



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**Comportamiento del sulfuro
durante la determinación por
titulación yodométrica a
temperatura ambiente**

TESIS

Que para obtener el título de

Ingeniero de Minas y Metalurgista

P R E S E N T A

Luis Eduardo Sánchez Zúñiga

DIRECTOR DE TESIS

Dr. Dandy Calla Choque



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2026



**PROTESTA UNIVERSITARIA DE INTEGRIDAD Y
HONESTIDAD ACADÉMICA Y PROFESIONAL
(Titulación con trabajo escrito)**



De conformidad con lo dispuesto en los artículos 87, fracción V, del Estatuto General, 68, primer párrafo, del Reglamento General de Estudios Universitarios y 26, fracción I, y 35 del Reglamento General de Exámenes, me comprometo en todo tiempo a honrar a la institución y a cumplir con los principios establecidos en el Código de Ética de la Universidad Nacional Autónoma de México, especialmente con los de integridad y honestidad académica.

De acuerdo con lo anterior, manifiesto que el trabajo escrito titulado COMPORTAMIENTO DEL SULFURO DURANTE LA DETERMINACION POR TITULACION YODOMETRICA A TEMPERATURA AMBIENTE que presenté para obtener el título de INGENIERO DE MINAS Y METALURGISTA es original, de mi autoría y lo realicé con el rigor metodológico exigido por mi Entidad Académica, citando las fuentes de ideas, textos, imágenes, gráficos u otro tipo de obras empleadas para su desarrollo.

En consecuencia, acepto que la falta de cumplimiento de las disposiciones reglamentarias y normativas de la Universidad, en particular las ya referidas en el Código de Ética, llevará a la nulidad de los actos de carácter académico administrativo del proceso de titulación.

LUIS EDUARDO SANCHEZ ZUÑIGA
Número de cuenta: 317315628



Esta tesis representa un aporte del grupo de hidrometalurgia de la Facultad de Ingeniería (UNAM) como parte de su contribución científica y de formación de recursos humanos.

Investigación realizada gracias al apoyo del proyecto PAPIIT IN114226 “Evaluación del pirofosfato como depresor selectivo de minerales hierro en la flotación diferencial de galena y esfalerita”.

Agradecimientos

Agradezco a la Universidad Nacional Autónoma de México y a la Facultad de Ingeniería por ser mi segunda casa, por brindarme el conocimiento y el placer de conocer a personas que dejaron huella en mi vida. Agradezco mi formación como ingeniero, en la que pasé muchas horas y, sin saberlo, viví algunos de los mejores momentos de mi vida.

A mis padres, Isabel y Julio, quienes siempre han sido mis héroes, ellos son todo mi mundo y el motivo por el cual me he levantado a lo largo de los años, gracias a ellos encontré el verdadero significado de cariño, esfuerzo y lo bonito que es vivir. Fueron, son y serán las personas más importantes de mi vida, este trabajo es completamente para ellos y de ellos, no sabría que sería de mi vida sin apoyo que me han brindado. Jamás encontraré la manera de agradecerles, pero espero que este trabajo sea una pequeña forma de hacerlo.

A mi abuelita Manuela, que todos los días me ha demostrado su cariño incondicional y que, a pesar de ser un día malo, siempre encontró la manera de alegrarlo con su sonrisa, su simpatía, su buen humor y su cariño.

A mi abuelito Timoteo, quien siempre me motivó a seguir estudiando y estuvo ahí, a pesar de mis aciertos y errores; sus palabras de aliento y sus consejos siempre los llevo conmigo. Le agradezco las tantas lecciones de vida que jamás olvidaré.

A mis abuelos, Teresa y Ángel, por siempre demostrarme su cariño incondicional con pequeños y grandes gestos, pero que han significado muchísimo para mí, que a pesar de la distancia siempre se encuentran en mi mente.

A mis tíos, Gloria y Alberto, por apoyarme y estar conmigo a lo largo de toda mi vida; gracias por siempre demostrarme su amor y cariño incondicionales. Gracias por siempre motivarme a seguir siendo mejor y exigirme a mí mismo; han sido una parte importante por la cual he seguido adelante.

A mi primo Francisco, que ha sido uno de los mayores confidentes que me ha dado la vida, con el que he compartido tantas penas, alegrías, locuras, travesuras, y que me ha acompañado durante tantos años. Muchas gracias, “Paquito”.

Al mejor amigo que me pudo regalar la vida, a Héctor, que me ha acompañado desde el 2016, que formó parte importante de mi vida en la prepa y me ha acompañado en la universidad; más que un amigo, se convirtió en un hermano. Me ha brindado, a lo largo de los años, su amistad, su paciencia y su lealtad.

A Sergio, que siempre estuvo ahí desde el primer semestre, con quien compartí tantas aventuras e historias, que me enseñó a apoyar a los amigos y que me apoyó a lo largo de tantos años. Gracias por estar siempre ahí y por ser uno de los mejores amigos que la universidad me pudo regalar.

Al Dr. Dandy por ser más que un profesor, un amigo y compañero a lo largo del tiempo que lo conozco, por tenerme paciencia, aguantar los días buenos y malos, que me ha perdonado mis errores y me ha apoyado, también le agradezco a su esposa Sonia porque ambos siempre me abrieron las puertas de su hogar cuando lo necesitaba.

Al Dr. Javier Jara, que ha sido una de las personas más inteligentes que he conocido en la vida, muchas gracias por estar ahí a pesar de la enorme distancia. Siempre me dedicaba su tiempo a resolver mis dudas y a asesorarme. Fue una parte fundamental de este trabajo. Gracias por tantas lecciones que me ha dado tanto en la vida como académicamente.

A Eduardo Perea, que me ha acompañado en distintas locuras, con el que he compartido tantas historias, que ha estado para escucharme, por las risas y por los grandes momentos. Que se ha convertido en uno de los mejores amigos de la universidad, por apoyarme en tantas ocasiones y ayudarme cuando lo necesité.

A Cristian Pachuca, por ser uno de los mejores amigos que me ha regalado la universidad, con quien he compartido momentos felices y tristes y que, con sus ocurrencias, me ha alegrado muchos días. Gracias por ser un gran amigo y espero que estés ahí durante muchos años más.

A Astrid por el apoyo incondicional y el cariño que me ha brindado a través de los años, quien se ha convertido para mí en una persona especial en mi vida y de la cual estoy muy agradecido de haberla conocido.

A mis tíos Sofía, Rosalío, Esther, Alfonso, Carmen y Moisés, que me han demostrado su apoyo y cariño a lo largo de todos estos años, que, a pesar de la distancia, siempre han encontrado la forma de convivir y aportar grandes cosas a mi vida.

A mis primos César, María Esther, Ulises y Emmanuel, porque, a pesar de la distancia, siempre me han regalado momentos inolvidables, tanto en mi infancia como en los años recientes.

A mi primo Carlos, gracias por la compañía de todos estos años y por darme la oportunidad de compartir muchos momentos y lecciones a lo largo de la vida.

Al equipo de metalurgia: Arcelia, Ángel Machorro, Joshua, Ernesto y Paula, por brindarme siempre su apoyo y compañía a lo largo de estos años, por todos los momentos divertidos que he compartido con ellos, así como por sus consejos, motivación y aprendizajes.

A Ulises, Sebastián, Paul, Cortés, Rodrigo, Javier, Jorge, Teniza, Yaneth, Vilchis, David, Fitz, Armando y a los demás integrantes quienes forman parte del equipo de “Los Perros Aerodinámicos”, con quienes compartí grandes momentos durante la carrera.

A mi familia, amigos y profesores quienes han aportado grandes enseñanzas, poner el nombre de cada una de las personas que aprecio sería una labor interminable, sin embargo, les expreso mi más profundo agradecimiento.

Resumen

Existen distintas formas de azufre, entre las cuales destacan los polisulfuros, sulfuros, tiosulfatos, dióxido de azufre, sulfito, sulfato y oxi-aniones de azufre. Estos se encuentran en la naturaleza debido a procesos naturales y antropogénicos.

Las actividades antropogénicas han aumentado los niveles de azufre tanto en la atmósfera como en los cuerpos de agua, siendo la quema de combustibles fósiles la principal fuente de azufre. Donde el control de la presencia de sulfuros en procesos metalúrgicos como, la flotación y la lixiviación contribuye a un correcto funcionamiento del proceso implementado.

Para el control de las especies de sulfuro, es importante identificar y cuantificar su presencia. La yodometría es un método que permite cuantificar el sulfuro en solución. Sin embargo, a pesar de que este método es el que tiene mayor aceptación, se requiere un ambiente no controlado; de lo contrario, podría producirse un error durante la determinación del sulfuro.

Este trabajo de investigación describe el comportamiento del sulfuro durante la determinación con yodo mediante titulación visual y potenciométrica, y se evidencia el efecto del pH, adición de buffer, y tiempo, con el control de estos parámetros se consigue una cuantificación del sulfuro con un error de $\pm 10\%$.

Abstract

Sulfur exists in various forms, notably polysulfides, sulfides, thiosulfates, sulfur dioxide, sulfites, sulfates, and sulfur oxyanions. These occur in nature through both natural and anthropogenic processes.

Anthropogenic activities have raised sulfur levels in the atmosphere and in bodies of water, with fossil fuel burning as the primary source. Controlling sulfides in metallurgical processes—such as flotation and leaching—is essential for proper process operation.

To control sulfide species, it is important to identify and quantify their presence. Iodometry is a method used to quantify sulfide in solutions. However, although this method is widely accepted, it requires careful handling; otherwise, errors may occur during sulfide determination.

This research describes sulfide behavior during iodine determination using both visual and potentiometric titration, highlighting the effects of pH, buffer addition, and time. Controlling these parameters enables sulfide quantification with an error margin of $\pm 10\%$.

.

Índice General

Resumen	7
Abstract.....	8
Índice de Tablas	12
Índice de Gráficas	14
1. Introducción.....	15
2. Antecedentes.....	16
2.2. Especies de azufre	16
2.2.1. Polisulfuros (S_n).....	17
2.2.2. Sulfuro (S^{2-})	18
2.2.3. Tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$)	19
2.2.4. Dióxido de Azufre (SO_2)	19
2.2.5. Trióxido de azufre (SO_3)	19
2.2.6. Sulfito (SO_3^{2-}).....	20
2.2.7. Sulfato (SO_4^{2-})	20
2.2.8. Oxi-aniones de azufre	20
2.3. Azufre en el ambiente.....	21
2.4. El sulfuro en aguas subterráneas	22
2.4.1. Importancia del agua subterránea	22
2.4.2. Presencia del ion sulfato en el agua subterránea	23
2.4.3. Agua subterránea en minería	24
2.4.4. Agua residual y drenaje ácido	25
2.5. El sulfuro en los procesos de flotación.....	27
2.5.1. Flotación	27
2.5.2. Reactivos de flotación	28
2.5.3. Modificadores de pH	28
2.6. Efectos de los sulfuros.....	28
2.7. Oro en procesos de flotación	29
2.8. El sulfuro en los procesos de lixiviación.....	30
2.8.1. Comportamiento de los sulfuros en la lixiviación de minerales sulfurados	30
2.8.2. Sulfuros en cianuración	31

2.8.3.	Lixiviación con tiosulfato	33
2.9.	Determinación de sulfuros.....	33
2.9.1.	Pérdida de iones de azufre	34
2.9.2.	Titulación Directa	34
2.9.3.	Titulación Inversa	35
3.	Problema.....	35
4.	Planteamiento de problema	36
5.	Objetivos.....	36
5.1.	Objetivos Particulares.....	36
6.	Hipótesis	36
7.	Justificación	36
8.	Metodología experimental.....	37
8.1.	Equipo y reactivos	37
8.2.	Software.....	37
8.3.	Condiciones experimentales	37
8.3.1.	Titulaciones en presencia de nitrógeno.....	37
8.3.2.	Titulaciones en condiciones atmosféricas	37
8.4.	Preparación de reactivos	37
9.	Procedimiento	38
9.1.	Cuantificación de triyoduro	38
9.2.	Monitoreo de potencial y pH del sulfuro de sodio	39
9.3.	Proceso de titulación.....	39
9.3.1.	Titulación inversa con ácido clorhídrico	39
9.3.2.	Titulación inversa usando solamente solución buffer	40
9.4.	Cuantificación de sulfuros	40
9.5.	Muestras de sulfuro	41
9.6.	Conjunto de muestras	42
9.7.	Pruebas en blanco	42
10.	Resultados.....	42
10.1.	Determinación de la estabilidad del S^{2-} con HCl a pH 7	42
10.2.	Determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 7, 3 y 5.....	45

10.2.1.	pH 7	45
10.2.2.	pH 3	47
10.2.3.	pH 5	49
10.3.	Determinación de S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con uso de solución buffer y ácido clorhídrico.....	51
10.4.	Determinación de S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con uso de N_2 , solución buffer y ácido clorhídrico	53
10.5.	Diseño experimental para la determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M con uso de solución buffer y ácido clorhídrico	55
10.5.1.	Pruebas con exceso de nitrógeno.....	56
10.5.2.	Pruebas sin nitrógeno	60
10.6.	Determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M, usando solamente solución buffer a pH 4.75, 4 y 3, así como concentración del buffer de 0.4, 0.3 y 0.1 M a temperatura ambiente	64
10.6.1.	Pruebas con 0.00125 M de S^{2-} con efecto de la concentración del buffer, pH y tiempo	64
10.6.2.	Pruebas con 0.0125 M de S^{2-} con efecto de la concentración del buffer, pH y tiempo	72
10.6.3.	Pruebas con 0.0375 M de S^{2-} con efecto de la concentración del buffer, pH y tiempo	80
10.7.	Pruebas en blanco	88
10.8.	Diagrama de especies del azufre	90
	Conclusiones.....	91
	Bibliografía.....	93

Índice de Tablas

Tabla 1. Propiedades del azufre.	16
Tabla 2. Polisulfuros y sus reacciones de disociación (Rickard, 2012).	17
Tabla 3. Entradas de agua subterránea en mega litros reportadas por Peñoles, Fresnillo y Grupo México (Peñoles, 2025; Grupo México, 2025).	25
Tabla 4. Procesos hidrometalúrgicos y porcentaje de sulfato generado en función de la cantidad inicial de azufre.	30
Tabla 5. Distintas pruebas para identificación de compuestos sulfurados y los principales compuestos a los que se aplican.	34
Tabla 6. Principales características de los resultados de la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-}	43
Tabla 7. Resultados de la titulación para la prueba de determinación de estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 7.	46
Tabla 8. Resultados de la titulación para la determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 3.	48
Tabla 9. Resultados de la titulación para determinar la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 5.	50
Tabla 10. Resultados de las titulaciones inversas para la determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con el uso de solución buffer y ácido clorhídrico.	51
Tabla 11. Resultados de las titulaciones inversas para la determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con el uso de solución buffer, ácido clorhídrico y N_2	53
Tabla 12. Tabla de resultados tras la titulación inversa del diseño experimental para la determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M con solución buffer, ácido clorhídrico y N_2 en exceso.	56
Tabla 13. Resultados de la prueba t de Welch para las pruebas con exceso de nitrógeno (jamovi, 2026).	58
Tabla 14. Tukey Post-Hoc Test para las pruebas con exceso de nitrógeno (jamovi, 2026).	58
Tabla 15. Tabla de resultados tras la titulación inversa del diseño experimental para la determinación de S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M, con solución buffer y ácido clorhídrico.	60
Tabla 16. ANOVA de un factor (Fisher) para las pruebas sin nitrógeno (jamovi, 2026).	62
Tabla 17. Tukey Post Hoc Test para pruebas sin nitrógeno (jamovi, 2026).	62
Tabla 18. Tabla de resultados de la determinación del S^{2-} a la concentración de 0.00125 M, usando soluciones buffer a pH 4.75, 4 y 3, y a concentraciones de buffer de 0.4, 0.3 y 0.1 M.	64
Tabla 19. Muestra los resultados para las pruebas de t de Welch y Fisher para el primer análisis respecto al pH (jamovi, 2026).	66
Tabla 20. Media, desviación estándar y error estándar del pH (jamovi, 2026).	67
Tabla 21. Pruebas de Tukey Post-Hoc para los distintos niveles de pH (jamovi, 2026).	68
Tabla 22. Muestra los resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher sobre la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	68
Tabla 23. Media, desviación estándar y error estándar de la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	69

Tabla 24. Resultados de la prueba post hoc de Tukey respecto a la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	70
Tabla 25. Resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher respecto al tiempo (jamovi, 2026).	70
Tabla 26. Media, desviación estándar y error estándar respecto al tiempo (jamovi, 2026).	70
Tabla 27. Prueba post hoc de Tukey para los distintos tiempos analizados (jamovi, 2026).	71
Tabla 28. Tabla de resultados de la determinación del S^{2-} a una concentración de 0.0125 M, usando soluciones buffer a pH 4.75, 4 y 3, y a concentraciones de buffer de 0.4, 0.3 y 0.1 M.	72
Tabla 29. Resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher en relación con el pH (jamovi, 2026).	74
Tabla 30. Media, desviación estándar y error estándar del pH (jamovi, 2026).	74
Tabla 31. Prueba de Tukey post hoc respecto a los niveles de pH (jamovi, 2026).	75
Tabla 32. Resultados de las pruebas t de Welch sobre la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	76
Tabla 33. Media, desviación estándar y error estándar del grupo de muestras respecto a la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	76
Tabla 34. Prueba Tukey Post-Hoc para las distintas molaridades del buffer (jamovi, 2026).	77
Tabla 35. Resultados de t de Welch y Fisher para las pruebas conforme al tiempo (jamovi, 2026).	78
Tabla 36. Media, desviación estándar y error estándar de las pruebas respecto al tiempo (jamovi, 2026).	78
Tabla 37. Prueba de Tukey post hoc para las pruebas conforme al tiempo (jamovi, 2026).	79
Tabla 38. Tabla de resultados de la determinación del S^{2-} a una concentración de 0.0375 M, usando soluciones buffer a pH 4.75, 4 y 3, y a concentraciones de buffer de 0.4, 0.3 y 0.1 M.	80
Tabla 39. Resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher según el pH (jamovi, 2026).	82
Tabla 40. Media, desviación estándar y error estándar en función del pH (jamovi, 2026).	82
Tabla 41. Prueba Tukey Post-Hoc muestra la relación entre los tres grupos medidos con distinto pH (jamovi, 2026).	83
Tabla 42. Resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher sobre la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	84
Tabla 43. Media, desviación y error estándar de la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	84
Tabla 44. La prueba post hoc de Tukey muestra la relación entre los distintos grupos medidos en función de la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	85
Tabla 45. Resultados para las pruebas t de Welch y Fisher conforme al tiempo (jamovi, 2026).	86
Tabla 46. Media, desviación estándar y error estándar en función del tiempo (jamovi, 2026).	86
Tabla 47. Prueba Tukey Post-Hoc muestra la relación entre los distintos análisis de tiempo (jamovi, 2026).	88
Tabla 48. Comportamiento en titulaciones de triyoduro en muestras preparadas solamente con solución buffer en ausencia de S^{2-} .	89

Índice de Gráficas

Gráfica 1. Monitoreo de potencial en la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} .	43
Gráfica 2. Monitoreo de pH en la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} .	43
Gráfica 3. Monitoreo del potencial a través del tiempo para la prueba de determinación de estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 7.	45
Gráfica 4. Monitoreo del pH a través del tiempo para la prueba de determinación de estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 7.	45
Gráfica 5. Monitoreo del pH a lo largo del tiempo para la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 3.	47
Gráfica 6. Monitoreo del potencial a través del tiempo para la prueba de determinación de estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 3.	47
Gráfica 7. Monitoreo del pH a lo largo del tiempo para la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 5.	49
Gráfica 8. Monitoreo del potencial a lo largo del tiempo para la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 5.	49
Gráfica 9. Relación entre el porcentaje de error y el tiempo en las pruebas con exceso de nitrógeno (jamovi, 2026).	59
Gráfica 10. Relación entre el porcentaje de error y el tiempo en las pruebas sin nitrógeno (jamovi, 2026).	63
Gráfica 11. Gráfica de la relación entre el porcentaje de error y el pH (jamovi, 2026).	67
Gráfica 12. Relación entre el porcentaje de error y la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	69
Gráfica 13. Relación entre el porcentaje de error y el tiempo (jamovi, 2026).	71
Gráfica 14. Relación entre el porcentaje de error y el pH (jamovi, 2026).	75
Gráfica 15. Relación entre el porcentaje de error y molaridad del buffer (jamovi, 2026).	77
Gráfica 16. Relación entre el porcentaje de error y el tiempo (jamovi, 2026).	79
Gráfica 17. Muestra la relación entre el porcentaje de error y el pH (jamovi, 2026).	83
Gráfica 18. Muestra la relación entre el porcentaje de error y la molaridad del buffer (jamovi, 2026).	85
Gráfica 19. Relación entre el porcentaje de error y tiempo (jamovi, 2026).	87
Gráfica 20. Diagrama de la predominancia de las especies del sistema $S-H_2O$ (MEDUSA 2026).	90

1. Introducción

El azufre es uno de los principales elementos que se encuentra asociado a minerales importantes para la minería, tales como la galena (PbS), esfalerita (ZnS), calcopirita (CuFeS_2), entre otros.

El agua es importante en el procesamiento de minerales, debido a que su correcto manejo significa menores gastos de capital y su reutilización reduce el impacto ambiental. Conocer la cantidad de sulfuros que se encuentran en el agua durante las distintas etapas de la minería, como la molienda, flotación, disposición de jales, etc., es uno de los factores importantes en la rentabilidad de los procesos, pues la presencia de sulfuro podría significar la inoperancia, riesgo de liberación o movilidad de iones a largo plazo, llevando consigo serias afectaciones para la estabilidad química y beneficio económico.

Para cuantificar los sulfuros de manera precisa se utilizó el método de titulación yodométrica en distintos escenarios, donde se varían las concentraciones de sulfuro inicial, la presencia de buffer, presencia de nitrógeno gaseoso y el efecto del tiempo con el objetivo de estudiar el comportamiento de estos efectos en el sistema sulfuro-agua a temperatura ambiente.

La titulación por yodometría ha sido uno de los procesos más usados en la cuantificación de algunos iones de los sulfuros, debido a su versatilidad, fácil aplicación en campo y costo; sin embargo, llevarlo a cabo de una manera inadecuada o en condiciones no aptas puede llevar a cometer errores de cuantificación del ion sulfuro.

Este trabajo muestra el efecto del tiempo, pH y el uso de una solución buffer preparada con ácido acético y acetato, esta solución permite trabajar bajo condiciones de menor agresividad química comparado a los ácidos fuertes usados tradicionalmente en este método, lo que representa un menor riesgo en su manipulación, almacenamiento y transporte. Además, su uso permite un fácil de almacenamiento y transporte, lo que ahorra tiempo y evita accidentes.

2. Antecedentes

El azufre es el segundo elemento del grupo VI en la tabla periódica, es uno de los elementos que se utilizaban desde hace siglos por los egipcios y griegos. Es un sólido no metálico de color amarillo ocre; no conduce la electricidad y tiene una baja conductividad térmica, en la Tabla 1 se mencionan las características principales del azufre. Los minerales sulfurados, como la piritita (FeS_2), esfalerita (ZnS), galena (PbS) y calcopirita (CuFeS_2), están presentes en el procesamiento de minerales de interés como el plomo y el cobre en forma de concentrado; este es posteriormente procesado mediante procesos pirometalúrgicos, donde el azufre que contiene se destina principalmente a la producción de ácido sulfúrico (H_2SO_4) (Moody, 1991).

Tabla 1. Propiedades del azufre.

