

# Residuos tóxicos y peligrosos

## Método para identificación de compuestos

**E**l avance tecnológico de los últimos tiempos ha traído consigo un gran progreso de la industria, y fundamentalmente de la química y petroquímica, al tiempo este avance industrial trae mejoras tecnológicas formando un círculo vicioso evolutivo, pero esta evolución socio-económica conlleva una gran lacra para la humanidad y es el crecimiento tanto en cantidad como en complejidad de los llamados "residuos especiales" en unos países o residuos tóxicos y/o peligrosos en otros, que suponen nuevos y grandes riesgos para el hombre y su ambiente. Estos riesgos no son fáciles de evaluar por varias razones, entre las cuales las principales son:

1. Sus efectos, en la mayoría de los casos, se presentan a largo plazo después de la aparición del residuo.
2. Debido al incipiente estado en que actualmente se encuentra la investigación y el conocimiento, que sobre este tipo de residuos hay, principalmente en nuestro país.

En este momento en España ya se empieza a notar una lenta pero firme disminución de la cantidad de residuos tóxicos y peligrosos, no sólo producidos sino también vertidos sin control o tratamiento, y esto se debe a varias causas entre las que destaca la adaptación de las industrias a la reglamentación jurídica, técnica y administrativa que está en vías de aparición para estos casos. Además se nota un incremento de los trabajos de investigación y desarrollo que sobre este campo se están haciendo, lo que indica una vez más la tremenda preocupación y concienciación que sobre los residuos tóxicos y peligrosos se ha creado.

*Estos "contaminantes especiales" producen efectos perjudiciales tanto para la salud humana como su medio ambiente en general. En el hombre estos efectos incluyen lesiones o da-*



*Estos "contaminantes especiales" producen efectos perjudiciales tanto para la salud humana como su medio ambiente en general. En el hombre estos efectos incluyen lesiones o daños irreparables en la mayoría de sus funciones orgánicas, efectos sobre la conducta, así como graves efectos genéticos.*

**LUIS AMIGO HERRERO**  
Becario de Fundación MAPFRE  
Técnico del Centro de Higiene  
Ambiental de ITSEMAP  
Ldo. en Ciencias Biológicas

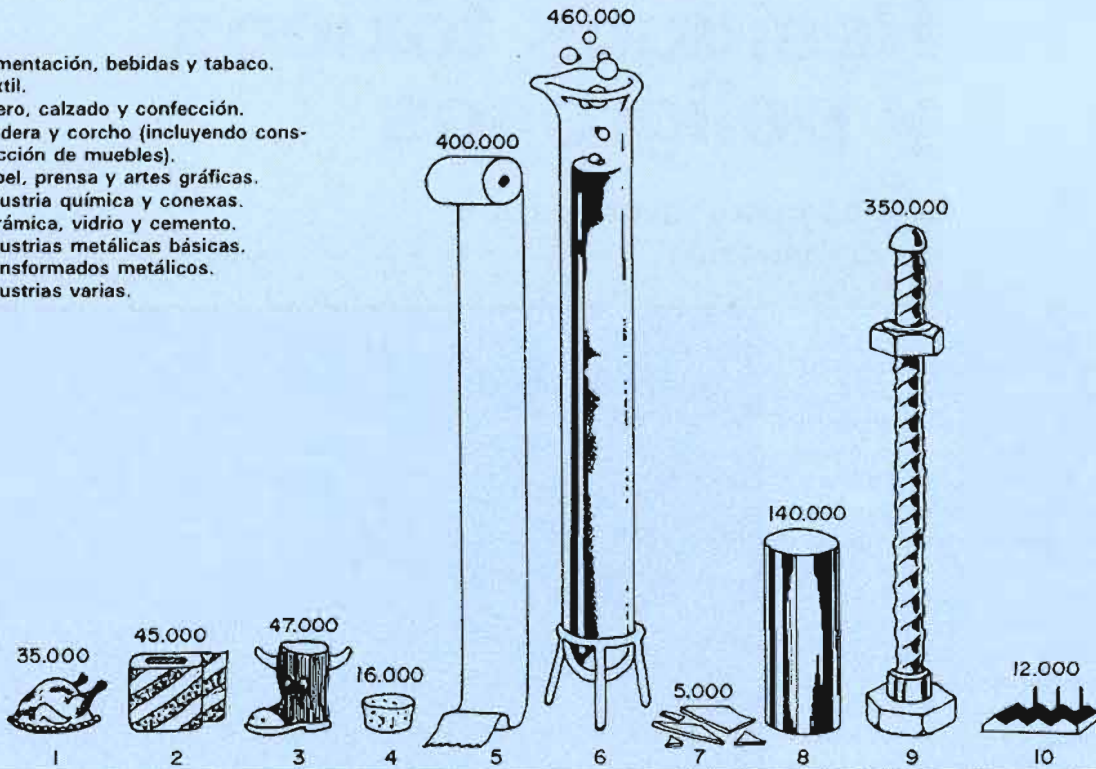
*ños irreparables en la mayoría de sus funciones orgánicas (ap. respiratorio; ap. digestivo; sistema reproductivo; hígado, riñón), efectos sobre la conducta, así como graves efectos genéticos.*

