VOLUMEN 48
XXXI Verano De la Ciencia
ISSN 2395-9797
www.jovenesenlaciencia.ugto.mx

Estudio de distribución de Pb(II) en sistemas acuosos bifásicos.

Study of distribution of Pb(II) in aqueous two phases systems.

Isabel Guadalupe Mendoza Reyes[1], Luna Edith Aguirre González[2], Diana Esmeralda Martínez Rodríguez[1], Mario Ávila Rodríguez[3].

[1]División de Ciencias Naturales y Exactas. Campus Guanajuato. Universidad de Guanajuato.
[2]Escuela de Nivel Medio Superior de Guanajuato. Campus Guanajuato. Universidad de Guanajuato.
[3]Departamento de Química. División de Ciencias Naturales y Exactas. Campus Guanajuato. Universidad de Guanajuato.
ig.mendozareyes@ugto.mx, le.aguirregonzalez@ugto.mx, de.martinezr@ugto.mx, avilam@ugto,mx

Resumen

El reciclado de los componentes de productos agotados es fundamental para promover la economía circular, lo cual tiene varias consecuencias positivas, entre ellas es el evitar daños al medio ambiente por la disposición inadecuada de estos desechos. En este contexto, reciclar electrodos de plomo (Pb) de baterías agotadas es uno de los procesos en los cuales se logra la recuperación y el reúso de este elemento. Como una contribución a que se tengan procesos de recuperación de Pb, que no sean contaminantes del medio ambiente, se circunscribe este trabajo, el cual se basa en la aplicación de sistemas de extracción líquido-líquido de dos fases no miscibles entre sí y ricas en agua, conocidos como sistemas acuosos bifásicos (ATPS). Una fase está compuesta mayoritariamente por un polímero soluble en agua y la otra mayoritariamente por sal.

En este trabajo, se tuvo como objetivo el estudio de la distribución de Pb(II) en ATPS compuestos por polietilenglicol (PEG) de diferentes pesos moleculares y sulfato de sodio, con la finalidad de aplicarlos en el futuro para la recuperación de este metal proveniente de desechos del tratamiento de baterías usadas. En el desarrollo del presente artículo se han abordado aspectos fundamentales de las propiedades del Pb, así como los aspectos básicos de los ATPS, lo cual es importante para comprender los resultados que aquí se presentan.

Desde el punto de vista de los resultados, primeramente, se obtuvieron las curvas binodales de los ATPS: PEG-200/Na_2SO_4 y PEG-4000/Na_2SO_4, para ubicar adecuadamente las zonas de formación de 2 fases y en esos sistemas evaluar la distribución del Pb(II). En la distribución del metal, de manera global, el ion metálico Pb(II) mostró una tendencia mayor a permanecer en la fase salina que en la fase polimérica, por lo que es necesario usar un ligante que permita la formación de un complejo neutro que se distribuya favorablemente en la fase polimérica. El ligante utilizado fue el 4-(2-piridilazo)resorcinol (PAR), el cual permitió que el Pb(II) pudiera distribuirse favorablemente en fase polimérica, lo que abre una posibilidad de desarrollar un proceso no contaminante para la recuperación de Pb(II).

Palabras clave: Sistemas acuosos bifásicos, plomo, polietilenglicol, sulfato de sodio, 4-(2-piridilazo)resorcinol (PAR), reciclado.

1. Introducción

1.1. El Plomo (Pb).

El Pb es un elemento químico de número atómico 82 y masa atómica de 207.2 g/mol. Es un metal pesado de amplia relevancia industrial. Se distingue por ser un metal blando, altamente maleable y de coloración azul grisáceo[1].

El Pb ha sido conocido por la humanidad desde tiempos antiguos, por lo que no puede atribuirse su descubrimiento a una sola persona. Existen evidencias de que era utilizado por las civilizaciones egipcia, griega y romana hace más de 5000 años. Debido a sus propiedades fisicoquímicas como su alta densidad,

maleabilidad, resistencia a la corrosión y bajo punto de fusión, ha sido utilizado extensamente en la fabricación de baterías de plomo-ácido, tuberías, recubrimientos de cables, municiones y aleaciones para soldadura, particularmente en dispositivos electrónicos y radiadores de automóviles antiguos. Además de sus aplicaciones industriales, el Pb puede encontrarse en productos de uso cotidiano, como loza de barro vidriado, ciertos tipos de pinturas y artículos como joyería y juguetes. No obstante, su presencia en estos materiales representa una fuente potencial de exposición, lo que ha generado creciente preocupación debido a su toxicidad y a sus efectos adversos en la salud humana y el medio ambiente. Por lo que la Organización Mundial de la Salud (OMS) señala que no existe un nivel seguro de exposición al Pb[2,3].

La exposición al Pb se produce principalmente por dos vías: ingestión (consumo de agua y alimentos contaminados) e inhalación (frecuente en entornos laborales como minería, fundición, soldadura o manipulación de pinturas antiguas). Una fuente importante de exposición es el agua potable, ya que el Pb puede liberarse de tuberías y accesorios de fontanería obsoletos. Esta problemática ha motivado un creciente interés científico en el desarrollo de métodos eficaces para eliminar el Pb del agua[4,5].

El Pb está presente de forma natural en el cuerpo en niveles bajos sin causar daño, pero su acumulación es tóxica y es un grave problema de salud pública. Se distribuye por la sangre y se almacena en cerebro, hígado, riñones y huesos durante largos períodos. Afecta gravemente a niños pequeños, causando daños permanentes en el cerebro y sistema nervioso como menor coeficiente intelectual, problemas de aprendizaje, conducta, atención, lenguaje y rendimiento escolar. En adultos, la exposición crónica eleva el riesgo de hipertensión, enfermedades cardiovasculares, daño renal, alteraciones hematológicas, trastornos reproductivos y neurológicos. En embarazadas, el Pb óseo puede movilizarse y atravesar la placenta, aumentando el riesgo de aborto, parto prematuro, bajo peso al nacer y alteraciones neurológicas en el feto[4].

1.1.1. Técnicas actuales para su remoción.

Hoy en día, han sido reportadas técnicas de remoción de Pb de diferentes medios, como la precipitación química, la adsorción, el intercambio iónico y los procesos de membrana, los cuales presentan algunas desventajas que limitan su eficacia y aplicabilidad. Tal como señalan Pabón et al. (2020), estos métodos enfrentan problemas como altos costos operativos y de inversión, generación de lodos y residuos secundarios tóxicos, baja selectividad en presencia de otros iones competidores, y un gran requerimiento de mantenimiento constante, lo que reduce su viabilidad para comunidades con recursos limitados. La precipitación química, aunque es ampliamente usada, resulta ineficiente a concentraciones muy bajas de Pb. Por otra parte, la adsorción con carbón activado tiene una capacidad limitada de regeneración, en tanto que el intercambio iónico es fuertemente dependiente del pH y a la dureza del agua; y en el caso del uso de membranas sólidas, estas sufren de ensuciamiento y alto consumo energético. En el caso de la extracción líquido-líquido se presentan limitaciones significativas, como es el uso de disolventes orgánicos de elevada presión de vapor, alto consumo de reactivos, generación de residuos tóxicos y la posible desnaturalización de compuestos sensibles. Por estas razones, en las últimas décadas se ha impulsado la búsqueda de alternativas más sostenibles, económicas y eficientes, con una mayor capacidad de remoción y menor impacto ambiental[6], entre las que se pueden mencionar los Sistemas Acuosos Bifásicos.