Elemento	Azufre
Fórmula	S_8
Número atómico	16
Grupo	16
Masa atómica	32.06
Forma estable a temperatura ambiente	Sólido rómbico
Color	Amarillo Ocre
Densidad	2.07 g/cm^3
Punto de fusión	112.18°C , 119°C (forma monoclinica)
Punto de ebullición	444.6°C
Potencial de oxidación $\text{S}+3\text{H}_2\text{O}\rightarrow\text{H}_2\text{SO}_4+4\text{H}^++4\text{e}^-$	- 0.45 Volts

2.2. Especies de azufre

Una de las características del azufre es su tendencia a formar cadenas largas o anillos de átomos de azufre, esta característica hace posible la formación de polisulfuros S_n , donde n va de 2 a 8. El azufre posee distintos números de oxidación que van desde el 0 hasta el 6, debido a esto, existen distintas especies de sulfuros, destacando el sulfito (SO_3^{2-}), tiosulfato ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

), el ditionato ($S_2O_6^{2-}$), entre otros, de tal forma que tenemos distintos polisulfuros con la forma $S_{n+2}O_6^{2-}$, donde $n < 4$ para las cadenas cortas de polisulfuros y $n > 5$ para las cadenas largas. Los polisulfuros son menos estables que los sulfatos; sin embargo, son importantes como productos intermediarios en la geoquímica del azufre (Rickard, 2012).

2.2.1. Polisulfuros (S_n)

Los polisulfuros pueden predominar en sistemas donde se encuentra azufre saturado en medio alcalino. En la Tabla 2 se tienen las distintas especies de polisulfuros registradas y ordenadas como HS^- , SO_4^{2-} y H^+ , de las cuales se encuentran sus reacciones de disociación (Rickard, 2012).

Tabla 2. Polisulfuros y sus reacciones de disociación (Rickard, 2012).

S_n^-	Reacción	$\Delta G_f^0(S_n^{2-})$	$\Delta G_r^0(S_n^{2-})$	$\log K(S_n^{2-})$
1	$S_2^{2-} + H_2O = 1.75 HS^- + 0.25 SO_4^{2-} + 0.25 H^+$	77.41	-5.13	0.89
2	$S_3^{2-} + 2 H_2O = 2.50 HS^- + 0.50 SO_4^{2-} + 1.50 H^+$	71.63	60.87	-10.66
3	$S_4^{2-} + 3 H_2O = 3.25 HS^- + 0.75 SO_4^{2-} + 2.75 H^+$	67.41	125.32	-21.96
4	$S_5^{2-} + 4 H_2O = 4 HS^- + 1 SO_4^{2-} + 4 H^+$	66.05	186.91	-32.75
5	$S_6^{2-} + 5 H_2O = 4.75 HS^- + 1.25 SO_4^{2-} + 5.25 H^+$	67.15	246.04	-43.11
6	$S_7^{2-} + 6 H_2O = 5.5 HS^- + 1.5 SO_4^{2-} + 6.5 H^+$	70.45	302.97	-53.09
7	$S_8^{2-} + 7 H_2O = 6.25 HS^- + 1.75 SO_4^{2-} + 7.75 H^+$	73.58	360.06	-63.1
HS_n^-	Reacción	$\Delta G_f^0(HS_n^-)$	$\Delta G_r^0(HS_n^-)$	$\log K(HS_n^-)$
1	$HS_2^- + H_2O = 1.75 HS^- + 0.25 SO_4^{2-} + 1.25 H^+$	22.07	50.20	-8.79
2	$HS_3^- + 2 H_2O = 2.5 HS^- + 0.5 SO_4^{2-} + 2.5 H^+$	28.84	103.66	-18.16
3	$HS_4^- + 3 H_2O = 3.25 HS^- + 0.75 SO_4^{2-} + 3.75 H^+$	31.47	161.26	-28.26
4	$HS_5^- + 4 H_2O = 4 HS^- + 1 SO_4^{2-} + 5 H^+$	33.53	219.43	-38.45
5	$HS_6^- + 5 H_2O = 4.75 HS^- + 1.25 SO_4^{2-} + 6.25 H^+$	37.31	275.88	-48.39
6	$HS_7^- + 6 H_2O = 5.5 HS^- + 1.5 SO_4^{2-} + 7.5 H^+$	42.44	330.98	-58.00
7	$HS_8^- + 7 H_2O = 6.25 HS^- + 1.75 SO_4^{2-} + 8.75 H^+$	46.94	386.70	-67.77
$H_2S_n^-$	Reacción	$\Delta G_f^0(S_n^{2-})$	$\Delta G_r^0(S_n^{2-})$	$\log K(S_n^{2-})$
1	$H_2S_2 + H_2O = 1.75 HS^- + 0.25 SO_4^{2-} + 2.25 H^+$	-6.46	78.73	-13.79
2	$H_2S_3 + 2 H_2O = 2.5 HS^- + 0.5 SO_4^{2-} + 3.5 H^+$	4.88	127.62	-22.36

3	$\text{H}_2\text{S}_4 + 3 \text{H}_2\text{O} = 3.25 \text{HS}^- + 0.75 \text{SO}_4^{2-} + 4.75 \text{H}^+$	9.79	182.94	-32.06
4	$\text{H}_2\text{S}_5 + 4 \text{H}_2\text{O} = 4 \text{HS}^- + 1 \text{SO}_4^{2-} + 6 \text{H}^+$	13.56	239.4	-41.95
5	$\text{H}_2\text{S}_6 + 5 \text{H}_2\text{O} = 4.75 \text{HS}^- + 1.25 \text{SO}_4^{2-} + 7.25 \text{H}^+$	18.14	295.05	-51.70
6	$\text{H}_2\text{S}_7 + 6 \text{H}_2\text{O} = 5.5 \text{HS}^- + 1.5 \text{SO}_4^{2-} + 8.5 \text{H}^+$	23.9	349.52	-61.25
7	$\text{H}_2\text{S}_8 + 7 \text{H}_2\text{O} = 6.25 \text{HS}^- + 1.75 \text{SO}_4^{2-} + 9.75 \text{H}^+$	28.91	404.73	-70.93

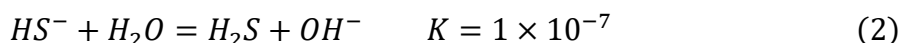
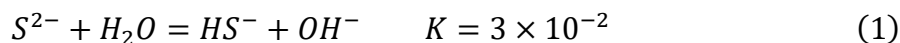
A pesar de las distintas especies de polisulfuros, estos solamente constituyen 10 partes por millón del azufre total, esto a un pH menor que 7, sin embargo, en un pH mayor que 7, la actividad de los polisulfuros sería un aproximado de 0.1 partes por billón (ppb) del azufre total, siendo los polisulfuros dominantes el H_2S_2 , HS_2^- y S_2^{2-} . Por otra parte, se ha demostrado que algunas mezclas de polisulfuros alcanzan el equilibrio químico en poco tiempo, formándose en 10 segundos o menos (Rickard, 2012).

Los polisulfuros presentes en solución no se detectan como sulfatos, sulfitos u otros, al añadirles oxígeno pasan a formar tiosulfato y azufre elemental, sin embargo, no se tiene claro las reacciones intermedias, sugiriendo algunas con forma $\text{S}_n\text{O}_3^{2-}$ o como poli-tiosulfito $\text{S}_n\text{O}_2^{2-}$ (Rickard, 2012).

2.2.2. Sulfuro (S^{2-})

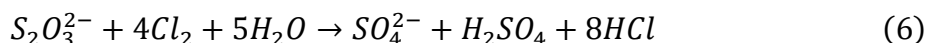
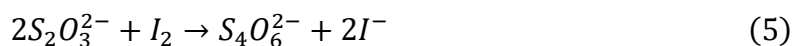
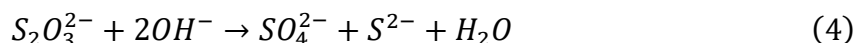
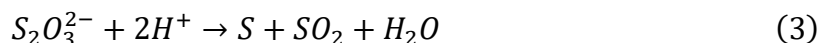
El ion sulfuro (S^{2-}) se puede encontrar en zonas con actividad volcánica, siendo el sulfuro de hidrógeno (H_2S) un componente de los gases volcánicos. Dicho gas posee un olor característico que se le atribuye a huevo podrido, se puede obtener de manera inorgánica al mezclar un sulfuro metálico con algún ácido, donde los iones H^+ forman enlaces con el ion S^{2-} formando H_2S , en exceso de oxígeno, el sulfuro de hidrógeno forma dióxido de azufre (SO_2) y agua (Moeller et al., 1980).

El ion sulfuro (S^{2-}) es soluble en agua, por lo que, en contacto con ella genera HS^- y OH^- (Ecuación 1), dicho HS^- con agua genera H_2S y iones OH^- (Ecuación 2) (Moeller et al., 1980).



2.2.3. Tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$)

El tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$) es una especie de azufre, altamente soluble en agua, a excepción de los tiosulfatos de bario, plata y plomo que son medianamente solubles en agua comparado al resto. El tiosulfato tiende a descomponerse en sulfuro y dióxido de azufre en solución ácida (Ecuación 3), mientras que en solución alcalina tiende a descomponerse en S^{2-} y sulfato (Ecuación 4). En la presencia de agentes oxidantes débiles como I_2 , Fe^{3+} y Cu^{2+} , tiende a formar tetratiónato ($S_4O_6^{2-}$) (Ecuación 5), mientras que en presencia de agentes oxidantes fuertes, como Cl_2 , Br_2 , MnO_4^- y $Cr_2O_7^{2-}$, tiende a formar sulfato (SO_4^{2-}) (Ecuación 6) (Barberá, et al. 2012).



2.2.4. Dióxido de Azufre (SO_2)

El dióxido de azufre es un gas incoloro e inflamable, es el producto de reacciones de combustión como la quema de combustibles fósiles o en la fabricación de cemento, naturalmente es uno de los gases resultantes de la actividad volcánica. El 70% de la emisión de este gas se genera de manera antropogénica, su presencia contribuye a la generación de lluvia ácida, además, se ha encontrado que a concentraciones que van del 1 a 2 ppm son suficientes para causar daños a la vegetación y a la vida acuática (Gad, 2014).

2.2.5. Trióxido de azufre (SO_3)

El trióxido de azufre se genera principalmente de la oxidación de SO_2 que da lugar a SO_3 . El ácido sulfúrico se genera al entrar en contacto con agua, debido a esto, es la principal materia prima para la fabricación de dicho ácido (Ecuación 7) (Schlesinger, 2010; Saeid et al. 2014).



El trióxido de azufre es un gas incoloro, que forma parte de los óxidos de azufre, dicho gas genera graves afectaciones a la salud y al medio ambiente, pues genera contaminantes y es el principal contribuyente de la lluvia ácida (Pan, 2011).

2.2.6. Sulfito (SO_3^{2-})

El ion sulfito puede aparecer en aguas de alimentación de calderas, que son tratadas con sulfito para controlar el oxígeno disuelto en el agua, también se puede encontrar en aguas naturales o en aguas de residuos industriales. El ion sulfito es perjudicial para el ambiente en el que se encuentra, puesto que genera una baja en el pH, lo que contribuye a la corrosión, así como representa un peligro para la vida acuática (Greenberg, et al. 1991).

Los iones de sulfito que se encuentran en el agua pueden reducir el oxígeno, convirtiendo las partículas de sulfuros en sulfatos insolubles o en ácido sulfúrico, este proceso es perjudicial para los peces y otros organismos presentes en el agua, además propicia un ambiente adecuado para la existencia de bacterias anaeróbicas. Otro efecto causado por el sulfito es la producción de sulfuro de hidrógeno en estado gaseoso (Gad, 2014).

2.2.7. Sulfato (SO_4^{2-})

El sulfato se encuentra en la naturaleza en aguas naturales, en concentraciones que pueden ir desde miligramos/litro (ppm) hasta algunos gramos/litro (g/l), sin embargo, los residuos de las minas pueden aportar grandes cantidades de sulfatos al ambiente, debido a las distintas labores subterráneas que se llevan a cabo, dejando al mineral sulfurado en contacto con la atmósfera y corrientes de agua, y las presas de jales que se llegan a incorporar al medio ambiente (Greenberg, et al. 1991; Kirk Nordstrom, D., Blowes, Ptajeck, 2015).

El sulfato en aguas subterráneas es bastante común, teniendo sus orígenes en los distintos tipos de roca que se encuentran en el subsuelo (Frape, et al., 2003).

2.2.8. Oxi-aniones de azufre

Estos son estados o fases en las que podemos encontrar compuestos de sulfuros, se originan principalmente debido a ambientes sedimentarios y se consideran como reacciones intermedias del azufre, de los más importantes tenemos el tiosulfato ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$) que al

descomponerse en soluciones ácidas produce azufre elemental y SO_3^{2-} , ditionita ($\text{S}_2\text{O}_4^{2-}$), sulfito (SO_3^{2-}), ditionato ($\text{S}_2\text{O}_6^{2-}$) y los politionatos ($\text{S}_{n+2}\text{O}_6^{2-}$) (Rickard, 2012).

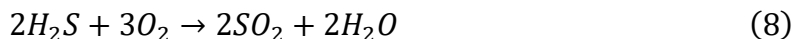
2.3. Azufre en el ambiente

Geoquímica y bioquímicamente, los suelos y sedimentos juegan un papel importante en el ciclo del azufre. El azufre interactúa con la naturaleza en forma de sulfuros; estos sulfuros se pueden encontrar de forma orgánica, insoluble o en su forma volátil, siendo la piritita un ejemplo de sulfuro insoluble y el sulfuro de hidrógeno (H_2S) una forma volátil (Brown, 1982).

Naturalmente, la actividad volcánica libera distintas especies de azufre, tales como dióxido de azufre (SO_2), sulfuro de hidrógeno (H_2S), azufre elemental (S_8), trióxido de azufre (SO_3) y sulfato (SO_4^{2-}). La actividad de bacterias anaeróbicas marinas también generan cantidades de H_2S , por otra parte, la descomposición de materia orgánica también genera distintas especies de azufre (Brown, 1982).

Las emisiones de azufre provocadas por actividades antropogénicas han ido en aumento desde la revolución industrial hasta la actualidad, siendo la década de 1970 donde se alcanzó un punto máximo de emisiones de azufre, en los años 2000 se tuvo una disminución, sin embargo, con el aumento de transporte marítimo y los países en desarrollo, las emisiones de azufre han ido aumentando en años recientes. La carga de dióxido de azufre y sulfatos en la atmósfera, así como la deposición de ácido sulfúrico en el medio ambiente, son dañinos para los ecosistemas terrestres y acuáticos. El dióxido de azufre en las nubes generan una mayor reflectancia de la luz solar, provocando un enfriamiento en el clima (Smith, S. J., et al., 2011)

El sulfuro de hidrógeno (H_2S) que se encuentra en la atmósfera tiende a oxidarse para formar dióxido de azufre (SO_2) (Ecuación 8), dicha oxidación puede ser llevada a cabo cuando el H_2S interactúa con oxígeno monoatómico (O), oxígeno diatómico (O_2) y ozono (O_3). Los productos de la reacción entre H_2S y O_2 forman una cadena que, a su vez, da lugar a SO_2 , SO_3 y, por último, ácido sulfúrico (H_2SO_4). La oxidación de H_2S a nivel atmosférico suele ser lenta; sin embargo, cuando se encuentra en solución se acelera. El oxígeno monoatómico que se genera proviene del ozono o del dióxido de nitrógeno (NO_2) (Kellogg, et al., 1972).



El SO_2 reacciona con O_2 para generar SO_3 , para posteriormente reaccionar con vapor de agua y generar ácido sulfúrico; si dicho ácido llega a tener contacto con moléculas de cloruro de sodio (NaCl), existe la posibilidad de generar ácido clorhídrico (HCl) y sulfato de sodio (NaSO_4) (Kellogg, et al., 1972).

2.4. El sulfuro en aguas subterráneas

2.4.1. Importancia del agua subterránea

El acceso al agua potable es un derecho que posee el ser humano, el 10% de la población mundial vive en países con escasez crítica de agua. Aproximadamente, el agua subterránea representa el 30% del agua fresca que se extrae para consumo humano, al ser agua dulce y por su origen, se contamina en menor medida que el agua superficial por actividades antropogénicas, lo que la hace apta para el consumo humano (Wawrzonek et. al, 2024).

Cuando llueve, el agua se infiltra en el terreno, esto va dependiendo de las características del terreno y de la lluvia, el agua que se infiltró en el suelo puede ser aprovechado por la vegetación, reduciendo aún más la cantidad de agua que alcanza a percolar en el suelo. El agua que no es retenida como humedad en el suelo llega a zonas donde los espacios libres de sedimento y roca se encuentran llenos de agua, lo que se le denomina como zona saturada, a esta agua se le llama agua subterránea y al límite superior de esta zona se le denomina como nivel freático (Tarbuck et al. 2005).

En el agua subterránea tenemos los siguientes conceptos importantes:

- Acuífero: formación geológica que almacena agua y permite su circulación en grandes cantidades.
- Acuitardo: formación geológica que almacena agua en cantidades significativas, pero tiende a transmitirla muy lentamente.
- Acuicludo: formación geológica con muy bajo porcentaje de almacenamiento de agua, y la poca que almacena no puede transmitirse.

Por otra parte, tenemos distintos tipos de acuíferos clasificados por su comportamiento hidráulico:

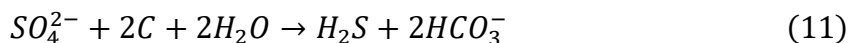
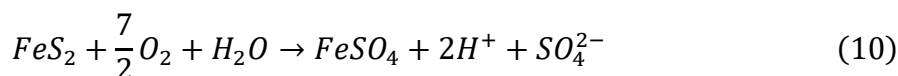
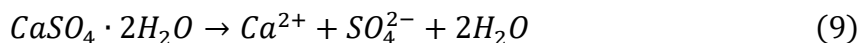
- Acuífero libre: está en contacto con la atmósfera, lo que genera una mayor interacción con la superficie, en caso de ser perforado, la zona saturada y el nivel freático tendrían el mismo nivel.
- Acuífero confinado: se encuentra entre acuicludos, lo que genera un confinamiento que provoca que el acuífero posea una presión mayor que la atmosférica, por lo que, al perforar un pozo, este puede brotar a la superficie si la presión es mayor que la altura del terreno natural. En este tipo de acuíferos, el nivel al que llega el agua se conoce como nivel piezométrico.
- Acuífero semiconfinado: se encuentra entre acuitardos, lo que hace posible el paso del agua, pero de forma lenta, en este acuífero se cuenta con un nivel piezométrico y una presión mayor a la atmosférica.

2.4.2. Presencia del ion sulfato en el agua subterránea

El agua subterránea es de importancia geológica porque promueve procesos como la sedimentación, el metamorfismo y la mineralización, a los que el flujo de agua lleva consigo distintos elementos. Naturalmente, los flujos de agua poseen aniones como bicarbonato (HCO_3^-), sulfato (SO_4^{2-}), cloro (Cl^-), carbonato (CO_3^{2-}) y cationes como calcio (Ca^{2+}), magnesio (Mg^{2+}), sodio (Na^+) y potasio (K^+); sin embargo, las actividades antropogénicas agregan componentes al agua subterránea, tales como el nitrato (NO_3^-) (Dong, H y Gao, Z, 2022).

Los sistemas de flujo de agua se dividen en local, intermedio y regional, siendo este último importante para la diversidad de procesos geológicos. El flujo local se descarga tras recorrer poca distancia, poca profundidad y en poco tiempo, por lo que su composición química permanece inalterada, tratándose de mayoritariamente agua dulce con poco contenido de sólidos disueltos; el flujo regional es lo contrario, se descarga tras recorrer largas distancias, mayor profundidad y por un tiempo prolongado, lo que genera un cambio gradual en su composición química. En flujos de agua regionales intervienen procesos químicos (disolución, precipitación e intercambios catión-anión), biológicos (reducción de sulfatos, generación de CO_2) y procesos físicos (transporte de partículas) (Dong, H y Gao, Z, 2022).

Las aguas subterráneas experimentan procesos como el intercambio iónico, adsorción, disolución de sales y reacciones redox, donde los microorganismos favorecen las reacciones con los sulfatos y nitratos.



En un ambiente de oxidación, las principales reacciones en la zona de recarga se encuentran en las Ecuaciones 9 y 10, mientras que, en un ambiente reductor, la principal reacción se encuentra en la Ecuación 11 (Dong, H y Gao, Z, 2022).

2.4.3. Agua subterránea en minería

En la industria minera es de vital importancia el uso de agua, pues es fundamental para procesos en el interior de la mina, en el campamento minero y en actividades metalúrgicas.

El impacto inicia con las alteraciones en la topografía, pues actividades subterráneas y a cielo abierto pueden generar una nueva configuración en los cauces de agua, la evapotranspiración, infiltración, drenaje natural, sedimentación y balance hídrico. En la industria minera se puede obtener agua de manera subterránea, arroyos, ríos o lagos, sin embargo, también se usa agua subterránea salina profunda y aguas residuales, esta agua de menor calidad puede usarse para el control de polvo o tratarse para mejorar la calidad de la misma (Kumar y Kumar, 2023).

En algunas minas, tanto a cielo abierto como subterráneas, existe una entrada de agua natural y continua, la cual debe extraerse mediante bombeo para permitir las labores mineras, sin embargo, el bombeo puede llegar a reducir los niveles de agua subterránea o superficial (Kumar y Kumar, 2023).

Un ejemplo de la importancia del agua subterránea en la minería en México es el caso de Peñoles, Fresnillo y Grupo México. En la Tabla 3 se observa la cantidad de agua subterránea reportada que estas compañías extrajeron en 2023 y 2024. Para Peñoles y Fresnillo, el agua subterránea representa el 74.8% de las entradas totales de agua, mientras que para Grupo México en la División Minera (DMIN) México, representa el 57% de las entradas totales de

agua; para ambos casos el agua total es aquella que se utiliza en todos los procesos relacionados a las actividades mineras y metalúrgicas, ambos porcentajes solamente reflejan los valores de 2024 (Peñoles, 2025; Grupo México, 2025).

Tabla 3. Entradas de agua subterránea en mega litros reportadas por Peñoles, Fresnillo y Grupo México (Peñoles, 2025; Grupo México, 2025).

Entrada de agua subterránea (ML)		
Compañía	Año	
	2024	2023
Peñoles y Fresnillo	38,842.09	31,151.88
Grupo México	38,259	37,017

2.4.4. Agua residual y drenaje ácido

Las actividades mineras tienen la necesidad del uso del agua para los distintos procesos, van desde el control de partículas en los caminos, trituración, procesos de molienda y concentración de minerales, de tal forma que siempre se están generando grandes volúmenes de agua residual, la cual puede contener residuos que se acumulan en otros cuerpos de agua, como lagos o acuíferos. Uno de los desechos generados son los sulfatos (SO_4^{2-}), los cuales promueven que elementos como aluminio y/o hierro pasen a solución. Por su parte, los minerales sulfurados generan la liberación de metales, pues se asocian a elementos como el arsénico, cadmio, cromo, plomo, etc., afectando al medio ambiente y a los cuerpos de agua subterráneos (Khoshvaght y Khiadani, 2025), debido a esto, es necesario que el agua sea tratada antes de la liberación al medio ambiente o previo a la reutilización de procesos metalúrgicos.

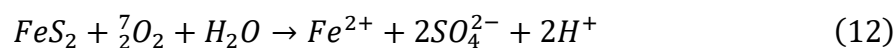
Los metales en el agua subterránea pueden asociarse con factores orgánicos e inorgánicos, cambios de pH o partículas coloidales presentes, lo que puede aumentar o disminuir el transporte de metales. En caso de que aumente la velocidad de transporte, será difícil predecir el comportamiento de dichos contaminantes y el daño que pueden causar al ser humano (Newman et al., 1993).

Además, de estos procesos el drenaje ácido de una mina también se ha colocado como uno de los problemas que afecta a cuerpos de agua subterránea, siendo los sulfuros metálicos los

protagonistas, de la oxidación de estos minerales, unido a las condiciones climáticas y la composición química provocan la exposición de metales pesados al medio ambiente, los cuales pueden generar daños a corto, mediano y largo plazo si no se detecta a tiempo o en caso de una deficiencia en el tratamiento o remediación (Khoshvaght y Khiadani, 2025).

