógeno y el nitrato de potasio.

## 4.6 Control analítico

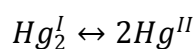
### 4.6.1 Cloruro mercurioso ( $Hg_2Cl_2$ )

Se adiciona cloruro mercurioso ( $Hg_2Cl_2$ ) anteriormente sintetizado (en un intervalo de  $4,5 \times 10^{-5}$  a  $7,5 \times 10^{-5}$  mol, que se encuentran dentro del orden de mg) en un matraz Erlenmeyer, se adiciona ácido nítrico en cantidad estequiometrica y se calienta hasta una ebullición suave; termina la reacción hasta que todo el sólido se haya disuelto y sea incolora la disolución. Durante el tiempo de reacción se tapa el matraz con un vidrio de reloj para evitar pérdidas por proyección. Se deja enfriar y se transfiere cuantitativamente a un matraz volumétrico de 25,0 mL y se lleva al aforo; de esta disolución se tomarán las alícuotas para el análisis de la muestra.

Reacción:



o simplificado



Donde  $Hg^{II}$  representa las especies que contienen al catión  $Hg^{2+}$ .

#### **4.6.2 Cloruro mercúrico (HgCl<sub>2</sub>)**

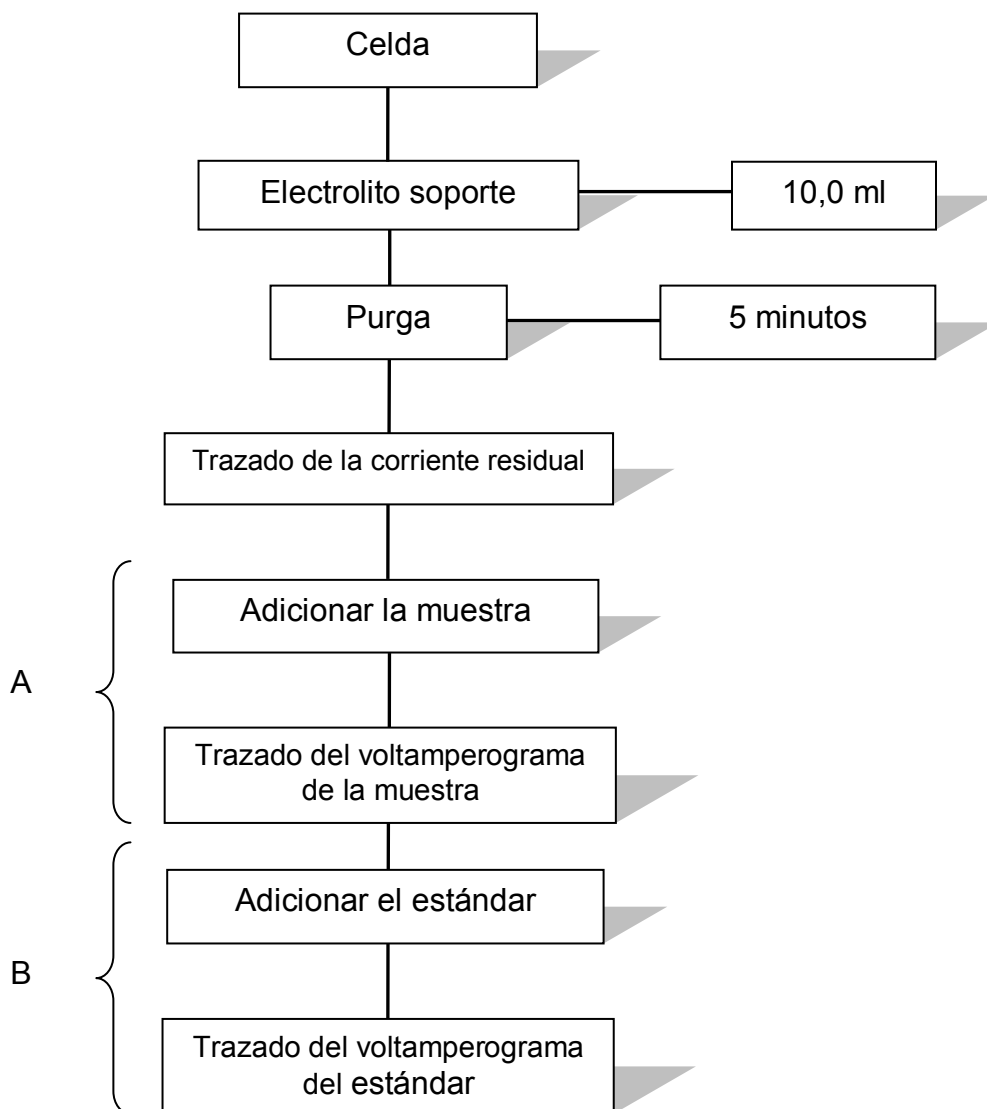
El cloruro mercúrico (HgCl<sub>2</sub>) anteriormente sintetizado (una cantidad en el intervalo de  $9 \times 10^{-5}$  a  $1,5 \times 10^{-4}$  mol, que se encuentran dentro del orden de mg), se coloca en un matraz volumétrico de 25,0, se agrega un poco de agua para disolverlo y se lleva al aforo, de esta disolución se tomarán las alícuotas para el análisis de la muestra.

#### **4.6.3 Yoduro mercúrico (HgI<sub>2</sub>)**

El yoduro mercúrico (HgI<sub>2</sub>) anteriormente sintetizado (una cantidad en el intervalo de  $9 \times 10^{-5}$  a  $1,5 \times 10^{-4}$  mol, que se encuentran dentro del orden de mg), en un matraz Erlenmeyer, se adiciona KI en proporción 2:1 con respecto con la muestra; termina la reacción hasta que todo el sólido se haya disuelto. Se coloca en un matraz volumétrico de 25,0 y se afora, de esta disolución se tomarán las alícuotas para el análisis de la muestra.

#### 4.7 Manejo de la muestra

Después de llevar el tratamiento de las muestras se adicionan al equipo electroquímico (figura 4.3.2.4.A) como se muestra el esquema:



Del anterior esquema, A lleva una repetición de 3 a 4 veces y B lleva una repetición de 5 a 7 veces; cuando se agrega la muestra y el estándar (A, B) se

lleva una agitación y burbujeo de nitrógeno por 10 segundos, esto es para evitar que exista oxígeno en el medio; el trazado de la muestra (A, B) se refiere al registro de los voltamperogramas (electrodo giratorio de platino) o polarogramas (electrodo de gota de mercurio) realizados con los equipos mencionados.

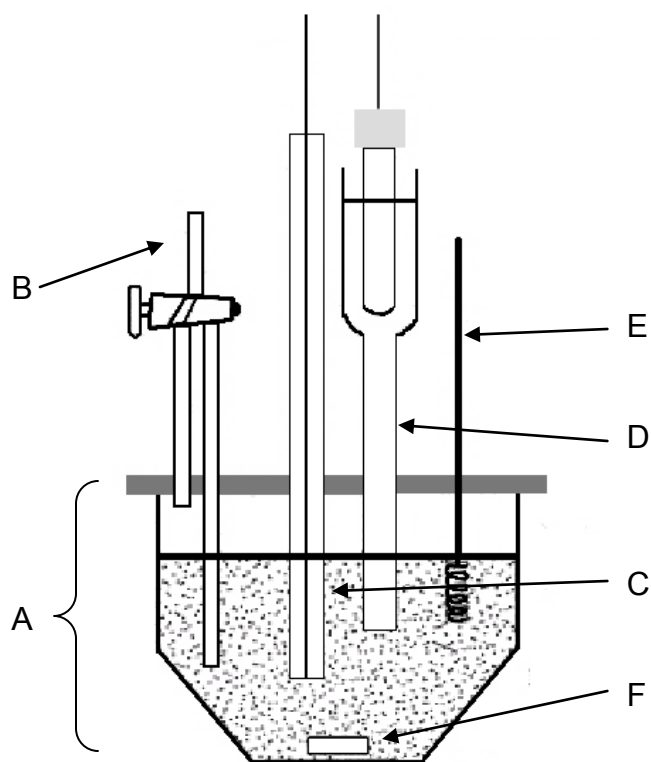


Figura 4.3.2.4.A. Ejemplo de celda para la determinación analítica de la pureza de las sales de mercurio obtenidas. A: Celda, B: Nitrógeno C: Electrodo de trabajo, D: Electrodo de referencia, E: Electrodo auxiliar, F: Barra de agitación



*Pintura de aves: representación de arte chino de laca tallada*

*Museo Metropolitano de New York, Estados Unidos*



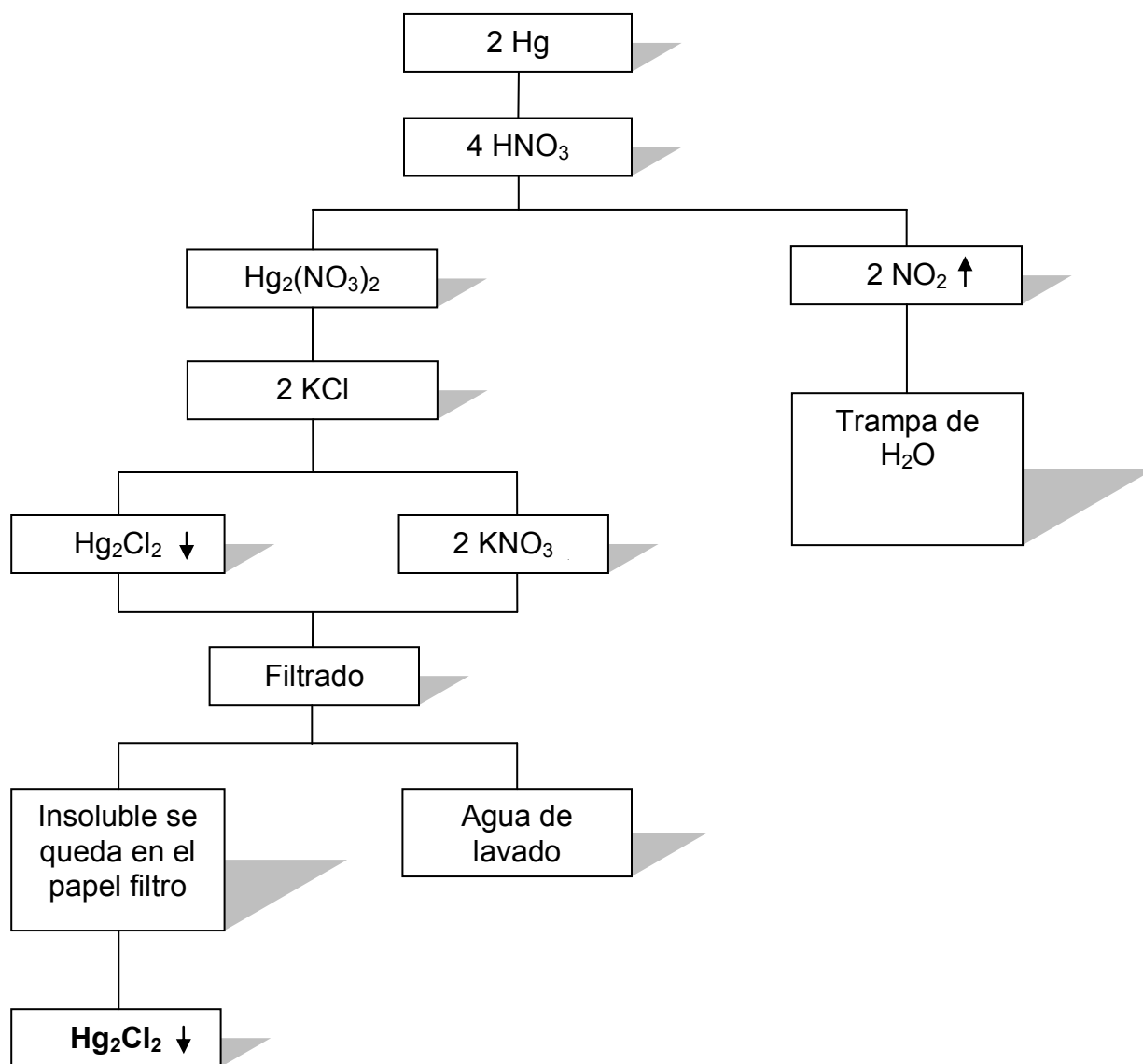
*Pulsera China realizada en cinabrio (1970)*