1.2. Sistemas Acuosos Bifásicos (ATPS).

Los Sistemas Acuosos Bifásicos (ATPS o SAB, por sus siglas en inglés Aqueous Two-Phase Systems/ Aqueous Biphasic Systems) son un método de extracción líquido-líquido que se fundamenta en la separación de solutos en dos fases acuosas inmiscibles. A diferencia de los sistemas tradicionales (por ejemplo, agua y cloroformo), en los ATPS ambas fases son predominantemente acuosas, lo que crea un entorno biocompatible y suave para las moléculas a extraer.

El origen de los ATPS se remonta a 1896, cuando el microbiólogo y botánico holandés Martinus Willem Beijerinck, en un experimento para estudiar la consistencia de geles, mezcló disoluciones acuosas de almidón y gelatina. En lugar de obtener una mezcla homogénea, observó la separación en dos capas transparentes: una rica en gelatina y otra en almidón, ambas compuestas en más de un 80 - 90 % por agua. Aunque reportó este fenómeno, la ciencia de la época no le encontró una aplicación práctica inmediata. Fue años después, durante la década de 1950, cuando el bioquímico sueco Per-Ake Albertsson descubrió la verdadera utilidad de estos sistemas. Buscando un método suave para separar componentes biológicos sin dañarlos, encontró que al mezclar agua con polietilenglicol (PEG) y fosfato, o PEG y dextrano, se formaban dos fases acuosas

inmiscibles. La ventaja clave era que, al estar compuestas mayoritariamente por agua, ofrecían un entorno ideal para purificar proteínas, virus y células vivas, manteniendo su estructura y actividad biológica. En 1960, Albertsson consolidó su trabajo en el libro "Partition of Cell Particles and Macromolecules", sentando las bases para la purificación industrial moderna de vacunas, enzimas y anticuerpos[7].

1.2.1. Principio de formación de fases.

La separación de fases en un ATPS se fundamenta en un fenómeno termodinámico particular: la inmiscibilidad de dos componentes hidrofílicos (como dos polímeros, o un polímero y una sal) cuando estos superan una concentración crítica en un medio acuoso común. Al mezclarse en estas condiciones, el sistema se separa espontáneamente en dos fases, donde cada una queda enriquecida en uno de los componentes formadores.

1.2.2. Caracterización: Curvas Binodales.

La formación de un ATPS se describe mediante curvas binodales (Figura 1) que delimitan la región de inmiscibilidad en un diagrama de fases. Para un sistema ternario (Agua + Componente 1 + Componente 2), la curva se grafica típicamente a temperatura constante con:

- Eje X: Concentración del Componente 1 (ej. sulfato de sodio) en % p/p.
- Eje Y: Concentración del Componente 2 (ej. PEG) en % p/p.

Cualquier punto dentro de la curva binodal representa una composición donde el sistema no puede mantenerse como una solución homogénea y se separa en dos fases (superior e inferior), cuyas composiciones exactas están determinadas por los puntos de la curva a cierta temperatura, además, la variación de la relación de volúmenes de cada fase (V_R) también se ve modificada por la concentración total elegida[8,9].

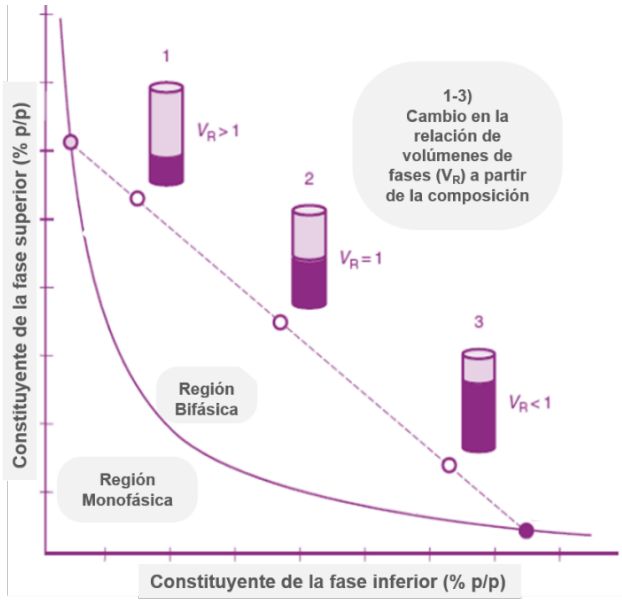


*Figura 1. Esquema de un diagrama de fases para un sistema acuoso bifásico. Adaptado de "Phase partitioning for enzyme separation: An overview and recent applications" (p. 2, Figure 1), por S. Ketnawa, N. Rungraeng, y S. Rawdkuen, 2017, International Food Research Journal, *24*(1), p. 1-24[8].*

1.2.3. Tipos de ATPS.

La investigación posterior a Albertsson ha desarrollado diversos tipos de conformaciones de ATPS, clasificados principalmente en:

ISSN 2395-9797
www.jovenesenlaciencia.ugto.mx

- **Sistemas Polímero-Polímero:** Formados por dos polímeros estructuralmente incompatibles. El más estudiado es el sistema Polietilenglicol (PEG) / Dextrano. Al disolverse en agua, se genera una fase superior enriquecida en PEG (más hidrofóbico) y una fase inferior enriquecida en Dextrano (más hidrofílico).
- **Sistemas Polímero-Sal:** Formados por un polímero de cadena lineal (frecuentemente PEG) y una sal inorgánica u orgánica de alta solubilidad (como fosfato de potasio, sulfato de amonio, sulfato de sodio o citrato de sodio). Son altamente populares a nivel industrial por el bajo costo de las sales y su menor viscosidad, lo que facilita una separación de fases mucho más veloz.

También existen conformaciones más complejas que involucran líquidos iónicos, disolventes eutécticos profundos o copolímeros[9].

1.2.4. Aplicaciones de los ATPS.

La versatilidad de los ATPS ha permitido su aplicación en diversas áreas, principalmente en el procesamiento posterior en las industrias biotecnológica, química y ambiental[9]:

- Biomedicina y Biotecnología: Purificación de proteínas/enzimas, aislamiento de ácidos nucleicos y separación de partículas biológicas (ej. vacunas), aprovechando su entorno acuoso que evita la desnaturalización.
- Industria Alimentaria: Recuperación de ingredientes valiosos (colorantes, antioxidantes, saborizantes) desde subproductos agrícolas, y pretratamiento para detectar residuos de medicamentos en alimentos.
- Remediación Ambiental: Alternativa ecológica para tratar efluentes industriales, reemplazando solventes tóxicos, con aplicaciones en remoción de tintes y tratamiento de aguas residuales.
- Metalurgia Extractiva: Separación y purificación selectiva de metales preciosos y tierras raras a partir de soluciones lixiviadas.

