

**UNIVERSIDAD METROPOLITANA
ESCUELA GRADUADA DE ASUNTOS AMBIENTALES
SAN JUAN, PUERTO RICO**

**REDUCCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE CADMIO
UTILIZANDO NANOPARTÍCULAS DE HIERRO CERO VALENTE
PARA LA REMEDIACIÓN DE METALES PESADOS**

Requisito parcial para la obtención de
Grado de Maestría en Ciencias en Gerencia Ambiental
en Evaluación y Manejo de Riesgo Ambiental

Por
Keyla Soto Hidalgo

29 de abril de 2011

DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado a mi Señor Jesucristo por darme la sabiduría y la fuerza para lograrlo. También a mi hija Keyliannie por su paciencia y amor y en especial a mi madre Dulce porque me ha enseñado a no darme por vencida y luchar por mis sueños.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer muy en especial al Dr. Carlos Cabrera por haberme dado la oportunidad de trabajar en su laboratorio nuevamente. Usted ha sido de mucho valor en mi vida profesional. También quiero agradecer a Ileana Feliciano por su ayuda y atención conmigo todo el tiempo en el laboratorio, igualmente a Lisandra Arroyo por sus consejos. A Luis Valentín y a todo el equipo del laboratorio Edwin Ortiz, Nelson Rivera, Eduardo Nicolau, Rolando Guzmán y Lyda La Torre. Además quiero agradecer el Sr. José Fuentes de Eqlab por su generosa ayuda con mi trabajo. Gracias al Dr. Cox por haber sido parte de mi comité. Gracias a la Dra. Maria Calixta por su apoyo y consejo en mi trabajo. Y un agradecimiento muy importante a la Dra. Beatriz Zayas eres una excelente profesora, que privilegio tenerla como directora de tesis, usted ha sido de inspiración para mi gracias por su tiempo, inteligencia y compromiso.

TABLA DE CONTENIDO

LISTA DE TABLAS	vi
LISTA DE FIGURAS	vii
LISTA DE APÉNDICE	viii
LISTA DE SÍMBOLOS O ABREVIATURAS	ix
RESUMEN	x
ABSTRACT	xi
CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN	1
Trasfondo del problema	2
Problema de estudio	3
Justificación del estudio	3
Pregunta de investigación	3
Meta	3
Objetivos	4
CAPÍTULO II: REVISIÓN DE LITERATURA	5
Trasfondo histórico	5
Marco Teórico	7
Perfil de las propiedades de las nanopartículas de hierro (nZVI)	12
Estudio de casos	13
Marco legal	16
Componente de Toxicidad	17
Desperdicios Universales	18
Ley Federal (CERCLA)	18
Legislación Estatal	19
CAPÍTULO III: METODOLOGÍA	20
Materiales	20
Instrumentación y Métodos analíticos	20
Método experimental	20
Parte I: Síntesis de Nanopartículas de Fe ⁰	21
Parte II: Preparación de las soluciones de Cadmio	22
Parte III: Determinación de la reducción de Cadmio	23
Parte IV: Síntesis de nZVI con un soporte de carbono	24
Parte V: Estimado de una remediación in situ en Puerto Rico	25
CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN	26
CAPÍTULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	33
LITERATURA CITADA	36

LISTA DE TABLAS

Tabla	Página
Tabla 1. Resultados de la concentración final y el pH en soluciones de Cadmio a diferentes tiempos utilizando nanopartículas de Fe ⁰	42
Tabla 2. Resultados de la absorción de iones de Cadmio en la superficie de las nZVI (mg/g) (n=12).....	43
Tabla 3. Reporte estimado para la remediación de un área de 60 pies ³ contaminada con cadmio en la Papelera puertorriqueña (Utado).....	44