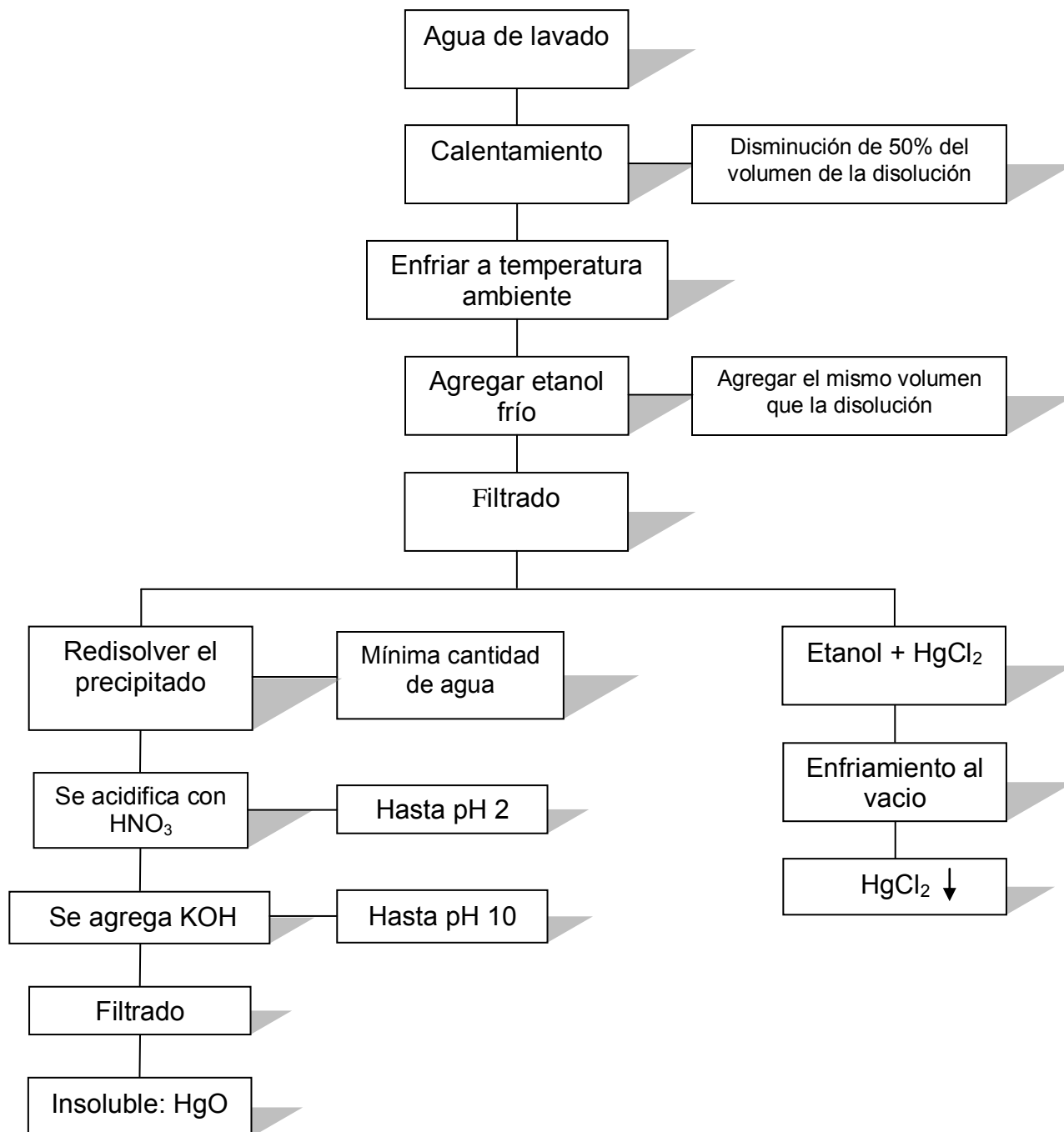
## 5. PARTE EXPERIMENTAL: RESULTADOS Y ANÁLISIS

### 5.1 Síntesis de cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ )

#### 5.1.a Diagrama de síntesis de cloruro mercurioso



### 5.1.b Diagrama de recuperación de subproductos de la síntesis de cloruro mercurioso



### 5.1.1 Ejemplo de la síntesis de cloruro mercurioso

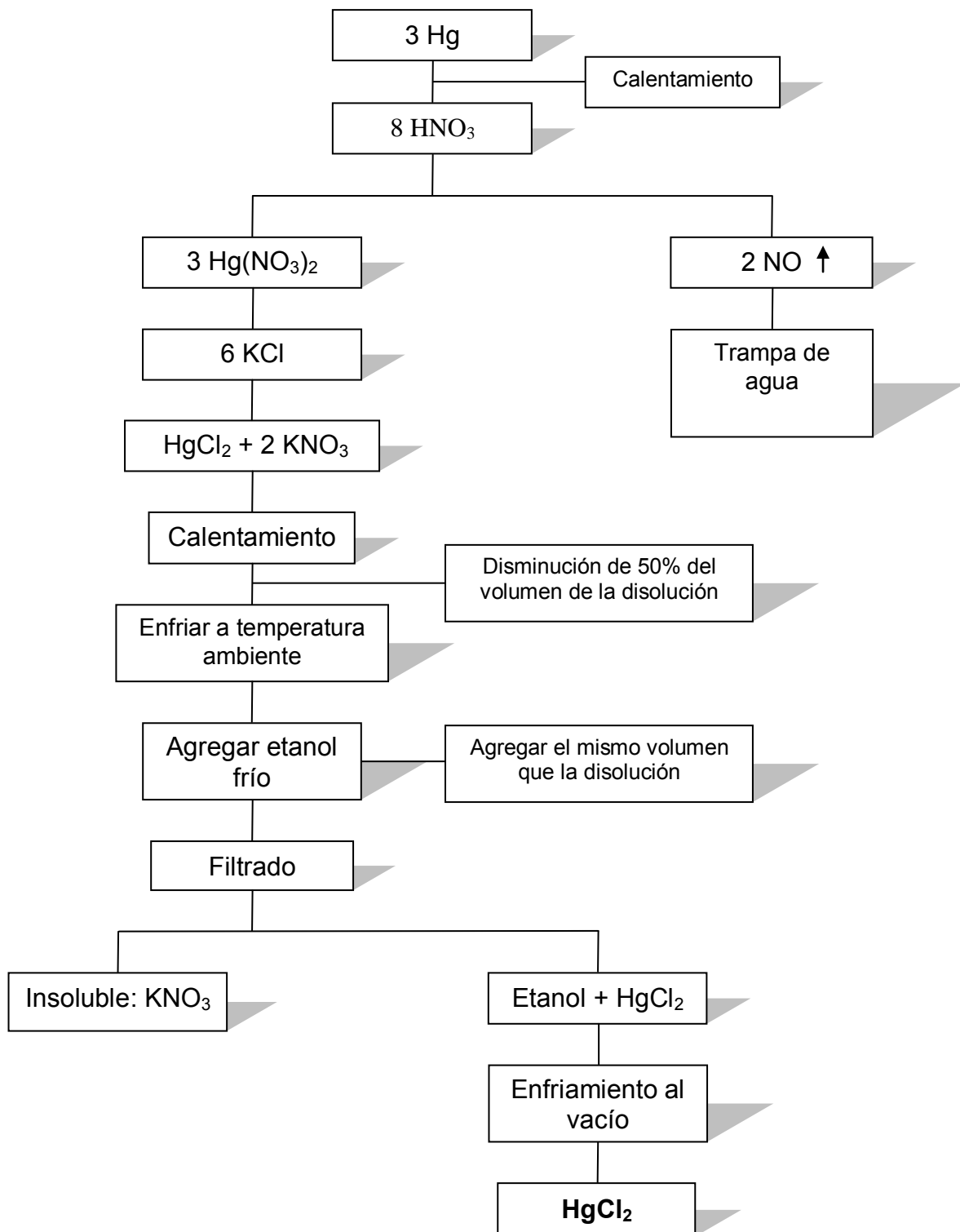
Inicialmente se tienen 10,3996 g (0,0518 mol) de Hg que se hacen reaccionar con 7 mL (0,105 mol) de HNO<sub>3</sub>, al terminar la reacción se agregan 3,8943 g (0,0522 mol) de KCl en disolución; después de lavar se obtienen 9,7632 g (0,0206 mol) de Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>.

En el agua de lavado se encuentra KNO<sub>3</sub> y HgCl<sub>2</sub>. Para separar el HgCl<sub>2</sub>, se calientan las aguas de lavado hasta una disminución de 50% del volumen inicial, se deja enfriar y se agrega etanol frío; en el mismo volumen precipita el KNO<sub>3</sub> que se filtra en papel Whatman del No. 42. En el kitasato se recupera por enfriamiento del vacío el HgCl<sub>2</sub>, se obtienen 2,7473 g (0,0101 mol).