*Su entorno natural puede sufrir pérdidas de especies animales o vegetales de interés económico o no, principalmente debido a daños sobre el aparato reproductor de estas especies, produciéndose graves e importantes alteraciones de los procesos que mantienen la función y equilibrio de los ecosistemas.*

*También los efectos de estos contaminantes pueden no ser directos sobre el hombre o su medio ambiente, sino que pueden alterar el medio físico afectando una serie de parámetros abióticos como son la temperatura, la*

**IMPORTANCIA RELATIVA DE LOS DIVERSOS SECTORES INDUSTRIALES  
EN LA GENERACION DE RESIDUOS ESPECIALES EN ESPAÑA**  
(Valores estimados en Tm./año)

- 1 Alimentación, bebidas y tabaco.
- 2 Textil.
- 3 Cuero, calzado y confección.
- 4 Madera y corcho (incluyendo construcción de muebles).
- 5 Papel, prensa y artes gráficas.
- 6 Industria química y conexas.
- 7 Cerámica, vidrio y cemento.
- 8 Industrias metálicas básicas.
- 9 Transformados metálicos.
- 10 Industrias varias.



Fuente: Dirección General de Innovación Industrial y Tecnología. (Ministerio de Industria y Energía)

precipitación o bien la disponibilidad de nutrientes (por ejemplo: los compuestos halocarbonados que se emiten a la atmósfera, absorben los rayos infrarrojos que se reflejan de la superficie terrestre, provocando un aumento de las temperaturas medias).

Un residuo tóxico y peligroso se podrá definir como todo desecho de una actividad productiva que puede presentar algún tipo de riesgo para la salud del hombre ya sea directamente o a través de su medio ambiente.

*Aproximadamente un millón y medio de toneladas de residuos tóxicos y peligrosos son producidos por la industria en España; esto supone un 15% del total de residuos industriales producidos anualmente. En nuestro país únicamente 200.000 toneladas del total de estos residuos tóxicos y peligrosos reciben algún tipo de tratamiento (por ejemplo: planta de neutralización de ácidos en el País Vasco; recuperación de aceites usados que realiza la empresa CAMPSA), el resto de ellos se está vertiendo incontroladamente. Los países de la CEE producen cada año aproximadamente entre 15-20 millones de toneladas de residuos tóxicos y peligrosos (15-20% del*

volumen total de residuos de origen industrial).

La industria puede y debe afrontar el problema de los residuos tóxicos y peligrosos de diversas maneras:

- Bien podrá optar por una reducción de la cantidad de residuos producidos mejorando las materias primas utilizadas o sustituyéndolas por otras, o bien mejorando o sustituyendo el proceso de producción.
- Mediante los mismos pasos que en el caso anterior se podrá conseguir que los residuos o efluentes no sean tan tóxicos y peligrosos.
- O bien mediante el tratamiento, para su detoxificación, recuperación con el fin de que la misma industria u otra similar reutilicen el residuo, o para la obtención de energía.

Las industrias, aun disponiendo de sofisticadas instalaciones para depurar sus efluentes, sus residuos van a quedar en gran mayoría concentrados en forma de lodos desechables. Estos lodos, en muchos casos, contienen restos de compuestos considerados

como tóxicos y peligrosos, y en algunos casos, con conocimiento de causa o sin ella se vierten sin ningún tipo de tratamiento de detoxificación, ya que se presenta el gran problema de qué hacer con ellos, entre otras razones por no haber un mínimo de instalaciones de tratamiento.

Las legislaciones de los países de la OCDE, y de Estados Unidos y Canadá en cuanto a todo lo concerniente a los residuos tóxicos y peligrosos son muy concordantes, y a su vez coinciden en la mayoría de sus puntos con la Directiva del Consejo de las Comunidades Europeas relativa a los residuos tóxicos y peligrosos. Únicamente aparecen dos puntos en los que discrepan estas legislaciones:

- No hay una lista común sobre cuáles son o deben ser los residuos o compuestos considerados tóxicos y peligrosos.
- Los métodos propuestos de eliminación de residuos tóxicos y peligrosos difieren de unos países a otros; hay incluso métodos de eliminación que están rigurosamente prohibidos en unos países y, en cambio, se recomiendan en otros.