LISTA DE FIGURAS

Figura	Página
Figura 1. Difracción de Rayos X de las nanopartículas de Fe ⁰ 100% y 95% Fe- 5% C	46
Figura 2. Caracterización de las nanopartículas de Fe ⁰ por SEM a 43,0000x	47
Figura 3. Caracterización de las nanopartículas de Fe ⁰ por SEM a 27,0000x	48
Figura 4. XPS Deconvolución de la señal de Hierro primera aproximación	49
Figura 5. XPS Espectro de ventana amplia para diferentes picos en una muestra de nZVI	50
Figura 6. Modelo de nZVI	51
Figura 7. Caracterización por SEM de las nanopartículas de Fe ⁰ con iones de cadmio...52	
Figura 8. Rastreo de iones de Cadmio en la superficie de las nanopartículas de Fe ⁰	53
Figura 9. EDX de las nanopartículas de Fe ⁰ con iones de cadmio	54
Figura 10. Efecto de las nanopartículas de Fe ⁰ en la reducción de la concentración inicial de Cadmio a diferentes tiempos	55
Figura 11. Porcentaje de absorción de iones de cadmio a diferentes concentraciones utilizando nZVI.....	56
Figura 12. Correlación de la concentración final de Cadmio vs el pH de la solución a diferentes tiempos utilizando nZVI	57
Figura 13. Caracterización de las nanopartículas de Fe ⁰ con el soporte de carbono al 5% por SEM a 27,0000x	58
Figura 14. Eficiencia de las nZVI con soporte de carbono al 5% en la absorción de iones de cadmio en un periodo de 300 minutos	59
Figura 15. Reducción de la concentración de Cd utilizando carbono(vulcan XC-72R)....	60

LISTA DE APÉNDICE

Apéndice	Página
Apéndice 1. Proceso de preparación de las nanopartículas de hierro	62
Apéndice 2. Síntesis de las nZVI después de 30 minutos con exceso de borohidruro de sodio	63
Apéndice 3. Proceso de filtración al vacío de las nZVI.....	64
Apéndice 4: XRD para caracterizar las muestras de las nZVI.....	65
Apéndice 5: Plan de manejo para sustancias químicas	66
Apéndice 6: Hoja de resultados de ICP- Eqlab.....	79

LISTA DE SÍMBOLOS O ABREVIATURAS

ABREVIATURAS	DEFINICIÓN
g/L	Gramos por litro
g/cm ³	Gramos por centímetros cúbicos
g/mol	Gramos por mol
nZVI	Nanoscale zero valent iron
Cd	Cadmio
Fe ⁰	Hierro metálico o cero valente
rpm	Revoluciones por minuto
ASTDR	Agency for toxic substances and disease registry
EPA	Environmental Protection Agency
SEM	Scanning Electron Microscopy
XPS	X photoelectron spectroscopy
XRD	X-ray diffraction
ICP	Inductively coupled plasma
ppm	Partes por millón
ppb	Partes por billón

RESUMEN

Actualmente en Puerto Rico, se han encontrado lugares altamente contaminados conocidos como superfondos. Entre los contaminantes detectados en estos lugares se encuentra el cadmio. Este es un metal pesado que puede causar cáncer de pulmón, daño renal y otros problemas de salud. El propósito de este estudio fue investigar la eficiencia de utilizar nanopartículas de hierro cero valente (nZVI) en la reducción de la concentración de cadmio. Este trabajo también es un ejemplo de la utilización del microscopio electrónico de barrido (SEM), espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) y difracción de rayos X (XRD) para analizar la especialización y posible reacción de una absorción compleja y proceso de reacción redox de las nZVI. Experimentalmente, las nZVI de este estudio se prepararon por la reducción de borohidruro de sodio de un complejo de hierro a temperatura ambiente y presión ambiente. La morfología de las nZVI sintetizadas muestran una variación en el tamaño entre 35 a 100 nm como se observa en el análisis de SEM. A través del Inductively coupled plasma (ICP) se determinó que la eficiencia de la eliminación de los iones cadmio utilizando nZVI fue de 80 a 90%, basado en tres concentraciones iniciales diferentes. Por otra parte, el uso de un soporte de carbono en la síntesis de nZVI, para reducir la aglomeración y el aumento de la superficie, produjo la reducción de cadmio en más de un 90% en 300 minutos. Análisis de cartografía con fluorescencia de energía dispersiva de rayos X indicaron la presencia de iones cadmio en el nZVI superficie. Estos resultados sugieren que nZVI pueden ser empleadas como un adsorbente eficiente para la eliminación de cadmio de las fuentes de aguas contaminadas.