Los sulfuros de hierro suelen ser los más comunes para generar drenaje ácido, sin embargo, existen muchos tipos de minerales sulfurados que igualmente pueden ser generadores de drenaje ácido. Los minerales de azufre se oxidan con el agua y oxígeno, donde los metales contaminantes dependen de la cantidad de mineral sulfurado, así como el mineral de la ganga (Akciil y Koldas, 2006).

La principal reacción del drenaje ácido ocurre en la oxidación de la pirita (Ecuación 12), siendo los iones Fe^{2+} , SO_4^{2-} y H^+ los que aumentan los sólidos y la acidez en solución.



Dependiendo de factores como el oxígeno en el ambiente, pH y actividad bacteriana, el hierro puede pasar de Fe^{2+} a Fe^{3+} , precipitar como jarosita ($Fe(OH)_3$) o facilitar la disolución de más pirita, sin embargo, en algunos casos, otros elementos como As, Cd, Cu, Mo, Ni, Pb y Zn, pueden formar complejos con el drenaje ácido, generando que exista una carga amplia de metales en dicho drenaje. (Akciil y Koldas, 2006; Kirk Nordstrom, D., Blowes, Ptajek, 2015).

Residuos o productos generados por la actividad minera también pueden ser transportados por el viento o lluvia, tal es el caso de pilas de concentrados y/o mineral, pues si se encuentran expuestos al medio ambiente, pueden ser fácilmente transportados debido a su tamaño de partícula. En regiones áridas, la minería enfrenta mayores problemas, pues el agua resulta aún más escasa, siendo el agua subterránea la fuente más importante de este recurso, por lo que cualquier contaminante que alcance a dichos cuerpos de agua puede ser perjudicial para procesos mineros o poblaciones aledañas que usen este recurso (Santana et al., 2020).

Cada drenaje ácido es único para cada mina, por lo que no existe un proceso de remediación estandarizado. Cada mina debe de proporcionar información acerca de los procesos que llevarán a cabo para mitigar los daños al medio ambiente. Los factores físicos como la

permeabilidad del suelo pueden ser importantes, pues una alta permeabilidad también genera una alta presencia de oxígeno, acelerando las reacciones químicas (Akcil y Koldas 2006).

La presencia de minerales como la pirita ha sugerido la existencia de las distintas especies sulfuradas en el ambiente, principalmente los polisulfuros, los cuales se encuentran en zonas con sedimentos o en zonas profundas de sulfuros, los cuales ingresan al ambiente mediante las corrientes de agua. Por otra parte, la detección de polisulfuros en medios acuosos suele ser limitada; esto se debe a que son un grupo que fácilmente se oxida durante los muestreos o análisis, de tal manera que resulta difícil conocer el verdadero contenido de dichas especies. En la mayoría de los casos, presentan valores altos debido a la producción artificial (Rickard, 2012).

El límite permisible de sulfatos en el agua apta para consumo humano es de 400 mg/L (miligramos/Litro), por otra parte, el sulfuro de sodio (Na_2S) se usa en las muestras de agua donde se sospecha la presencia de metales, pues al entrar en contacto con los metales contaminantes, se forman sulfuros que se sedimentan, lo que ayuda a confirmar su presencia (Diario Oficial de la Nación, 2022).

2.5. El sulfuro en los procesos de flotación

Las instalaciones mineras se diseñan para minimizar el volumen de agua utilizado durante el aprovechamiento de minerales, maximizar el reciclaje del agua, reducir los requisitos de agua dulce y evitar o disminuir el uso de reactivos para el tratamiento del agua (Salgado et al., 2021).

2.5.1. Flotación

La flotación se ha convertido en uno de los métodos selectivos para la concentración de minerales sulfurados; este proceso aprovecha las propiedades fisicoquímicas de los minerales para separar el mineral valioso de la ganga (mineral no valioso). La flotación por espuma consiste en generar una espuma que contiene el mineral deseado, aprovechando las propiedades hidrofóbicas, que se adhieren a las burbujas de aire inyectadas en la celda y logran separarlo del mineral no valioso o de interés, y las propiedades hidrofílicas, que hacen que ese mineral no de interés vaya al fondo de la celda. Este proceso se lleva a cabo en celdas de flotación, en las cuales la espuma formada se desborda y pasa a procesos posteriores donde

se reduce el contenido de agua y se obtienen concentrados que serán tratados por vía pirometalúrgica o hidrometalúrgica para obtener el metal de interés económico (Haldar, 2018).

2.5.2. Reactivos de flotación

En la flotación se tienen tres reactivos principales: colectores, espumantes y reguladores de pH.

Colectores

Son reactivos que se añaden a los tanques acondicionadores, donde la superficie del mineral absorbe dichos colectores, volviéndolos hidrofóbicos; al entrar en contacto con la superficie de la burbuja, se adhieren a ella y flotan a la superficie, formando una espuma cargada con el mineral de interés económico. Los principales colectores usados en la industria son los xantatos, que son ácidos grasos o compuestos de sulfhídrico (Haldar, 2018).

Espumante

Estas sustancias son tensioactivas y se concentran en la interfaz agua-aire, evitando que las burbujas se fusionen o revienten al reducir la tensión superficial del agua y estabilizan la espuma al llegar a la superficie. El aceite de pino o los alcoholes son los más utilizados (Haldar, 2018).

2.5.3. Modificadores de pH

El pH en la flotación puede activar minerales de baja flotabilidad; por ejemplo, la esfalerita aumenta su flotabilidad al adicionarse sulfato de cobre. El pH también puede deprimir minerales, por ejemplo, la pirita y arsenopirita pueden deprimirse mediante la adición de cianuro de sodio o cal a un pH cercano a 11. El ambiente alcalino minimiza el daño en las tuberías causado por la corrosión. Los principales modificadores de pH son la cal hidratada (Ca(OH)_2), el carbonato sódico y el ácido sulfúrico, que pueden contrarrestar los efectos de los lodos, las partículas coloides y las sales que afectan la eficiencia de los reactivos de flotación (Haldar, 2018).

2.6. Efectos de los sulfuros

El agua es importante en el procesamiento de minerales, pues puede afectar su recuperación y separación. El agua reciclada suele saturarse de sales solubles durante el proceso de

clasificación y flotación, especialmente cuando entra en contacto con sulfatos y sulfuros. En dichos casos, pueden aumentar las concentraciones de calcio, magnesio y sulfato. Dependiendo del contenido del agua reciclada, puede afectar la flotación, pues la vuelve ineficiente al adsorber o precipitar por igual las especies minerales (Sinche-González y Fornasiero, 2021).

Los iones de calcio presentes en la flotación de galena y calcopirita pueden afectar la adsorción del xantato, debilitando la unión entre las partículas de mineral y las burbujas y reduciendo la recuperación del mineral. La interacción entre sulfatos y calcio forma sulfato de calcio (yeso), lo que genera revestimientos de limo en los minerales de sulfuro y dificulta la flotación. Por otra parte, los sulfatos en el agua pueden llegar a corroer e incrustarse en las tuberías del sistema de distribución de agua de la planta (Sinche-González y Fornasiero, 2021).

Los iones metálicos presentes en el sistema se presentan como sulfatos, que pueden interferir con la flotación. En el caso de la esfalerita, el cobre puede mejorar la flotación, sin embargo, el zinc en forma de sulfato contribuye a una mayor depresión de la esfalerita. Los sulfatos, sulfitos y tiosulfatos pueden acumularse en el agua de proceso e interactuar con el mineral, que puede actuar como hidrofílico y depresor, lo que vuelve ineficiente el proceso de flotación (Sinche-González y Fornasiero, 2021).

Se ha encontrado que el uso de sulfatos (sulfato de sodio o sulfato de potasio) aumenta el porcentaje de recuperación de la molibdenita en pH ácido, por otra parte, no se reporta un aumento en la flotación de la calcopirita o esfalerita. En el caso de la galena, una baja concentración de sulfato puede incrementar la recuperación, sin embargo, en altas concentraciones de sulfato, la recuperación comienza a disminuir (Sinche-González y Fornasiero, 2021).

2.7. Oro en procesos de flotación

Algunos sulfuros contienen oro en cantidades que van desde trazas hasta partículas. Estas partículas de oro pueden ser refractarias, por lo que la flotación es uno de los pasos de la concentración de oro. Usualmente el proceso para concentrar oro nativo u oro libre es mediante la gravimetría, aprovechando la diferencia de densidades, sin embargo, en la

flotación de minerales auríferos también se tiene una amplia recuperación de oro en los concentrados finales, aunque este es un campo amplio, debido a las diferencias mineralógicas de cada yacimiento, por lo que generalizar o encontrar la manera en que el oro afecta al proceso de flotación ha resultado una tarea difícil, sin embargo, se ha estudiado al oro libre en procesos de flotación, dando como resultado que partículas de oro menor a 150 μm son capaces de flotar con cualquier xantato, pero, cuando se flota con otros minerales sulfurados, se puede llegar a reducir la fijación que tiene el oro en las burbujas de aire, por lo que llega a afectar al proceso de flotación (Dunne, 2016).

2.8. El sulfuro en los procesos de lixiviación

2.8.1. Comportamiento de los sulfuros en la lixiviación de minerales sulfurados

La lixiviación de minerales sulfurados, como la piritita y calcopiritita, posee la ventaja de reducir por completo las emisiones de óxidos de sulfuro (principalmente SO_4^{2-}) en forma de gas. El uso de sulfuro de amonio para la lixiviación genera azufre elemental que pasa a solución, posteriormente se oxida para que dicho azufre se precipite. En la Tabla 4 se muestran los distintos métodos y los porcentajes de sulfatos que generan (Havlík, 2008).

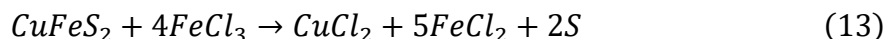
Tabla 4. Procesos hidrometalúrgicos y porcentaje de sulfato generado en función de la cantidad inicial de azufre.

Proceso	Sulfato generado (%)
MINTEK	menor a 5%
COMINCO	25-10%
GCM	40-30%
CYMET	25%
CLEAR	15-25%

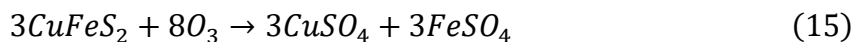
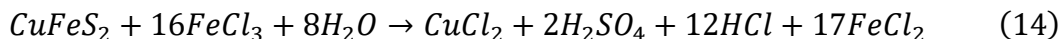
A pesar de la existencia de distintos estudios acerca del comportamiento del azufre en métodos hidrometalúrgicos, aún se tiene cierta discrepancia entre ellos, pues afirman que la cantidad de azufre elemental generado va del 90 al 95%; algunos llegan a reportar un 99.5%. En distintos estudios se ha observado que el oxígeno ambiental no incrementa la cantidad de sulfatos generados; además, el sulfuro generado no se ve afectado por el cloruro de hierro (Havlík, 2008).

El sulfuro elemental que se genera suele aglomerarse y cubrir el mineral. En el caso de la calcopirita, puede constituir un obstáculo durante la lixiviación. Sin embargo, este mismo efecto mejora la filtración, dejando en la solución final solo partículas finas. Por otra parte, el sulfuro de hidrógeno (H_2S) puede formarse como producto intermedio durante la lixiviación, lo que puede afectar negativamente el proceso debido a su naturaleza reductora (Havlík, 2008).

Durante la lixiviación de la calcopirita con ácido clorhídrico, el azufre pasa a su forma elemental (Ecuación 13), que recubre la superficie del mineral, lo que dificulta la cinética del proceso debido a la formación de capas pasivas; por ello, las soluciones se reducen a incrementar la temperatura durante el proceso. Las lixivaciones pueden durar días o soluciones altamente diluidas, lo que incrementa los costos (Havlík, 2008).



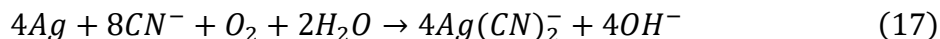
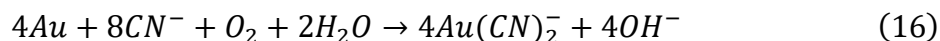
Sin embargo, no todo el azufre pasa a su estado elemental en el proceso, por lo que cierto porcentaje pasa a formar ácido sulfúrico (H_2SO_4) (Ecuación 14), mientras que, si se cuenta con un potencial alto de oxidación (como en el caso del ozono o una lixiviación a presión), el azufre puede pasar a formar sulfatos (Ecuación 15) (Havlík, 2008).



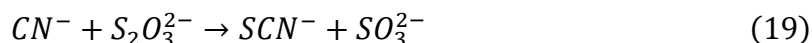
2.8.2. Sulfuros en cianuración

El uso de cianuro en la industria metalúrgica revolucionó la extracción del oro y la plata, otorgando un proceso eficiente y rentable que permite pasar del oro metálico a oro en solución en medio alcalino. El oro en solución es recuperado por diversos métodos como el proceso Merrill-Crowe, donde el oro en solución se precipita añadiendo polvo de zinc, en este caso, el azufre puede interferir de tal manera que genera sulfuro de zinc, el cual es insoluble y puede afectar al proceso. El oro en solución también puede ser adsorbido con la adición de carbón activado que permite una adsorción selectiva antes del proceso de electrodeposición y refinación (Fleming, 1992; Staunton, 2016).

La cianuración es uno de los principales procesos para la obtención de oro y plata en presencia de cianuro, donde reaccionan en medio alcalino para formar complejos Au-cianuro y Ag-cianuro (Ecuaciones 16 y 17), sin embargo, el procesamiento de sulfuros puede incrementar el gasto de cianuro y representar un problema en la recuperación de oro y plata (Duru y Nesbitt, 2021).



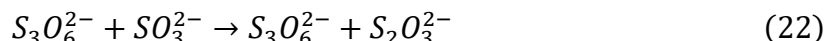
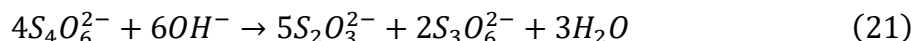
Debido a que el cianuro reacciona con el tetratiónato, formando tiosulfato y sulfato (Ecuación 18). Por otra parte, el tiosulfato reacciona con el cianuro formando tiocianato y sulfito (Ecuación 19) lo que genera un mayor consumo del cianuro en el proceso de cianuración (Duru y Nesbitt, 2021).



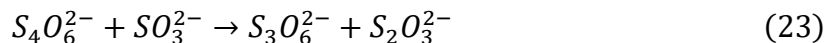
A 40 °C, el cianuro reacciona con el tritiónato, produciendo sulfito, tiocianato, y sulfato (Ecuación 20) (Duru y Nesbitt, 2021).



El tetratiónato pasa a tiosulfato y tritiónato (Ecuación 21), mientras que, el tritiónato, puede pasar a tiosulfato y sulfato en condiciones de pH de 5.6 a 12 y a temperaturas mayores a 50°C (Ecuación 22) (Duru y Nesbitt, 2021).

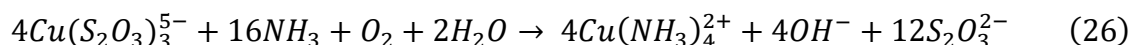
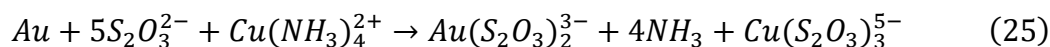


Finalmente, la presencia de sulfuros incrementa el consumo de cianuro durante la lixiviación de oro y plata en menas con azufre. La adición de sulfito genera reacciones con el tetratiónato y el azufre elemental. El sulfito y el tetratiónato genera tritiónato y tiosulfato (Ecuación 23), mientras que, el sulfito y el azufre elemental genera tiosulfato (Ecuación 24) (Duru y Nesbitt, 2021).



2.8.3. Lixiviación con tiosulfato

El tiosulfato se ha convertido en una alternativa a la cianuración para la lixiviación de oro, este sistema permite recuperar oro, sin embargo, se debe tener un control estricto del pH y el potencial de óxido-reducción (Eh). Se han estudiado distintos oxidantes para el sistema con tiosulfato, siendo el sistema de tiosulfato, amonio y cobre el más estudiado, en el cual, el tiosulfato se asocia con el oro y el cobre como oxidante y catalizador, dejando moléculas libres de amoniaco (Ecuación 25), posteriormente, el tiosulfato de cobre se asocia con amoniaco, y agua para regenerar la amina de cobre ($Cu(NH_3)_4^{2+}$) y tiosulfato, el oxígeno ayuda a que el cobre pase de una carga de +1 a +2 (Ecuación 26) (Aylmore, 2016).



2.9. Determinación de sulfuros

Conocer las concentraciones y el estado de oxidación de un compuesto químico es parte fundamental para comprender su comportamiento. Los elementos polivalentes son parte importante de la química. El principal reto que se tiene es que tienen más de un estado de oxidación, afectando en algunos casos la manera en que se pueden cuantificar, por ejemplo, el uso de fluorescencia de rayos X tiene problemas cuando el elemento existe en el compuesto en más de dos estados de oxidación, por lo que se recomienda que se complemente con difracción de rayos X para conocer las especies en las que se encuentra. La cuantificación química tiene un riesgo de alterar a las especies debido a la oxidación o reducción de los componentes que se encuentran en la muestra (García-Calzada et al., 1999).

Los distintos métodos cualitativos y cuantitativos suelen ser complicados de llevar a cabo en campo o usar análisis instrumental, así como la dificultad o el tiempo de trasladar muestras a algún laboratorio. En la Tabla 5 se presentan algunos métodos cualitativos y cuantitativos para el análisis de los iones de azufre.

Tabla 5. Distintas pruebas para identificación de compuestos sulfurados y los principales compuestos a los que se aplican.

Prueba	Compuesto principal que identifica	Bibliografía
Prueba del antimonio	S^{2-}	
Electrodo plata/sulfuro de plata	S^{2-}	
Pruebas de papel de acetato de plomo y lámina de plata	H_2S	Standard Methods, 1991
Método azul de metileno	S^{2-}	
Método yodométrico	S^{2-}	
Método de fenantrolina	SO_3^{2-}	
Método turbidimétrico	SO_4^{2-}	
Espectrofotometría	SO_2	Marczenko y Balcerzak, 2000
Fluorescencia UV	SO_3^{2-}	
Cromatografía con gas	SO_2	Pisoschi et al., 2020
Cromatografía líquida	SO_2	
Espectroscopía	SO_2	

2.9.1. Pérdida de iones de azufre

Durante la titulación de sulfuros donde el método de detección es un electrodo, se usa una solución de nitrato de plomo, en el cual, existe un error en las titulaciones, pues no llegan a ser completamente estequiométricas, en algunos casos, cierta parte del sulfuro en solución interactúa con el plomo, afectando al cálculo de concentración final y añadiendo un error. También se sugiere el uso de hidróxido de sodio (NaOH), ácido ascórbico o hidracina para evitar que el sulfuro (S^{2-}) se oxide en contacto con la atmósfera (Florence y Farrar, 1980).

2.9.2. Titulación Directa

En este método de titulación, se cuenta con un reactivo titulante, un reactivo reductor y un reactivo indicador. El reactivo indicador no interfiere en la reacción de titulación; sin embargo, nos ayuda a generar una reacción visual que ocurre cuando todo el reactivo reductor ha reaccionado con el reactivo titulante y este último se encuentra en exceso.

En este caso el reactivo reductor es el S^{2-} , el reactivo titulante es el I_3^- y el reactivo indicador es una solución de almidón.

Empezamos con una muestra preparada de S^{2-} a la cual se le agrega algunas gotas de la solución de almidón, se comienzan a añadir alícuotas de I_3^- hasta que el reactivo indicador le dé un color apenas perceptible a la solución, en este momento se termina la titulación y se anota el gasto en mililitros de I_3^- para hacer la relación entre el gasto de I_3^- y la concentración del S^{2-} , se puede agregar más I_3^- para confirmar que de verdad ahí terminó la titulación, pues al agregar más titulante, la reacción colorimétrica aumenta y se vuelve más intenso el color de la solución.

2.9.3. Titulación Inversa

En este método de titulación, similar a la titulación directa, se cuenta con un reactivo titulante (I_3^-), dos reactivos reductores (S^{2-} y $S_2O_3^{2-}$) y un reactivo indicador (almidón). En este caso, los reactivos cumplen la misma función que en la titulación directa; sin embargo, cambia el proceso. Se tiene la solución de S^{2-} preparada, a la cual se debe añadir almidón e I_3^- en exceso, al momento de agregarlos la solución, se tiñe debido a la cantidad excesiva de I_3^- que se agrega, pues una parte reacciona con el reactivo reductor y otra reacciona con el indicador, en este caso se agrega un reactivo extra el cual reacciona con el titulante, en nuestro caso es el ion tiosulfato ($S_2O_3^{2-}$), el cual se debe de agregar en alícuotas hasta que comience a disminuir la coloración de la solución, se debe identificar el momento en que el color disminuye completamente, en ese momento se cuantifican los mililitros gastados de tiosulfato y haciendo una relación podemos conocer la concentración de S^{2-} .

3. Problema

En las titulaciones tanto directas como inversas se ha observado un error en la cuantificación del azufre, lo que, a su vez, genera cuantificaciones erróneas del sulfuro, ambiguas y que no representan una relación estequiométrica constante. Disolver sulfuro en muestras de agua ayuda a identificar la presencia de metales, además de contar con un límite permisible de 400 ppm de sulfatos en el agua apta para el consumo humano.

4. Planteamiento de problema

Se busca explicar el comportamiento del ion sulfuro durante una titulación inversa, observando el potencial y modificando los factores que permitan minimizar el error durante su cuantificación mediante titulación con yodo.

5. Objetivos

Determinar el comportamiento del ion sulfuro durante la titulación inversa yodométrica usando solución buffer de ácido acético y acetato de sodio.

5.1. Objetivos Particulares

- Observar el comportamiento del ion sulfuro mediante la titulación inversa variando el tiempo, concentración del buffer y pH.
- Observar el comportamiento del ion sulfuro mediante la titulación inversa en condiciones de temperatura y presión del ambiente.
- Analizar el comportamiento de las titulaciones a distintas concentraciones de sulfuro.

6. Hipótesis

El ion sulfuro tiene un punto en que comienza a pasar de S^{2-} a sulfuro de hidrógeno debido al medio ácido durante las titulaciones, de tal manera que se tiene un error al cuantificar la molaridad de sulfuro respecto a la concentración inicial. Realizar modificaciones en el pH y utilizar un buffer contribuirían a mejorar las cuantificaciones de sulfuro, además de aportar indicios sobre su comportamiento.

7. Justificación

Los iones sulfuro están presentes en diversos procesos de extracción de metales, como la flotación de sulfuros y la lixiviación de minerales de oro y plata con contenido de sulfuros; a su vez, se encuentran en entornos mineros, como el agua subterránea y el agua empleada a lo largo del proceso metalúrgico. Por ello, el control de las especies de azufre en estos

procesos, mediante la cuantificación de los iones de sulfuro, resulta de gran importancia. Se han reportado varios métodos para su determinación, entre los cuales destaca la titulación yodométrica, debido a su versatilidad y rapidez. En este trabajo se evalúa dicho método y se modifican sus parámetros con el objetivo de aumentar la precisión y la confiabilidad de los resultados.

8. Metodología experimental

8.1. Equipo y reactivos

Multiparámetro Hanna HI5222, electrodo de vidrio para pH HI1131B, electrodo de ORP de doble junta OAKLON, agitador magnético, micropipeta, sulfuro de sodio, tiosulfato de sodio, yoduro de potasio, yodo, ácido acético, acetato de sodio, agua desionizada, ácido clorhídrico.

8.2. Software

Para el análisis estadístico se usó el software de jamovi y para el diagrama de especies se usó el software de MEDUSA, ambos son de libre acceso y permitieron obtener los distintos resultados estadísticos y el diagrama de especies para el azufre.