Los ATPS ofrecen ventajas clave como baja tensión interfacial (hasta 400 veces menor que con solventes orgánicos), biocompatibilidad (entorno acuoso que no desnaturaliza biomoléculas), estabilización de moléculas, alta eficiencia y selectividad (ajustable mediante pH, temperatura o ligandos), y escalabilidad desde laboratorio hasta producción industrial.

1.3. Objetivo.

El objetivo del presente trabajo es evaluar la distribución de Pb(II) en ATPS compuestos por polietilenglicol (PEG) de diferentes pesos moleculares y sulfato de sodio, con la finalidad de aplicarlos en el futuro para la recuperación de este metal proveniente de desechos del tratamiento de baterías usadas.

En este artículo se abordaron las propiedades fundamentales del Pb y los aspectos básicos de los ATPS para comprender la distribución del metal en estos sistemas. Se obtuvieron las curvas binodales de los sistemas PEG-200/Na_2SO_4 y PEG-4000/ Na_2SO_4 y, posteriormente, se evaluó la distribución de Pb(II) en los diferentes ATPS bajo distintas condiciones experimentales.

2. Metodología Experimental

2.1. Método de titulación turbidimétrica para la obtención de curvas binodales.

Para la construcción de las curvas binodales de los ATPS formados por polietilenglicol (PEG) de pesos moleculares 200 y 4000 g/mol y sulfato de sodio (Na_2SO_4), se empleó el método de titulación turbidimétrica descrito en la literatura por Martínez et al. (2025)[10] y el cual se representa en la Figura 2.

Inicialmente, se prepararon soluciones madre de PEG (200 y 4000 g/mol) y de sulfato de sodio a concentraciones conocidas, expresadas en porcentaje peso/peso (% p/p), utilizando agua desionizada como disolvente. En un vial de vidrio de capacidad conocida, se colocó una cantidad precisa de la solución de

sulfato de sodio, la cual se mantuvo bajo agitación constante durante todo el procedimiento para garantizar la homogeneidad de la mezcla. Posteriormente, sobre la solución salina se adicionó gota a gota la solución de PEG, dependiendo del sistema a trabajar, utilizando una micropipeta, registrando la masa de cada adición; la titulación se detiene hasta observar la aparición de la primera turbidez persistente, la cual indica el inicio de la formación de dos fases, correspondiente al punto de la curva binodal.

Para confirmar el punto de equilibrio y desplazar la composición hacia la región monofásica, se añadió gota a gota agua desionizada a la muestra turbia, manteniendo la agitación, hasta que la solución se volvió completamente transparente, registrando nuevamente la masa total.

A partir de las masas registradas en cada titulación, se calcularon las concentraciones (% p/p) de PEG y sulfato de sodio en el punto de turbidez, y con estos valores se construyeron las curvas binodales para cada sistema, graficando la concentración de PEG en el eje Y y la concentración de sal en el eje X.

Adicionalmente, con el fin de ampliar el espectro de condiciones evaluadas y validar la aplicabilidad del método de extracción de Pb(II), se seleccionaron dos curvas binodales de ATPS reportados por Martínez et al., (2025)[10], las cuales corresponden a sistemas PEG-400/Na_2SO_4 y PEG-1000/Na_2SO_4.

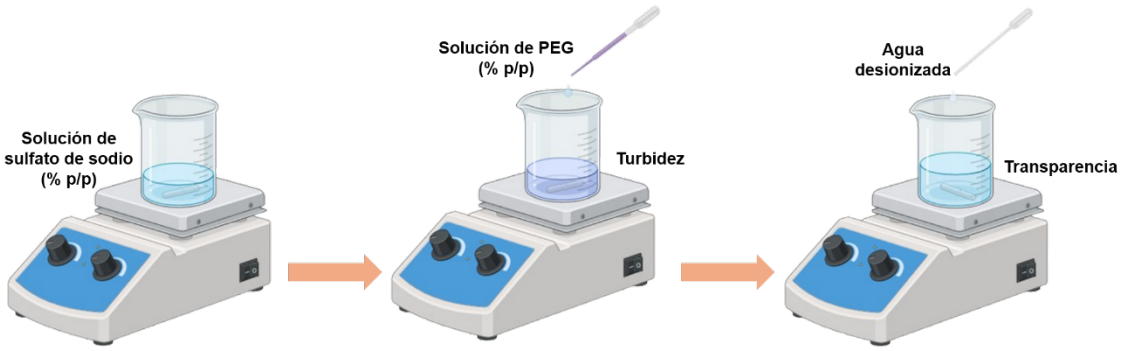


Figura 2. Representación del método de titulación turbidimétrica empleado para la construcción de las curvas binodales de los sistemas PEG/Na_2SO_4.

2.2. Elección de concentraciones totales para definir una relación de volúmenes (V_R) ≈ 1.

Una vez obtenidas las curvas binodales, se seleccionaron diferentes combinaciones de concentraciones de PEG y sulfato de sodio dentro de la región bifásica, con el fin de preparar ATPS mediante la mezcla de ambos compuestos y agua desionizada[10]. La selección de las concentraciones totales se realizó con el objetivo de lograr que los volúmenes de ambas fases fueran aproximadamente iguales, es decir, con una V_R cercana a uno, lo que garantiza condiciones comparables para los experimentos de distribución de solutos. Para lograr lo anterior, se probaron distintas composiciones totales de cada sistema a estudiar, siguiendo la metodología ilustrada en la Figura 3. Las mezclas se agitaron hasta obtener la homogeneidad y, posteriormente, se dejaron en reposo durante 24 horas a temperatura ambiente, permitiendo así la separación y equilibrio total de las dos fases líquidas: una fase superior rica en PEG (fase polimérica) y una fase inferior rica en sulfato de sodio (fase salina). Después se evaluó visualmente el volumen de cada fase después del reposo, aquella combinación con un $V_R \approx 1$ fue seleccionada para los ensayos posteriores de extracción de Pb(II).

Además, se seleccionaron dos composiciones totales de ATPS reportadas por Martínez et al., (2025)[10], las cuales corresponden a sistemas PEG-400/Na_2SO_4 y PEG-1000/Na_2SO_4, para evaluar el comportamiento de la distribución de Pb(II) con otras condiciones experimentales.