## RESIDUOS TOXICOS Y/O PELIGROSOS POR SECTORES INDUSTRIALES

SECTOR	TIPO	PROCESO	CALIFICACION
Madera	Lodos	Tratamiento de aguas residuales en los procesos de preservación de la madera quemada creosota pentaclorofenol.	Residuo Tóxico
Pigmentos Inorgánicos	Lodos	Tratamiento de las aguas residuales en la producción de pigmentos de cromo amarillos y naranjas.	Residuo Tóxico
Pigmentos Inorgánicos	Lodos	Tratamiento de las aguas residuales en la producción de pigmentos demolibdato naranjas.	Residuo Tóxico
Pigmentos Inorgánicos	Lodos	Tratamiento de las aguas residuales que se originan en la producción de pigmentos de zinc amarillos.	Residuo Tóxico
Pigmentos Inorgánicos	Lodos	Tratamiento de las aguas residuales en la producción de pigmentos verdes de cromo.	Residuo Tóxico
Pigmentos Inorgánicos	Lodos	Tratamiento de las aguas residuales que se originan en la producción de pigmentos verdes de óxido de cromo (anhídrido e hidratos).	Residuo Tóxico
Pigmentos Inorgánicos	Lodos	Tratamiento de las aguas residuales originadas en la producción de pigmentos azules de hierro.	Residuo Tóxico
Pigmentos Inorgánicos	Residuo del horno	Producción de pigmentos verdes de óxido de cromo.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Colas de destilación	Producción de acetaldehído a partir de etileno.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Corriente de fondo	Separador de agua residual originada en el proceso de producción de acrilonitrilo.	Residuo Tóxico y Peligroso (reactivo)
Química Orgánica	Cabezas de destilación	Producción de acetaldehído a partir de etileno.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Corriente de fondo	Columna de acetonitrilo en la producción de acrilonitrilo.	Residuo Tóxico y Peligroso (reactivo)
Química Orgánica	Fondos	Columna de purificación del acetonitrilo en la producción de acrilonitrilo.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Fondos del destilador	Destilación del benzyl-cloruro.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Productos finales pesados	Producción del tetracloruro de carbono.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Productos finales pesados	Columna de purificación en la producción de epiclorohidrin.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Productos finales pesados	Columna de fraccionamiento en producción de etil-cloruro.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Productos finales pesados	Destilación del dicloruro de etileno en la producción de dicloruro de etileno.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Productos finales pesados	Destilación de cloruro de vinilo en la producción del monomero de cloruro de vinilo.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Residuos acuosos	Catalizador antimonio en la producción de flourometanos.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Atquitranes	Cola de destilación en la producción de fenol/acetona a partir del cumeno.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Productos finales ligeros	Destilación en la producción de anhídrido ftálico a partir de naftaleno.	Residuo Tóxico

## RESIDUOS TOXICOS Y/O PELIGROSOS POR SECTORES INDUSTRIALES

SECTOR	TIPO	PROCESO	CALIFICACION
Química Orgánica	Colas de destilación	Producción de anhídrido ftálico de naftaleno.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Productos finales ligeros	Destilación en la producción de anhídrido ftálico a partir de orto-xileno.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Colas de destilación	Producción de anhídrido ftálico a partir de orto-xileno.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Colas de destilación	Producción de nitrobenzono a partir de la nitración del benzono.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Colas de separación	Destilación en la producción de metil-etil-piridinas.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Residuos	Centrifugación y destilación en la producción de diisocianato de tolueno.	Residuo Tóxico y Peligroso (reactivo)
Química Orgánica	Residuos	Separador por vapor en la producción de 1, 1, 1-tricloroetano.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Catalizadores gastados	Reactor de cloración en la producción de 1, 1, 1-tricloroetano.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Colas de destilación	Productos del 1, 1, 1-tricloroetano.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Productos finales pesados	Producción de 1, 1, 1-tricloroetano.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Fondos de la columna	Producción combinada de tricloroetano y percloroetileno.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Colas de destilación	Producción de anilina.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Residuos	Producción de anilina.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Corrientes de aguas residuales	Producción de nitrobenzono/anilina.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Colas	Columna de destilación o fraccionamiento en la producción de cloro-bencenos.	Residuo Tóxico
Química Orgánica	Corrientes acuosas	Paso de lavado del producto en la producción de cloro-bencenos.	Residuo Tóxico
Química Inorgánica	Fangos	Purificación de salmuera en el proceso de célula electrolítica de mercurio en la producción de cloro, donde la salmuera prepurificada separadamente no se usa.	Residuo Tóxico
Química Inorgánica	Restos	Hidrocarburos clorados que quedan en el paso de purificación del proceso de célula electrolítica de diafragma que usa anodos de grafito en la producción de cloro.	Residuo Tóxico
Química Inorgánica	Lodos	Tratamiento del agua residual en el proceso de célula electrolítica de mercurio en la producción de cloro.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Sales de subproducto	Producción de MSMA y ácido cacodílico.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Lodos	Tratamiento del agua residual en la producción del clordano.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Agua Residual	Depuración en la cloración del ciclopentadieno en la producción del clordano.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Sólidos	Filtración del hexaclorociclopentadieno en la producción de clordano.	Residuo Tóxico

En cuanto a España, recientemente se ha aprobado el proyecto de Ley para la regulación de la producción, transporte, eliminación y/o tratamiento de los residuos tóxicos y peligrosos, por lo que en breve plazo dispondremos de una Legislación sobre este tipo de residuos equiparables a las ya existentes en los países desarrollados y más concretamente a las de los países de la C.E.E.

Por comunidades autónomas, parece ser que la catalana es la única que posee una Ley (Ley del 7 de abril de 1983) sobre residuos industriales. El artículo 1.º de esta Ley dice: "La presente Ley tiene por objeto regular para el territorio de Cataluña las actividades relacionadas con la recogida, el transporte, la eliminación y el reciclaje de los residuos industriales, principalmente de los *especiales*, con el fin de proteger el medio ambiente y aprovechar los recursos."

En el punto 2.º del artículo 3.º se lee: "Cualquier residuo industrial o comercial, que por sus características tóxicas o peligrosas o a causa de su grado de concentración requiere un tratamiento específico y un control periódico de sus efectos nocivos potenciales, se considera residuo industrial especial."