ABSTRACT

Currently in Puerto Rico, it has been found highly contaminated sites, these are known as Superfund site. Among the contaminants detected in these places is cadmium. This is a heavy metal that can cause lung cancer, kidney damage and other health conditions. The purpose of this study was to investigate the efficiency of using zero valent iron nanoparticles (nZVI) in the removal cadmium. This work also exemplifies the utilization of scanning electron microscope (SEM), X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and X-ray diffraction (XRD) to reveal the speciation and possible reaction pathway in a very complex adsorption and redox reaction process. Experimentally, nZVI of this study was prepared by sodium borohydride reduction of an iron complex at room temperature and ambient pressure. The morphology of the as-synthesized nZVI shows nanoparticles and clusters that range in size between 35 to 100 nm, as seen by SEM analysis. Through inductively coupled plasma (ICP) it was determined that the efficiency of cadmium ions removal using nZVI was 80-90%, based on three different initial concentrations. Moreover, the use of carbon supports in the synthesis of nZVI, to reduce agglomeration and increase the surface area, caused the removal of cadmium to increase to a 90% in 300 minutes. Mapping analysis with energy dispersive X-ray fluorescence indicated the presence of cadmium ions on the surface nZVI. These results suggest that nZVI could be employed as an efficient adsorbent for the removal of cadmium from contaminated water sources.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

Trasfondo del problema

Los metales pesados se definen como elementos que exhiben propiedades metálicas, entre estos se encuentran los metales de transición, algunos metaloides, lantánidos y actínidos (Babula et al., 2008). Estos elementos químicos presentan una densidad igual o superior a cinco gramos por centímetros cúbicos (5 g cm^3) cuando están en su forma elemental y un número atómico superior a veinte (Navarro, Alonso & López, 2007). Su presencia en la corteza terrestre es inferior al 0.1% y casi siempre menor del 0.01 %. A pesar de que los metales pesados provienen de formaciones naturales de rocas que se presentan en forma de particulados o disueltas en suelos, ríos, lagos, agua de mar o sedimentos, también se pueden detectar altas concentraciones de metales pesados en áreas industriales y agrícolas.

Los metales pesados como Cobre (Cu), Níquel (Ni), Zinc (Zn), Cobalto (Co), Hierro (Fe) y Molibdeno (Mo) son esenciales para las algas y plantas porque son constituyentes importantes de enzimas y pigmentos. Pero en el caso de los metales y metaloides como el Cadmio (Cd), plomo (Pb), mercurio (Hg), y cobre (Cu) estos pueden ser tóxicos en altas concentraciones reemplazando los metales esenciales en los pigmentos o produciendo especies reactivas al oxígeno (Babula et al., 2008). Muchos de estos metales llegan a diferentes ecosistemas a través de la disposición de los mismos.

Un ejemplo de esto es la disposición de baterías, computadoras entre otros artefactos electrónicos al suelo. La inadecuada disposición de estos, más la descarga de desperdicios industriales en los rellenos sanitarios representa un impacto negativo para el ambiente. Las baterías usadas que no se tratan y se disponen correctamente son una fuente de contaminantes peligrosos. Ya que al deteriorarse la capa protectora que las recubre, se liberan metales y otras sustancias tóxicas que pueden contaminar el suelo y los acuíferos subterráneos (Correa & Martin, 2005). Los desperdicios electrónicos representan de dos a cinco por ciento (2-5%) de la corriente de los desperdicios sólidos municipales en los Estados Unidos. Según la Autoridad de Desperdicios Sólidos (2002) alrededor del setenta por ciento (70%) de los metales pesados (incluyendo mercurio y cadmio) hallados en los vertederos provienen de equipos electrónicos desechados.