VOLUMEN 48
XXXI Verano De la Ciencia
ISSN 2395-9797
www.jovenesenlaciencia.ugto.mx

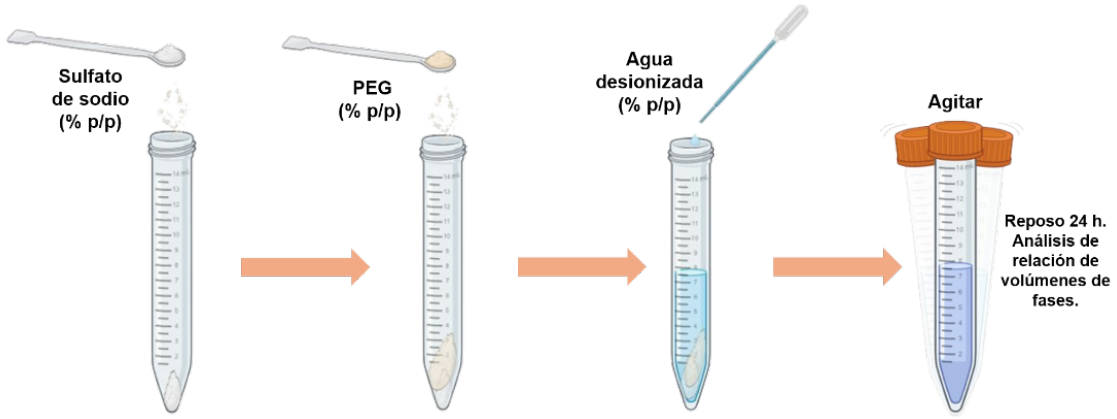


Figura 3. Procedimiento para la selección de concentraciones totales que permiten obtener una relación de volúmenes (V_R) ≈ 1 en sistemas PEG/Na_2SO_4.

2.3. Preparación de los ATPS para el estudio de distribución de Pb(II).

Una vez definidas las condiciones experimentales, se prepararon cuatro ATPS diferentes, constituidos por polietilenglicol (PEG) de distintos pesos moleculares en combinación con sulfato de sodio, y una solución de Pb(II) a concentración de 10 ppm disuelta en medio acuoso.

Para la preparación de cada sistema se siguió la metodología representada en la Figura 4[10]. Se adicionaron en un vial las cantidades correspondientes, en % p/p, de polímero y sal, junto con un peso correspondiente de la solución de Pb(II) (10 ppm). La mezcla se agitó vigorosamente hasta alcanzar la completa disolución de todos los componentes, asegurando así la homogeneidad inicial del sistema. Posteriormente, los viales se dejaron en reposo durante 24 horas a temperatura ambiente, con el fin de garantizar el equilibrio entre las fases. Transcurrido el tiempo de reposo, ambas fases se separaron cuidadosamente y se almacenaron en viales independientes para su posterior análisis. Finalmente, la concentración de Pb(II) presente en cada fase se determinó mediante espectroscopía UV-Vis.

Adicionalmente, se determinó con un potenciómetro (Marca: Metrohm, Modelo: 913 pH Meter) el pH de las fases polimérica y salina de cada ATPS, tanto en ausencia como en presencia de Pb(II), con el fin de evaluar su influencia en la especiación del metal y, por ende, en su distribución entre las fases.

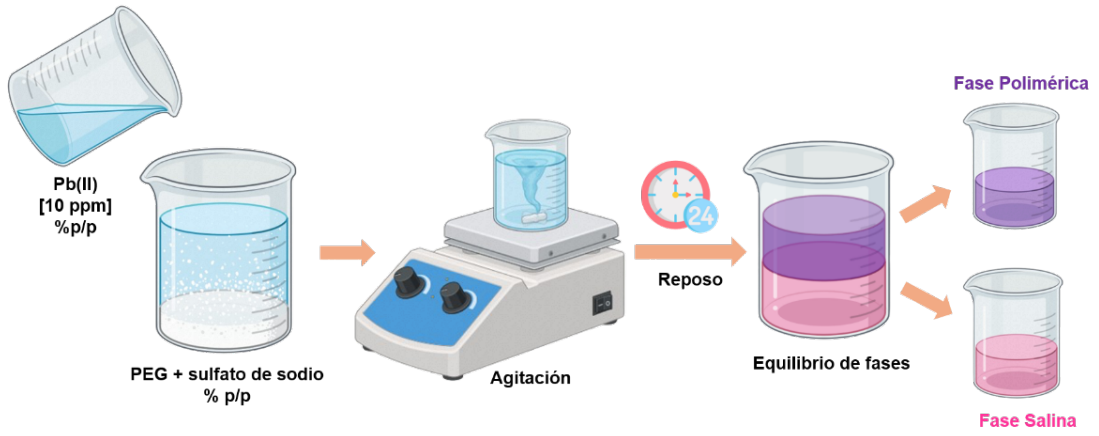


Figura 4. Proceso de extracción líquido-líquido para el estudio de distribución de Pb(II) en sistemas PEG/Na_2SO_4.

2.4. Cuantificación de Pb (II) en medio acuoso, fase polimérica y fase salina, mediante espectroscopia UV-Vis.

La cuantificación de Pb(II) en las diferentes matrices (medio acuoso, fase polimérica y fase salina) se realizó mediante espectroscopía UV-Vis, empleando 4-(2-piridilazo)resorcinol (PAR) como agente acomplejante y un sistema amortiguador amonio/amoníaco para ajustar el pH a 9.5, condiciones bajo las cuales se forma el complejo Pb(II)-PAR, el cual presenta una absorbancia característica a una longitud de onda determinada entre 515-520 nm, dependiendo de la matriz[11]. La metodología se representa en la Figura 6 en donde, para la construcción de la curva de calibración, se prepararon estándares de Pb(II) a partir de una solución madre de 1000 ppm, cubriendo un rango lineal de concentraciones de 0 a 8 ppm. En un matraz aforado de 10 mL, se adicionaron secuencialmente la solución estándar de Pb(II) correspondiente, solución de PAR (1×10^{-3} M) y se ajustó el pH a 9.5 con un buffer amonio/amoníaco, completando el volumen con agua desionizada hasta el aforo. La mezcla se homogenizó y se dejó reposar durante 15 minutos, tiempo necesario para asegurar la formación completa del complejo.

El mismo procedimiento se aplicó para el análisis de las muestras provenientes de las fases salina y polimérica, reemplazando la solución estándar por un volumen adecuado de cada fase.

Finalmente, la absorbancia de todas las soluciones se midió en un espectrofotómetro UV-Vis (Marca: Varian, Modelo: Cary 50 Probe) utilizando una celda de cuarzo con un paso óptico de 1 cm, y la concentración de plomo en cada muestra se determinó por interpolación en la curva de calibración previamente construida.