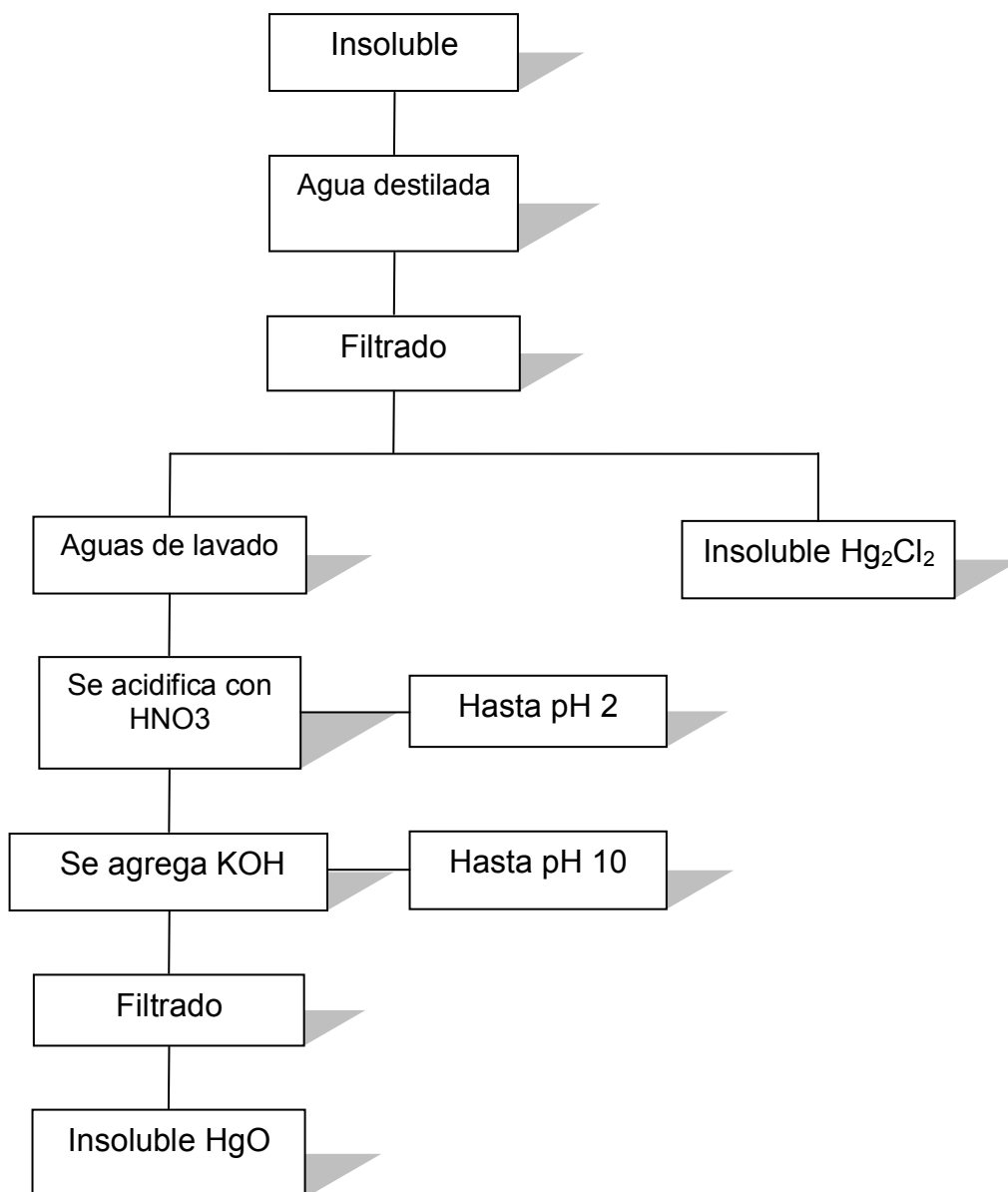
Debido a que una parte el HgCl<sub>2</sub> no es solubilizada en etanol y se queda ocluido en el KNO<sub>3</sub>, se disuelve en ácido diluido HNO<sub>3</sub> 50% V/V hasta pH 2; después se agrega KOH en lentejas, hasta tener un pH de 10. Precipita el HgO (amarillo) y se obtienen 0,0765 g (0,0003 mol).

## 5.2 Síntesis de cloruro mercúrico ( $\text{HgCl}_2$ )

### 5.2.a Diagrama de obtención de cloruro mercúrico



### 5.2.b Diagrama de recuperación de subproductos de la síntesis de cloruro mercúrico



### 5.2.1 Ejemplo de la síntesis de cloruro mercúrico

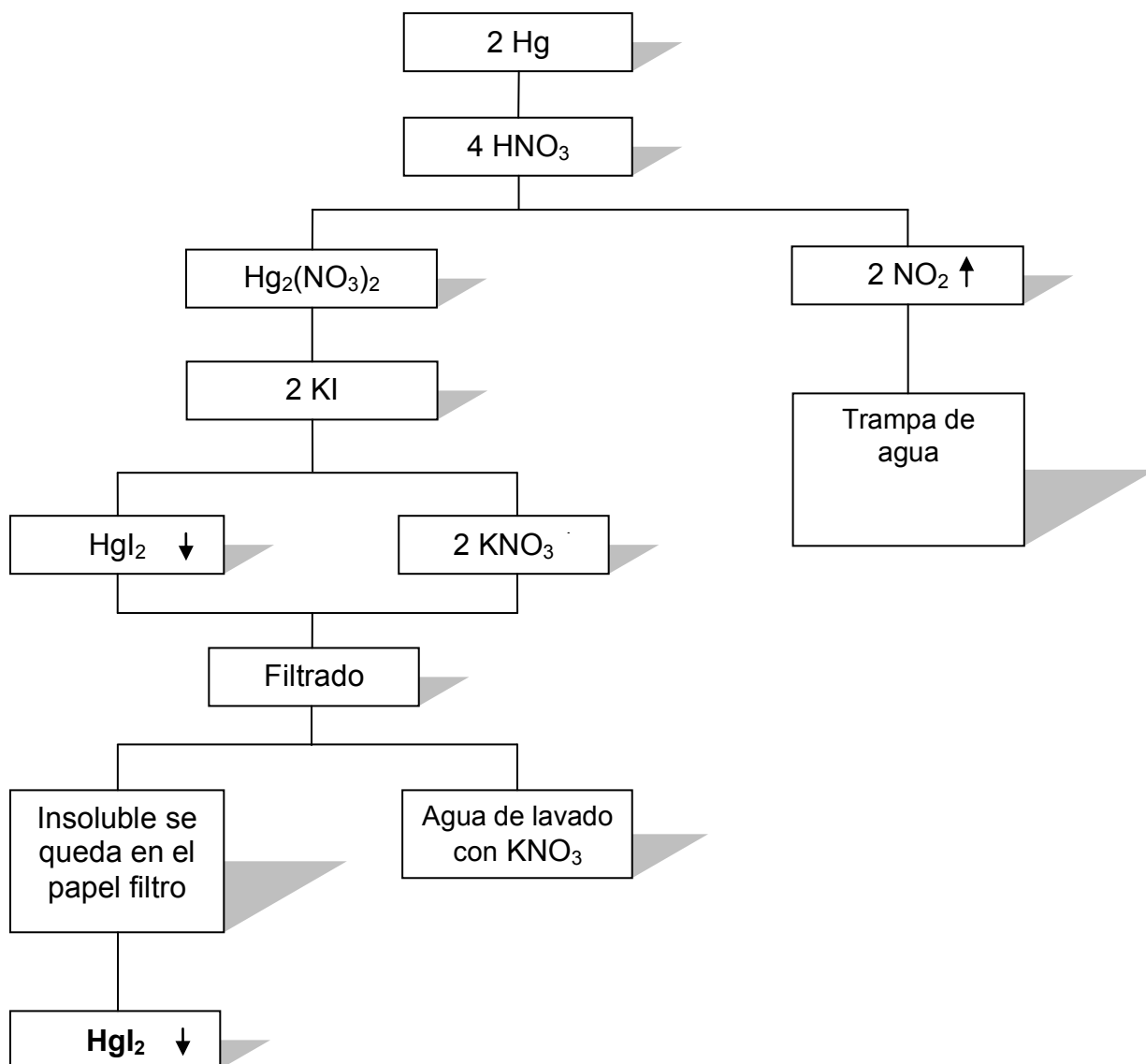
Inicialmente se tienen 18,7393 g (0,0934 mol) de Hg que se hacen reaccionar con 17,2 mL (0,2581 mol) de HNO<sub>3</sub>, al terminar la reacción se agregan 13,9395 g (0,1869 mol) de KCl en disolución; después de lavar se obtienen 21.5721 g (0,0794 mol) de HgCl<sub>2</sub>.

En el KNO<sub>3</sub> existe Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> que no es soluble; se agrega agua destilada y se filtra en papel Whatman del No. 42. Se lava con agua destilada y se deja secar, se obtienen 0,1329g (0,0002) de Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>.

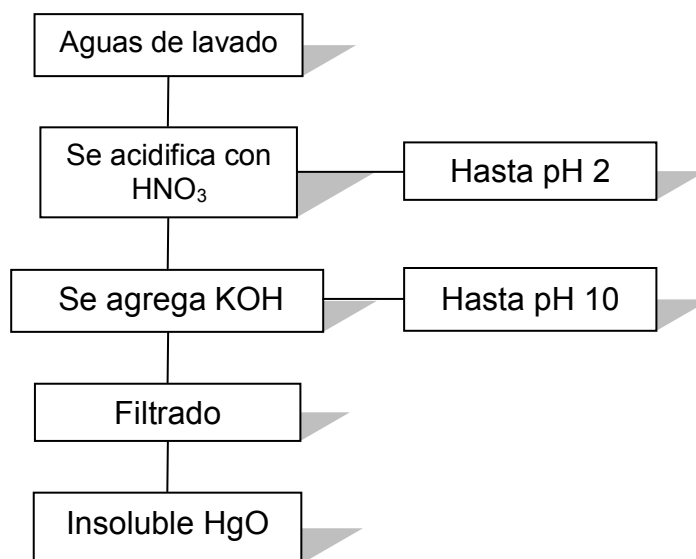
Debido a que una parte el HgCl<sub>2</sub> no es solubilizada en etanol y se queda ocluido en el KNO<sub>3</sub>, se disuelve en ácido diluido HNO<sub>3</sub> 50% V/V hasta pH 2; después se agrega KOH en lentejas, hasta tener un pH de 10. Precipita el HgO (amarillo) y se obtienen 2,8994g (0,0133 mol).

### 5.3 Síntesis de yoduro mercúrico ( $\text{HgI}_2$ )

#### 5.3.a Diagrama de obtención de yoduro mercúrico



### 5.3.b Diagrama de recuperación de subproductos de la síntesis de yoduro mercúrico



#### 5.3.1 Ejemplo de la síntesis de yoduro mercúrico

Inicialmente se tienen 26,7845 g (0,1335 mol) de Hg que se hacen reaccionar con 24,3 mL (0,3646 mol) de HNO<sub>3</sub>, al terminar la reacción se agregan 44,2576 g (0,2666 mol) de KI en disolución; después de lavar se obtienen 60,2913 g (0,1326 mol) de HgI<sub>2</sub>.

En las aguas de lavado se encuentra Hg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, se agrega ácido diluido HNO<sub>3</sub> 50% V/V hasta pH 2; después se agrega KOH en lentejas, hasta tener un pH de 10. Precipita el HgO (amarillo) y se obtienen 0,1772 g (0,0008 mol).



#### 5.4 Análisis de los ejemplos

Los ejemplos que se describieron son representativos de cada una de la síntesis, a continuación se presentan los resultados esquematizados y sus análisis basados en los moles del Hg.

Tabla 5.4.a Síntesis de  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$

	g	mol	%
Hg	10,3996	$5,1845 \times 10^{-02}$	100
<b><math>\text{Hg}_2\text{Cl}_2</math></b>	<b>9,7632</b>	<b><math>2,0681 \times 10^{-02}</math></b>	<b>79,78</b>
$\text{HgCl}_2$	2,7473	$1,0119 \times 10^{-02}$	19,518
HgO	0,0765	$3,5320 \times 10^{-04}$	0,6813
Total			99,9793

De la tabla 5.4.a se observa que el producto principal  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , y los subproductos con base en mercurio son el  $\text{HgCl}_2$  y el HgO que son cuantificados; el rendimiento de la reacción es aproximado al 80% basado en el producto principal, es debido a la formación del catión  $\text{Hg}^{2+}$ .