8.3. Condiciones experimentales

8.3.1. Titulaciones en presencia de nitrógeno

En estas condiciones se busca realizar las titulaciones de manera inversa, en presencia de nitrógeno, a fin de desplazar el oxígeno del ambiente y evitar la oxidación del sulfuro.

8.3.2. Titulaciones en condiciones atmosféricas

En estas condiciones no se administra nitrógeno gaseoso, por lo que la solución a titular siempre estará en contacto con la atmósfera.

8.4. Preparación de reactivos

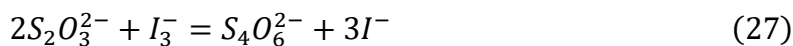
1. Preparar una solución de sulfuro de sodio (Na_2S) con una concentración molar conocida.
2. Preparar una solución de tiosulfato de sodio a una concentración de 0.1 M.

3. Preparar una solución de triyoduro (I_3^-) a partir de yodo a una concentración molar de 0.025 M y agregar yoduro de potasio en una relación 1:6, esto para asegurar la correcta disolución del yodo.
4. Preparar una solución buffer a 0.4 M de ácido acético y acetato de sodio, deben estar en una relación 1:1 para obtener un pH cercano a 4.75.
 - a. Para los buffers a distintas concentraciones se tomó como base la molaridad del ácido acético, usando el K_{pa} de ácidos y bases, además de la fórmula de Henderson Hasselbach para calcular los pH deseados, los cuales fueron de 4.75, 4 y 3, de tal forma que es posible calcular la cantidad de acetato de sodio que se debe agregar para la correcta preparación de cada solución buffer y así obtener molaridades de 0.4, 0.3 y 0.1.
5. Preparar ácido clorhídrico a concentraciones de 6 M, 0.2 M y 0.1 M.
6. Preparar una solución de 100 ml de almidón al 2% (p/v).

9. Procedimiento

9.1. Cuantificación de triyoduro

Para cuantificar el triyoduro (I_3^-) es necesario preparar la solución de tiosulfato a una concentración definida, de tal forma que para conocer la concentración final del triyoduro es necesario realizar una titulación directa, donde a una muestra conocida de triyoduro se le agregan 100 microlitros de almidón como indicador y añadir pequeñas alícuotas de tiosulfato hasta que la solución pase a ser de color transparente, es necesario anotar el gasto de tiosulfato, recordando que dos moles de tiosulfato reaccionan con uno de triyoduro (Ecuación 27), relacionando el gasto, molaridad del tiosulfato y el volumen de triyoduro, obtenemos la molaridad del triyoduro (Ecuación 28).



$$M \text{ de } I_3^- = \frac{M \text{ de } S_2O_3^{2-} \times \text{Gasto de tiosulfato} \times \frac{1 \text{ mol } I_3^-}{2 \text{ mol } S_2O_3^{2-}}}{L \text{ de } I_3^-} \quad (28)$$

9.2. Monitoreo de potencial y pH del sulfuro de sodio

Para este paso se realizó un monitoreo del pH de una solución de sulfuro y se baja el pH usando ácido clorhídrico, durante estas pruebas se monitorea constantemente el pH y potencial, además de tomar muestras cada cierto tiempo para ser tituladas.

1. Preparar una solución de sulfuro de sodio.
2. Modificar el pH a distintos valores mediante ácido clorhídrico.
3. Monitorear los valores de pH y potencial durante cierto tiempo para cada pH
4. Agregar el nitrógeno gaseoso en las pruebas necesarias, así como llevarlas a cabo a condiciones atmosféricas
5. Cada cierto tiempo, tomar una muestra para realizar la titulación inversa, anotar el gasto de tiosulfato y calcular la relación yodo-tiosulfato para cuantificar la cantidad de sulfuro presente en solución.

9.3. Proceso de titulación

Para las distintas muestras obtenidas a lo largo de este trabajo, se optó por dos maneras de llevar a cabo el método de titulación inversa, donde se cambia el medio en que se efectúan.

9.3.1. Titulación inversa con ácido clorhídrico

1. Una vez obtenida la muestra a la cual se mantiene en agitación constante y dependiendo del caso se le suministra nitrógeno, agregar una alícuota de almidón, una alícuota de solución buffer y otra de agua desionizada para aumentar el volumen de la muestra y el electrodo de ORP pueda realizar lecturas sin ninguna complicación, en las pruebas donde se monitorea el pH y potencial, no se agrega alícuota de solución buffer, debido a que en la mayoría del tiempo se tiene un pH bajo, por lo que no es necesario.
2. Preparar en otro matraz una mezcla de agua desionizada, triyoduro en exceso y ácido clorhídrico, este último para garantizar que se trabaje en rangos de pH bajos.
3. Verter el contenido del segundo vaso de precipitados a la solución de muestra.
4. Mantener el registro de las lecturas de potencial y comenzar a agregar alícuotas de tiosulfato hasta completar la titulación.

9.3.2. Titulación inversa usando solamente solución buffer

1. Repetir el primer paso de la titulación anterior.
2. Preparar en un matraz una solución de agua desionizada, una solución buffer y triyoduro en exceso.
3. Verter el contenido del segundo matraz a la solución de muestra.
4. Mantener el registro de las lecturas de potencial y comenzar a agregar alícuotas de tiosulfato hasta completar la titulación.

9.4. Cuantificación de sulfuros

Para cuantificar los sulfuros, se considera la cantidad de moles de S^{2-} .

- Cálculo teórico: basándonos en la concentración teórica n que se haya preparado expresada en mol/l y los litros de muestra l tenemos la siguiente expresión (Ecuación 29):

$$\text{moles de } S^{2-} = n \times l \quad (29)$$

- Cálculo de ml de I_3^- : recordando que en una titulación inversa, el I_3^- debe estar en exceso, se optó por agregar 1.5 veces más del necesario, de la relación estequiométrica de S^{2-} e I_3^- (Ecuación 30), un mol de S^{2-} reacciona con un mol de I_3^- , por lo que, conociendo previamente la molaridad de I_3^- .



Usando la expresión dada en la Ecuación 31, se despejan los litros de titulante, para conocer los mililitros necesarios para titular una muestra de S^{2-} de concentración teórica n (Ecuación 32).

$$\text{molaridad de } I_3^- * L \text{ de } I_3^- * \frac{\text{moles } S^{2-}}{\text{moles } I_3^-} = \text{molaridad de } S^{2-} * l \text{ de muestra de } S^{2-} \quad (31)$$

$$L \text{ de } I_3^- = \frac{\text{molaridad de } S^{2-} * l \text{ de muestra de } S^{2-}}{\text{molaridad de } I_3^- * \frac{\text{moles } S^{2-}}{\text{moles } I_3^-}} \quad (32)$$

Posteriormente, a los litros de I_3^- resultantes se les multiplica por 1.5 para obtener el volumen con el que se llevará a cabo la titulación.

- Una vez que se concluye la titulación inversa, se calculan los moles de tiosulfato que han reaccionado con el I_3^- en exceso, por lo que, el primer paso es calcular los moles de tiosulfato gastados (Ecuación 33):

$$\text{moles de } S_2O_3^{2-} = l \text{ de } S_2O_3^{2-} \times \text{Molaridad de } S_2O_3^{2-} \quad (33)$$

Los moles de tiosulfato que hemos calculado se dividen entre 2, pues recordamos la relación estequiométrica de tiosulfato e I_3^- (Ecuación 27), donde 2 moles de tiosulfato reaccionan con 1 mol de I_3^- . De esta manera, obtenemos los moles de I_3^- que han reaccionado con tiosulfato.

Por último, los moles de I_3^- que han reaccionado con tiosulfato se restan de los moles iniciales de I_3^- , de tal forma que el resultado de esa diferencia es el número de moles de I_3^- que reaccionaron con S^{2-} , recordando que, estequiométricamente, un mol de I_3^- reacciona con un mol de S^{2-} , el valor obtenido es el mismo número de moles de S^{2-} calculados (Ecuación 34).

$$\text{mol calculados } S^{2-} = \text{mol } I_3^- \text{ iniciales} - \text{mol } I_3^- \text{ reaccionado con } S_2O_3^{2-} \quad (34)$$

- Calculamos el error (Ecuación 35)

$$\%Error = \left(\frac{\text{mol inicial } S^{2-} - \text{mol calculados } S^{2-}}{\text{mol inicial } S^{2-}} \right) \times 100 \quad (35)$$

- Por último, obtenemos la molaridad final de S^{2-} calculada dividiendo los moles calculados entre la molaridad n teórica inicial (Ecuación 36).

$$\text{Molaridad } S^{2-} = \frac{\text{mol calculados } S^{2-}}{n} \quad (36)$$

9.5. Muestras de sulfuro

1. Determinación de la estabilidad del S^{2-} a pH 7
2. Determinación de la estabilidad del S^{2-} con N_2 a pH 7, 3 y 5.
3. Determinación de S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con uso de solución buffer y ácido clorhídrico
4. Determinación de S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con el uso de N_2 y solución buffer.

9.6. Conjunto de muestras

En las muestras 1 y 2, el pH natural de la solución de S^{2-} es de 12, por lo que se redujo con ácido clorhídrico. La cantidad de alícuotas agregadas a la solución depende del pH deseado para cada prueba.

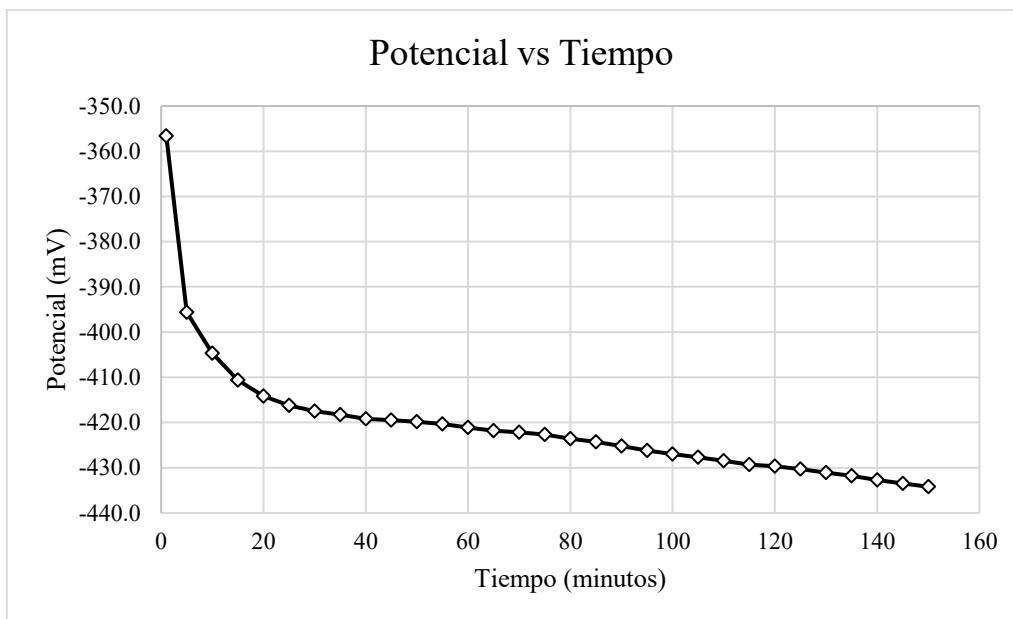
9.7. Pruebas en blanco

Para identificar si existe alguna alteración entre el triyoduro y el buffer, se optó por hacer titulaciones en blanco, es decir, se prepararon muestras con solamente triyoduro y solución buffer a distintas concentraciones, las cuales no se les añade solución alguna que contenga S^{2-} , se proceden directamente a titular con tiosulfato, de tal manera que se puede observar si es que existe alguna interacción que pueda llegar a alterar el comportamiento durante las titulaciones.

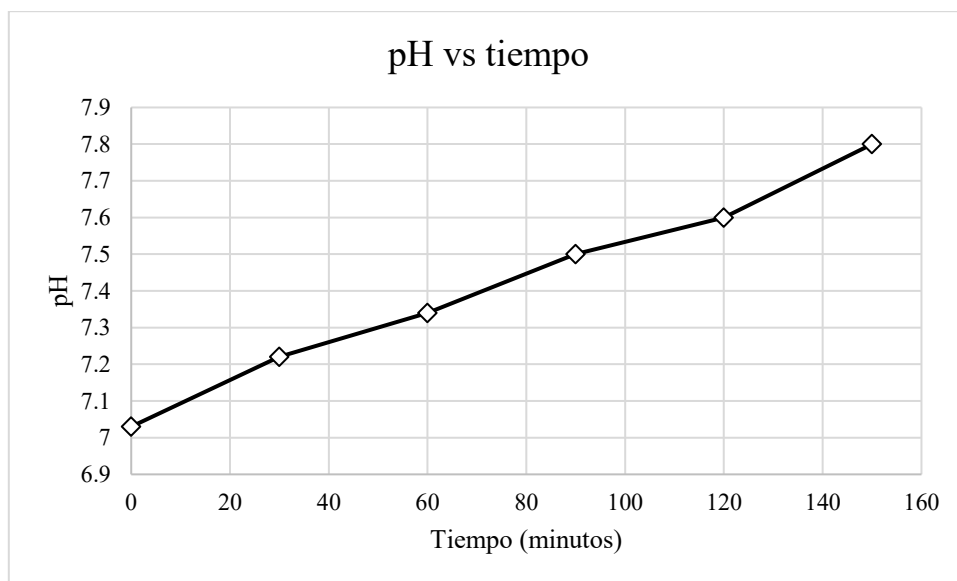
10. Resultados

10.1. Determinación de la estabilidad del S^{2-} con HCl a pH 7

La prueba inicia monitoreando pH y ORP; se extrae una muestra de la solución cada 30 minutos y se toman muestras hasta los 150 minutos. Para esta prueba se usó ácido clorhídrico a una concentración de 0.2 M para alcanzar un pH de 7.



Gráfica 1. Monitoreo de potencial en la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} .



Gráfica 2. Monitoreo de pH en la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} .

Tabla 6. Principales características de los resultados de la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} .

No. muestra	de Tiempo muestra (min)	de Molaridad teórica	Potencial	pH	Molaridad calculada	% Error
1	30	0.01	-417.5	7.22	0.01987	-98.7
2	60		-421.1	7.34	0.0196	-96.0
3	90		-425.2	7.5	0.0176	-76.0
4	120		-429.7	7.6	0.0035	65.0
5	150		-434.2	7.8	0.0035	65.0

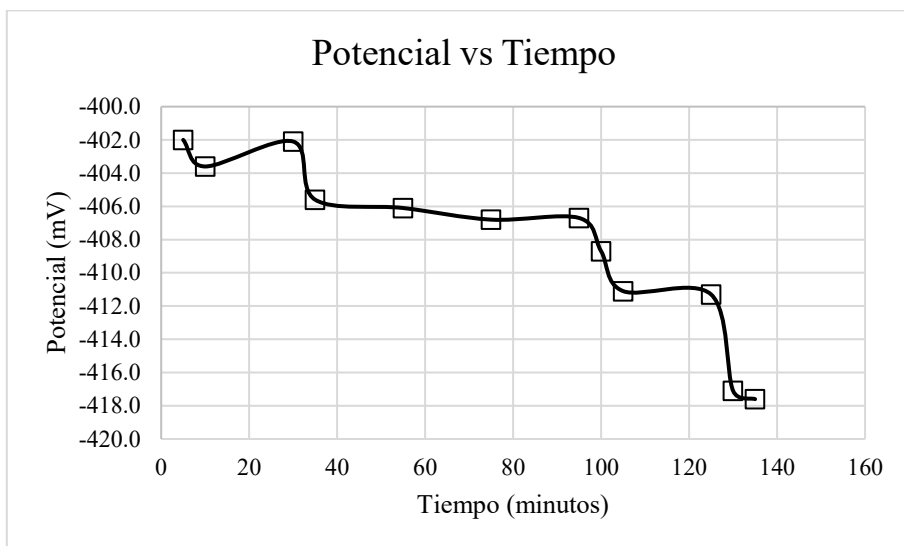
De acuerdo con los resultados de la Tabla 6, la determinación de la concentración de S^{2-} en solución con una concentración inicial de 0.01M, a los primeros 30 minutos se tiene una sobreestimación de alrededor del 98%, en los 90 minutos se tiene hasta un 76%, por otra parte, cuando se incrementa el tiempo entre 120 y 150 minutos, se muestra que la concentración de S^{2-} disminuye del 0.01 a 0.0035 M con un porcentaje de descomposición del S^{2-} del 65%, este efecto puede estar relacionado a la evolución del pH (Gráfica 2) de un valor inicial de 7 a 7.8 a los 150 minutos, es decir al incrementar el pH de forma natural se promueve inicialmente la formación de HS^- iónico y luego en forma gaseosa, lo que genera un mayor consumo del ion sulfuro.

La sobreestimación de S^{2-} está relacionada con la caída del potencial (Gráfica 1), en la que en los primeros 90 minutos se observa una caída abrupta de los valores.

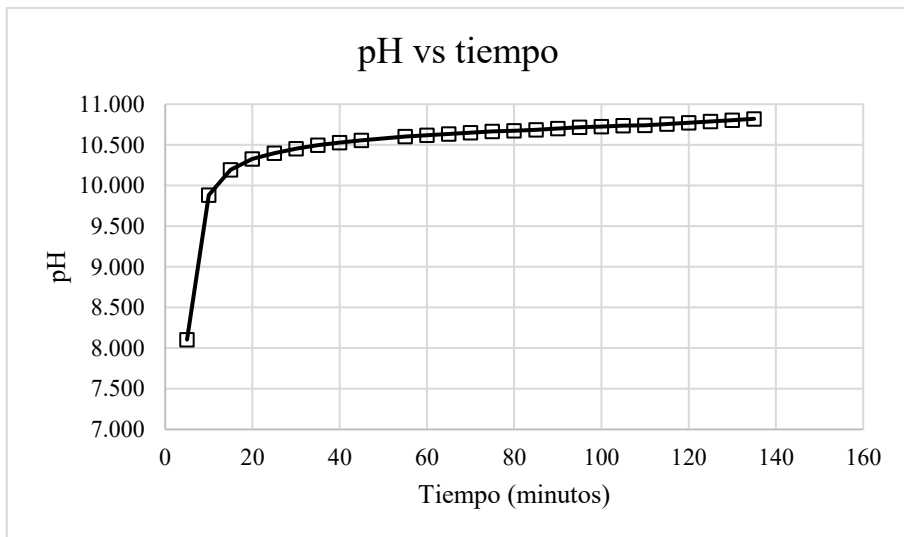
10.2. Determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 7, 3 y 5

Para estas pruebas, se reguló el pH inicial con ácido clorhídrico diluido a 0.2 M; posteriormente, solo se monitorearon el pH y el potencial del sistema.

10.2.1. pH 7



Gráfica 3. Monitoreo del potencial a través del tiempo para la prueba de determinación de estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 7.



Gráfica 4. Monitoreo del pH a través del tiempo para la prueba de determinación de estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 7.

Tabla 7. Resultados de la titulación para la prueba de determinación de estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 7.

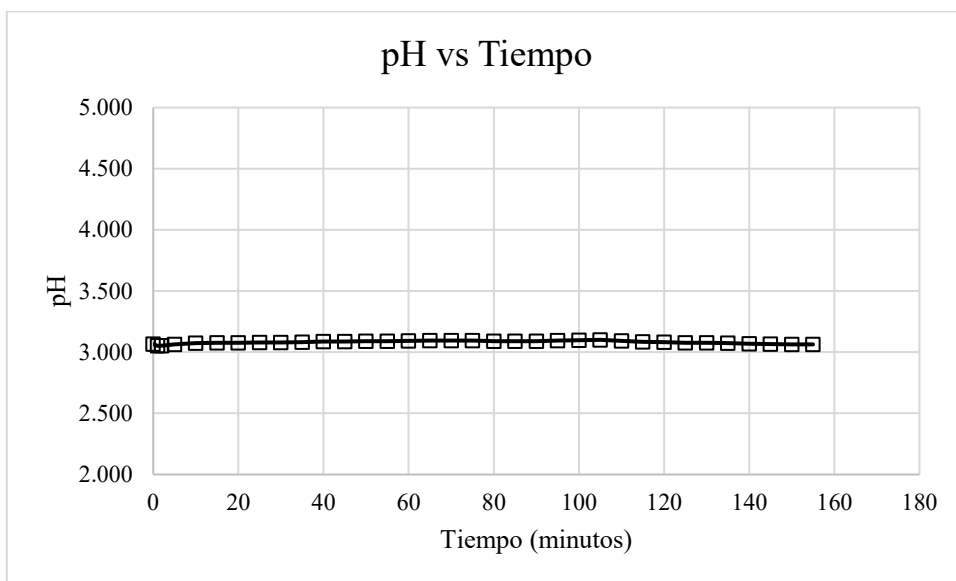
No. de muestra	Tiempo de muestra (min)	M teórica	Potencial	pH	M calculada	% Error
1	0		-400.0	7.2	0.000284	11.3
2	1		-401.0	7.5	0.000304	5.0
3	30	0.00032	-402.1	10.4	0.000384	-20.0
4	60		-406.0	10.6	0.000344	-7.5
5	90		-406.0	10.7	0.000344	-7.5
6	120		-411.0	10.7	0.000324	-1.3

De acuerdo a los resultados presentados en la Tabla 7, para una concentración inicial de S^{2-} a 0.00032 M, se tiene un consumo de S^{2-} del 11.3% y 5% al inicio y 1 minuto de iniciada la prueba, este comportamiento está relacionado con el incremento de pH de 7.2 a aproximadamente 7.5 que ocurrió en el lapso de tiempo de las primeras dos mediciones, después de este periodo se observa un valor de pH casi constante (aproximadamente 10.5), a pesar de la estabilidad del pH, se tiene una sobreestimación del S^{2-} del 20%, 7.5% y 1.3% a los 30, 60 y 120 minutos respectivamente.

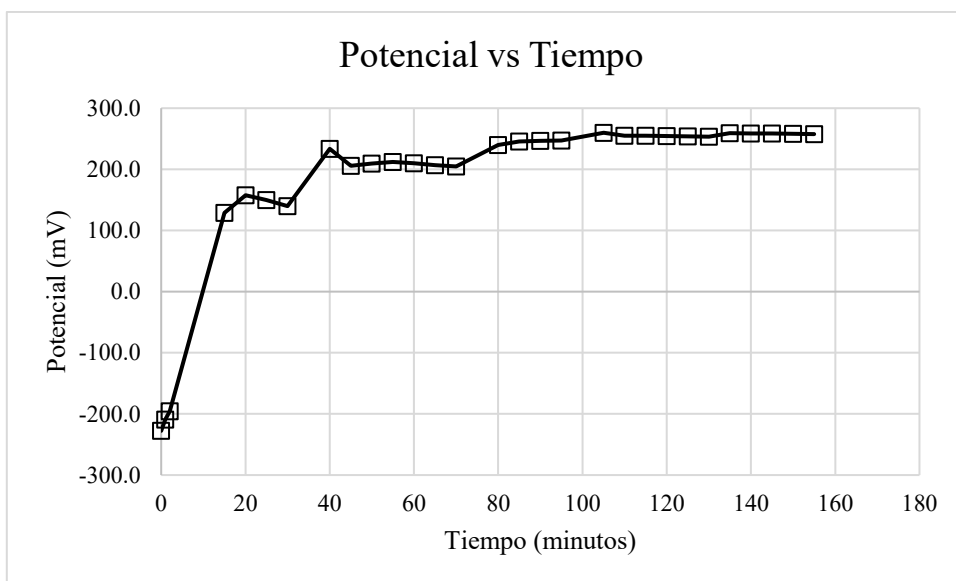
De la Gráfica 3, la sobreestimación del S^{2-} coincide con el pico de potencial que se registra aproximadamente al minuto 30. A partir de ahí, mantuvo un comportamiento constante hasta antes del minuto 100, cuando se registró otra caída del potencial. Se volvió a estabilizar durante algunos minutos y, cerca del final de la prueba, se registró una última caída del potencial, aproximadamente a -411 mV.