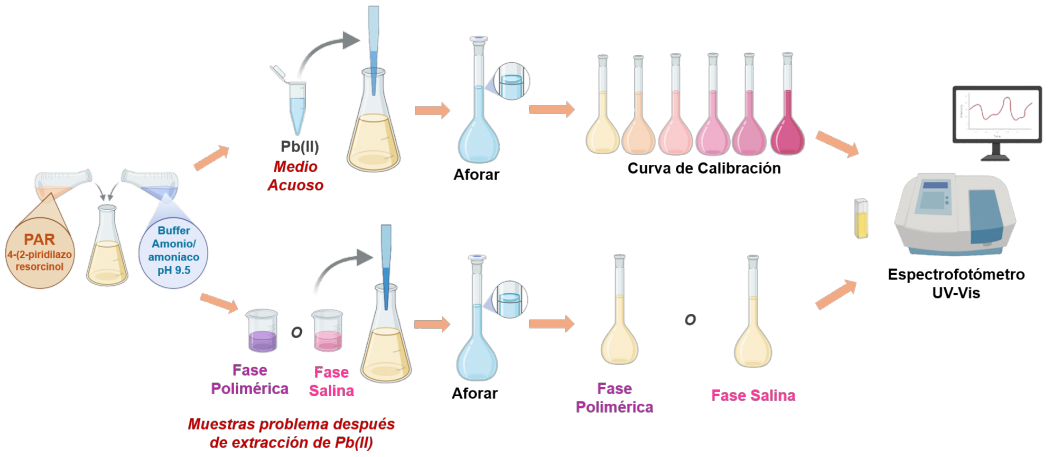


Figura 5. Esquema del procedimiento para la cuantificación de Pb(II) en medio acuoso, fase salina y fase polimérica mediante espectroscopía UV-Vis con 4-(2-piridilazo)resorcinol (PAR) como agente acomplejante.

2.5. Estudio de distribución cualitativa del ligante PAR y del complejo Pb(II)-PAR en los ATPS.

Con el fin de evaluar el efecto del ligante 4-(2-piridilazo)resorcinol (PAR) como agente coadyuvante en la extracción de Pb(II), se estudió la distribución de este ligante y del complejo Pb(II)-PAR entre las fases de los de los cuatro sistemas ATPS evaluados.

Para la evaluación de la distribución del PAR libre, se preparó una solución del reactivo a una concentración de 10^{-3} M, la cual se utilizó como muestra a extraer. Posteriormente, la solución se incorporó a cada uno de los sistemas bifásicos siguiendo el mismo procedimiento experimental descrito en la Figura 4. Una vez alcanzado el equilibrio de fases, se registró visualmente la distribución del color del ligante entre la fase polimérica y la fase salina, así como la presencia o ausencia de material precipitado.

Para el estudio de la distribución del complejo Pb(II)-PAR, éste se preparó previamente a pH 9.5, condición que favorece su formación. Posteriormente, el complejo se incorporó a cada uno de los ATPS siguiendo el mismo procedimiento experimental descrito en la Figura 4. Después del equilibrio de fases, se evaluó cualitativamente su distribución mediante la observación de la coloración característica del complejo en ambas fases y la presencia o ausencia de material precipitado.

3. Resultados

3.1. Curvas binodales de los ATPS.

Las curvas binodales generadas en este trabajo (PEG-200 y PEG-4000) junto con las reportadas por Martínez et al. (2025)[10] (PEG-400 y PEG-1000) se muestran en la Figura 6. Se puede observar que existe una importante influencia del peso molecular sobre la zona de formación de dos fases, ya que al incrementar el peso molecular del PEG, la curva se desplaza cada vez más cerca del origen del diagrama. Este comportamiento indica que cuando incrementa el peso molecular son necesarias menores concentraciones de polímero y sal para inducir la separación de fases.

En el caso específico de los sistemas conformados por PEG de menor peso molecular (200 y 400 g/mol) éstas se alejan del origen, requiriendo entonces concentraciones más elevadas de componentes para alcanzar el equilibrio de formación de fases. Además, el desplazamiento entre estas dos curvas es poco apreciable. La similitud entre ellas es debido a que en este intervalo 200-400 g/mol la diferencia de la longitud de la cadena polimérica no es suficiente para modificar significativamente las condiciones al equilibrio para la formación bifásica. Ambos polímeros tienen un alto grado de hidratación y mayor afinidad por el agua por lo que el efecto de exclusión (*salting-out*) provocado por el sulfato de sodio es básicamente equivalente. Comúnmente es más notable el cambio cuando los pesos moleculares son mayores a 600-1000 g/mol, dependiendo de la sal y la temperatura. Los PEG de mayor peso molecular (>1000 g/mol) tienen una menor hidratación[12].

En general, el comportamiento de las curvas binodales se puede atribuir a que al aumentar el peso molecular del PEG, disminuye su hidratación y se reduce su solubilidad en el medio salino por lo que se favorece el efecto *salting-out* que es inducido por el sulfato de sodio.

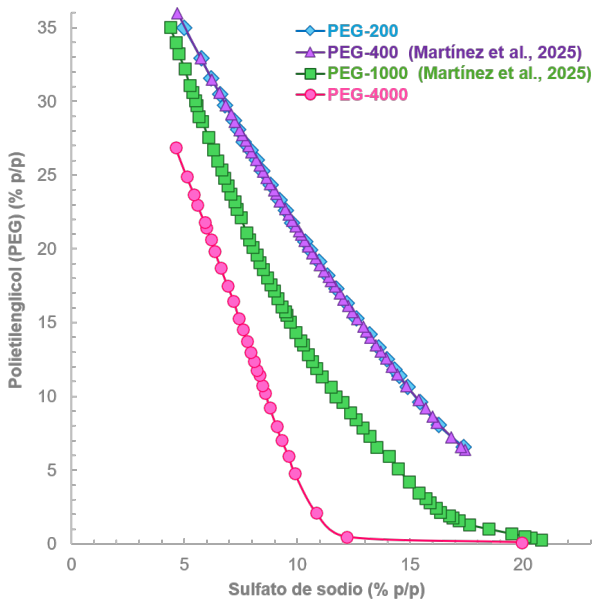


Figura 6. Curvas binodales de los sistemas bifásicos acuosos constituidos por polietilenglicol (PEG) de diferentes pesos moleculares (200, 400, 1000 y 4000 g·mol⁻¹) y sulfato de sodio, determinadas a 298.15 K.

3.2. Caracterización de pH en los ATPS en ausencia de Pb(II).

Uno de los factores que más influencia puede tener en la repartición de solutos en los procesos de extracción líquido-líquido es el pH del medio. Por ello, es necesario analizar primero el pH al equilibrio de cada fase de los ATPS en su forma pura (polímero, sal y agua), sin presencia de Pb(II). Estos valores se presentan en la Tabla 1.

Un comportamiento interesante observado es que entre los sistemas PEG-200 y PEG-400 los valores de pH son cercanos a 4 en ambas fases, mientras que PEG-1000 exhibió los valores más bajos (3.18 - 3.40). En contraste, el sistema PEG-4000 presentó los valores de pH más altos (5.46 - 5.70). Debido a que el PEG es un compuesto no iónico, no actúa como ácido o base, por lo que las diferencias en el pH no pueden atribuirse a un comportamiento ácido-base si no que es posible que el incremento del peso molecular modifique la distribución de especies químicas presentes en cada sistema bifásico. Por ello, la distribución de las especies entre ambas fases puede variar en cada sistema dando lugar a diferentes valores de pH en el medio.