Tabla 5.4.b Síntesis de  $\text{HgCl}_2$

	G	mol	%
Hg	18,7393	$9,3421 \times 10^{-02}$	100
$\text{Hg}_2\text{Cl}_2$	0,1329	$2,8152 \times 10^{-04}$	0,6027
<b><math>\text{HgCl}_2</math></b>	<b>21,5721</b>	<b><math>7,9457 \times 10^{-02}</math></b>	<b>85,0523</b>
HgO	2,8994	$1,3387 \times 10^{-02}$	14,3293
Total			99,9843

En la tabla 5.4.b el producto principal  $\text{HgCl}_2$ , y los subproductos con base en mercurio son el  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  y el  $\text{HgO}$  que son cuantificados, el rendimiento de la reacción es aproximado al 85%, esto es debido a que en el proceso de separación con el  $\text{KNO}_3$  queda un porcentaje del  $\text{HgCl}_2$  ocluido y que no es solubilizado con el etanol, pero es recuperado como  $\text{HgO}$ .

Tabla 5.4.c Síntesis de  $\text{Hgl}_2$ 

	G	mol	%
Hg	26,7845	$1,3353 \times 10^{-01}$	100
<b>Hgl2</b>	<b>60,2913</b>	<b><math>1,3268 \times 10^{-01}</math></b>	<b>99,3672</b>
HgO	0,1772	$8,1814 \times 10^{-04}$	0,6127
Total			99,9799

En la tabla 5.4.c el producto principal  $\text{Hgl}_2$ , y el subproducto con base en mercurio es  $\text{HgO}$  que son cuantificados. Este compuesto tiene un buen rendimiento debido a su pKs (28,0) y su fácil separación.

## 5.5 Resultados globales de síntesis

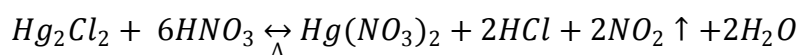
Tabla 5.5.a Resultados globales

Compuesto	Cloruro mercurioso	Cloruro mercúrico	Yoduro mercúrico
% Síntesis	79,82	85,13	99,34
± %	0,1132	0,3023	0,0855

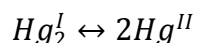
## 5.6 Control analítico de cloruro mercurioso ( $Hg_2Cl_2$ )

Fue determinado por polarografía clásica y voltamperometría clásica, con el equipo VA TraceLab modelo POL150 marca Radiometer Analytical; y el programa TraceMaster 5 de Radiometer Analytical.

Para la determinación de la pureza del cloruro mercurioso, se tuvo que oxidar el  $Hg^{1+}$  para tener el catión  $Hg^{2+}$ , para ello se utilizó la siguiente reacción.



o simplificado



Donde  $Hg^{II}$  representa las especies que contienen al catión  $Hg^{2+}$ .

Las muestras llevaron un tratamiento para que estuvieran en una concentración del orden del estándar de  $Hg^{II}$  (4,94 mmol/L). En las determinaciones polarográficas y voltamperométricas se utiliza un electrolito soporte de ácido nítrico 0,60mol/L aproximadamente; se emplea el método de adiciones estándar.

### 5.7 Control analítico del cloruro mercurico ( $\text{HgCl}_2$ )

Se determina por polarografía clásica con el equipo VA VoltaLab 80 marca Radiometer Analytical; y el programa VoltaMaster 4 de Radiometer Analytical.

La determinación se llevó a cabo por el método de adiciones estándar. Se coloca (intervalo  $8 \times 10^{-5}$  a  $3 \times 10^{-4}$  mol) del cloruro mercurico ( $\text{HgCl}_2$ ) anteriormente sintetizado, se lleva al aforo de 25,0 mL, de esta disolución se tomará las adiciones de la muestra, ya que el compuesto es soluble en agua.

El estándar es  $\text{Hg}^{\text{II}}$  991 ppm/mL (4,94 mmol/L) de la compañía Sigma-Aldrich, con certificado de concentración.

### 5.8 Cálculos para la determinación de la pureza

Los cálculos que a continuación se presenta solo son de una muestra (cloruro mercurioso), ya que los cálculos son los mismos para cada compuesto, esto es debido a que el ion de estudio es el  $\text{Hg}^{2+}$ . Para cada compuesto la única variante en el procedimiento es obtener el ion de estudio.

Todo los cálculos fueron hechos basados en el metodo de adiciones estándar (adiciones patrón), que consiste en añadir cantidades conocidas de un estándar al problema cuyo contenido de especie se quiere determinar. A partir del aumento de

señal se deduce la concentración que había en la muestra problema. Este método requiere una respuesta lineal frente a la especie.

### **5.8.1 Datos experimentales**

Electrolito soporte:  $\text{HNO}_3$  (0,6002 mol/L).

Electrodo de trabajo: Electrodo giratorio de platino.

Electrodo de referencia: Ag/AgCl, KCl 3 mol/L.

Electrodo Auxiliar: Platino.

Muestra:  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  (0,0295g)

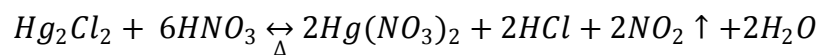
Método: Voltamperometría clásica

Adiciones: Muestra 50  $\mu\text{L}$  y estándar 50  $\mu\text{L}$

### **5.8.2 Tratamiento de la muestra**

Se adiciona cloruro mercurioso ( $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ) en un matraz Erlenmeyer y se adiciona ácido nítrico (2 mL) a ebullición suave hasta que la disolución sea incolora; se tapa con un vidrio de reloj para evitar pérdidas por proyección. Se deja enfriar y se lleva al aforo de 25,0 mL, de esta disolución se toman las adiciones de la muestra. El catión de estudio es  $\text{Hg}^{2+}$ .

## Reacción



Las adiciones de la muestra y el estándar fueron de 50  $\mu$ L cada una, el total de la muestra fue de 150  $\mu$ L y del estándar fue de 250  $\mu$ L. Los voltamperogramas resultantes (figura 5.3.2.A) se presentan con barridos de  $-0,3V$  a  $0,6 V$ . Se toma el punto del potencial para la determinación de la pureza de la muestra en  $-0,15 V$ , a este potencial se toma la lecturas de corriente en amperios (A); debido a que en este potencial se encuentra una meseta bien definida.

Se toma este potencial debido a que está en la meseta, es decir la corriente es constante en esta zona. Como resultado se obtienen los siguientes valores.

Tabla 5.3.2.a

	Corriente (A)		Corriente (A)
Residual	$-2,78 \times 10^{-7}$	50 $\mu$ L estándar	$-5,16 \times 10^{-6}$
50 $\mu$ L problema	$-1,51 \times 10^{-6}$	100 $\mu$ L estándar	$-6,19 \times 10^{-6}$
100 $\mu$ L problema	$-2,72 \times 10^{-6}$	150 $\mu$ L estándar	$-7,45 \times 10^{-6}$
150 $\mu$ L problema	$-3,87 \times 10^{-6}$	200 $\mu$ L estándar	$-8,57 \times 10^{-6}$
		250 $\mu$ L estándar	$-9,9 \times 10^{-6}$

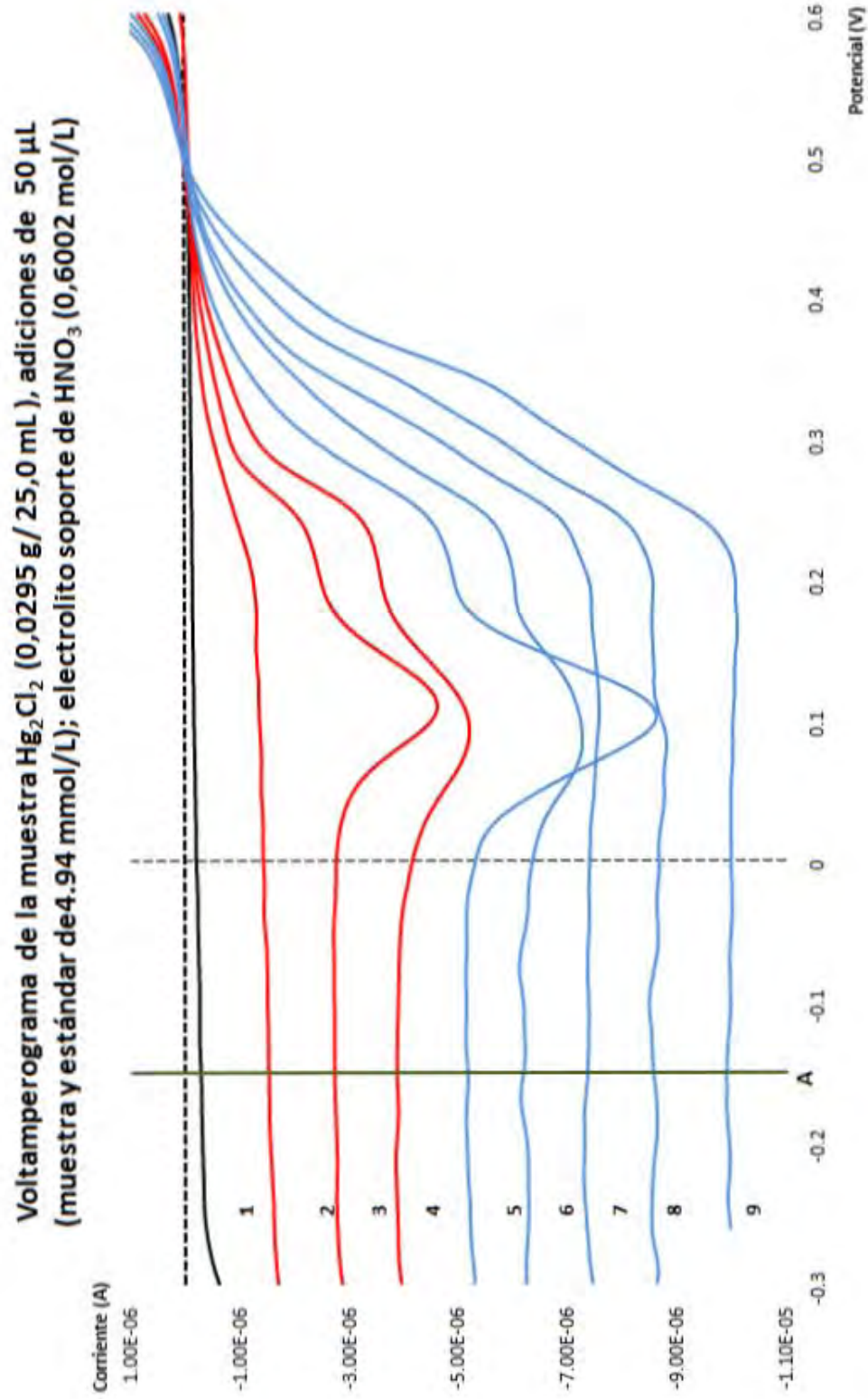


Figura 5.3.2.A representa los voltamperogramas de la muestra de estudio, donde: **A** (-0,150 V) es potencial donde se tomo las medidas; 1 la residual (electrolito soporte); **2-4** son adiciones de la muestra o problema; **5-8** son adiciones del estándar.