Se trata, por tanto, de una ley sobre residuos industriales, que atiende de una manera primordial a los residuos que por sus características se consideran tóxicos o peligrosos.

En el documento de la Directiva del Consejo de las Comunidades Europeas relativa a los residuos tóxicos y peligrosos hay un punto especialmente interesante, y es el artículo tercero; según este artículo se excluyen del área de aplicación de esta directiva:

- Los residuos radiactivos.
- Los explosivos.
- Los residuos hospitalarios.
- Los afluentes vertidos a los alcantarillados y a los cursos de agua.
- Las emisiones a la atmósfera.
- Los residuos mineros.
- Los otros residuos tóxicos y peligrosos sometidos a reglamentaciones comunitarias específicas.

Con respecto a la responsabilidad y seguridad en relación con los residuos tóxicos y peligrosos, hay en algunos países una serie de obligaciones entre las que figuran los seguros, que ofrecen una amplia cobertura. Por ejemplo, las legislaciones de Bélgica y



*También los efectos de estos contaminantes pueden no ser directos sobre el hombre o su medio ambiente, sino que pueden alterar el medio físico afectando una serie de parámetros abióticos.*

Estados Unidos prevén la suscripción de un seguro.

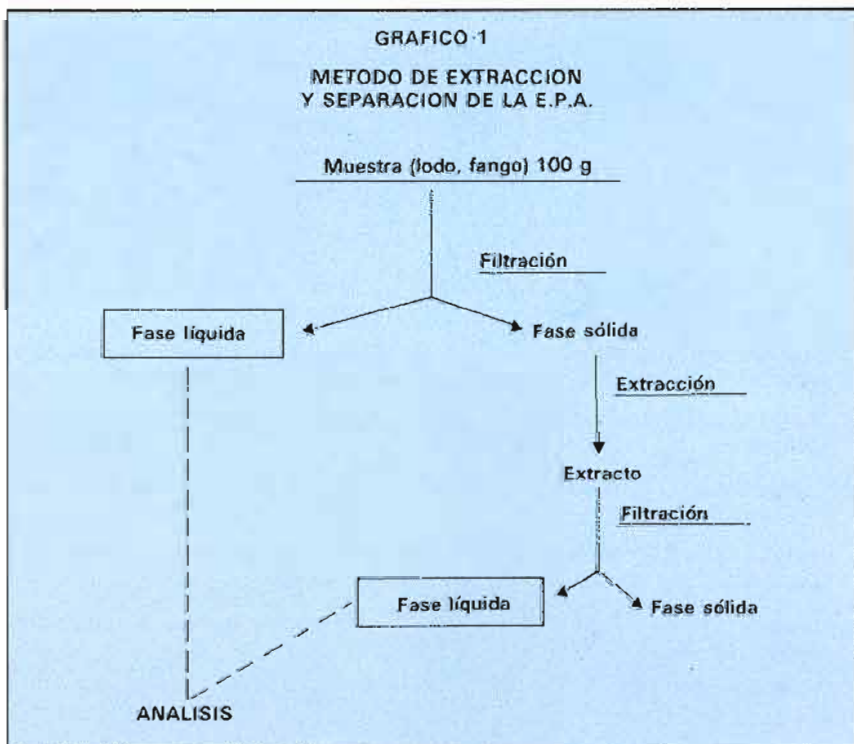
En Bélgica cualquiera que demande una autorización para explotar una planta de tratamiento de residuos tóxicos y peligrosos debe, entre otros requisitos, cubrir una póliza de seguros para la responsabilización civil.

La Legislación (19 de mayor de 1980) de Estados Unidos, tiende a cubrir todas las responsabilidades derivadas de los perjuicios ocasionados por la explotación de una planta de tratamiento y/o eliminación de residuos tóxicos y peligrosos hacia las personas o sus bienes. Por otra parte, hasta que las autoridades competentes concedan los visados de autorización para la explotación de la planta, los propietarios de la misma deberán hacer un contrato de seguro que cubra la responsabilidad con un fondo de al menos un millón de dólares, con un complemento de cobertura de dos millones de dólares para los accidentes imprevistos.

## RESULTADOS DEL TRABAJO DE INVESTIGACION

### Antecedentes

Para la realización de este trabajo se estudió a fondo el método de extracción y separación de los compuestos contenidos en un lodo residual industrial recomendado por la E.P.A. (Environmental Protection Agency), y