En la gráfica 4 se observa con más detalle el cambio de pH con el tiempo, que se incrementa de manera notable en los primeros 20 minutos, alcanzando valores superiores a 10, los cuales se mantendrían durante el resto de la prueba, sin alcanzar un pH de 11.

10.2.2. pH 3



Gráfica 5. Monitoreo del pH a lo largo del tiempo para la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 3.



Gráfica 6. Monitoreo del potencial a través del tiempo para la prueba de determinación de estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 3.

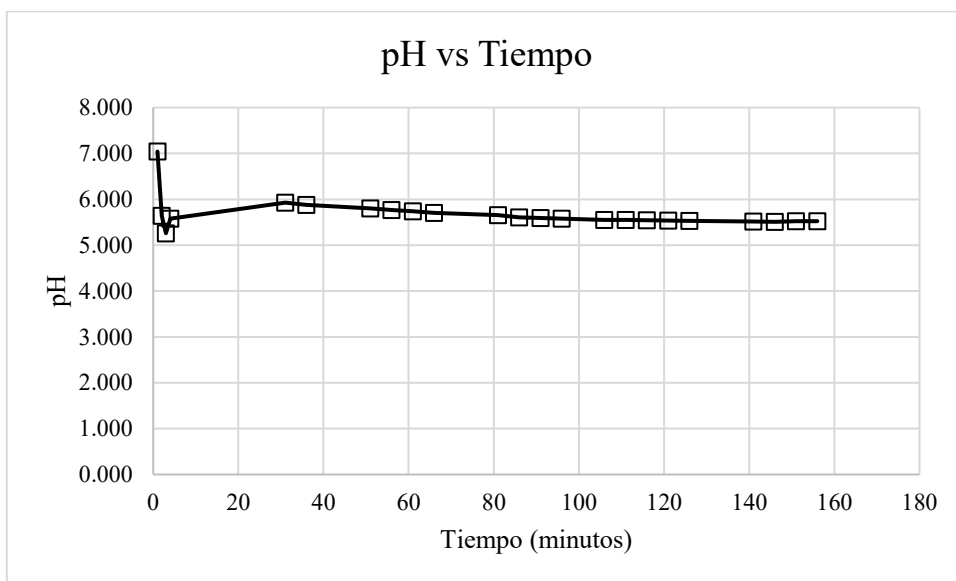
Tabla 8. Resultados de la titulación para la determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 3.

No. de muestra	Tiempo de muestra (min)	M teórica	Potencial	pH	M calculada	% Error
1	0	0.0005	-227.6	3.06	0.000175	65.0
2	30		140.0	3.08	0.000155	69.0
3	60		210.0	3.09	0.00005	90.0
4	90		246.8	3.09	0.00005	90.0
5	120		254.5	3.08	0	100.0
6	150		257.7	3.06	0	100.0

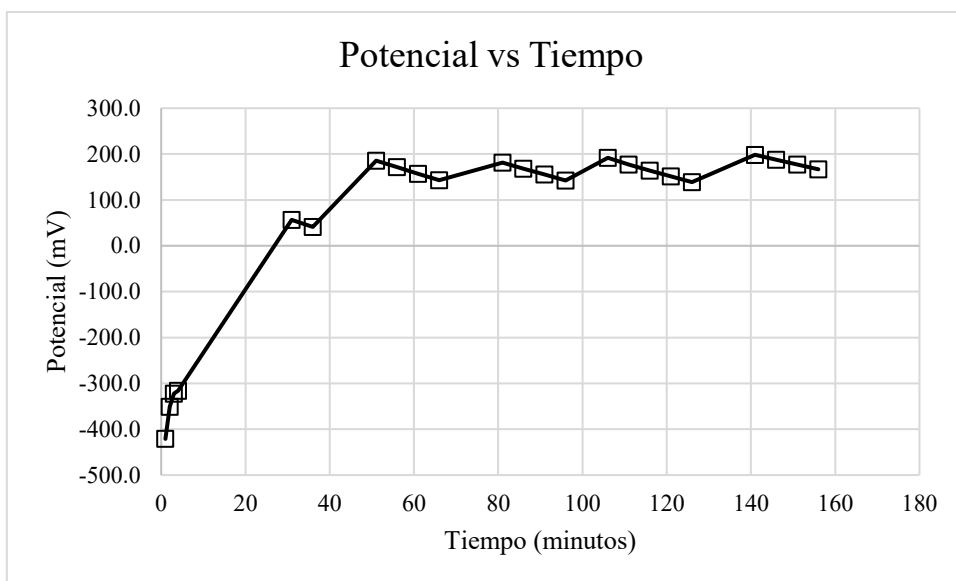
Los resultados obtenidos de la Tabla 8 indican que la concentración del S^{2-} disminuye desde el principio de la prueba, en el minuto 0 el porcentaje de descomposición del S^{2-} fue del 65%, en el minuto 30 sube a un 69%, en el minuto 60 y 90 se tienen valores cercanos al 90% de descomposición, sin embargo, a partir del minuto 120 se registra la ausencia total del ion S^{2-} . En la Gráfica 5, el pH inicia en 3.05, posteriormente, se tiene una pendiente donde alcanza un pico por debajo de 3.1 antes del minuto 80, después, el pH sufre una pequeña disminución, hasta el minuto 100 que vuelve a subir a 3.1, por último, sigue disminuyendo de manera gradual hasta el final de la prueba. En esta prueba el pH se mantuvo en valores cercanos a 3, teniendo poca variación, sin embargo, desde el principio de la prueba los valores de S^{2-} disminuyen drásticamente, señalando que mantener este nivel de pH puede ser contraproducente para el S^{2-} .

De la Gráfica 6, el potencial inicia en -200 mV, para el minuto 30 que se tomó la primer muestra, el potencial aumentó por encima de los 100 mV, en la muestra del minuto 60, el potencial se mantuvo cerca de los 200 mV, fue hasta antes del minuto 80 que vuelve a aumentar el potencial, en estas últimas dos mediciones se tiene una disminución del S^{2-} del 90%, posteriormente, tras el minuto 100, donde el potencial vuelve a aumentar, se comporta de manera más lineal hasta el final de la prueba, es ahí donde las muestras que se tomaron en el minuto 120 y 150 señalan la ausencia de S^{2-} , por lo tanto, un incremento del potencial sugiere una mayor descomposición del S^{2-} .

10.2.3. pH 5



Gráfica 7. Monitoreo del pH a lo largo del tiempo para la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 5.



Gráfica 8. Monitoreo del potencial a lo largo del tiempo para la prueba de determinación de la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 5.

Tabla 9. Resultados de la titulación para determinar la estabilidad del S^{2-} en presencia de N_2 a pH 5.

No. muestra	Tiempo de de muestra (min)	M teórica	Potencial	pH	M calculada	% Error
1	0	0.0011	-421.1	5.80	0.0002278	79.3
2	30		56.2	5.80	0.0001278	88.4
3	60		157.2	5.67	0.0000278	97.5
4	90		155.2	5.55	0.0000278	97.5
5	120		151.3	5.13	0.0000278	97.5
6	150		177.3	5.51	0.0002778	74.7

De acuerdo con la Tabla 9, al inicio de la prueba se tiene una disminución del 79.3% en la concentración del S^{2-} , esta muestra se tomó cuando el pH aún se encontraba en un valor de 5.8 (Gráfica 7) y con un potencial por debajo de -300 mV. En la segunda muestra, tomada al minuto 30, el pH se mantiene en 5.8; sin embargo, el potencial sube a valores por encima de cero, lo cual se relaciona con una disminución del 88%. Es decir, un incremento del potencial promueve una disminución de la concentración de S^{2-} .

En las pruebas de 60, 90 y 120, la disminución del S^{2-} se mantiene en 97.5%, el potencial durante estas muestras va cambiando de valor, sin embargo, se mantiene entre 100 y 200 mV, por otra parte, el pH comienza a disminuir gradualmente, es hasta el minuto 150, que se obtiene la última muestra, cuando el pH parece subir un poco y se tiene una disminución de 74% del S^{2-} .

10.3. Determinación de S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con uso de solución buffer y ácido clorhídrico

Para estas pruebas se prepararon soluciones a distintas concentraciones de S^{2-} , a las cuales se les añade una solución buffer de ácido acético y acetato de sodio que estabiliza el pH en valores cercanos a 5, posteriormente se añade otra solución, la cual posee ácido clorhídrico a 6 M, triyoduro en exceso y almidón, con esta adición, el pH baja a niveles cercanos a cero, por último, se comienza la titulación inversa y se agregan alícuotas de tiosulfato para valorar la concentración del S^{2-} .

Tabla 10. Resultados de las titulaciones inversas para la determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con el uso de solución buffer y ácido clorhídrico.

No. de muestra	M teórica	Potencial después de la adición de ácido acético (mV)	Potencial después de la adición de ácido clorhídrico y triyoduro en exceso (mV)	M calculada	% Error
1	0.000125	-259	379	0.000069	45.04
2		-258.2	379	0.000178	-42.50
3		-256	378	0.000194	-55.00
4		-256	377	0.000178	-42.50
5		-256	378	0.000147	-17.50
6		-201	358	0.000328	-162.48
7		-148	353	0.000329	-163.13
8		-137	363	0.000311	-148.76
9		-108	367	0.000319	-155.01
10		-73	373	0.000311	-148.76
11		33	372	0.000305	-143.76
12	0.00125	-275	306	0.001852	-48.13
13		-249.0	318	0.001773	-41.88
14		-224	310	0.001945	-55.63
15		-175	305	0.001988	-59.06
16		-186	325	0.001801	-44.06
17	0.00375	-273	325	0.004063	-8.33

Para la concentración de 0.000125 M se han obtenido valores que en su mayoría sobreestiman la cantidad del S^{2-} , solo en una muestra se tuvo una disminución del 45%, cabe señalar que en esa muestra donde el error ha sido positivo, los potenciales al momento de agregar tanto el ácido acético como el ácido clorhídrico, fueron los que tuvieron los valores más elevados, por otra parte, la muestra que posee una sobreestimación del -163%, ha sido la que posee el potencial menor al momento de adicionar el ácido clorhídrico, pues alcanzó el valor de 353 mV, siendo el menor valor de esa concentración. A pesar de los potenciales que se encuentran en rangos similares, las pruebas poseen una varianza considerable.

En la concentración de 0.00125 M, todos los valores obtenidos sobreestiman la concentración del S^{2-} . La concentración más alta ha sido del 59%; su potencial al momento de agregar el ácido acético no es de los más altos. Sin embargo, el potencial que se obtuvo cuando se agregó el ácido clorhídrico sí es el más bajo, con un valor de 305 mV.

Por último, en la concentración de 0.00375 se realizó una sola prueba, que presentó uno de los porcentajes de error más bajos, del 8.33%, respecto a la concentración teórica del S^{2-} .

Durante distintas pruebas realizadas para la Tabla 10, algunas presentaron titulaciones “anormales”, puesto que, al agregar triyoduro en exceso, tanto visualmente como potencialmente, la titulación concluía al instante, lo que indicaba una sobreestimación de S^{2-} , por lo tanto, se reduce el número de replicas.

10.4. Determinación de S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con uso de N_2 , solución buffer y ácido clorhídrico

Para estas pruebas se usó una solución buffer de ácido acético y acetato de sodio, las cuales mantienen el pH cercano a 5, posteriormente se añade una solución de ácido clorhídrico a 6 M, triyoduro en exceso y almidón, dicha solución asegura un pH bajo en el cual se llevará a cabo la titulación inversa.

Tabla 11. Resultados de las titulaciones inversas para la determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.000125, 0.00125 y 0.00375 M con el uso de solución buffer, ácido clorhídrico y N_2 .

No. de muestra	M teórica	Potencial después de la adición de ácido acético (mV)	Potencial después de la adición de ácido clorhídrico y triyoduro en exceso (mV)	M calculada	% Error
1	0.000125	47	387	0.000258	-106.26
2		-122	393	0.000029	76.87
3		22	398	0.000029	76.87
4		-40	378	0.000107	14.37
5		-20	376	0.000123	1.87
6		-80	381	0.000102	18.74
7		-80	385	0.000064	48.74
8		-82	376	0.000123	1.24
9	0.00125	-231	340	0.001520	-21.56
10		-190.0	348	0.001020	18.44
11		-149	351	0.000676	45.94
12		-200	336	0.001141	8.74
13		-220	336	0.001453	-16.26
14		-220	337	0.001297	-3.76
15		-233	351	0.000335	73.20
16		-188	325	0.001460	-16.80
17	0.00375	-300	266	0.003125	16.67
18		-258.0	314	0.003500	6.67
19		-288	298	0.004219	-12.50
20		-300	270	0.004765	-27.07
21		-250	320	0.004740	-26.40
22		-270	290	0.004809	-28.23
23		-300	270	0.004906	-30.83
24		-288	298	0.004968	-32.48

Los resultados de la Tabla 11 muestran valores más cercanos a un error mínimo, sin embargo, existe variación entre las mismas pruebas, pues en algunas se tienen valores muy cercanos al 1% de error y en otras un porcentaje de error significativo, a pesar de que las pruebas pertenecen al mismo grupo de concentración teórica y se realizaron en condiciones similares.

Uno de los factores que podrían intervenir en los valores obtenidos ha sido el tiempo en el que se encuentran en contacto la muestra de sulfuro y la solución buffer, pues la solución parece indicar que pasa por reacciones intermedias que podrían interferir en la titulación yodométrica, pues el equilibrio que busca el sistema está relacionado con el tiempo de acondicionamiento, dicho tiempo para estas pruebas aún no se tomó en cuenta, provocando valoraciones distintas para cada caso.

Para la concentración de 0.000125 M, la muestra 1 ha sido la que más sobreestima el contenido de S^{2-} en la solución, reportando aproximadamente el doble de concentración. Por otra parte, las muestras 2 y 3 reportan una disminución de aproximadamente el 77%. Sin embargo, cabe destacar que las muestras 5 y 8 han sido las de menor error, pues reportan concentraciones muy cercanas a la teórica.

Para la concentración de 0.00125 M, aún se reporta una mayor cantidad de S^{2-} en las muestras 9 y 13, siendo la muestra 9 la que presenta un 21% más. Las muestras 10 y 11 muestran una disminución de la concentración, siendo la muestra 11 la que registra la mayor, con una disminución de aproximadamente 46%. Se tienen dos muestras que poseen un error mínimo, siendo las muestras 12 y 14, que poseen un error del 8 y -3% respectivamente.

En la última concentración de 0.00375 M, los resultados de las pruebas 17 a 20 poseen una sobreestimación del S^{2-} , siendo la prueba 20 la que tiene un valor más elevado de -28%, por otra parte, solo la muestra 15 y 16 muestran una disminución en la concentración, siendo la muestra 15 la que señala un 16% menos, mientras que la muestra 16 es la que reporta un menor error al poseer una reducción aproximada del 6%.

De acuerdo con las muestras anteriores, existe la posibilidad de que el nitrógeno en exceso ayude a disminuir las sobreestimaciones en la cantidad del ion S^{2-} , pues en las muestras donde se añade se reportó una menor cantidad de muestras con estas cuantificaciones, comparada

con la Tabla 10, en la que, al realizarlas en condiciones atmosféricas, la mayoría de las muestras arrojaron una sobreestimación.

10.5. Diseño experimental para la determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M con uso de solución buffer y ácido clorhídrico

El diseño experimental propuesto contiene tres concentraciones de S^{2-} y tres concentraciones de la solución buffer, y se varían los tiempos de contacto entre la solución de sulfuro y la solución buffer previos al inicio de las titulaciones inversas. En esta primera etapa se realizó el análisis de la muestra al contacto con la atmósfera y cuando se agrega nitrógeno en exceso, así como ácido clorhídrico para mantener lo más bajo posible el pH de la solución.

Las concentraciones de S^{2-} se mantuvieron en 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M, y se utilizó una solución tampón de ácido acético y acetato de sodio, además de ácido clorhídrico a 6 M para mantener un pH bajo durante la titulación inversa. En estas pruebas se añade el factor del tiempo, es decir, se deja transcurrir un determinado tiempo mientras el S^{2-} y la solución buffer interactúan, una vez pasado ese tiempo, se agrega la solución que contiene ácido clorhídrico, triyoduro y almidón, para posteriormente llevar a cabo la titulación inversa.

La razón de añadir el tiempo al diseño experimental se debe a que, a pesar de las réplicas realizadas en las titulaciones bajo las mismas condiciones, el factor del tiempo no fue contemplado en las distintas pruebas analizadas previamente, por lo que se cree que, al llevar una medición del tiempo en el acondicionamiento de la solución de sulfuro y del buffer, se pueden obtener valores con menores diferencias entre sí.

10.5.1. Pruebas con exceso de nitrógeno

Tabla 12. Tabla de resultados tras la titulación inversa del diseño experimental para la determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M con solución buffer, ácido clorhídrico y N_2 en exceso.

Prueba	Tiempo s	M teórica	Potencial	% Error	M final S^{2-}	Tiempo s	M final S^{2-} promedio
1	15	0.00125	-227	-0.75	0.00126	15	0.00113
2	15		-220	-4.75	0.00131		
3	15		-224	23.25	0.00096		
4	15		-220	19.25	0.00101		
5	30		-220	41.25	0.00073	30	0.00119
6	30		-219	49.25	0.00063		
7	30		-227	-45.76	0.00182		
8	30		-222	-25.76	0.00157		
9	45		-214	2.24	0.00122	45	0.00113
10	45		-220	-19.76	0.00150		
11	45		-213	24.24	0.00095		
12	45		-216	32.24	0.00085		
13	15	0.0125	-204	-9.976	0.01375	15	0.01305
14	15		-200	4.024	0.01200		
15	15		-200	0.024	0.01250		
16	15		-	-11.76	0.01397		
17	30		-215	18.024	0.01025	30	0.01055
18	30		-117	-9.976	0.01375		
19	30		-115	24.024	0.00950		
20	30		-205	30.24	0.00872		
21	45		-165	42.024	0.00725	45	0.00805
22	45		-120	62.024	0.00475		
23	45		-116	0.024	0.01250		
24	45		-112	38.24	0.00772		
25	15	0.0375	-120	3.13	0.03633	15	0.03826
26	15		-127	-30.87	0.04908		
27	15		-127	13.13	0.03258		
28	15		-	6.46	0.03508	30	0.04198
29	30		-146	17.13	0.03108		
30	30		-141	7.13	0.03483		

31	30	-170	-12.00	0.04200		
32	30	-200	-60.00	0.06000		
33	45	-172	41.13	0.02208		
34	45	-170	87.80	0.00458	45	0.02460
35	45	-158	10.67	0.03350		
36	45	-235	-2.00	0.03825		

En la Tabla 12 se presentan los resultados del diseño experimental. Para la primera concentración de 0.00125 M, el tiempo que resultó con menor porcentaje de error en cuestión de promedio ha sido el de 30 segundos, sin embargo, esto se debe a que se tienen resultados tanto positivos como negativos, que al promediarse parece indicar que se obtiene una molaridad parecida a la teórica. Las pruebas de esta primera molaridad con resultado favorable han sido las pruebas 1, 2 y 9, con un tiempo de 15 segundos, y la tercera ha sido de 45 segundos.

Para la segunda concentración de 0.0125 M, el tiempo con menor error fue de 15 segundos, pues se obtuvieron errores de aproximadamente -11, -9, 4 y 0%; sin embargo, en los tiempos de 30 y 45 segundos también hay pruebas en las que las concentraciones fueron cercanas a la teórica, tal es el caso de las pruebas 18 y 23, las cuales tuvieron errores de -9 y 0%, respectivamente.

En la tercera concentración de 0.0375 M, no hay un grupo de pruebas que posea varianzas en la cuantificación; solo las pruebas 25, 15, 30 y 36 son las únicas que poseen una cuantificación parecida a la teórica, siendo de 3, 6, 7 y -2% de error, sin embargo, estas pruebas se obtuvieron tras un tiempo de 15 segundos para las primeras dos, 30 y 45 segundos, respectivamente.

Tabla 13. Resultados de la prueba t de Welch para las pruebas con exceso de nitrógeno (jamovi, 2026).

		F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
% de Error	t de Welch	7.41863	2	12.88086	0.00719

Como resultado de la prueba t de Welch de la Tabla 13, se indica que sí existe varianza entre las medidas de las tres concentraciones.

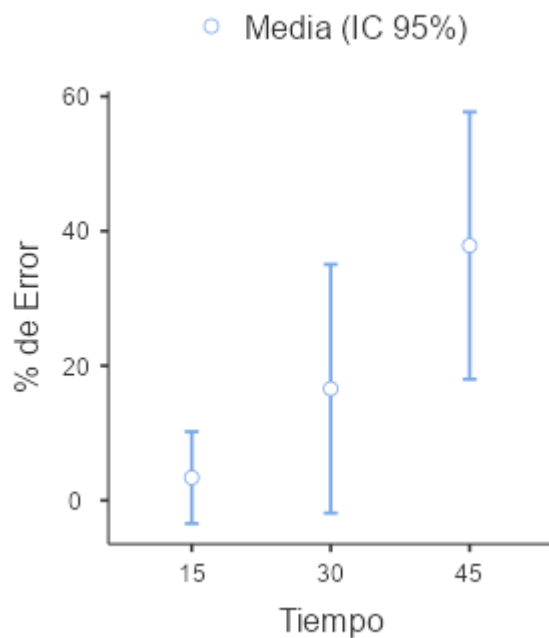
Tabla 14. Tukey Post-Hoc Test para las pruebas con exceso de nitrógeno (jamovi, 2026).

Tiempo		15	30	45
15	Diferencia de medias	—	-13.19333	-34.45111
	valor p	—	0.39126	0.00529
30	Diferencia de medias		—	-21.25778
	valor p		—	0.10133
45	Diferencia de medias			—
	valor p			—

En la prueba Tukey de la Tabla 14, se observa que las diferencias de medias entre el grupo de 15 y 30 segundos es considerable (-13.19), sin embargo, el valor de p mayor que 0.05, indica que las varianzas no son significativas, esto podría deberse a que se tienen valores semejantes en ambos grupos, al momento de obtener la media se observa una diferencia, sin embargo, la varianza de los dos grupos y la coincidencia algunos valores en ambos, provocan una correlación entre las medidas.

Entre el grupo de 15 y 45 segundos se observa una diferencia significativa, pues en este caso, la diferencia de medias es amplia (-34.45); sin embargo, el valor de p que se obtiene, indica que las varianzas son significativas, indicando que sí existe una diferencia entre ambos grupos.

Por último, entre el grupo de 30 y 45 segundos, la media es de -21.25, mientras que la p al ser mayor que 0.05, indica que la varianza no es estadísticamente significativa.



Gráfica 9. Relación entre el porcentaje de error y el tiempo en las pruebas con exceso de nitrógeno (jamovi, 2026).

De la Gráfica 9 se observa que el tiempo de 15 segundos ha sido el más favorable para obtener un error cercano a cero en las tres concentraciones.

10.5.2. Pruebas sin nitrógeno

Tabla 15. Tabla de resultados tras la titulación inversa del diseño experimental para la determinación de S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M, con solución buffer y ácido clorhídrico.