En los anteriores voltamperogramas se observa una adsorción que aparece cerca de 0,1 V en la curva **3** y también en las curvas **4** y **5**; al agregar una gota de tensoactivo (Triton X-100) la adsorción disminuye (curva **6**); para eliminar la adsorción se agregan un total de 3 gotas del tensoactivo como se observa en la curva **7**.

Tomando los datos de la tabla 5.3.2.a aplicaremos la siguiente fórmula (todo está dado en amperios)

$$\text{Crecimiento} = |\text{Adición} - \text{Residual}|$$

.El estándar tiene una concentración de 991  $\mu\text{g/mL}$  esto es igual 0,00494 mol/L ó 4,94 mmol/L. Para la determinación de la pureza se utilizara el punto de 150 $\mu\text{L}$  de muestra en adelante.

Tabla 5.3.2.b

Adición	nmol de $\text{Hg}^{2+}$	$i^{-0,15\text{V}}$ ( $\mu\text{A}$ )
150 $\mu\text{L}$ problema	0	3,59
50 $\mu\text{L}$ estándar	247,02	4,88
100 $\mu\text{L}$ estándar	494,04	5,91
150 $\mu\text{L}$ estándar	741,06	7,17
200 $\mu\text{L}$ estándar	988,09	8,29
250 $\mu\text{L}$ estándar	1235,11	9,62

nmol : nanomoles ó  $1 \times 10^{-9}$  mol

$\mu\text{A}$ : microamperios ó  $1 \times 10^{-6}$  amperios



### 5.8.3 Tratamiento matemático

Los datos de la anterior tabla se representan en una gráfica de concentración contra intensidad, que se muestra en la figura 5.3.3.A; de ella, por regresión lineal, se obtiene la siguiente ecuación.

$$y = 4,8198x + 3601,7195$$

Para determinar la concentración que existe en 150  $\mu\text{L}$  de problema. Se utiliza el siguiente esquema matemático.

Las ecuaciones anteriores se refieren a una recta.

$$y = mx + b$$

Donde

$$y = 0$$

Se despeja  $x$

$$x = \frac{-b}{m}$$

Se utiliza el valor absoluto de  $x$  para obtener la concentración de la muestra.

$$x = 747,2771 \text{ nmol de } \text{Hg}^{2+}$$

Determinación de pureza por metodo de adición estandar

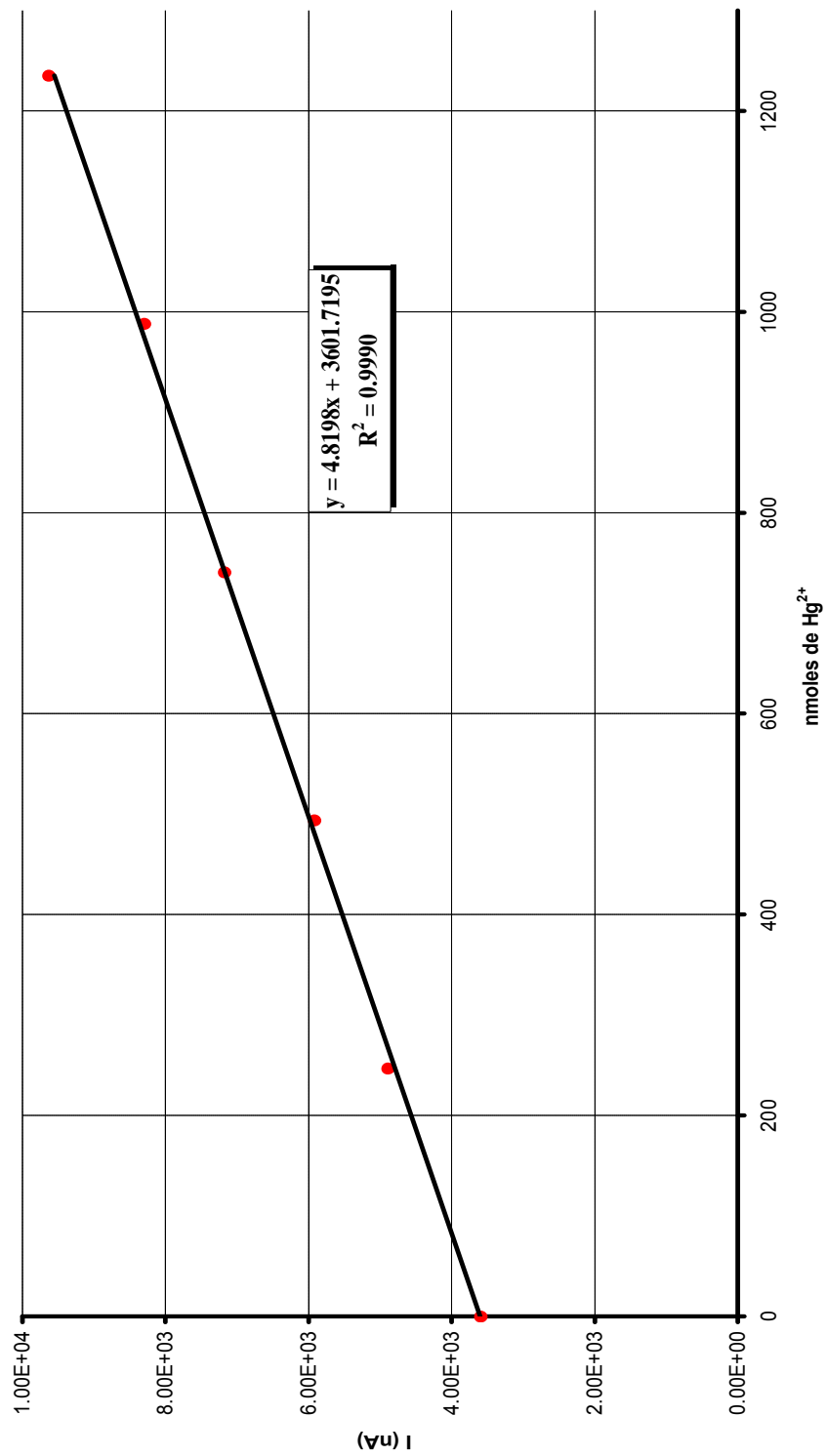


Figura 5.3.3.A

Se determina la desviación estándar de esta muestra a partir de las siguientes ecuaciones:

$$S_{i/c} = \left\{ \frac{\sum (i_{exp} - i_{calc})^2}{n - 2} \right\}^{1/2}$$

$$S_m = \frac{S_{i/c}}{\left\{ \sum (c_{exp} - c_{calc})^2 \right\}^{1/2}}$$

$$S_b = \frac{S_{i/c}}{\left\{ \frac{\sum c_{calc}^2}{n \sum (c_{exp} - c_{calc})^2} \right\}^{1/2}}$$

Donde:

$S_{i/c}$ : desviación estándar de la recta

$S_m$ : desviación estándar de la pendiente

$S_b$ : desviación estándar

$n$ : número de datos experimentales

$c_{cal}$ : concentración calculada

$c_{exp}$ : concentración experimental

$i_{cal}$ : corriente calculada

$i_{exp}$ : corriente experimental

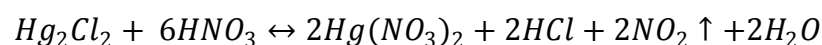
Resultados:

$S_{ic}$ (nA/nmol)	$S_m$ (nmol)	$S_b$ (nmol)
75,68	2,482	3,086

Por lo tanto tenemos  $747,277 \pm 3,086$  nmol de  $Hg^{2+}$

Se conoce que estas moles provienen de 150  $\mu$ L y la muestra proviene de un aforo a 25,0 mL; se tiene que en 25,0 mL hay  $1,245 \times 10^{-4} \pm 5,1433 \times 10^{-7}$  mol de  $Hg^{2+}$ .

De la reacción



El catión determinado en esta técnica fue  $Hg^{2+}$ , pero la muestra fue de del catión  $Hg_2^{2+}$ ; tomando la estequiometria de la reacción se obtiene que hay  $6,2273 \times 10^{-5} \pm 2,5716 \times 10^{-7}$  moles de  $Hg_2^{2+}$ .

La muestra original fue 0,0295 g de  $Hg_2Cl_2$  que es  $6,2488 \times 10^{-5}$  mol de  $Hg_2^{2+}$ .

De estos datos se hace el siguiente tratamiento.

$$6,2488 \times 10^{-5} \text{ moles de } Hg_2^{2+} = 100\%$$

Entonces

$6,2273 \times 10^{-5}$  moles de  $\text{Hg}_2^{2+}$ . Obtenidos experimentalmente que es igual a 99.65%  $\pm 0,41$  % de pureza de la muestra de  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ .

### 5.9 Resultados globales del control analítico

Los resultados globales fueron realizados por el análisis de varias muestras, las cuales tuvieron un tratamiento estadístico, el cual determina la desviación estándar global.

Compuesto	Cloruro mercurioso	Cloruro mercúrico	Yoduro mercúrico
% Pureza	99,68	99,58	99.88
$\pm$ %	0,3004	0,3341	0,147



*La Asunción de la Virgen - Tiziano Vecellio (1518)*

*Basílica de Santa María Gloriosa dei Frari, Italia*

## 6. CONCLUSIONES

### 6.1 Síntesis

Este trabajo presenta las condiciones encontradas como óptimas para la síntesis de tres sales inorgánicas de mercurio:  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ,  $\text{HgCl}_2$  y  $\text{HgI}_2$

La síntesis propuesta es relativamente sencilla y general para las tres sales; además puede ser aplicada en la síntesis de otras sales más.

Los rendimientos de las reacciones son muy altos: del orden del 80% para los cloruros y superior al 99% para el yoduro mercúrico.

El principal subproducto en la síntesis del calomel es el cloruro mercúrico debido a la dificultad de mantener el proceso de oxidación en el grado (+1). En el caso de la síntesis de  $\text{HgCl}_2$  el principal subproducto es el óxido mercúrico y se debe al equilibrio que se busca al lavar el  $\text{KNO}_3$  con alcohol para eliminar el  $\text{HgCl}_2$  ocluidos y evitar la disolución del nitrato potásico.

Todos los subproductos que se obtienen se recuperan y tienen demanda comercial. Las cualidades principales de esta propuesta son:

- ⊗ La síntesis se lleva en disolución
- ⊗ El control del sistema es simple
- ⊗ Todo el proceso se lleva en un sistema cerrado
- ⊗ Todo el mercurio es recuperado
- ⊗ Los subproductos son recuperados

Esta síntesis propuesta es una alternativa industrial para no tener que emplear flujo de gases halógenos.

## **6.2 Control analítico**

Como se mencionó anteriormente (sección 3.2.2) en México no hay ley o norma que lleve el control de la producción y la pureza de los compuestos inorgánicos de mercurio.