**RESIDUOS TOXICOS Y/O PELIGROSOS POR SECTORES INDUSTRIALES**

SECTOR	TIPO	PROCESO	CALIFICACION
Pesticidas	Descarga del separador	Clordano clorado originado en la producción de clordano.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Lodos	Tratamiento del agua residual en la producción de creosota.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Fondos	Destilación para recuperación del tolueno en la producción de disulfotón.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Lodos	Tratamiento del agua residual en la producción de disulfotón.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Agua Residual	Procesos de separación y lavado en la producción forato.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Tortas de filtrado	Filtración del ácido dietilfosforoditioico en la producción de forato.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Lodos	Agua residual en la producción de forato.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Lodos	Tratamiento del agua residual en la producción de toxafeno.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Agua Residual	Producción de toxafeno.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Residuos	Destilación de tetraclorobenceno en la producción 2, 4, 5-T.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Restos de 2,6 diclorofenol	Producción de 2, 4-D.	Residuo Tóxico
Pesticidas	Agua Residual	Producción de 2, 4-D.	Residuo Tóxico
Explosivos	Lodos	Tratamiento del agua residual en la fabricación y procesamiento de los explosivos.	Residuo Peligroso (reactivo)
Explosivos	Carbón	Tratamiento del agua residual que contiene explosivos.	Residuo Peligroso (reactivo)
Explosivos	Lodos	Tratamiento del agua residual en la fabricación, formulación y carga de compuestos inicialmente basados en plomo.	Residuo Tóxico
Explosivos	Agua rosa/rojiza	Operaciones de fabricación de TNT.	Residuo Peligroso (reactivo)
Refinado del petróleo	Lodo de limpieza	Grupo intercambiador de calor en la industria de refinado de petróleo.	Residuo Tóxico
Refinado del petróleo	Lodos	Separador API de la industria de refinado de petróleo.	Residuo Tóxico
Refinado del petróleo	Fondos de tanque (con plomo)	Refinado de petróleo.	Residuo Tóxico
Refinado del petróleo	Residuos	Sistema de flotación por aire disuelto que se utiliza en el refinado de petróleo.	Residuo Tóxico
Refinado del petróleo	Sólidos	Emulsión de aceites en el refinado del petróleo.	Residuo Tóxico
Hierro y Acero	Polvo Lodo	Producción primaria de acero en hornos eléctricos.	Residuo Tóxico

según figura en el diagrama del gráfico 1.

Este método está basado en el proceso de Lixiviación que sufren los residuos sólidos o semisólidos depositados en tierra, produciendo contaminaciones graves del agua subterránea si no son tomadas las medidas oportunas. El filtrado imita el proceso de Lixiviación y la fase líquida que resulta, y que será analizada, sería el Lixiviado potencialmente contaminador de las aguas subterráneas.

Como método de análisis se pensó en utilizar la cromatografía de gas de espacio en cabeza, que básicamente consiste en:

Una muestra, ya sea líquida o sólida, se introduce en un vial que se cierra herméticamente. El vial es calentado a una temperatura dada, elegida por el analista en función del tipo de muestra que se va a analizar, con el fin de que la muestra se establezca dentro del vial. Una vez alcanzada esta temperatura y el tiempo de presurización de la muestra (también elegida por el analista), automáticamente una alícuota de la fase gaseosa por encima de la muestra, la llamada espacio en cabeza, es directamente inyectada en el cromatógrafo de gas.

La concentración determinada en el espacio en cabeza es proporcional a la concentración de analitos en la muestra. Esta proporcionalidad se basa en el equilibrio establecido cuando la muestra es termoestabilizada. El equilibrio se describe por el coeficiente de partición: El ratio de las concentraciones del compuesto de interés en las dos fases (gaseosa y líquida o sólida). Ya que el coeficiente de partición es una constante bajo un conjunto de condiciones dadas, la determinación de la concentración del análisis en la fase gaseosa permitirá la determinación de la concentración en la muestra líquida o sólida.

Aunque esta técnica es simple, realmente la cuantificación requiere un control muy estricto de las condiciones analíticas.

Después de que el equilibrio se alcanza en el vial (termoequilibrándolo a una temperatura dada en un tiempo dado), una aguja conectada a la boca de entrada en la corriente del gas portador se introduce a través del tapón hermético de teflón, en el espacio en cabeza del vial. La función del gas portador es transportar los compuestos de la muestra a través de la columna hasta el detector. Los gases utilizados como



Cromatógrafo de gas con espacio en cabeza.

*Los compuestos presentes en el lodo se determinaban cualitativamente por sus tiempos de retención relativa, comparándolos con los de los patrones. Cuantitativamente se determinarán relacionando las áreas obtenidas de sus picos con las de los patrones en concentraciones conocidas.*

portadores son: Helio, Nitrógeno, Hidrógeno y Argón.

Si la presión del vial ( $P_v$ ) es más baja que la de la corriente del gas portador ( $P_i$ ), parte del flujo del gas portador entrará en el vial y lo presurizará hasta que alcance la presión existente en la boca de entrada de la corriente del gas portador. Este período de presurización es controlado con precisión. A continuación el aporte del gas portador es cortado durante un tiempo; esto induce a que el gas fluya del vial a la columna, inyectando una alícuota del espacio en cabeza. Esta transferencia se produce en unos pocos segundos, después de los cuales la aguja se retira y se reanuda el flujo del gas portador.

A través de un control estricto de temperatura, presión y tiempo, un volumen de muestra altamente reproducible se introduce en la columna.

Los compuestos que contiene la muestra se van separando en la columna en función de su polaridad y de su tamaño de molécula; influirá también si son muy volátiles, poco volátiles o de volatilidad intermedia.

El tipo de columna elegida para el análisis va a depender del tipo de muestra a analizar (de los compuestos que "a priori" supongamos que contiene la muestra).