Prueba	M teórica	Tiempo min	Error %	M final S^{2-}	Tiempo s	M final S^{2-} promedio
1	0.00125	02:30	-14.00	0.00143	02:30	0.00114
2		02:30	-2.00	0.00128		
3		02:30	2.00	0.00123		
4		02:30	-24.64	0.00065		
5		05:00	2.00	0.00123	05:00	0.00113
6		05:00	10.00	0.00113		
7		05:00	26.00	0.00093		
8		05:00	2.00	0.00123		
9		10:00	42.00	0.00073	10:00	0.00030
10		10:00	79.36	0.00011		
11		10:00	67.36	0.00017		
12		10:00	59.36	0.00021		
13	0.0125	02:30	44.00	0.00700	02:30	0.00786
14		02:30	48.00	0.00650		
15		02:30	34.24	0.00822		
16		02:30	22.24	0.00972		
17		05:00	66.24	0.00422	05:00	0.00347
18		05:00	70.24	0.00372		
19		05:00	78.24	0.00272		
20		05:00	74.24	0.00322		
21		10:00	100.00	0.00000	10:00	0.00228
22		10:00	71.72	0.00354		
23		10:00	83.72	0.00204		
24		10:00	71.72	0.00354		
25	0.0375	02:30	3.47	0.03620	02:30	0.03858
26		02:30	-8.53	0.04070		
27		02:30	-7.20	0.04020		
28		02:30	0.80	0.03720		
29		05:00	-16.53	0.04370	05:00	0.02445
30		05:00	58.13	0.01570		
31		05:00	56.80	0.01620		

32	05:00	40.80	0.02220		
33	10:00	82.13	0.00670		
34	10:00	82.13	0.00670	10:00	0.00920
35	10:00	68.80	0.01170		
36	10:00	68.80	0.01170		

En la Tabla 15 se presentan los valores obtenidos para las titulaciones inversas del S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M, utilizando una solución tampón y ácido clorhídrico. Para la molaridad de 0.00125, los valores que se obtuvieron en el tiempo de 2:30 minutos, tres pruebas han resultado en una sobreestimación del S^{2-} , solo una prueba ha sido mayor a cero, sin embargo, esa prueba indica un valor de 2% de error, para el tiempo de 5 minutos, en tres pruebas se tiene un error menor o igual al 10%, solo en una se tiene un valor considerablemente alto, el cual fue de 26%. Durante los 10 minutos, en las 4 pruebas se ha registrado un error mayor del 40%.

Para la segunda concentración de 0.0125 M, en todas las pruebas se obtuvo una cuantificación del S^{2-} menor que la concentración teórica, siendo el tiempo de 2:30 el que presenta el menor error; sin embargo, el error más cercano a cero obtenido para este grupo de pruebas fue de 22% en la prueba 16.

En la tercer concentración de 0.0375 M, el tiempo de 2:30 minutos, en tres pruebas se obtuvo una sobreestimación, en la cuarta prueba se obtuvo un error del 0.8%, sin embargo, en las primeras tres pruebas el mayor error ha sido de -8%, por lo que se puede decir que las 4 medidas de este tiempo y concentración han sido las que poseen menos varianza entre sí, manteniéndose cercanas a un error del 0%. En 5 minutos, el error se incrementa significativamente; en la prueba 29 se obtiene un error de -16, mientras que en las pruebas 30, 31 y 32 los errores superan el 40%. En 10 minutos, dos pruebas presentan un error del 82% y las otras dos del 68%, lo que las sitúa entre las más altas para esta concentración.

Tabla 16. ANOVA de un factor (Fisher) para las pruebas sin nitrógeno (jamovi, 2026).

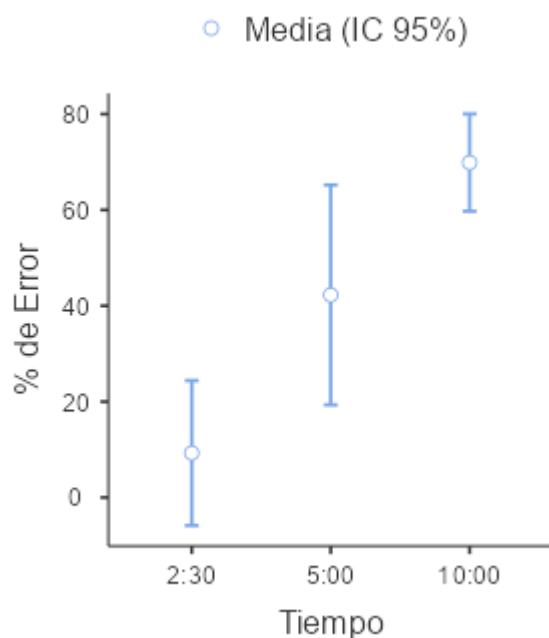
		F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
% de Error	t de Welch	28.49052	2	14.63040	<.00001

El valor que se tiene para t de Welch y Fisher de la Tabla 16, indica una diferencia significativa entre los resultados obtenidos, el valor de p es muy bajo, confirmando que existen diferencias muy significativas entre todas las muestras.

Tabla 17. Tukey Post Hoc Test para pruebas sin nitrógeno (jamovi, 2026).

Tiempo		2:30	5:00	10:00
2:30	Diferencia de medias	—	-32.98889	-60.59889
	valor p	—	0.01082	0.00001
5:00	Diferencia de medias		—	-27.61000
	valor p		—	0.03513
10:00	Diferencia de medias			—
	valor p			—

La prueba de Tukey de la Tabla 15, nos muestra que existe una diferencia significativa a considerar entre los tres grupos, sin embargo, parece indicar que las diferencias entre las pruebas de 5 y 10 minutos no es tan amplia, sin embargo, esto sucede debido a que en general, en toda la tabla se mantuvieron cuantificaciones con porcentajes de errores altos.



Gráfica 10. Relación entre el porcentaje de error y el tiempo en las pruebas sin nitrógeno (jamovi, 2026).

La gráfica 10 muestra que la varianza entre la media y el resultado de las pruebas es más amplia en los tiempos de 2:30 y 5:00 minutos, siendo el tiempo de 10:00 el que tiene menos varianza entre las pruebas mismas, sin embargo, el error en las pruebas de 2:30 minutos es menor comparado a los otros dos tiempos.

10.6. Determinación del S^{2-} a concentraciones de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M, usando solamente solución buffer a pH 4.75, 4 y 3, así como concentración del buffer de 0.4, 0.3 y 0.1 M a temperatura ambiente

En el diseño experimental de las siguientes pruebas se mantuvieron las concentraciones de S^{2-} de 0.00125, 0.0125 y 0.0375 M, se optó por solo usar la solución buffer para controlar el pH, se usó a distinta molaridad respecto al ácido acético, usando concentraciones de 0.4, 0.3 y 0.1 M, así como distintos niveles de pH como 4.75, 4 y 3, la solución a titular se encuentra en contacto con la atmósfera y se tiene una medición del tiempo en la cual interactúan la solución de sulfuro y la solución buffer. Para la titulación inversa se añaden 10 ml de la solución buffer (que posee la misma concentración que la que se añade primero a la solución de sulfuro), triyoduro en exceso y almidón al 2%.

10.6.1. Pruebas con 0.00125 M de S^{2-} con efecto de la concentración del buffer, pH y tiempo

Tabla 18. Tabla de resultados de la determinación del S^{2-} a la concentración de 0.00125 M, usando soluciones buffer a pH 4.75, 4 y 3, y a concentraciones de buffer de 0.4, 0.3 y 0.1 M.

Prueba	pH	Molaridad del buffer	Tiempo (min)	Error %	M final S^{2-}	Tiempo (s)	M final S^{2-} promedio	% Error promedio
1			02:30	-20.00	0.00150			
2			02:30	-16.00	0.00145	02:30	0.00146	-16.67
3			02:30	-14.00	0.00143			
4			05:00	-20.00	0.00150			
5	4.75	0.4	05:00	-16.00	0.00145	05:00	0.00144	-15.33
6			05:00	-10.00	0.00138			
7			10:00	0.00	0.00125			
8			10:00	8.00	0.00115	10:00	0.00122	2.67
9			10:00	0.00	0.00125			
19			02:30	-12.00	0.00140			
20			02:30	-14.00	0.00143	02:30	0.00140	-12.00
21			02:30	-10.00	0.00138			
22	4	0.4	05:00	18.00	0.00103			
23			05:00	26.00	0.00093	05:00	0.00096	23.33
24			05:00	26.00	0.00093			

Comportamiento del sulfuro durante la determinación por titulación yodométrica a temperatura ambiente

25			10:00	40.00	0.00075		
26			10:00	52.00	0.00060	10:00	0.00070 44.00
27			10:00	36.00	0.00075		
10			02:30	-14.00	0.00143		
11			02:30	-12.00	0.00140	02:30	0.00141 -12.67
12			02:30	-12.00	0.00140		
13			05:00	-16.00	0.00145		
14	3	0.4	05:00	-18.00	0.00148	05:00	0.00144 -15.33
15			05:00	-12.00	0.00140		
16			10:00	10.00	0.00113		
17			10:00	4.00	0.00120	10:00	0.00116 7.33
18			10:00	8.00	0.00115		
28			02:30	0.00	0.00125		
29			02:30	2.40	0.00122	02:30	0.00123 1.40
30			02:30	1.80	0.00123		
31			05:00	14.00	0.00108		
32	4.75	0.3	05:00	12.00	0.00110	05:00	0.00108 13.33
33			05:00	14.00	0.00108		
34			10:00	32.00	0.00085		
35			10:00	34.00	0.00083	10:00	0.00079 36.67
36			10:00	44.00	0.00070		
37			02:30	2.60	0.00122		
38			02:30	-1.60	0.00127	02:30	0.00124 0.87
39			02:30	1.60	0.00123		
40			05:00	18.40	0.00102		
41	4	0.3	05:00	18.00	0.00103	05:00	0.00102 18.60
42			05:00	19.40	0.00101		
43			10:00	42.40	0.00072		
44			10:00	42.00	0.00073	10:00	0.00073 41.80
45			10:00	41.00	0.00074		
46			02:30	-33.40	0.00167		
47			02:30	-44.00	0.00180	02:30	0.00171 -36.60
48			02:30	-32.40	0.00166		
49			05:00	4.60	0.00119		
50	3	0.3	05:00	8.00	0.00115	05:00	0.00118 5.53
51			05:00	4.00	0.00120		
52			10:00	8.00	0.00115		
53			10:00	16.00	0.00105	10:00	0.00108 13.33
54			10:00	16.00	0.00105		
55			02:30	-44.00	0.00180		
56	4.75	0.1	02:30	-30.00	0.00163	02:30	0.00174 -39.33
57			02:30	-44.00	0.00180		

58			05:00	-11.00	0.00139		
59			05:00	-20.00	0.00150	05:00	0.00148 -18.33
60			05:00	-24.00	0.00155		
61			10:00	24.00	0.00095		
62			10:00	20.00	0.00100	10:00	0.00097 22.67
63			10:00	24.00	0.00095		
64			02:30	-67.00	0.00209		
65			02:30	-75.00	0.00219	02:30	0.00210 -68.33
66			02:30	-63.00	0.00204		
67			05:00	-27.00	0.00159		
68	4	0.1	05:00	-35.00	0.00169	05:00	0.00163 -30.33
69			05:00	-29.00	0.00161		
70			10:00	-3.00	0.00129		
71			10:00	1.00	0.00124	10:00	0.00125 0.33
72			10:00	3.00	0.00121		
73			02:30	-54.00	0.00193		
74			02:30	-48.00	0.00185	02:30	0.00183 -46.00
75			02:30	-36.00	0.00170		
76			05:00	-16.00	0.00145		
77	3	0.1	05:00	-16.00	0.00145	05:00	0.00143 -14.00
78			05:00	-10.00	0.00138		
79			10:00	8.40	0.00115		
80			10:00	-4.00	0.00130	10:00	0.00120 4.13
81			10:00	8.00	0.00115		

En la Tabla 18 se encuentran los datos de las titulaciones inversas que se han hecho para la concentración del S^{2-} a 0.00125 M; en las distintas pruebas se fue variando el tiempo, la molaridad del buffer y el pH.

10.6.1.1. Resultados en relación al pH

Tabla 19. Muestra los resultados para las pruebas de *t* de Welch y Fisher para el primer análisis respecto al pH (jamovi, 2026).

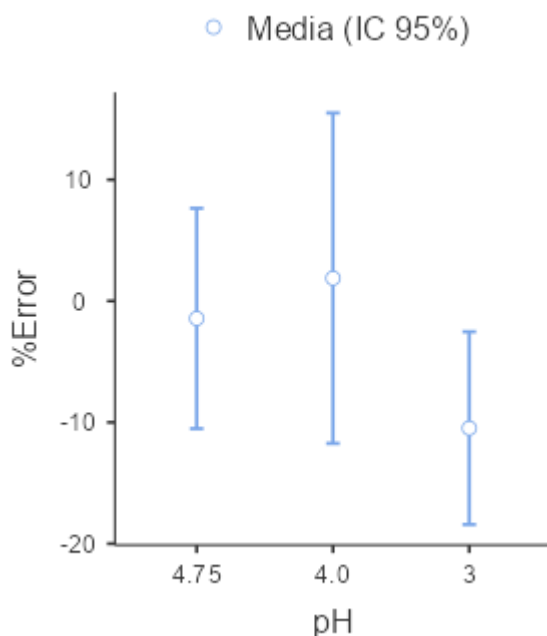
	F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
%Error t de Welch	1.84097	2	50.10396	0.16924

De la Tabla 19, la prueba de Welch indica que existe cierta varianza entre las medias; sin embargo, mantienen cierta homogeneidad entre sí.

Tabla 20. Media, desviación estándar y error estándar del pH (jamovi, 2026).

	pH	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	4.75	27	-1.43704	22.95333	4.41737
	4.0	27	1.88148	34.42438	6.62497
	3	27	-10.47407	20.07962	3.86433

En la Tabla 20 las medias con menos error se tienen en los pH 4.75 y 4, sin embargo, es en el pH 4.75 donde tenemos menos desviación estándar, indicando una menor dispersión de los datos, mientras que el error estándar de esta comparativa no es el mejor de los tres, pues es en el pH 3 donde la desviación estándar y error estándar son menores, sin embargo, la media de las pruebas es la más alta.



Gráfica 11. Gráfica de la relación entre el porcentaje de error y el pH (jamovi, 2026).

En la Gráfica 11 se observa que los tres valores de pH presentan una amplitud moderada en el rango de error; sin embargo, es a pH 4.75 que el margen de error abarca mayoritariamente entre -10 y 10%, siendo este el pH con mejor comportamiento.

Tabla 21. Pruebas de Tukey Post-Hoc para los distintos niveles de pH(jamovi, 2026).

pH		4.75	4.0	3
4.75	Diferencia de medias	—	-3.31852	9.03704
	valor p	—	0.89045	0.42740
4.0	Diferencia de medias		—	12.35556
	valor p		—	0.20802
3	Diferencia de medias			—
	valor p			—

En la Tabla 21 se observa que las diferencias de medias entre las muestras del grupo de pH 4.75 y pH 4 es de -3, mientras que el valor de p confirma que sí existe cierta similitud entre los dos grupos. La comparativa entre los niveles de pH de 4.75 y 3 indica una diferencia más notable en las medias y una varianza mayor entre ambos grupos. La comparativa entre el grupo de pH 4 y 3 señalan una diferencia más alta respecto a las dos anteriores, sin embargo, muestran una varianza un poco mayor, señalando un poco más de diferencias entre los grupos respecto a las dos anteriores.

10.6.1.2. Resultados en relación a la molaridad del buffer

Tabla 22. Muestra los resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher sobre la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

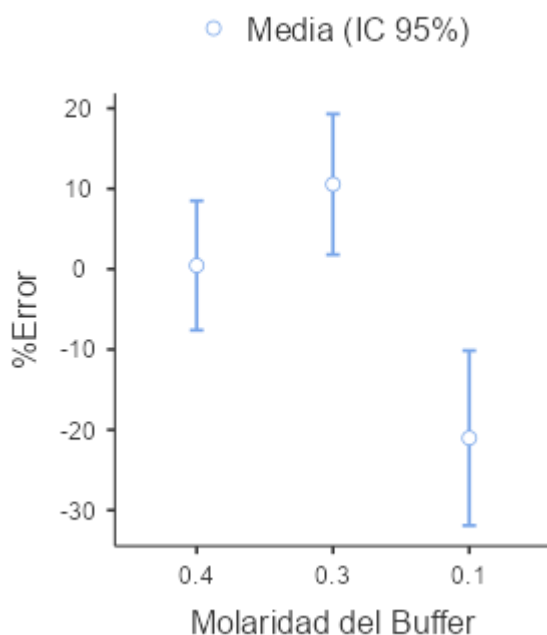
	F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
%Error t de Welch	10.76038	2	51.29008	0.00013

En la Tabla 22 se observa que los resultados del test t de Welch indican una diferencia considerable entre las muestras, pues la F se aleja de 1 y el valor de p es menor que 0.05.

Tabla 23. Media, desviación estándar y error estándar de la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

	Molaridad del buffer	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	0.4	27	0.44444	20.35329	3.91699
	0.3	27	10.54815	22.12632	4.25821
	0.1	27	-21.02222	27.50129	5.29263

De la Tabla 23 se muestra que el buffer con una concentración de 0.4 cuenta con una media cercana a cero, además de poseer la menor desviación estándar y error estándar respecto a las otras dos molaridades, lo que significa que hay menor dispersión de datos y mejor precisión de la media respecto a las otras dos molaridades, por otra parte, las molaridades del buffer de 0.3 y 0.1 poseen una media más alejada del error mínimo.



Gráfica 12. Relación entre el porcentaje de error y la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

En la Gráfica 12 observamos que la molaridad del buffer de 0.4 M se encuentra en un rango de error más estrecho, con un intervalo de -10 a 10%. La molaridad de 0.3 presenta un margen de error de 0 a 10%; sin embargo, también se observa que supera el 10%. Por último, la molaridad de 0.1 es la que posee un error mayor que el -10% en su mayoría, siendo la menos satisfactoria respecto a las otras 3 molaridades.

Tabla 24. Resultados de la prueba post hoc de Tukey respecto a la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

	Molaridad del buffer	0.4	0.3	0.1
0.4	Diferencia de medias	—	-10.10370	21.46667
	valor p	—	0.26114	0.00350
0.3	Diferencia de medias		—	31.57037
	valor p		—	0.00001
0.1	Diferencia de medias			—
	valor p			—

En la Tabla 24 se observa que la diferencia de medias entre los buffers de 0.4 M y 0.3 M es de -10, siendo la relación entre grupos con menor diferencia; sin embargo, la diferencia es amplia cuando se comparan las molaridades de 0.4 y 0.3 (21.5 y 31.6, respectivamente) con la de 0.1.

10.6.1.3. Resultados en relación al tiempo

Tabla 25. Resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher respecto al tiempo (jamovi, 2026).

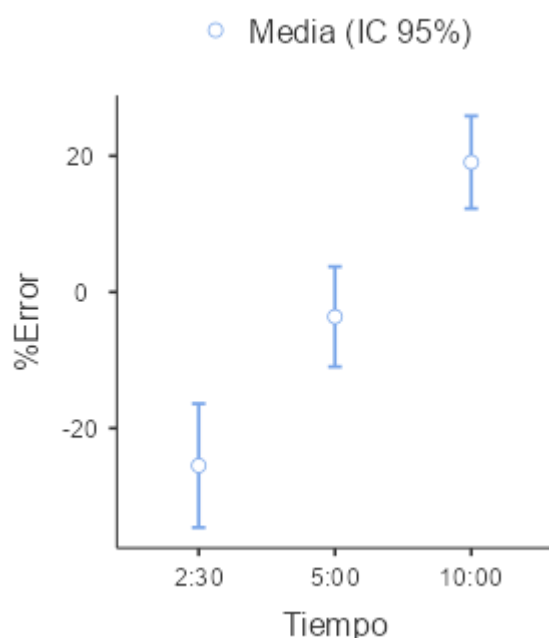
	F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
%Error t de Welch	33.21718	2	51.33386	<.00001

De acuerdo con la Tabla 25, podemos decir que las medias a lo largo del tiempo son heterogéneas y presentan varianzas significativas entre sí.

Tabla 26. Media, desviación estándar y error estándar respecto al tiempo (jamovi, 2026).

	Tiempo	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	2:30	27	-25.48148	22.98657	4.42377
	5:00	27	-3.61481	18.58791	3.57725
	10:00	27	19.06667	17.19213	3.30863

En la Tabla 26 se observa que para el tiempo de 5 minutos es el que presenta una media de -3.61, la cual es cercana a cero respecto a los otros dos grupos, sin embargo, la desviación estándar y el error estándar para este grupo de tiempo es el más alto respecto a los otros dos.



Gráfica 13. Relación entre el porcentaje de error y el tiempo (jamovi, 2026).

En la Gráfica 13 observamos que el tiempo de 5 minutos presenta un error cercano a cero, mientras que los tiempos de 2:30 y 10 minutos presentan un error mayor.

Tabla 27. Prueba post hoc de Tukey para los distintos tiempos analizados (jamovi, 2026).

Tiempo		2:30	5:00	10:00
2:30	Diferencia de medias	—	-21.86667	-44.54815
	valor p	—	0.00033	<.00001
5:00	Diferencia de medias	—	—	-22.68148
	valor p	—	—	0.00019
10:00	Diferencia de medias	—	—	—
	valor p	—	—	—

De la Tabla 27 se observa que existen amplias diferencias entre los grupos medidos, lo que evidencia un amplio margen de error entre ellos. Esto indica que sí existe una diferencia en los resultados cuando el tiempo es uno de los factores a analizados

10.6.2. Pruebas con 0.0125 M de S^{2-} con efecto de la concentración del buffer, pH y tiempo

Tabla 28. Tabla de resultados de la determinación del S^{2-} a una concentración de 0.0125 M, usando soluciones buffer a pH 4.75, 4 y 3, y a concentraciones de buffer de 0.4, 0.3 y 0.1 M.

Prueba	pH	Molaridad del buffer	Tiempo (min)	Error %	M final S^{2-}	Tiempo (s)	M final S^{2-} promedio	% Error promedio
1	4.75	0.4	02:30	-32.00	0.016500	02:30	0.01640	-31.20
2			02:30	-26.00	0.015750			
3			02:30	-35.60	0.016950			
4			05:00	0.00	0.012500	05:00	0.01283	-2.67
5			05:00	-4.00	0.013000			
6			05:00	-4.00	0.013000			
7			10:00	40.00	0.007500	10:00	0.00758	39.33
8			10:00	40.00	0.007500			
9			10:00	38.00	0.007750			
10	4	0.4	02:30	-34.00	0.016750	02:30	0.01600	-28.00
11			02:30	-22.00	0.015250			
12			02:30	-28.00	0.016000			
13			05:00	24.00	0.009500	05:00	0.00967	22.67
14			05:00	24.00	0.009500			
15			05:00	20.00	0.010000			
16			10:00	55.00	0.005625	10:00	0.00579	53.67
17			10:00	58.00	0.005250			
18			10:00	48.00	0.006500			
19	3	0.4	02:30	-34.00	0.016750	02:30	0.01725	-38.00
20			02:30	-40.00	0.0175			
21			02:30	-40.00	0.017500			
22			05:00	32.00	0.008500	05:00	0.00947	24.27
23			05:00	20.00	0.010000			
24			05:00	20.80	0.009900			
25			10:00	52.00	0.006000	10:00	0.00567	54.67
26			10:00	54.00	0.005750			
27			10:00	58.00	0.005250			
28	4.75	0.3	02:30	-48.00	0.0185000	02:30	0.01682	-34.53
29			02:30	-35.60	0.016950			
30			02:30	-20.00	0.015000			
31			05:00	10.00	0.011250	05:00	0.01140	8.80
32			05:00	0.00	0.012500			
33			05:00	16.40	0.010450			
34			10:00	18.00	0.010250	10:00	0.00908	27.33

Comportamiento del sulfuro durante la determinación por titulación yodométrica a temperatura ambiente

35			10:00	44.00	0.007000			
36			10:00	20.00	0.010000			
37			02:30	-24.00	0.015500			
38			02:30	-40.00	0.017500	02:30	0.01733	-38.67
39			02:30	-52.00	0.019000			
40			05:00	0.00	0.012500			
41	4	0.3	05:00	18.00	0.010250	05:00	0.01192	4.67
42			05:00	-4.00	0.013000			
43			10:00	32.40	0.008450			
44			10:00	66.00	0.004250	10:00	0.00673	46.13
45			10:00	40.00	0.007500			
46			02:30	-28.00	0.016000			
47			02:30	-34.00	0.016750	02:30	0.01637	-30.93
48			02:30	-30.80	0.016350			
49			05:00	20.00	0.010000			
50	3	0.3	05:00	12.00	0.011000	05:00	0.01050	16.00
51			05:00	16.00	0.010500			
52			10:00	68.00	0.004000			
53			10:00	64.00	0.004500	10:00	0.00450	64.00
54			10:00	60.00	0.005000			
55			02:30	-39.60	0.017450			
56			02:30	-36.00	0.017000	02:30	0.01728	-38.27
57			02:30	-39.20	0.017400			
58			05:00	12.00	0.011000			
59	4.75	0.1	05:00	8.00	0.011500	05:00	0.01115	10.80
60			05:00	12.40	0.010950			
61			10:00	60.00	0.005000			
62			10:00	24.00	0.009500	10:00	0.00733	41.33
63			10:00	40.00	0.007500			
64			02:30	-52.00	0.019000			
65			02:30	-35.60	0.016950	02:30	0.01803	-44.27
66			02:30	-45.20	0.018150			
67			05:00	8.00	0.011500			
68	4	0.1	05:00	0.00	0.012500	05:00	0.01158	7.33
69			05:00	14.00	0.010750			
70			10:00	20.00	0.010000			
71			10:00	52.00	0.006000	10:00	0.00767	38.67
72			10:00	44.00	0.007000			
73			02:30	-24.00	0.015500			
74	3	0.1	02:30	-40.00	0.017500	02:30	0.01583	-26.67
75			02:30	-16.00	0.014500			
76			05:00	16.00	0.010500	05:00	0.01183	5.33

77	05:00	0.00	0.012500			
78	05:00	0.00	0.012500			
79	10:00	52.00	0.006000			
80	10:00	48.00	0.006500	10:00	0.00667	46.67
81	10:00	40.00	0.007500			

En la Tabla 28 se muestran los datos de las titulaciones para la concentración de 0.0125 M del S^{2-} , donde se han evaluado los efectos de la molaridad del buffer, el tiempo, y el pH.