Para el control analítico (pureza) se llevó la implementación de un sistema electroquímico (voltamperometría y polarografía) que fue satisfactorio ya que tiene varias ventajas, a saber:

- ⊗ Mínimo de muestra utilizado
- ⊗ Tiempo por muestra corto (aproximadamente 30 min)
- ⊗ Reproducibilidad
- ⊗ Bajo costo



El proceso de análisis de la muestra se puede generalizar para más compuestos inorgánicos de mercurio.

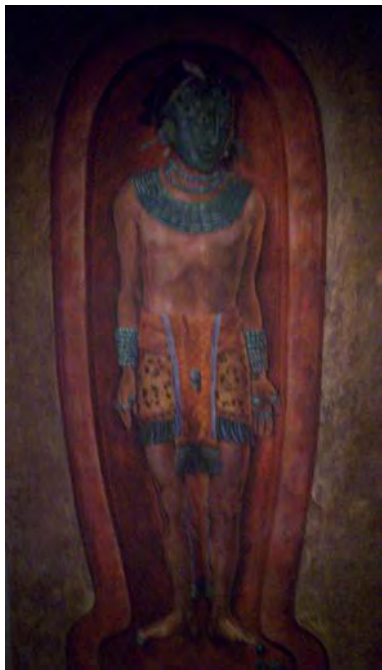
Los resultados encontrados en esta tesis muestran que las tres sales de mercurio sintetizadas muestran una pureza superior al 99% en todos los casos;

Cloruro mercurioso	Cloruro mercúrico	Yoduro mercúrico
99,68	99,58	99.88
±0,3004	±0,3341	±0,147



*Reina Roja (Hun K'Anleum)*

*Templo XIII de Palenque, Chiapas, México*



*Representación de tumba de Pakal II (K'inich J'anaab Pakal)*

*Palenque, Chiapas, México*

## 7. ANEXOS

### 7.1 Anexo A. Electroquímica <sup>33-35</sup>

#### 7.1.1 Fundamentos de electroquímica

La electroquímica es una rama de la química analítica que estudia la relación entre la transformación química y la electricidad. Aunque la electroquímica involucra a todo fenómeno eléctrico que implique transformación de la materia, su enfoque está en el estudio de los procesos que tienen lugar en los electrodos, los cuales forman parte de un circuito eléctrico como conductores; a estos procesos se les conoce como procesos electródicos.

A diferencia de las reacciones químicas conocidas como redox, en las cuales se intercambian uno o más electrones entre dos especies contenidas en una disolución, las reacciones electroquímicas involucran una transferencia de electrones del reductor al oxidante a través de un par de electrodos conectados mediante un conjunto externo de circuitos. El reductor transfiere los electrones a un electrodo (el ánodo) mientras que, para mantener un equilibrio eléctrico total, un número igual de electrones debe pasar de dicho electrodo al alambrado externo y llegar al otro electrodo. Simultáneamente, el otro electrodo (el cátodo) cede un número igual de electrones al oxidante. Esto equivale a un circuito eléctrico completo, en donde el oxidante y el reductor no se encuentran en

contacto directo mutuo, sino que el circuito se completa mediante los iones que se mueven a través de una disolución en la cual están sumergidos los electrodos.

#### **7.1.1.2 Sistema de análisis electroquímico**

El dispositivo experimental para poder realizar análisis electroquímicos, consta de un aparato de medida, un circuito eléctrico exterior y un sistema electródico; el sistema electródico (figura 7.1.1.2.A), consiste en un electrodo indicador o de trabajo, un electrodo auxiliar o contraelectrodo y un electrodo de referencia.

El electrodo de trabajo es el electrodo en el que tiene lugar la reacción de interés; el electrodo auxiliar, es el electrodo que junto con el de trabajo constituye el circuito por donde pasa la corriente (la corriente pasa entre el electrodo de trabajo y el electrodo auxiliar); el electrodo de referencia se usa para medir el potencial del electrodo de trabajo.

Como la superficies de los electrodos es relativamente pequeña (del orden de  $1\text{mm}^2$  para el electrodo de del trabajo), se habla de microelectrólisis y ello implica que la composición de la disolución no se ve afectada en el curso del estudio.

La diferencia de potencial entre el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia se regula mediante un aparato electrónico llamado potencióstato.

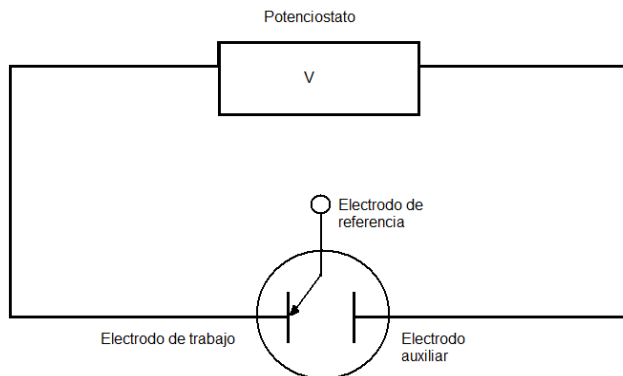


Figura 7.1.1.2.A

### 7.1.2 Voltamperometría

Es el conjunto de métodos electroanalíticos que tiene por objeto la obtención e interpretación de las curvas de intensidad de corriente en función de un potencial aplicado. Todo fenómeno electroquímico depende de 4 variables que se representan matemáticamente:

$$f(i, E, C, t) = 0$$

Donde:  $E$  = Potencial,  $i$  = Intensidad de la corriente eléctrica,  $C$  = Concentración de la especie electroactiva,  $t$  = tiempo

Si los fenómenos electroquímicos tienen lugar en forma independiente del tiempo y si la especie electroactiva no cambia sensiblemente a lo largo de la electrólisis, la ecuación anterior se convierte en una relación entre dos variables.

$$f(i, E) = 0 \quad \text{ó} \quad i = f(E)$$

### 7.1.3 Polarografía

De acuerdo con la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada, el término voltamperometría se usará para caracterizar los métodos en los cuales el trazo de las curvas de intensidad-potencial se realice con cualquier electrodo sólido y el término polarografía se reservará para aquellos que utilizan el electrodo de gota de mercurio. La polarografía es una técnica particularmente importante para el estudio de reacciones electroquímicas de reducción debido al gran dominio de electronegatividad. Esta técnica fue introducida por Jaroslav Heyrovsky en 1925 (premio Nobel 1959).

### 7.1.4 Polarogramas

En la figura 7.1.4.A se observan los valores  $E_1$  y  $E_2$  que indican las barreras de reducción y oxidación respectivamente y que corresponden a reacciones electroquímicas donde la especie que se electroliza se encuentra en una concentración relativamente muy elevada, por ello la intensidad de corriente es grande. La diferencia de potenciales de barrera, dada por:

$$\Delta E = E_2 - E_1$$

constituye lo que se conoce como dominio de electroactividad.

El valor  $E_3$  indica el cruce del eje de potenciales por el polarograma y corresponde a un valor de intensidad neta de electrólisis de cero; este valor de potencial corresponde a la vez al potencial de equilibrio de la disolución.

$E_4$  es el valor del potencial de la mitad de la onda global ( $E_{1/2}$ ) y coincide con el potencial normal condicional del par redox ( $E^{\circ'}$ ).

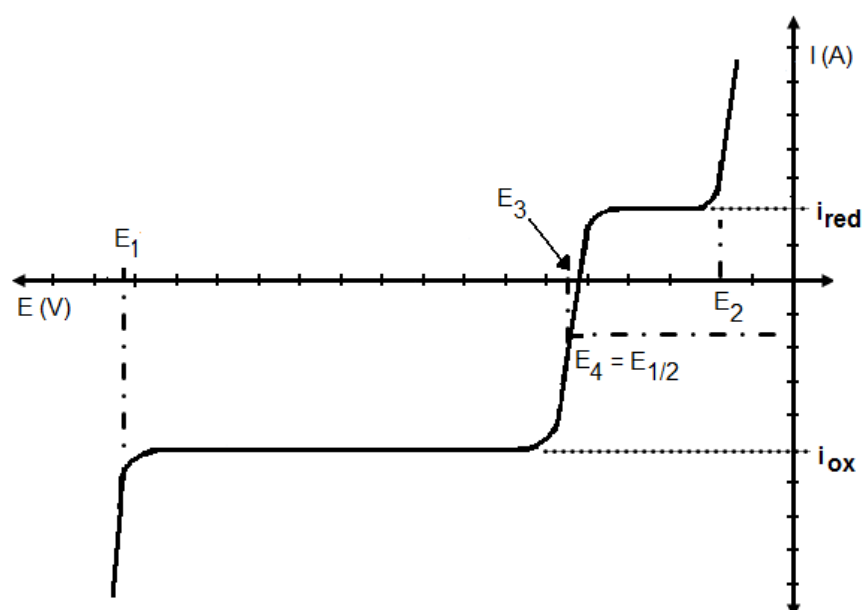


Figura 7.1.4.A

La corriente límite o corriente límite de difusión convectiva ( $i_D$ ) es proporcional al número de electrones intercambiados del analito en el proceso electroquímico y a la concentración de sustancia electroactiva (analito) en la disolución, y es obtenida cuando todo el analito se oxida o se reduce (esto sucede ya que fue transportado por difusión a la superficie del electrodo de trabajo).

La relación entre la concentración del analito y la corriente límite esta descrita por la ecuación:

$$i_D = nK_D C^*$$

Donde:

$i_D$ : Corriente límite de difusión

$n$ : número de electrones intercambiados en la reacción

$K_D$ : Constante de proporcionalidad que depende de las condiciones experimentales (superficie del electrodo, régimen de difusión)

$C^*$ : Concentración en disolución de la especie que da lugar al proceso

La relación entre el potencial impuesto al electrodo de trabajo y la intensidad de corriente de electrólisis media, se expresa como una variante de la expresión de Nernts donde los valores de las actividades de oxidante y reductor son substituidos por sus expresiones de corriente.

$$E = E^{\circ'} + \left[ \frac{2.3RT}{nF} \right] \log \left[ \frac{K_D^{Red}}{K_D^{Ox}} \right] + \left[ \frac{2.3RT}{nF} \right] \log \left[ \frac{i - i_{Ox}}{i_{Red} - i} \right]$$

Que equivale aproximadamente (30°C)

$$E = E_{1/2} + \left[ \frac{0,06}{n} \right] \log \left[ \frac{i - i_{Ox}}{i_{Red} - i} \right]$$



## 7.2 Anexo B. Determinación de la concentración del ácido nítrico

Debido a que las reacciones de formación de los iones  $\text{Hg}^{2+}$  y  $\text{Hg}^+$ , están dadas por el ácido nítrico concentrado, se realizó un ensayo para conocer la concentración del ácido, para el cual se usó como patrón primario carbonato de sodio secado en estufa a  $80\text{ }^\circ\text{C}$ .