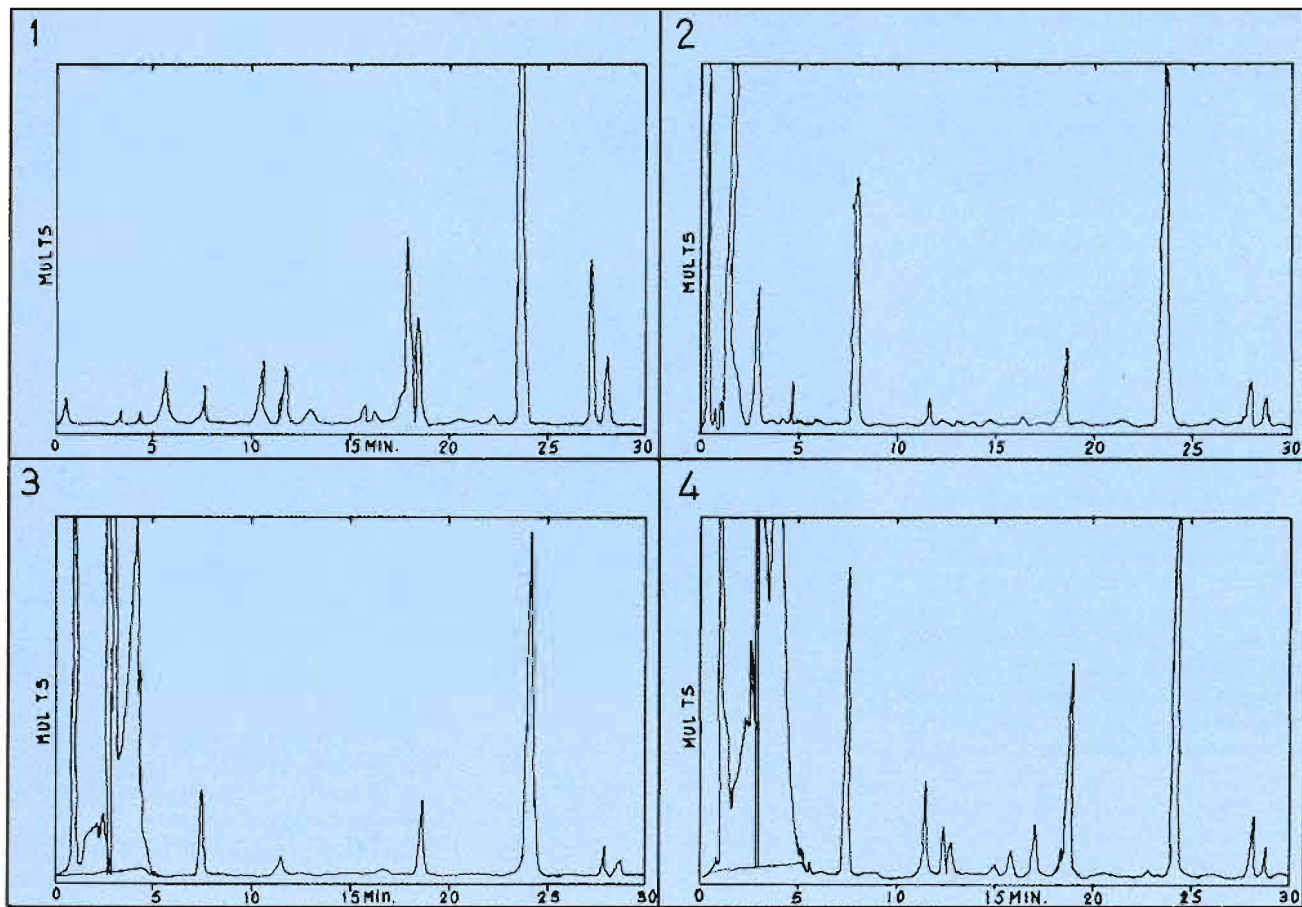
La cromatografía de gas de espacio en cabeza es, en definitiva, una importante técnica analítica instrumental que principalmente se usa para la determinación de compuestos volátiles en muestras complejas, compuestos volátiles presentes en matrices no volátiles y análisis de trazas de compuestos volátiles.

Una vez estudiado el método de extracción y separación de la E.P.A. y determinadas las condiciones de análisis que se utilizarían en la cromatografía de gas de espacio en cabeza, se procedió a desarrollar un método de trabajo.

## METODO DE TRABAJO UTILIZADO

La muestra para el estudio consistía en un lodo de balsa de decantación originado en el proceso de producción de una industria petroquímica asturiana dedicada a la fabricación de naftaleno mediante un proceso de destilación de la hulla, y que los cedió gentilmente para los propósitos de este estudio.

Se pretendía determinar qué compuestos formaban parte de estos lodos



(por el proceso de producción seguido y el compuesto que se fabricaba se presumía que el lodo contendría una gran cantidad de hidrocarburos clasificados como tóxicos y/o peligrosos) y en qué concentración se encontraban.

Los compuestos presentes en el lodo se determinaban cualitativamente por sus tiempos de retención relativa, comparándolos con los de los patrones. Cuantitativamente se determinarán relacionando las áreas obtenidas de sus picos con las de los patrones en concentraciones conocidas.

En primer lugar se decidió comprobar los resultados que se obtenían al analizar por cromatografía la fase líquida obtenida al someter a una muestra del lodo a una filtración mediante vacío a través de una membrana con un tamaño de poro 0,45 micrómetros, y sin proceder a la extracción de la fase sólida que quedaba.