Considerando entonces que el pH influye en la especiación de los metales y en los equilibrios de distribución en ATPS, se evaluó el efecto del pH sobre la distribución de Pb(II) entre las fases.

Tabla 1. *Valores de pH al equilibrio de las fases polimérica y salina de los ATPS PEG/Na_2SO_4 en ausencia de Pb(II).*

	PEG-200/Na_2SO_4	PEG-400/Na_2SO_4	PEG-1000/Na_2SO_4	PEG-4000/Na_2SO_4
Fase polimérica	4.20	3.97	3.18	5.46
Fase salina	4.02	3.84	3.40	5.70

3.3. Comportamiento de la repartición de Pb(II) en ATPS.

En la Figura 7 A) se muestran los resultados de la distribución de Pb(II) en los diferentes ATPS estudiados.

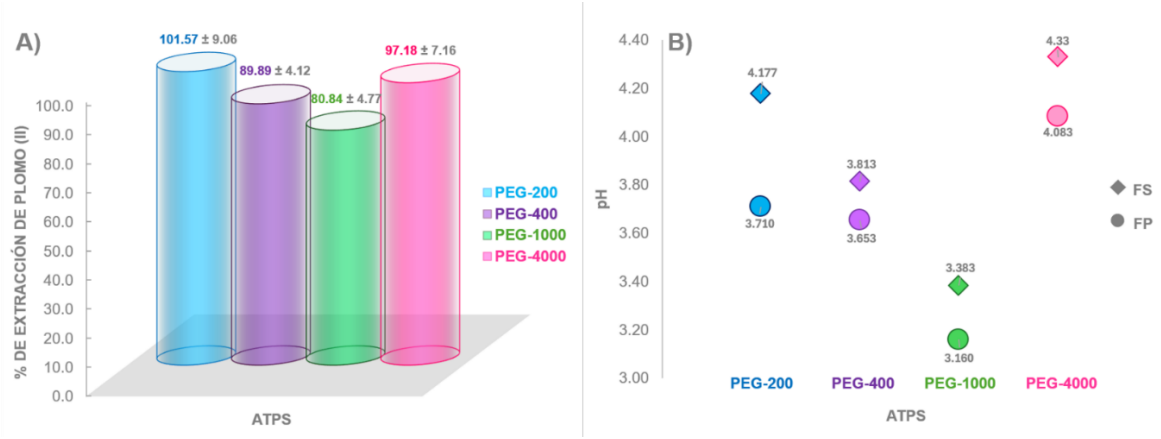


Figura 7. A) Porcentaje de Pb(II) contenido en la fase salina y B) pH de las fases polimérica y salina en ATPS PEG/Na_2SO_4 con diferentes pesos moleculares de PEG, determinadas a 298.15 K.

Se puede observar que existe un elevado contenido de Pb(II) en la fase salina de los ATPS estudiados. En el caso del sistema con PEG 200 prácticamente todo el metal permaneció en la fase salina, en tanto que en el PEG 400 el contenido fue cercano al 90 % y en el caso del PEG 1000 y PEG 4000 se tuvieron un contenidos de Pb(II) en la fase salina del orden del 80 % y del 98 %. Es importante señalar que no se observa una tendencia lineal con el incremento del peso molecular del PEG, lo que sugiere que el peso molecular no es el único parámetro que controla la distribución del Pb(II) entre las fases, sino que hay otros factores que pueden modificar el equilibrio en su distribución, como el pH.

En resumen, la distribución de Pb(II) en los ATPS constituidos por PEG y sulfato de sodio mostró una preferencia por la fase rica en sal, independientemente del peso molecular del polímero. Esto es concordante con la elevada naturaleza hidrofílica del ion metálico ya que su alta energía de hidratación favorece la preferencia en medios acuosos con mayor fuerza iónica como la fase salina. Debido a que dentro de cada sistema hay ausencia de un agente acomplejante específico para Pb(II), el PEG no otorga sitios de coordinación lo suficientemente fuertes como para competir con la hidratación del metal, por ello, la afinidad del Pb(II) por la fase polimérica es limitada.

Anteriormente, antes de la incorporación del Pb(II), los sistemas PEG/Na_2SO_4 presentaron diferencias en el pH de equilibrio asociadas al cambio en el peso molecular del PEG. Estas diferencias son una condición experimental inicial de cada ATPS y permiten interpretar los cambios observados después de la extracción del metal. La Figura 7 B) muestra el valor del pH en ambas fases, posterior al proceso de extracción. Se puede observar que los sistemas con PEG-200 y PEG-4000 coincidieron con valores de pH más elevados en la fase salina (4.17 y 4.33, respectivamente) y, además, presentan las mayores concentraciones de Pb(II). Por otro lado, con PEG-1000 con el pH menor de 3.38 se presentó la menor extracción en fase salina. Estas variaciones pueden modificar la especiación química de Pb(II), como se muestra en la Figura 8, la cual contiene el diagrama de distribución de especies de Pb(II) en función de pH reportado por Liang et al. (2007)[13]. A partir de dicho diagrama se fundamenta que la especie predominante en el rango de pH estudiado en fase salina (3.38 - 4.33) es el Pb(II).

Por otro lado, es importante destacar el papel del sulfato de sodio, en donde, su elevada concentración en la fase inferior (salina) probablemente contribuye a la estabilización de Pb(II) mediante interacciones electrostáticas y la formación de especies solubles del tipo metal-sulfato, con ello se puede también sustentar la preferencia que tiene el metal por esta fase. En comparación con la fase polimérica (rica en PEG), esta fase presenta una menor constante dieléctrica efectiva, menor actividad de agua y, como anteriormente se mencionó, la ausencia de grupos funcionales capaces de formar complejos estables con Pb(II), estos factores limitan la transferencia del metal hacia esta fase.

En suma, los resultados muestran que la distribución de Pb(II) en estos ATPS está dirigida principalmente por la naturaleza altamente hidratada del catión y las características de la fase rica en sulfato. El peso molecular del PEG tiene un efecto indirecto al modificar el equilibrio del sistema y el pH de cada fase. Esto sugiere que, para incrementar la distribución del ion metálico hacia la fase polimérica, sería necesario incorporar agentes acomplejantes o extractantes capaces de formar especies hidrofóbicas, ya que el cambio en el peso molecular del PEG por sí solo no es suficiente para modificar significativamente la afinidad de este.