10.6.2.1. Resultados en relación al pH

Tabla 29. Resultados de las pruebas *t* de Welch y de Fisher en relación con el pH (jamovi, 2026).

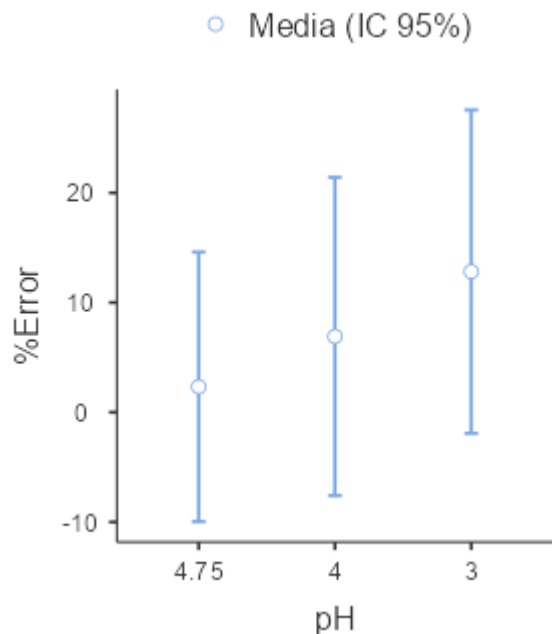
		F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
%Error	t de Welch	0.62449	2	51.61342	0.53953

Los cálculos de *t* de Welch de la Tabla 29, los datos medidos respecto al pH muestran poca varianza, pues la *F* es cercana a 1 y el valor de *p* es mayor a 0.05.

Tabla 30. Media, desviación estándar y error estándar del pH (jamovi, 2026).

	pH	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	4.75	27	2.32593	31.03111	5.97194
	4	27	6.91111	36.64778	7.05287
	3	27	12.81481	37.24521	7.16784

De la Tabla 30 se observa que la media entre los grupos de pH de 4.75 y 4 es menor al 10% de error; para el pH de 3 se tiene una media del 12%. A pesar de ello, la diferencia entre los grupos no es muy significativa. Esto confirma el valor obtenido en la prueba de Welch de la Tabla 29. La desviación y el error estándar del grupo de pH 4.75 son los menores de los tres grupos, lo que indica que es el grupo con la menor dispersión de datos y la mayor precisión en la media.



Gráfica 14. Relación entre el porcentaje de error y el pH (jamovi, 2026).

En la Gráfica 14 observamos que los 3 grupos de pH cuentan con cierto rango de error, siendo el pH de 4.75 el que mejor se encuentra posicionado, puesto que abarca desde -10 a aproximadamente 15% de error, comparado a los otros dos grupos de pH, sin embargo, los 3 grupos abarcan rangos parecidos.

Tabla 31. Prueba de Tukey post hoc respecto a los niveles de pH (jamovi, 2026).

pH		4.75	4	3
4.75	Diferencia de medias	—	-4.58519	-10.48889
	valor p	—	0.88087	0.51794
4	Diferencia de medias	—	—	-5.90370
	valor p	—	—	0.81060
3	Diferencia de medias	—	—	—
	valor p	—	—	—

De la Tabla 31 se observa que la diferencia de medias entre el pH 4.75 y el 4 es de -4.58, mientras que el valor de p es mayor que 0.5, lo que indica cierta homogeneidad entre ambos grupos. Entre los niveles de pH 4.75 y 3, la diferencia de medias aumenta a -10.48; sin

embargo, el valor de p sigue indicando cierta semejanza entre los datos medidos. Los grupos de pH 4 y 3 presentan una diferencia de medias de -5.90 y un valor de p que indica poca variabilidad entre ambos grupos.

10.6.2.2. Resultados en relación a la molaridad del buffer

Tabla 32. Resultados de las pruebas t de Welch sobre la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

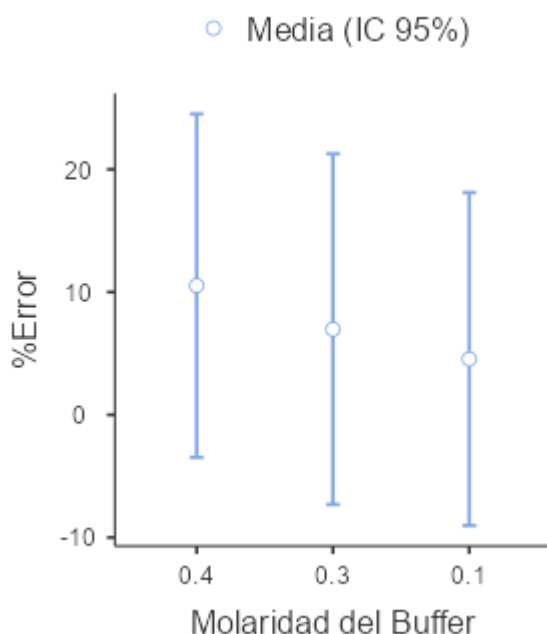
	F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
%Error t de Welch	0.19776	2	51.97642	0.82118

En la Tabla 32 se presentan los resultados de las pruebas t de Welch, lo que indica que sí existe cierta semejanza entre los grupos, pues la F no es cercana a 1; sin embargo, el valor de p es mayor que 0.05.

Tabla 33. Media, desviación estándar y error estándar del grupo de muestras respecto a la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

	Molaridad del Buffer	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	0.4	27	10.52593	35.36487	6.80597
	0.3	27	6.97778	36.11952	6.95120
	0.1	27	4.54815	34.30096	6.60122

De la Tabla 33 se observa que las medias de molaridad de 0.3 y 0.1 se encuentran dentro del rango de error menor al 10% (6.97 y 4.54, respectivamente); sin embargo, la molaridad del buffer de 0.4 se encuentra levemente por encima del 10% de error (10.52). Las desviaciones y los errores estándar son muy similares entre las tres molaridades; sin embargo, la molaridad de 0.1 presenta la menor media, la menor desviación estándar y el menor error estándar (4.54, 34.30 y 6.60, respectivamente), lo que indica una menor dispersión y una mayor precisión de la media respecto a las otras dos molaridades.



Gráfica 15. Relación entre el porcentaje de error y molaridad del buffer (jamovi, 2026).

De la Gráfica 15 se observa que las tres molaridades de buffer se encuentran en una parte donde el error es mayor al 10%, sin embargo, es en la molaridad de 0.1 la que representa una media más cercana a cero y en su mayoría se encuentra en el rango de -10 a 10% de error.

Tabla 34. Prueba Tukey Post-Hoc para las distintas molaridades del buffer (jamovi, 2026).

Molaridad del buffer		0.4	0.3	0.1
0.4	Diferencia de medias	—	3.54815	5.97778
	valor p	—	0.92753	0.80812
0.3	Diferencia de medias		—	2.42963
	valor p		—	0.96532
0.1	Diferencia de medias			—
	valor p			—

De la Tabla 34 las diferencias entre las 3 molaridades del buffer no son grandes, los valores de p son mayores de 0.05, lo que indica que entre los grupos respecto a la molaridad del buffer tienen poca varianza.

10.6.2.3. Resultados en relación al tiempo

Tabla 35. Resultados de t de Welch y Fisher para las pruebas conforme al tiempo (jamovi, 2026).

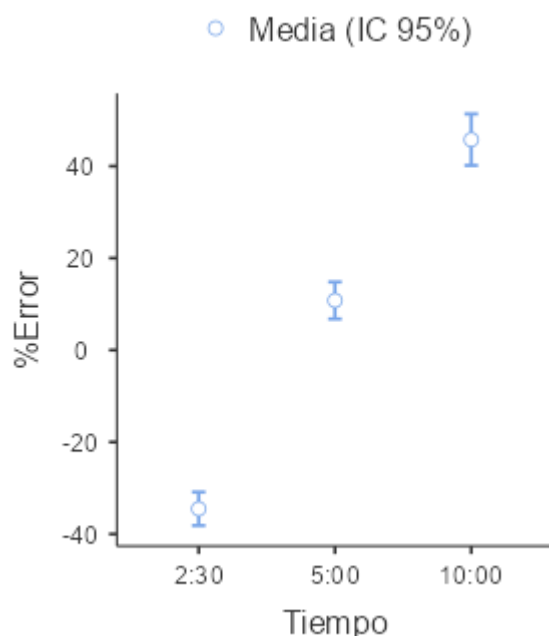
		F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
%Error	t de Welch	339.80588	2	50.67078	<.00001

En la Tabla 35 se observa que para t de Welch, el valor de F es un valor alto, mientras que el valor de p es menor a 0.05, ambos valores indican que hay una alta diferencia entre los datos medidos.

Tabla 36. Media, desviación estándar y error estándar de las pruebas respecto al tiempo (jamovi, 2026).

	Tiempo	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	2:30	27	-34.50370	9.17964	1.76662
	5:00	27	10.80000	10.14904	1.95318
	10:00	27	45.75556	14.14805	2.72279

De la Tabla 36 la media que se encuentra más cercana a un valor de cero es de las pruebas de 5 minutos, a pesar de no poseer la desviación y error estándar más bajos, solo este tiempo es el que muestra la menor media de error. Los tiempos de 2:30 hacen una sobreestimación, mientras que el tiempo de 10 indica una disminución en la concentración del S^{2-} .



Gráfica 16. Relación entre el porcentaje de error y el tiempo (jamovi, 2026).

De la Gráfica 16 observamos que el tiempo de 5 minutos es el que se encuentra más cercano a un error de 0%, sin embargo, cada grupo de pruebas maneja un intervalo pequeño en el porcentaje de error, señalando cierta homogeneidad dentro del grupo.

Tabla 37. Prueba de Tukey post hoc para las pruebas conforme al tiempo (jamovi, 2026).

Tiempo		2:30	5:00	10:00
2:30	Diferencia de medias	—	-45.30370	-80.25926
	valor p	—	<.00001	<.00001
5:00	Diferencia de medias	—	—	-34.95556
	valor p	—	—	<.00001
10:00	Diferencia de medias	—	—	—
	valor p	—	—	—

De la Tabla 37 se observa que hay diferencias muy significativas entre los mismos grupos; todos los valores de p son menores a 0.05; las diferencias de medias son distintas; sin embargo, el error más pequeño es de aproximadamente -34%.

10.6.3. Pruebas con 0.0375 M de S^{2-} con efecto de la concentración del buffer, pH y tiempo

Tabla 38. Tabla de resultados de la determinación del S^{2-} a una concentración de 0.0375 M, usando soluciones buffer a pH 4.75, 4 y 3, y a concentraciones de buffer de 0.4, 0.3 y 0.1 M.

Prueba	pH	Molaridad del buffer	Tiempo (min)	Error %	M final S^{2-}	Tiempo (s)	M final S^{2-} promedio	% Error promedio
1	4.75	0.4	02:30	-30.67	0.04900	02:30	0.04750	-26.67
2			02:30	-30.67	0.04900			
3			02:30	-18.67	0.04450			
4			05:00	4.00	0.03600	05:00	0.03517	6.22
5			05:00	10.67	0.03350			
6			05:00	4.00	0.03600			
7			10:00	57.33	0.01600	10:00	0.01867	50.22
8			10:00	49.33	0.01900			
9			10:00	44.00	0.02100			
10	4	0.4	02:30	-22.67	0.04600	02:30	0.04267	-13.78
11			02:30	-4.00	0.03900			
12			02:30	-14.67	0.04300			
13			05:00	36.00	0.02400	05:00	0.02800	25.33
14			05:00	22.67	0.02900			
15			05:00	17.33	0.03100			
16			10:00	44.00	0.02100	10:00	0.02033	45.78
17			10:00	20.00	0.03000			
18			10:00	73.33	0.01000			
19	3	0.4	02:30	6.67	0.03500	02:30	0.03533	5.78
20			02:30	6.67	0.03500			
21			02:30	4.00	0.03600			
22			05:00	44.00	0.02100	05:00	0.01933	48.44
23			05:00	57.33	0.01600			
24			05:00	44.00	0.02100			
25			10:00	60.00	0.01500	10:00	0.00800	78.67
26			10:00	86.67	0.00500			
27			10:00	89.33	0.00400			
28	4.75	0.3	02:30	-30.67	0.04900	02:30	0.04867	-29.78
29			02:30	-33.33	0.05000			
30			02:30	-25.33	0.04700			
31			05:00	17.33	0.03100	05:00	0.03333	11.11
32			05:00	4.00	0.03600			
33			05:00	12.00	0.03300			
34			10:00	46.67	0.02000	10:00	0.01833	51.11

Comportamiento del sulfuro durante la determinación por titulación yodométrica a temperatura ambiente

35			10:00	46.67	0.02000			
36			10:00	60.00	0.01500			
37			02:30	-22.67	0.04600			
38			02:30	-14.67	0.04300	02:30	0.04433	-18.22
39			02:30	-17.33	0.04400			
40			05:00	22.67	0.02900			
41	4	0.3	05:00	14.67	0.03200	05:00	0.03167	15.56
42			05:00	9.33	0.03400			
43			10:00	57.33	0.01600			
44			10:00	46.67	0.02000	10:00	0.01867	50.22
45			10:00	46.67	0.02000			
46			02:30	-22.67	0.04600			
47			02:30	14.67	0.03200	02:30	0.04100	-9.33
48			02:30	-20.00	0.04500			
49			05:00	12.00	0.03300			
50	3	0.3	05:00	6.67	0.03500	05:00	0.03200	14.67
51			05:00	25.33	0.02800			
52			10:00	38.67	0.02300			
53			10:00	62.67	0.01400	10:00	0.01433	61.78
54			10:00	84.00	0.00600			
55			02:30	-28.00	0.04800			
56			02:30	-24.67	0.04675	02:30	0.04792	-27.78
57			02:30	-30.67	0.04900			
58			05:00	-1.33	0.03800			
59	4.75	0.1	05:00	9.33	0.03400	05:00	0.03733	0.44
60			05:00	-6.67	0.04000			
61			10:00	41.33	0.02200			
62			10:00	24.00	0.02850	10:00	0.02250	40.00
63			10:00	54.67	0.01700			
64			02:30	2.67	0.03650			
65			02:30	-30.67	0.04900	02:30	0.04350	-16.00
66			02:30	-20.00	0.04500			
67			05:00	6.67	0.03500			
68	4	0.1	05:00	6.67	0.03500	05:00	0.03500	6.67
69			05:00	6.67	0.03500			
70			10:00	60.00	0.01500			
71			10:00	73.33	0.01000	10:00	0.01267	66.22
72			10:00	65.33	0.01300			
73			02:30	-14.67	0.04300			
74	3	0.1	02:30	-6.67	0.04000	02:30	0.04317	-15.11
75			02:30	-24.00	0.04650			
76			05:00	46.67	0.02000	05:00	0.02733	27.11

77	05:00	17.33	0.03100			
78	05:00	17.33	0.03100			
79	10:00	57.33	0.01600			
80	10:00	60.00	0.01500	10:00	0.01667	55.56
81	10:00	49.33	0.01900			

De la Tabla 38 se muestran los datos de las titulaciones para la concentración de 0.0125 M del S^{2-} , donde se han evaluado los efectos de la molaridad del buffer, el tiempo, y el pH.

10.6.3.1. Resultados conforme el pH

Tabla 39. Resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher según el pH (jamovi, 2026).

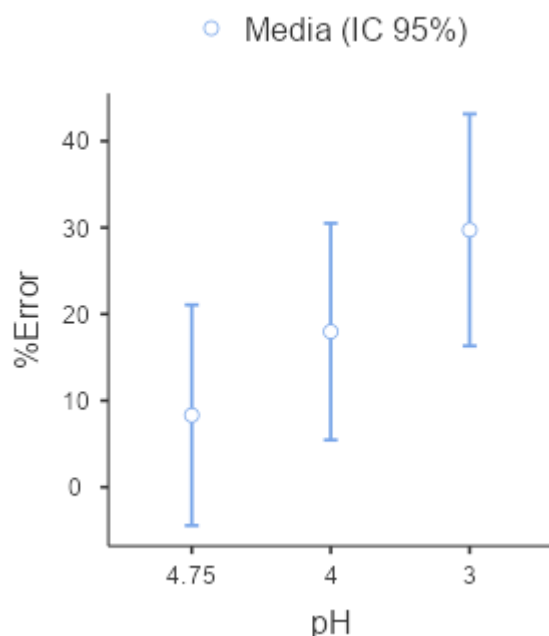
	F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	P
%Error t de Welch	2.79459	2	51.95807	0.07035

De la Tabla 39 se tienen los resultados para t de Welch, el valor de F es un poco mayor a 1, sin embargo, el valor de p es mayor al 0.05, ambos valores nos indican que si existe cierta homogeneidad entre los datos medidos.

Tabla 40. Media, desviación estándar y error estándar en función del pH (jamovi, 2026).

	pH	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	4.75	27	8.32037	32.23228	6.20311
	4	27	17.97519	31.65918	6.09281
	3	27	29.72815	33.89259	6.52263

De la Tabla 40 se señala que el pH de 4.75 es el más cercano a una media de cero, los tres grupos tienen una desviación y error estándar semejantes, lo que puede indicar que tienen un comportamiento similar.



Gráfica 17. Muestra la relación entre el porcentaje de error y el pH (jamovi, 2026).

De la gráfica 17 se observa que el pH 4.75 se encuentra mejor posicionado respecto a los demás, pues abarca valores cercanos a cero y valores dentro del rango con un error menor al 10%; sin embargo, los tres grupos comparten zonas con el mismo porcentaje de error.

Tabla 41. Prueba Tukey Post-Hoc muestra la relación entre los tres grupos medidos con distinto pH (jamovi, 2026).

pH		4.75	4	3
4.75	Diferencia de medias	—	-9.65481	-21.40778
	valor p	—	0.52440	0.04732
4	Diferencia de medias	—	—	-11.75296
	valor p	—	—	0.38609
3	Diferencia de medias	—	—	—
	valor p	—	—	—

De la Tabla 41 se observa que las diferencias entre los grupos analizados son poco significativas entre sí, siendo los grupos de pH 4.75 y 3 los que presentan la mayor diferencia de medias; además, el valor de p indica una baja homogeneidad. Los valores de p entre el

grupo de 4.75 y 4, así como entre el grupo de pH 4 y 3, indican que sí hay cierta similitud entre las muestras.

10.6.3.2. Resultados conforme la molaridad del buffer

Tabla 42. Resultados de las pruebas t de Welch y de Fisher sobre la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

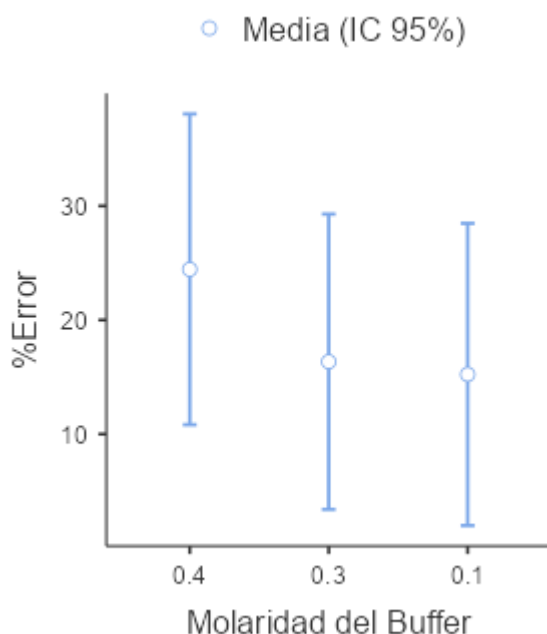
	F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	P
%Error t de Welch	0.58184	2	51.97732	0.56247

De la Tabla 42, los valores obtenidos de las pruebas t de Welch y de Fisher indican que existe homogeneidad entre las muestras, pues el estadístico F es menor que 1 y el valor de p es mayor que 0.05.

Tabla 43. Media, desviación y error estándar de la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

	Molaridad del buffer	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	0.4	27	24.44370	34.43135	6.62632
	0.3	27	16.34630	32.71198	6.29542
	0.1	27	15.23370	33.47498	6.44226

De la Tabla 43 se observa que la media con el menor porcentaje de error corresponde a la molaridad del buffer de 0.1. Igualmente, la molaridad de 0.3 es la que menos error refleja. Sin embargo, las medias de las tres molaridades no se encuentran alejadas entre sí, al igual que las desviaciones y errores estándar, que son valores casi similares.



Gráfica 18. Muestra la relación entre el porcentaje de error y la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

De la Gráfica 18 se observa que la molaridad de los buffers que mejor se encuentran posicionados es para las concentraciones de 0.3 y 0.1, sin embargo, las tres molaridades comparten zonas de error muy semejantes, estando mejor posicionada la molaridad de 0.1.

Tabla 44. La prueba post hoc de Tukey muestra la relación entre los distintos grupos medidos en función de la molaridad del buffer (jamovi, 2026).

Molaridad del buffer		0.4	0.3	0.1
0.4	Diferencia de medias	—	8.09741	9.21000
	valor p	—	0.65016	0.57360
0.3	Diferencia de medias	—	—	1.11259
	valor p	—	—	0.99185
0.1	Diferencia de medias	—	—	—
	valor p	—	—	—

De la Tabla 44 observamos que las diferencias más notorias se tienen cuando se compara el grupo con una molaridad de 0.4 con los otros dos grupos, sin embargo, cuando se compara el grupo de 0.3 y 0.1 molar, se tiene una leve diferencia entre sí, señalando que son grupos que manejan ciertas semejanzas.

10.6.3.3. Resultados conforme el tiempo

Tabla 45. Resultados para las pruebas *t* de Welch y Fisher conforme al tiempo (jamovi, 2026).