Las condiciones de análisis elegidas para la cromatografía, fueron:

- Tipo de columna: Semicapilar OV 1.
- Detector de ionización de llama.
- Temperatura del espacio en ca-

beza: 70° C, con un tiempo de presurización de la muestra de 4 min.

	Etapa 1	Etapa 2
Temperatura del horno	50° C	160° C
Tiempo	1 min.	15 min.
Ratio de temperatura	4	
T.° del Inyector	250° C	
T.° del Detector	270° C	

En primer lugar se inyectó un patrón de etil-benceno puro (volumen de muestra 1 µ l) con las condiciones indicadas arriba, para identificar a qué tiempo de retención aparecía el pico.

Su tiempo de retención fue: 11:28 minutos.

En segundo lugar se inyectó un patrón de etil-benceno (v = 1 µ l) y 2-etil-tolueno (v = 1 µ l) puro, con las mismas condiciones y conociendo el tiempo del etil-benceno, para identificar a qué tiempo de retención aparecía el 2-etil-tolueno.

El tiempo de retención del etil-tolueno es: 16:12 min.

En tercer lugar se inyectó una muestra de filtrado del lodo problema en las condiciones anteriores, con el fin de ver los picos que aparecían. *Cromatograma 1.*

Conocidos los tiempos de retención de 4 patrones de otros tantos hidrocarburos puros (tolueno, benceno, m-xileno y α -pineno) se inyectó una muestra preparada de la siguiente forma:

- 1 µ l de tolueno
- 1 µ l de benceno
- 1 µ l de m-xileno
- 1 µ l de α -pineno

en un volumen no determinado de éter (como diluyente).

De esta mezcla se tomaron 5 µ l y se agregaron a un volumen variable de filtrado del lodo, y se cromatografió. El objetivo de esta inyección era conocer si existían estos hidrocarburos en la muestra, al aparecer los picos en el tiempo de retención que correspondía a estos hidrocarburos de mayor tamaño en comparación con los que aparecían en el cromatograma 1. *Cromatograma 2.*

Los resultados de estas dos últimas inyecciones en el cromatógrafo no fue-





Aproximadamente un millón y medio de toneladas de residuos tóxicos y peligrosos son producidos por la industria en España; esto supone un 15% del total de residuos industriales producidos anualmente. Únicamente 200.000 toneladas del total de estos residuos tóxicos y peligrosos reciben algún tipo de tratamiento.

Agitador automático: Proceso de extracción con agitación brusca y prolongada

ron todo lo satisfactorias que se deseaba, ya que al realizar una inyección control del filtrado del lodo problema, en las mismas condiciones anteriores, el cromatograma no correspondía en su totalidad con el n.º 1.

Una segunda inyección control dio el mismo resultado, por lo que se llegó a la conclusión de que con únicamente la filtración no se obtenía un resultado representativo de los compuestos que contenía el lodo, ya que unas veces aparecían unos picos y otras veces aparecían otros diferentes (unos aparecían nuevos y otros se encontraban en un cromatograma y en otro no). Por esta razón se decidió realizar una extracción de los compuestos del lodo de la siguiente manera:

Se pesaron 41 g de lodo y se les añadieron 100 ml de hexano (60%) y

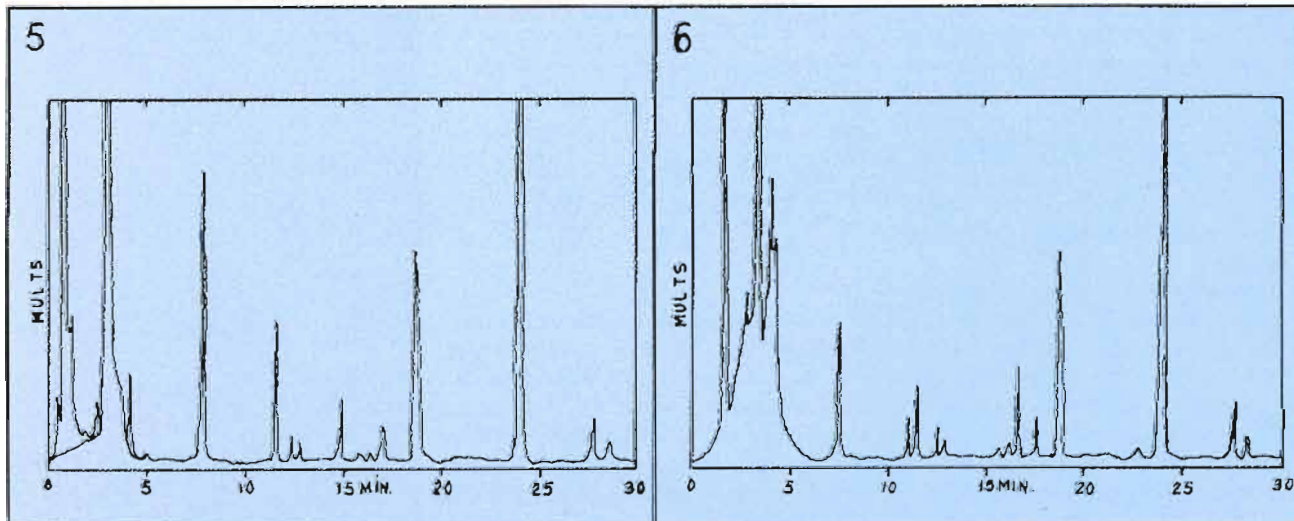
éter (40%); se utilizó esta mezcla de reactivos teniendo en cuenta el origen de la muestra y sabiendo que el éter es un compuesto muy polar y el hexano muy poco polar, con el fin de arrastrar todo tipo de hidrocarburos en la extracción. La mezcla estuvo en agitación continua y brusca durante 6 horas.