Reacción:

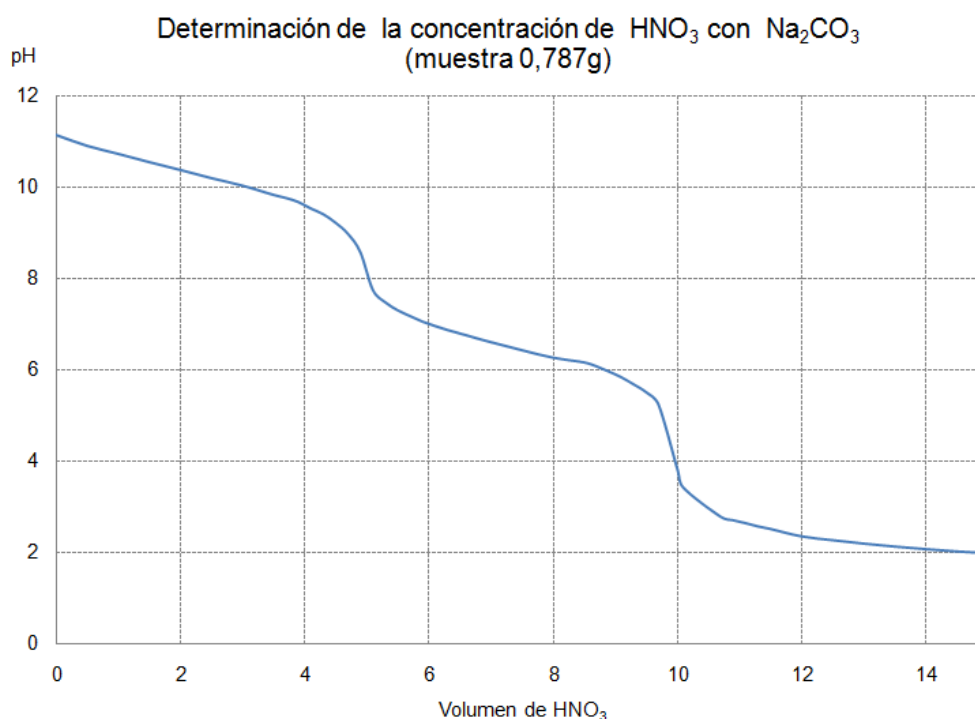
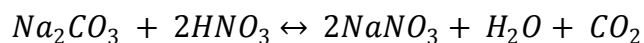


Figura 7.2.A

A partir de los datos de la gráfica de valoración (la figura 7.2.A representa una grafica de valoración de este ensayo), se determinó el punto de equivalencia (figura 7.2.B).

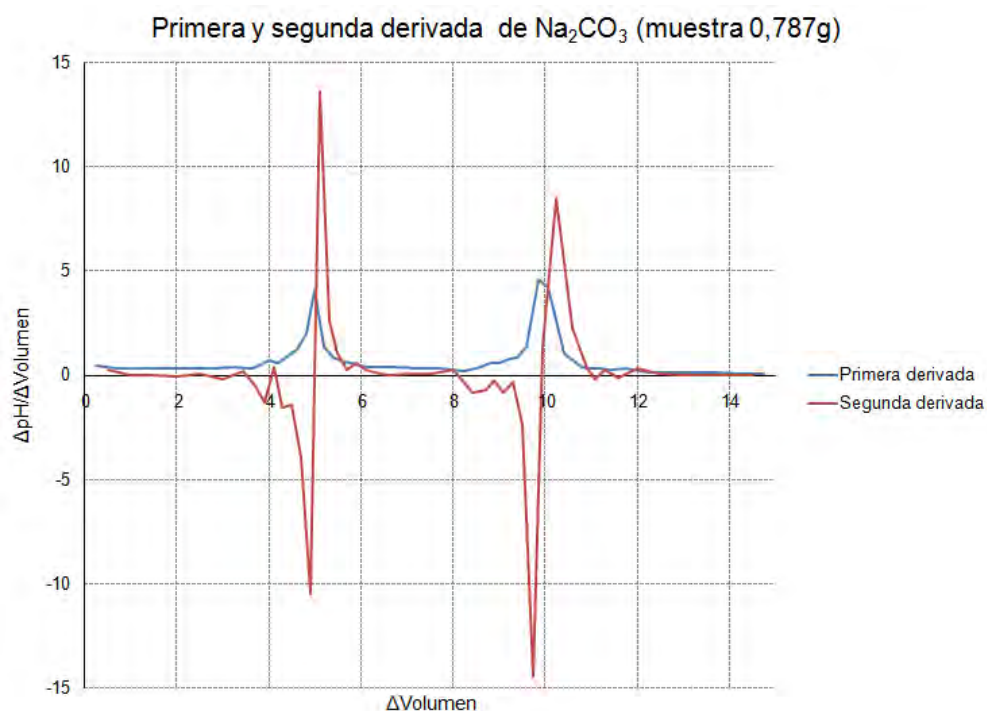


Figura 7.2.B

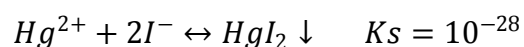
El ensayo se realizó cada vez por triplicado y se obtiene como resultado lo siguiente:

Concentración de $\text{HNO}_3$ en etiqueta	Concentración de $\text{HNO}_3$ calculado	Desviación estándar
65% mínimo	67,54	$\pm 0,2061$

### 7.3 Anexo C. Diagrama de $HgI_2$ ( $K_s$ vs $I^-$ )

Se conoce que el  $Hg^{2+}$  forma con  $I^-$  otros compuestos que pueden afectar el rendimiento de la reacción, de los cuales el más favorecido de ellos es el  $HgI_4^{2-}$ .

Se tiene que:



$$Hg^{2+} / I^- \quad \begin{aligned} \beta_1 &= 10^{12.9} \\ \beta_2 &= 10^{23.8} \\ \beta_3 &= 10^{27.6} \\ \beta_4 &= 10^{29.8} \end{aligned}$$

Donde:

$$K_s = |Hg^{2+}| |I^-|^2 \quad (1)$$

$$K_s' = |Hg^{2+}'| |I^-|^2 \quad (2)$$

Puesto que:

$$|Hg^{2+}'| = |Hg^{2+}| + |HgI^+| + |HgI_2| + |HgI_3^-| + |HgI_4^{2-}| \quad (3)$$

Al sustituir las especies complejas por sus relación con las constantes globales de formación, se tiene:

$$|Hg^{2+}'| = |Hg^{2+}| \{1 + \beta_1 |I^-| + \beta_2 |I^-|^2 + \beta_3 |I^-|^3 + \beta_4 |I^-|^4\} \quad (4)$$

Al sustituir  $|\text{Hg}^{2+}|'$  de la ecuación 2 en la ecuación 4 se obtiene:

$$Ks' = |\text{Hg}^{2+}| \{1 + \beta_1|\text{I}^-| + \beta_2|\text{I}^-|^2 + \beta_3|\text{I}^-|^3 + \beta_4|\text{I}^-|^4\} |\text{I}^-|^2 \quad (4)$$

Al sustituir la ecuación 1 en 4 se obtiene:

$$Ks' = Ks \{1 + \beta_1|\text{I}^-| + \beta_2|\text{I}^-|^2 + \beta_3|\text{I}^-|^3 + \beta_4|\text{I}^-|^4\}$$

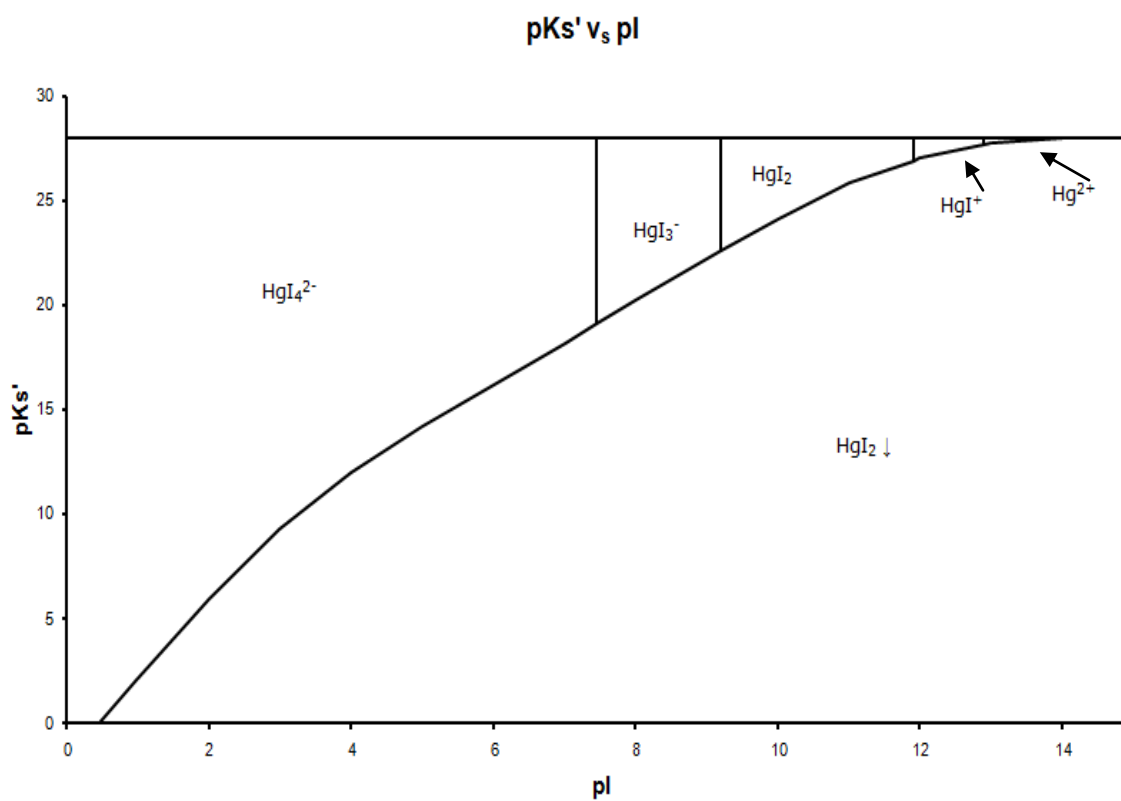


Figura 7.3.A Gráfica de dominio de especies de los complejos de mercurio con yoduro, basados en el pKs del compuesto  $\text{HgI}_2$

#### 7.4 Anexo D. Sistema para síntesis



Figura 7.3.A

En la figura 7.3.A se puede observar el sistema general para las síntesis de compuestos de mercurio, donde el  $\text{HNO}_3$  se encuentra en un embudo de separación (1) para su dosificación; el refrigerante (2) se usa para evitar que los vapores de la reacción escapen por el embudo de separación, pues esto causaría problemas en la adición del ácido; en el matraz de bola (3) se encuentra el mercurio que va a reaccionar; en este caso se tiene un serpentín (4) para controlar el aumento de la temperatura ya que es una reacción exotérmica. La primer trampa (5) es para evitar que en caso de que el medio de reacción tenga un refluo no entre resto del sistema; las trampas de agua (6) capturan los gases de la reacción y evitan que lleguen a la manguera del vacío (7).

### **7.5 Anexo E. Efecto de tensoactivo en polarogramas y voltamperogramas**

En los polarogramas y voltamperogramas se observan máximos de corriente, que se atribuyen a procesos de adsorción (proceso en el cual moléculas, iones o átomos son atrapados o retenidos en la superficie de un material).