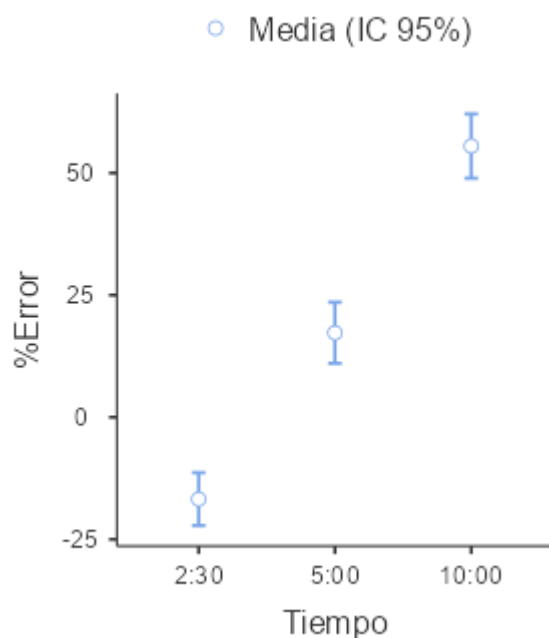
	F	Grados de libertad 1	Grados de libertad 2	p
%Error t de Welch	151.07865	2	51.61677	<.00001

De la Tabla 45 se obtienen los valores de Welch, donde, respecto al tiempo, las diferencias entre las medias son significativas, lo que indica que sí hay varianza entre los datos medidos.

Tabla 46. Media, desviación estándar y error estándar en función del tiempo (jamovi, 2026).

	Tiempo	N	Media	Desviación Estándar	Error Estándar
%Error	2:30	27	-16.76630	13.66992	2.63078
	5:00	27	17.28407	15.81262	3.04314
	10:00	27	55.50593	16.63283	3.20099

En la Tabla 46, las medias más cercanas al error mínimo corresponden a los tiempos de 2:30 y 5 minutos; sin embargo, el primero indica una sobreestimación y el segundo señala una disminución de las concentraciones. Las desviaciones y los errores estándar no son valores que se alejen entre sí.



Gráfica 19. Relación entre el porcentaje de error y tiempo (jamovi, 2026).

En la Gráfica 19 se observa que el tiempo de 2:30 minutos se encuentra por debajo del 0% de error, siendo su media la que se ubica cercana a -20, mientras que, el tiempo de 5 minutos se encuentra por encima del 0% de error, siendo su media la que se encuentra cerca de 20% de error, por lo que ambos grupos serían los que mejor se encuentran ubicados en cuestión del porcentaje de error.

Tabla 47. Prueba Tukey Post-Hoc muestra la relación entre los distintos análisis de tiempo (jamovi, 2026).

Tiempo		2:30	5:00	10:00
2:30	Diferencia de medias	—	-34.05037	-72.27222
	valor p	—	<.00001	<.00001
5:00	Diferencia de medias		—	-38.22185
	valor p		—	<.00001
10:00	Diferencia de medias			—
	valor p			—

En la Tabla 47, las diferencias entre las medias de los tres tiempos es muy evidente, lo que indica que el tiempo es uno de los factores que genera más diferencia en los resultados.

10.7. Pruebas en blanco

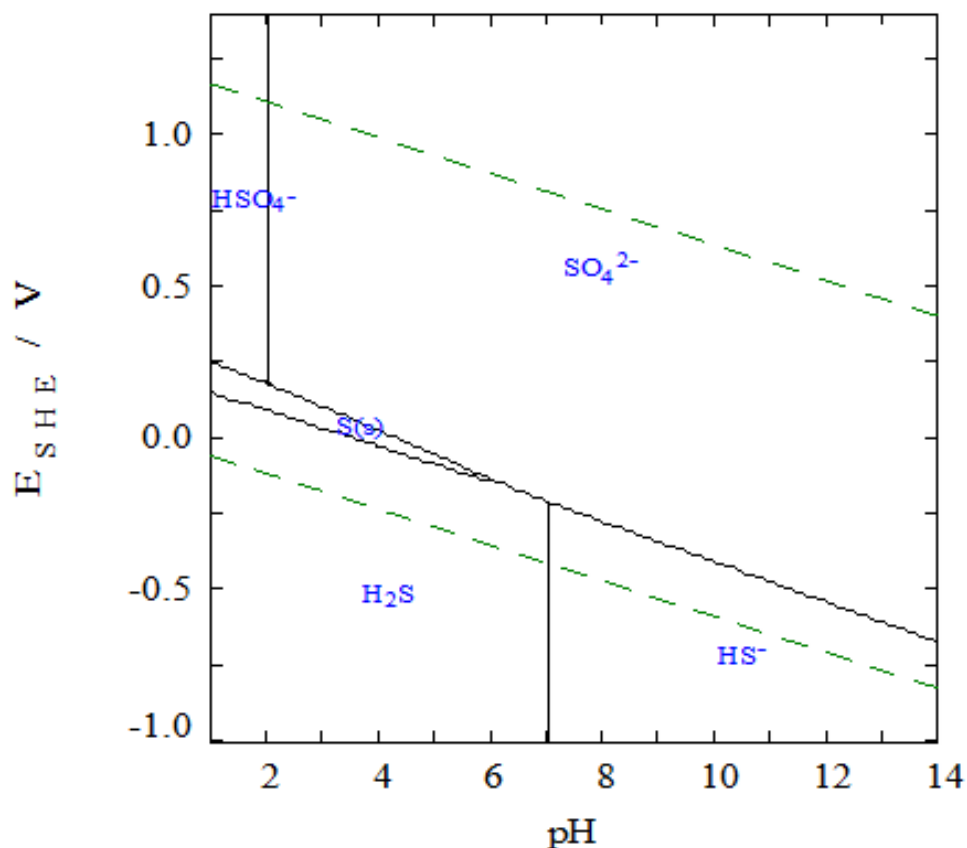
Para estas pruebas solamente se añaden 10 mililitros de solución buffer y 1 mililitro de triyoduro (I_3^-), posteriormente se valora esta solución mediante el uso de tiosulfato del cual se asume su concentración, esto con el fin de conocer si el triyoduro al entrar en contacto con la solución buffer podría llegar a afectar a las titulaciones de S^{2-} . Se analizaron las distintas molaridades del buffer y los distintos valores de pH, con el fin de igualar las condiciones en las que se llevaron a cabo las pruebas. En la valoración inicial del triyoduro sin el uso del buffer se consumió 5.2 mililitros de tiosulfato, lo que indica una molaridad de 0.026 para el triyoduro.

Tabla 48. Comportamiento en titulaciones de triyoduro en muestras preparadas solamente con solución buffer en ausencia de S^{2-} .

Molaridad del buffer	pH	Gasto Tiosulfato (ml)	M obtenida de Triyoduro	% Error	de Molaridad Prom	%Error Prom
0.4	4.75	5.2	0.026	0.00	0.0258	0.641
		5.2	0.026	0.00		
		5.1	0.0255	1.92		
	4	5.125	0.025625	1.44	0.0257	1.282
		5.1	0.0255	1.92		
		5.175	0.025875	0.48		
	3	5.125	0.025625	1.44	0.0254	2.244
		5.05	0.02525	2.88		
		5.075	0.025375	2.40		
0.3	4.75	5.2	0.026	0.00	0.0257	1.122
		5.075	0.025375	2.40		
		5.15	0.02575	0.96		
	4	5.125	0.025625	1.44	0.0256	1.603
		5.075	0.025375	2.40		
		5.15	0.02575	0.96		
	3	5.05	0.02525	2.88	0.0254	2.244
		5.15	0.02575	0.96		
		5.05	0.02525	2.88		
0.1	4.75	5.05	0.02525	2.88	0.0252	3.045
		5.025	0.025125	3.37		
		5.05	0.02525	2.88		
	4	5.1	0.0255	1.92	0.0253	2.724
		5.025	0.025125	3.37		
		5.05	0.02525	2.88		
	3	5	0.025	3.85	0.0251	3.526
		5.05	0.02525	2.88		
		5	0.025	3.85		

Con los resultados de la Tabla 43 se aprecia que los valores de triyoduro disminuyen proporcionalmente al pH y a la concentración molar del buffer, presentando el menor error a una molaridad de 0.4 y pH 4.75, mientras que el mayor error se observa a una molaridad de 0.1 y pH 3.

10.8. Diagrama de especies del azufre



Gráfica 20. Diagrama de la predominancia de las especies del sistema $S-H_2O$ (MEDUSA 2026).

Conforme al gráfico 20 de Eh-pH, se observa que, a bajos pH y potenciales, el azufre va pasando de S^{2-} a HS^- y, posteriormente, a H_2S . Estas especies predominan, por lo que un pH más bajo parece favorecer la conversión de azufre a H_2S . En las pruebas donde se usó nitrógeno gaseoso, es probable que las especies de azufre que interactúan con el oxígeno se encuentran en menor medida, aumentando la predominancia de H_2S , este al encontrarse de forma gaseosa se volatiliza más contenido de azufre, generando pérdidas al cuantificar el sulfuro en solución, esto basándonos en las titulaciones donde al dejar transcurrir más de un minuto antes de agregar el triyoduro en exceso, las cuantificaciones señalan cantidades menores a las teóricas.

Conclusiones

Este trabajo muestra que la cuantificación del ion azufre tiene una gran variabilidad durante la determinación de su concentración debido a la evolución de las especies de azufre en presencia de condiciones estándar (oxígeno y temperatura), es decir, el oxígeno presente en el ambiente, además del pH, promueve la formación de otras especies que repercuten en su cuantificación.

Mantener un pH de 4.75 indica mejores resultados, puesto que, en los análisis estadísticos, muestra que en su mayoría, han sido las pruebas que se mantienen a este nivel de pH las que mejores cuantificaciones de S^{2-} han tenido, a su vez, los niveles de pH de 4 y 3 también abarcan porcentajes de errores mínimos, sin embargo, de acuerdo con las pruebas en blanco que se realizaron, cuando se baja el nivel de pH, comienza a interferir en la cuantificación.

El comportamiento de acuerdo a la concentración de la solución buffer es bastante similar entre las tres concentraciones, sin embargo, el análisis estadístico indica que para la concentración de 0.00125 M de S^{2-} , la molaridad del buffer que posee menor rango de error es la de 0.4 M, mientras que para las concentraciones de 0.0125 M y 0.0375 M, la concentración del buffer de 0.1 M es la que arroja mejores resultados, aunque, en las pruebas en blanco se obtuvo que una menor concentración de la solución buffer puede alterar el porcentaje de error obtenido en las cuantificaciones del S^{2-} .

El efecto del tiempo ha afectado la cuantificación de las muestras. Para las concentraciones de 0.00125 M y 0.0125 M de S^{2-} , el tiempo con el menor porcentaje de error ha sido el de 5 minutos, mientras que, en la concentración de 0.0375 M, tanto el tiempo de 2:30 y 5 minutos poseen un error aproximado de -20% y 20% respectivamente, el tiempo de 2:30 a sobreestimado la cantidad del S^{2-} , mientras que el tiempo de 5 minutos estima una menor cantidad del S^{2-} . En las tres concentraciones, en un tiempo de 10 minutos existe la posibilidad de obtener una menor cantidad de S^{2-} respecto de la cantidad teórica, mientras que en un tiempo de 2:30 minutos, existe la posibilidad de obtener una mayor cantidad de S^{2-} .

El uso de ácido acético genera resultados que siguen una tendencia lineal y presentan poca varianza entre los resultados del mismo grupo, lo que indica que las pruebas pueden

replicarse y que se obtienen mínimas diferencias entre ellas cuando se llevan a cabo bajo las mismas condiciones.

El tiempo que transcurre durante la interacción entre el ácido acético y la solución de sulfuro, ha mostrado ser un factor determinante para las pruebas y sus réplicas realizadas, por otra parte, el uso de un buffer asegura que la titulación todo el tiempo se lleve a cabo en un pH determinado y controlado, el cual se encuentra en un medio ligeramente ácido para así asegurar el correcto funcionamiento de triyoduro, pues este se encuentra en un pH ligeramente ácido cercano a 3.

Las distintas concentraciones de sulfuro que se han usado han mostrado comportamientos distintos entre sí; sin embargo, la mayoría sigue una tendencia en la que la cantidad de azufre varía. A bajas concentraciones (0.00125 M), a concentración media (0.0125 M) y a concentración alta (0.0375 M), se realizaron pruebas con un error mínimo, de tal forma que podemos concluir que es posible abarcar distintas concentraciones mediante titulaciones inversas con un error aceptable de $\pm 10\%$.

Bibliografía

- Keith A. Brown, Sulphur in the environment: A review, Environmental Pollution Series B, Chemical and Physical, Volume 3, Issue 1, 1982, Pages 47-80, ISSN 0143-148X, [https://doi.org/10.1016/0143-148X\(82\)90042-8](https://doi.org/10.1016/0143-148X(82)90042-8).
- Kellogg, W. W., Cadle, R. D., Allen, E. R., Lazrus, A. L., & Martell, E. A. (1972). The sulfur cycle. *Science (New York, N.Y.)*, 175(4022), 587–596. <https://doi.org/10.1126/science.175.4022.587>
- Juan Luis Álvarez Jurado. “Química inorgánica y química orgánica”. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales. Universidad Politécnica de Madrid. <http://quim.iqi.etsii.upm.es/moles/>
- Barberá, José J., Metzger, A., Wolf, Manfred. (2012). Sulfites, Thiosulfates, and Dithionites. SN 9783527303854. https://doi.org/10.1002/14356007.a25_477
- R.B. Schlesinger. 8.15 - Sulfur Oxides, Editor(s): Charlene A. McQueen, Comprehensive Toxicology (Second Edition), Elsevier, 2010, Pages 277-290, ISBN 9780080468846, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-046884-6.00915-5>
- A. Saeid, K. Chojnacka, Sulfuric Acid, Editor(s): Philip Wexler, Encyclopedia of Toxicology (Third Edition), Academic Press, 2014, Pages 424-426, ISBN 9780123864550, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-386454-3.00990-8>
- X. Pan, Sulfur Oxides: Sources, Exposures and Health Effects, Editor(s): J.O. Nriagu, Encyclopedia of Environmental Health, Elsevier, 2011, Pages 290-296, ISBN 9780444522726, <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-52272-6.00069-6>.
- S.K. Frappe, A. Blyth, R. Blomqvist, R.H. McNutt, M. Gascoyne, 5.17 - Deep Fluids in the Continents: II. Crystalline Rocks, Editor(s): Heinrich D. Holland, Karl K. Turekian, Treatise on Geochemistry, Pergamon, 2003, Pages 541-580, ISBN 9780080437514, <https://doi.org/10.1016/B0-08-043751-6/05086-6>.
- Greenberg, A. E., Eaton, A. D., Clesceri, L. S., American Public Health Association., American Water Works Association., & Water Pollution Control Federation. (1991).

Standard methods for the examination of water and wastewater. 1991 supplement to the 17th edition. American Public Health Association.

Meredith E. Newman, Alan W. Elzerman, Brian B. Looney, Facilitated transport of selected metals in aquifer material packed columns, *Journal of Contaminant Hydrology*, Volume 14, Issues 3–4, 1993, Pages 233-246, ISSN 0169-7722, [https://doi.org/10.1016/0169-7722\(93\)90026-O](https://doi.org/10.1016/0169-7722(93)90026-O).

Caroline S. Santana, Diango M. Montalván Olivares, Vinnícius H.C. Silva, Francisco H.M. Luzardo, Fermin G. Velasco, Raildo M. de Jesus, Assessment of water resources pollution associated with mining activity in a semi-arid region, *Journal of Environmental Management*, Volume 273, 2020, 111148, ISSN 0301-4797, <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.111148>.

Gomes, P., Valente, T. Seasonal impact of acid mine drainage on water quality and potential ecological risk in an old sulfide exploitation. *Environ Sci Pollut Res* **31**, 21124–21135 (2024). <https://doi.org/10.1007/s11356-024-32367-1>

Ata Akcil, Soner Koldas, Acid Mine Drainage (AMD): causes, treatment and case studies, *Journal of Cleaner Production*, Volume 14, Issues 12–13, 2006, Pages 1139-1145, ISSN 0959-6526, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2004.09.006>.

Tarbuck E.J., Lutgens F.K. y Tasa, D. Ciencias de la Tierra. Edit. Prentice Hall, edición 2005, trad. de 8ª ed. <https://usuarios.geofisica.unam.mx/cecilia/cursos/LibroTarbuck.html>

Salgado Rabadán, J. H., Güitrón de los Reyes, A., Cervantes Carretero, A. Buenas Prácticas para el uso del Agua en la Industria Minera. 2021. Instituto Mexicano de Tecnología del Agua. <https://doi.org/10.24850/b-imta-2021-02>

Maria Sinche-Gonzalez, Daniel Fornasiero, Understanding the effect of sulphate in mining process water on sulphide flotation, *Minerals Engineering*, Volume 165, 2021, 106865, ISSN 0892-6875, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2021.106865>.

Tomáš Havlík, Chapter 13 - Morphology and Behaviour of Sulphur in the Leaching of Sulphides, Editor(s): Tomáš Havlík, In Woodhead Publishing Series in Metals and

- Surface Engineering, Hydrometallurgy, Woodhead Publishing, 2008, Pages 421-443, ISBN 9781845694074, <https://doi.org/10.1533/9781845694616.421>.
- W.P. Staunton, Chapter 30 - Carbon-in-Pulp, Editor(s): Mike D. Adams, Gold Ore Processing (Second Edition), Elsevier, 2016, Pages 535-552, ISBN 9780444636584, <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63658-4.00030-X>.
- N. Duru, C. Nesbitt, Remediation of reduced sulfur species effects on gold and silver recovery during cyanide leaching, Hydrometallurgy, Volume 205, 2021, 105756, ISSN 0304-386X, <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2021.105756>.
- C.A. Fleming, Hydrometallurgy of precious metals recovery, Hydrometallurgy, Volume 30, Issues 1–3, 1992, Pages 127-162, ISSN 0304-386X, [https://doi.org/10.1016/0304-386X\(92\)90081-A](https://doi.org/10.1016/0304-386X(92)90081-A).
- M.G. Aylmore, Chapter 27 - Alternative Lixiviants to Cyanide for Leaching Gold Ores, Editor(s): Mike D. Adams, Gold Ore Processing (Second Edition), Elsevier, 2016, Pages 447-484, ISBN 9780444636584, <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63658-4.00027-X>.
- Swapan Kumar Haldar, Chapter 13 - Mineral Processing, Editor(s): Swapan Kumar Haldar, Mineral Exploration (Second Edition), Elsevier, 2018, Pages 259-290, ISBN 9780128140222, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814022-2.00013-7>.
- R. Dunne, Chapter 20 - Flotation of Gold and Gold-Bearing Ores, Editor(s): Mike D. Adams, Gold Ore Processing (Second Edition), Elsevier, 2016, Pages 315-338, ISBN 9780444636584, <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63658-4.00020-7>.
- M. García-Calzada, G. Marbán, A.B. Fuertes, Potentiometric determination of sulphur in solid samples with a sulphide selective electrode, Analytica Chimica Acta, Volume 380, Issue 1, 1999, Pages 39-45, ISSN 0003-2670, [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(98\)00673-4](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(98)00673-4).
- David Rickard, Chapter 2 - Sulfur Chemistry in Aqueous Solutions, Editor(s): David Rickard, Developments in Sedimentology, Elsevier, Volume 65, 2012, Pages 31-83, ISSN

0070-4571, ISBN 9780444529893, <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-52989-3.00002-7>.

Therold Moeller, John C. Bailar, Jacob Kleinberg, Cyrus O. Guss, Mary E. Castellion, Clyde Metz, 22 - NONMETALS: NITROGEN, PHOSPHORUS, AND SULFUR & INORGANIC QUALITATIVE ANALYSIS: ANIONS, Editor(s): Therold Moeller, John C. Bailar, Jacob Kleinberg, Cyrus O. Guss, Mary E. Castellion, Clyde Metz, Chemistry, Academic Press, 1980, Pages 659-711, ISBN 9780125033503, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-503350-3.50027-5>.

Bernard Moody, 22 - Group VI: sulphur, Editor(s): Bernard Moody, Comparative Inorganic Chemistry (Third Edition), Academic Press, 1991, Pages 388-404, ISBN 9780713136791, <https://doi.org/10.1016/B978-0-7131-3679-1.50028-9>.

S.C. Gad, Sulfur Dioxide, Editor(s): Philip Wexler, Encyclopedia of Toxicology (Third Edition), Academic Press, 2014, Pages 420-423, ISBN 9780123864550, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-386454-3.00933-7>.

Hoda Khoshvaght, Mehdi Khiadani, Chapter 6 - Wastewater mining: a new frontier for artificial intelligence in mining, Editor(s): Razmjou Amir, Asadnia Mohsen, In Cognitive Data Science in Sustainable Computing, Artificial Intelligence in Future Mining, Academic Press, 2025, Pages 249-307, ISBN 9780443289118, <https://doi.org/10.1016/B978-0-443-28911-8.00006-8>.

Aurelia Magdalena Pisoschi, Aneta Pop, Iuliana Gajaila, Florin Iordache, Razvan Dobre, Iuliana Cazimir, Andreea Iren Serban, Analytical methods applied to the assay of sulfur-containing preserving agents, Microchemical Journal, Volume 155, 2020, 104681, ISSN 0026-265X, <https://doi.org/10.1016/j.microc.2020.104681>.

Zygmunt Marczenko, Maria Balcerzak, Chapter 48 - Sulphur, Editor(s): Zygmunt Marczenko, Maria Balcerzak, Analytical Spectroscopy Library, Elsevier, Volume 10, 2000, Pages 403-411, ISSN 0926-4345, ISBN 9780444505248, [https://doi.org/10.1016/S0926-4345\(00\)80112-1](https://doi.org/10.1016/S0926-4345(00)80112-1).

T.M. Florence, Yvonne J. Farrar, Titration of microgram amounts of sulphide with a sulphide-selective electrode, *Analytica Chimica Acta*, Volume 116, Issue 1, 1980, Pages 175-179, ISSN 0003-2670, [https://doi.org/10.1016/S0003-2670\(01\)84328-2](https://doi.org/10.1016/S0003-2670(01)84328-2).

Katarzyna Wawrzonek, Katarzyna Wątor, Mateusz Topolewski, Agata Kasprzak, Ewa Kmiecik, Groundwater potential in mining regions for drinking water supply: A case study of the Żelatowa intake (Chrzanów, Poland), *Water Resources and Industry*, Volume 32, 2024, 100272, ISSN 2212-3717, <https://doi.org/10.1016/j.wri.2024.100272>.

Grupo México. Informe de Desarrollo Sustentable 2024. 2025. Grupo México. https://www.gmexico.com/GMDocs/InformeSustentable/Folletos/ESP/IDS24_ESP.pdf

Peñoles. Informe de Sostenibilidad 2024. 2025. Peñoles. <https://www.penoles.com.mx/IDS24/>

The jamovi project (2026). jamovi (Version 2.7) [Computer Software]. Retrieved from <https://www.jamovi.org>

MEDUSA. (2026). MEDUSA. (Computer Software). Recuperado de: <https://www.kth.se/che/medusa>

Diario Oficial de la Nación. (2021). NOM-127-SSA1-2021, Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de la calidad del agua. https://dof.gob.mx/nota_detalle_popup.php?codigo=5650705

Smith, S. J., van Aardenne, J., Klimont, Z., Andres, R. J., Volke, A., and Delgado Arias, S.: Anthropogenic sulfur dioxide emissions: 1850–2005, *Atmos. Chem. Phys.*, 11, 1101–1116, <https://doi.org/10.5194/acp-11-1101-2011>, 2011.

Dong H and Gao Z (2022). Theoretical progress of groundwater chemical evolution based on Tóthian theory: A review. *Front. Mar. Sci.* 9:972426. doi: [10.3389/fmars.2022.972426](https://doi.org/10.3389/fmars.2022.972426)