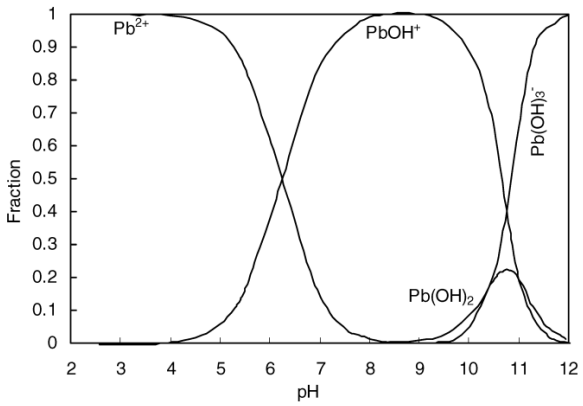


Figura 8. Diagrama de distribución de especies de Pb(II) en función del pH[13].

3.4. Distribución cualitativa del ligante PAR y del complejo Pb(II)-PAR en los ATPS PEG/Na_2SO_4.

Los sistemas PEG/Na_2SO_4 mostraron una elevada afinidad por el Pb(II) en la fase salina, por lo que para incrementar su distribución hacia la fase polimérica es necesaria la formación de un complejo metal-ligante de características menos hidrofílicas que el ion metálico libre[14]. Con base en lo anterior, se realizó un estudio de extracción cualitativo empleando el ligante 4-(2-piridilazo)resorcinol (PAR), con el objetivo de evaluar si la formación del complejo Pb(II)-PAR modifica la distribución del metal entre las fases de los sistemas PEG/Na_2SO_4. Lo anterior es debido al hecho que el complejo Pb(II)-PAR se utilizó para su determinación cuantitativa por espectroscopía UV-VIS.

Primeramente, se evaluó el comportamiento la distribución del ligante PAR (a una concentración de 10^{-3} M) en los diferentes ATPS estudiados. En la Figura 9 A) se muestra la coloración de la disolución inicial de PAR en medio acuoso, en tanto que en las Figuras 9 B-E) se muestra la distribución del ligante entre las 2 fases.

Se puede observar que la disolución inicial tiene una coloración naranja, la cual es más intensa en la fase polimérica de los cuatro sistemas evaluados, mientras que en las fases salinas quedó una coloración amarillo pálido de diferente tonalidad según el sistema. Aunque la evaluación es cualitativa, estas diferencias en la intensidad del color sugieren una mayor distribución del PAR hacia la fase rica en PEG y es independiente del peso molecular del polímero, lo cual es un indicio de que el PAR tiene una mayor afinidad por la fase polimérica bajo las condiciones experimentales empleadas.

Es importante mencionar que el PAR tiene una naturaleza anfifílica. Tiene grupos funcionales polares capaces de establecer puentes de hidrógeno, pero también contiene grupos azo que pueden incrementar su afinidad por el medio menos polar de la fase rica en PEG[15].

Otro resultado relevante durante la evaluación cualitativa de la extracción del PAR libre fue la presencia de un precipitado/agregado en las fases poliméricas (Figura 10) cuya cantidad fue distinta en los diferentes ATPS. A simple vista, este comportamiento indica que la solubilidad del ligante depende de las características fisicoquímicas de cada sistema y peso molecular del PEG.

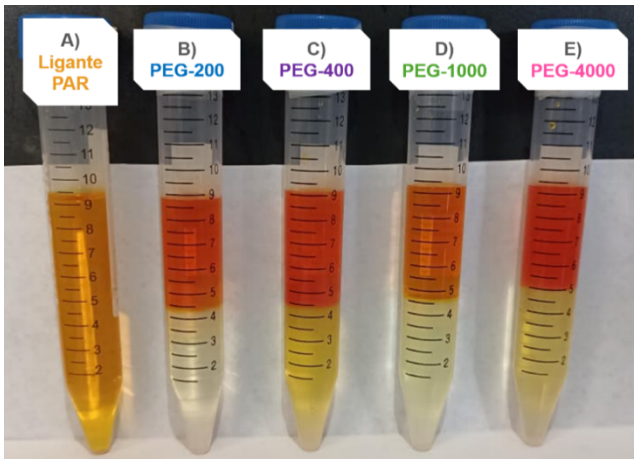


Figura 9. Distribución cualitativa del PAR en ATPS PEG/Na_2SO_4. A) Solución acuosa de PAR [10^{-3} M], utilizada como referencia y B–E) distribución del ligante entre la fase polimérica y la fase salina después del equilibrio de fases en los ATPS estudiados.

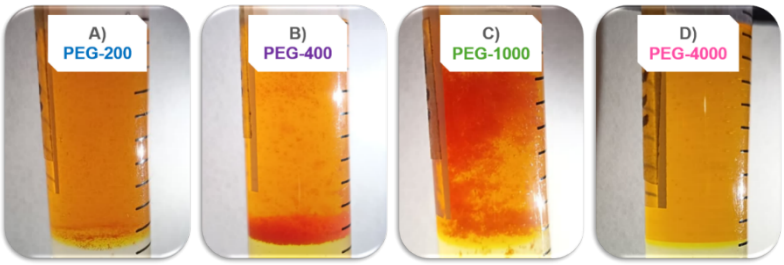


Figura 10. Formación del precipitado en la fase polimérica de los ATPS estudiados A) PEG-200, B) PEG-400, C) PEG-1000 y D) PEG-4000, tras la incorporación del ligante PAR.

En una segunda etapa de este estudio cualitativo, se evaluó el comportamiento de distribución de complejo Pb(II)-PAR. Para ello, previamente se preparó el complejo Pb(II)-PAR a un pH 9.5, condición experimental que favorece su formación y produce una coloración rosada característica mostrada en la Figura 11 A).

Al adicionar este complejo en los ATPS, se observó en la Figura 11 B-E) que las fases poliméricas de los sistemas PEG-200, PEG-400 y PEG-4000 conservaron dicha coloración rosada en mayor proporción que en la fase salina, lo que indica que el complejo se encuentra en mayor proporción en la fase polimérica. Sin embargo, el sistema PEG-1000 presentó una coloración amarilla, lo que indica una modificación en la

estabilidad del complejo en este sistema. Este comportamiento puede atribuirse con el hecho de que en PEG-1000 el pH es menor y posiblemente las condiciones químicas alteran el equilibrio del complejo formado.

Otra información interesante es que, a diferencia del resultado con el PAR libre donde se formó un material precipitado, en el sistema con el complejo Pb(II)-PAR no se observó la presencia de precipitación en ningún ATPS. Esto sugiere que la complejación modifica el comportamiento de la estructura del ligante y se favorece entonces su estabilidad en la fase polimérica.

Estos resultados son indicios de que la formación del complejo Pb(II)-PAR influye en la distribución del metal dentro de los ATPS estudiados y también demuestra que las propiedades de los sistemas como el peso molecular del PEG y el pH del medio pueden afectar la estabilidad del complejo. Sin embargo, la naturaleza de las interacciones que causan este comportamiento y la influencia del pH y del peso molecular del PEG en cada sistema deberán confirmarse mediante estudios cuantitativos y técnicas complementarias de caracterización.