Al cabo de este tiempo se sometió la mezcla a una filtración, de la que se obtuvieron 60 ml de fase líquida, que fue conservada a 4°C hasta el momento de ser analizada por cromatografía de gas de espacio en cabeza. *Cromatograma 3.* Lodos. Extracción éter-hexano. Filt. 01. Se inyectó aproximadamente 1 µl de la fase líquida del filtrado de extracción.

*Cromatograma 4.* Lodos. Extracción éter-hexano. Filt. 02. Para comprobar si existía correlación se inyectó un

mayor volumen de fase líquida que anteriormente, siempre utilizando las condiciones de análisis anteriormente indicadas. Se observó que con la extracción practicada sí se obtenía una muestra representativa de los compuestos que contenía el lodo. Los picos aparecen aumentados en su tamaño.

*Cromatograma 5.* Lodos. Extracción éter-hexano-3HCS. Con el fin de averiguar si en el lodo había presencia de tolueno, α-pineno, meta-xileno (y sus isómeros para y orto-xileno), se realizó la siguiente determinación: En la misma concentración de fase líquida del filtrado de extracción que se tomó en el análisis anterior, se añadió 10 µl de la mezcla (1) y se cromatografió (1). En 2 ml. de éter se incorporaron 5 µl de cada uno de estos hidrocarburos:



*Los estudios para determinar la composición en sustancias consideradas tóxicas o peligrosas de un lodo residual industrial tienen un fin claro y concreto, y es el poder decidir, en función de esta composición, cuál será la mejor forma de gestión ambiental del residuo.*



Tolueno  
 $\alpha$ -pineno  
 m-xileno

El fin de este análisis es que al añadir 3 patrones puros de 3 hidrocarburos de los que se conoce aproximadamente su tiempo de retención, los picos correspondientes a estos tres hidrocarburos en este cromatograma aparecerán de mayor tamaño.

También se conocían previamente los tiempos de retención de los isómeros del xileno (orto y para xileno). Del grupo de los xilenos, el para y el meta xileno salen en el mismo tiempo y a 1 minuto  $\pm$  8 sg de estos dos aparecerá el orto-xileno.

De la comparación de los cromatogramas 4 y 5 se sacó la conclusión de la existencia de la muestra de lodo, de tolueno,  $\alpha$ -pineno y ya que sus picos aparecían de mayor tamaño en el cromatograma 5.

Se hicieron otros cromatogramas con patrones puros de hidrocarburos lineales y se llegó a la conclusión de que en el lodo de decantación objeto de este estudio no existían este tipo de hidrocarburos, ya que sus tiempos de retención no coincidían con ningún pico (tiempo de retención) del cromatograma 4.

*Cromatograma 6.* Lodos extracción éter-hexano. Filt. 04-2 HCS.

Con el fin de averiguar si en el lodo había presencia de etil-benceno y 2-etil-tolueno, cuyos tiempos de retención aproximados eran de 11:28 y de 16:12 respectivamente, se realizó la siguiente prueba: A la misma concentración de fase líquida del filtrado

de extracción utilizada en las pruebas anteriores, se añadió 10  $\mu$ l de la mezcla (2) y se inyectó en el cromatógrafo (2). En 2 ml de éter se incorporaron 5  $\mu$ l de etil-benceno y 5  $\mu$ l de 2-etil-tolueno.

Los picos correspondientes a estos dos compuestos aparecían de mayor tamaño, comparando el cromatograma 6 con el 4, luego existían en el lodo analizado.

De la misma forma se hicieron sucesivas pruebas con otros patrones puros de hidrocarburos para corroborar su presencia o ausencia en el lodo problema.

Quedó comprobada la existencia de los siguientes compuestos de la tabla 1, en mayor o menor concentración.

TABLA I

Compuesto	Tiempo de retención
N-heptano	5:30
Tolueno	7:69
Etil-benceno	11:24
Para y meta-xileno	11:59
Orto-xileno	12:51
$\alpha$ -pineno	14:71
N-propil-benceno	15:65
2-etil-tolueno	16:04

*Los estudios para determinar la composición en sustancias consideradas tóxicas o peligrosas de un lodo residual industrial tienen un fin claro y concreto, y es el poder decidir, en función de esta composición, cuál será la mejor forma de gestión ambiental del residuo.*

## CONCLUSIONES

El ingreso de España en la C.E.E. y la obligada adecuación de nuestra legislación a las directivas comunitarias en materia de residuos tóxicos y peligrosos, justifica la necesidad de un control más estricto sobre este tipo de residuos especiales. Ello obliga a desarrollar técnicas de identificación de sustancias consideradas como tóxicas y peligrosas en desechos industriales.

El método ensayado en el presente trabajo permite identificar compuestos orgánicos ligeros, mediante su extracción y separación del residuo original (lodo) y su posterior análisis por cromatografía de gases en espacio en cabeza. ■