La formación de máximos de corriente es más usual cuando se utiliza el electrodo de gota de mercurio (figura 7.5.A, en la zona marcada como 1), pero este fenómeno también afecta a los electrodos giratorios sólidos (figura 5.3.2.A, página 47). Para eliminar los máximos generalmente se adicionan pequeñas cantidades de algún tensoactivo, en este caso el Triton X-100 (figura 7.5.B).

Polarogramas de la muestra  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  (0,1266g/25,0 mL), adiciones de muestra 30  $\mu\text{l}$  y estándar 90  $\mu\text{l}$  (4.94 mmol/L), electrolito soporte  $\text{HNO}_3$  (0,6002 mol/L)

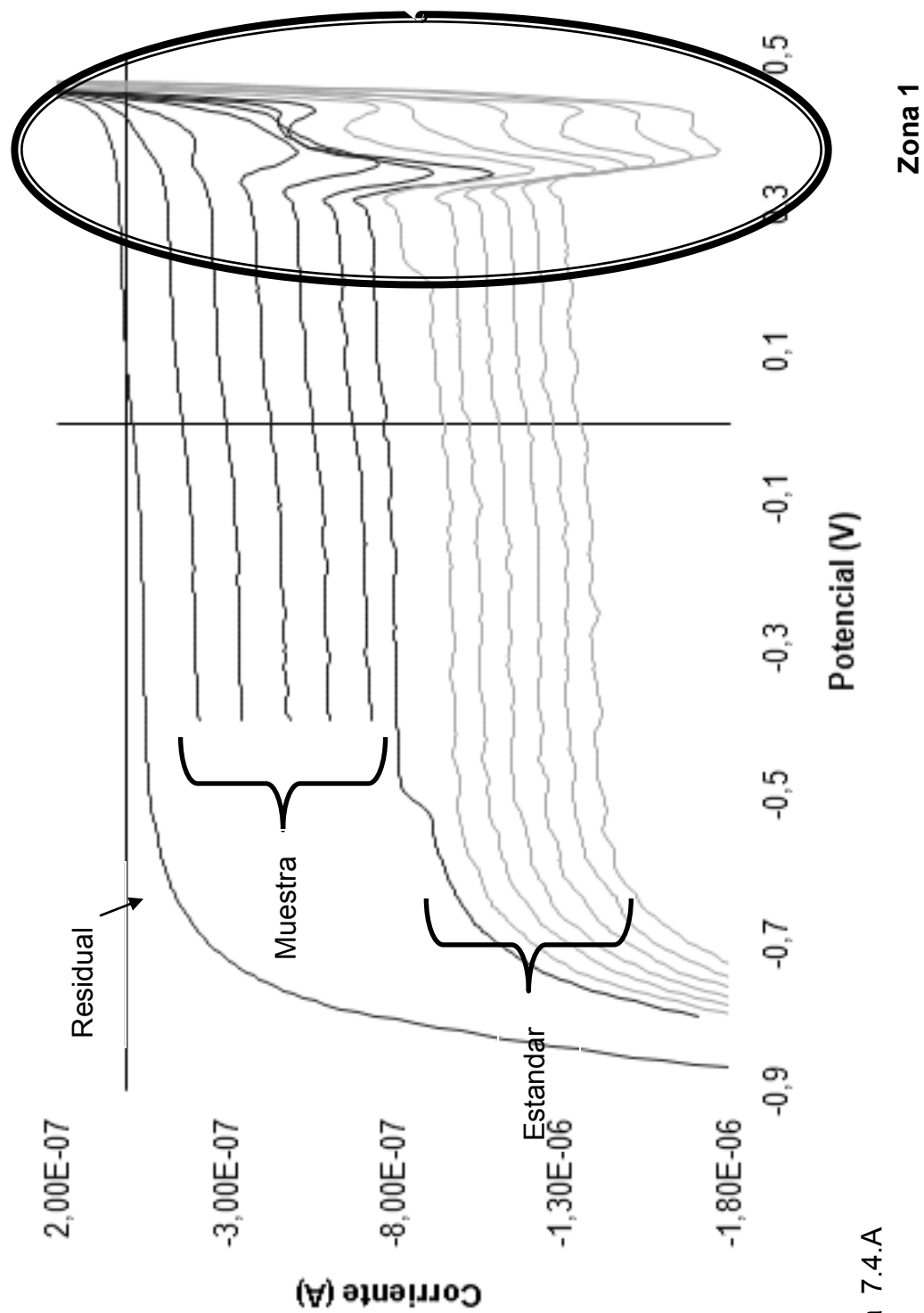


Figura 7.4.A



Voltaperogramas de la muestra  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  (0,0267g/25,0mL), adiciones 50  $\mu\text{l}$  de muestra y estándar (4.94 mmol/L), electrolito soporte  $\text{HNO}_3$  (0,6 mol/L). Se adiciona 3 gotas de Triton X-100 a la disolución inicial

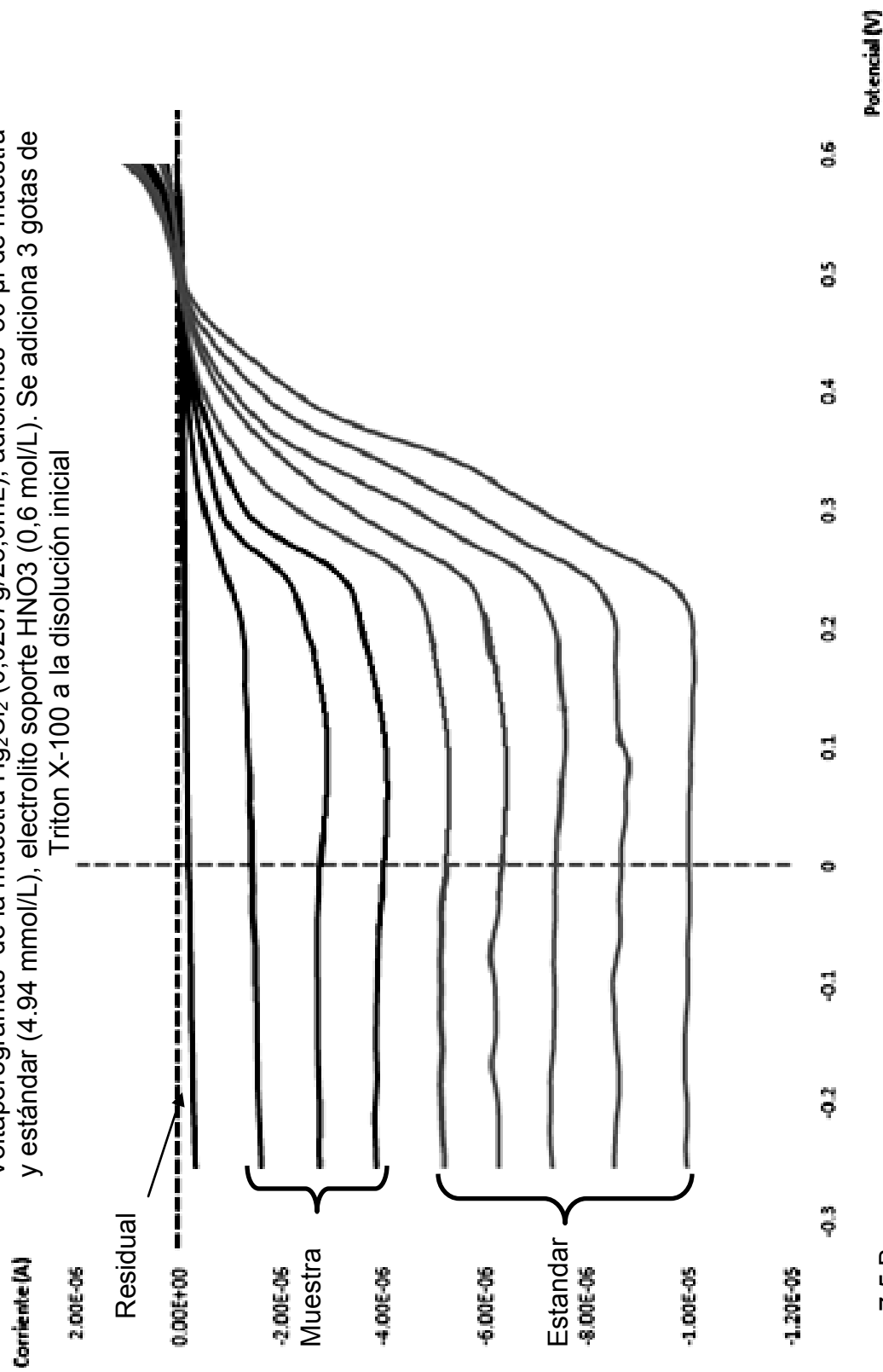


Figura 7.5.B



*Detalle de los frescos de la villa de los misterios*

*Pompeya, Italia*

---

**BIBLIOGRAFÍA**

1. Mateos, Agustin. "Compendio de etimologías grecolatinas del español" 15ª edición, editorial Esfinge, Mexico 1996.
2. Burriel, F. "Química analítica cualitativa", 15ª edición, editorial Paraninfo, España Madrid 1994.
3. Hawley, "Diccionario de Química y productos químicos", editorial Omega, España Barcelona 1993.
4. Skoog D., West D. "Química Analítica", 48ta Edición, Mc Graw - Hill, España 2005.
5. Programa de las Naciones Unidas para el medio ambiente; "Evaluación mundial sobre el mercurio", ONU
6. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/430495.pdf>
7. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/430496.pdf>
8. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/430497.pdf>
9. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/430498.pdf>
10. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/430499.pdf>
11. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/430400.pdf>
12. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/hgmyb2001.pdf>
13. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/mercmyb02r.pdf>
14. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/mercmyb03.pdf>
15. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/mercmyb04.pdf>
16. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/mercmyb05.pdf>

17. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/myb1-2006-mercu.pdf>
18. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/myb1-2007-mercu.pdf>
19. <http://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/mercury/myb1-2008-mercu.pdf>
20. Secretaria de Economía (México), "Anuario estadístico de la minería mexicana ampliada 2008", Gobierno Federal de México, 2009.
21. <http://www.dealmaden.com/>
22. Norma Mexicana NOM-052-ECOL-93
23. Norma Mexicana NOM-053-ECOL-93.
24. Norma Mexicana NOM-001-ECOL-1996
25. Norma Mexicana NOM-002-ECOL-1996
26. Norma Mexicana NOM-117-SSA1-1994
27. Norma Mexicana NOM-048-SSA1-1993
28. Norma Mexicana NOM-118-SSA1-1994
29. Norma Mexicana NOM-010-STPS-1994
30. Norma Mexicana NOM-002-SCT2/1994
31. Norma Mexicana NOM-016-ZOO-1994
32. <http://monographs.iarc.fr/ENG/Monographs/vol58/mono58-8.pdf>
33. Harris, Daniel C. "Análisis Químico Cuantitativo" 2ª Edición, Grupo Editorial Reverté, México D.F. 2001

34. Skoog D. "Principios de análisis instrumental", 5ª Edición, McGraw-Hill, Madrid 2000.
35. Kirk, R., Othmer D. "Enciclopedia de tecnología química", 1ª edición, tomo X, Unión tipográfica editorial Hispano-Americana, 1962 México D.F.