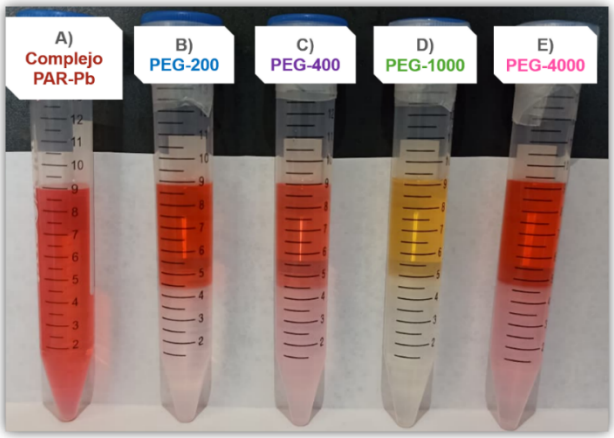


Figura 11. Distribución cualitativa del complejo Pb(II)-PAR en ATPS PEG/Na_2SO_4. A) Solución acuosa de Pb(II)-PAR a pH 9.5, utilizada como referencia y B–E) es la distribución del complejo entre la fase polimérica y la fase salina después del equilibrio de fases en los ATPS estudiados.

4. Conclusiones

Las curvas binodales de los ATPS formados por PEG y sulfato de sodio muestran que al aumentar el peso molecular del polímero se facilita la formación de las dos fases debido a una menor hidratación del PEG.

En la distribución de Pb(II), el metal mostró una marcada preferencia por la fase salina en todos los sistemas evaluados (superiores al 80 %), lo que se atribuye a su alta hidrofilicidad y a su estabilización por interacciones con el ion sulfato. Se encontró que el pH del medio, el cual varió significativamente con el peso molecular del PEG, es un factor determinante en la partición del metal, ya que los sistemas con valores de pH más altos (PEG-200 y PEG-4000) presentaron las mayores extracciones, mientras que el sistema con pH más bajo (PEG-1000) mostró la menor distribución a la fase de polímero.

Por último, los estudios cualitativos con el ligante PAR revelaron que este compuesto tiene afinidad por la fase polimérica y que la formación del complejo Pb(II)-PAR modifica la distribución del metal, estabilizándolo en la fase rica en PEG.

En suma, estos resultados indican que, si bien el cambio en el peso molecular del PEG por sí solo no es suficiente para modificar la afinidad del Pb(II) por la fase salina, la incorporación de agentes acomplejantes como el PAR representa una estrategia viable para alterar la partición del metal, lo que abre la posibilidad del desarrollo de un proceso de recuperación de Pb(II) contenido en disoluciones provenientes de la lixiviación de electrodos de baterías de plomo agotadas.

5. Referencias

[1] National Institute of Standards and Technology. (s.f.). Lead. En *NIST Chemistry WebBook, SRD 69*. Recuperado el 20 de julio de 2026, de https://webbook.nist.gov/chemistry/

[2] Kosnett, M. J. (2022). Plomo. En K. R. Olson, C. G. Smollin, I. B. Anderson, N. L. Benowitz, P. D. Blanc, S. Y. Kim-Katz, J. C. Lewis & A. B. Wu (Eds.), *Envenenamientos e intoxicaciones* (8.ª ed.). McGraw Hill. https://accessmedicina.mhmedical.com/content.aspx?bookid=3227&sectionid=272191856

[3] Universidad Nacional Autónoma de México. (2016). *Hoja de seguridad XXIII: Plomo y sales de plomo* [Documento informativo]. https://quimica.unam.mx/wp-content/uploads/2016/12/23plomo.pdf

[4] World Health Organization. (2026, 10 de junio). *Intoxicación por plomo*. https://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/lead-poisoning-and-health

[5] U.S. Environmental Protection Agency. (2026, 28 de mayo). *Lead in drinking water*. https://www.epa.gov/lead/lead-drinking-water

[6] Pabón, S. E., Benítez, R., Sarria, R. A., & Gallo, J. A. (2020). Contaminación del agua por metales pesados, métodos de análisis y tecnologías de remoción: Una revisión. *Revista de Investigación, Desarrollo e Innovación*, *11*(1), 9-19. https://doi.org/10.31908/19098367.0001

[7] Iqbal, M., Tao, Y., Xie, S., Zhu, Y., Chen, D., Wang, X., Huang, L., Peng, D., Sattar, A., Shabbir, M. A. B., Hussain, H. I., Ahmed, S., & Yuan, Z. (2016). Aqueous two-phase system (ATPS): An overview and advances in its applications. *Biological Procedures Online, 18*, 18. https://doi.org/10.1186/s12575-016-0048-8

[8] Ketnawa, S., Rungraeng, N., & Rawdkuen, S. (2017). Phase partitioning for enzyme separation: An overview and recent applications. *International Food Research Journal, 24*(1), 1-24. http://www.ifrj.upm.edu.my/24%20(01)%202017/(1).pdf

[9] Hatti-Kaul, R. (Ed.). (2000). *Aqueous Two-Phase Systems: Methods and Protocols*. Humana Press. https://doi.org/10.1385/1592590284

[10] Diana Esmeralda Martínez-Rodríguez, Edgar Daniel Martínez-Rodríguez, Liliana Hernández-Perales, María del Pilar González-Muñoz, Mario Avila-Rodriguez; Study of diclofenac distribution in aqueous two-phase PEG/salt/water systems. *RSC Adv.* 2025; 15 (26): 21168–21182. https://doi.org/10.1039/d5ra01070e

[11] Dagnall, R. M., West, T. S., & Young, P. (1965). Determination of lead with 4-(2-pyridylazo)-resorcinol—I: Spectrophotometry and solvent extraction. *Talanta, 12*(6), 583–588. https://doi.org/10.1016/0039-9140(65)80071-6

[12] Parmoon, G., Mohammadi Nafchi, A., & Pirdashti, M. (2019). Effects of the polymer molecular weight and type of cation on phase diagrams of polyethylene glycol + sulfate salts aqueous two-phase systems. *Hemijska Industrija, 73*(6), 375–385. https://doi.org/10.2298/HEMIND191003035P

[13] Liang, Yong-mei & Jun, Ma & Liu, Wei. (2007). Enhanced Removal of Lead(II) and Cadmium(II) from Water in Alum Coagulation by Ferrate(VI) Pretreatment. *Water Environment Research. 79*. 2420-2426. https://doi.org/10.2175/106143007X212148

[14] Ruiz-Ruiz, F., Benavides, J., Aguilar, O., & Rito-Palomares, M. (2012). Aqueous two-phase affinity partitioning systems: Current applications and trends. *Journal of Chromatography A, 1244*, 1–13. https://doi.org/10.1016/j.chroma.2012.04.077

[15] Iwamoto, T. (1961). Acid-base property and metal chelate formation of 4-(2-pyridylazo)-resorcinol. *Bulletin of the Chemical Society of Japan, 34*(5), 605–610. https://doi.org/10.1246/bcsj.34.605