Estos metales permanecen en el ambiente por largos periodos. Tanto el plomo como el cadmio, tienden a acumularse en los tejidos de plantas y animales, alcanzando niveles peligrosos en la cadena alimenticia, inclusive al ser liberados en pequeñas cantidades (Rodríguez –Serrano et al., 2008). El cadmio en especial, es uno de los metales más usados hoy día por la industria para diferentes propósitos como por ejemplo la preparación de baterías, entre otros. El nivel promedio de cadmio en un suelo no contaminado es de alrededor de 250 partes por billón (ppb). En los sitios de desechos peligrosos la medición de los niveles de cadmio en el suelo ha llegado a ser alrededor de 4 partes por millón (4 ppm; una parte por millón es 1,000 veces más que una ppb) mientras que en el agua estos niveles han alcanzado los 6 ppm. El cadmio puede cambiar de forma en el cuerpo, pero a la vez puede permanecer en el sistema por muchos años (ASTDR, 2008).

Problema de estudio

La contaminación de cadmio en diferentes ecosistemas ha ido en aumento en los últimos años. Este metal a diferencia de otros, en altas concentraciones presenta un riesgo para la salud de todo organismo vivo y el medio ambiente. Actualmente existen limitaciones en las técnicas de remediación para la descontaminación de metales pesados incluyendo cadmio. Por lo que se busca una técnica más eficiente que pueda disminuir las altas concentraciones de este metal tanto en suelo como en sistemas acuáticos.

Justificación del estudio

Actualmente en Puerto Rico existen lugares clasificados como altamente contaminados (superfondos), y entre las sustancias contaminantes se encuentra el cadmio. Por esta razón se necesita evaluar nuevas técnicas de remediación para la remoción de cadmio en agua.

Pregunta de investigación

1. ¿Cuán eficiente será utilizar nanopartículas de hierro cero valentes para reducir la concentración de cadmio en una solución acuosa?

Meta

Evaluar técnicas de manejo de cadmio utilizando nanopartículas de hierro cero valentes que permitan disminuir las altas concentraciones de este metal en sistemas acuáticos contaminados.

Objetivos específicos

- 1) Generar una solución con nanopartículas de hierro cero valentes (nZVI) que puedan absorber en la superficie los iones de cadmio en una solución acuosa.
- 2) Determinar el porcentaje de remoción de cadmio después del tratamiento con las nanopartículas utilizando el equipo Plasma de acoplamiento inductivo (ICP por sus siglas en inglés).
- 3) Comparar el porcentaje de remoción de cadmio utilizando un soporte de carbono en la síntesis de las nanopartículas.
- 4) Estimar la costo efectividad del uso de nanopartículas de hierro en un área contaminada con cadmio en Puerto Rico.

CAPÍTULO II

REVISIÓN DE LITERATURA

Trasfondo histórico

La Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA por sus siglas en inglés) identifica los sitios de desechos peligrosos más críticos de Estados Unidos y sus territorios. Estos sitios aparecen en la Lista de Prioridades Nacionales (*NPL*, por sus siglas en inglés), y son los designados por el gobierno federal para una limpieza a largo plazo. Actualmente se ha encontrado cadmio en por lo menos 776 de los 1,467 sitios actuales o los que anteriormente figuraban en la lista *NPL*. Sin embargo, no se sabe cuántos sitios han sido evaluados para determinar la presencia de esta sustancia química en los mismos (ASTDR, 2008).

En Puerto Rico se ha identificado por la EPA lugares altamente contaminados con diferentes sustancias entre estas con cadmio. Estos lugares se han clasificados como superfondos. Este nombre de superfondo fue dado al programa ambiental establecido para mejorar los sitios que fueron abandonados y que contienen desperdicios peligrosos. Entre las industrias identificadas en esta lista se encuentran: Vega Alta Public Supply Wells, Fibers Public Supply Wells en Guayama, Juncos Landfill, Frontera Creek en Humacao, Naval Security Group Activity en Sabana Seca y V&M/Albaladejo en Vega Baja (ToxMap, 2008). De estos lugares antes mencionados solo los últimos tres han sido completamente descontaminados. Existen otros lugares en Puerto Rico contaminados con cadmio que no están incluidos en esta lista, tal es el caso de la central Plazuela, en el pueblo de Barceloneta.

Esta central pasó a ser de un área de trabajo y procesamiento de caña a uno parcialmente abandonado. Aún se mantienen las ruinas de los almacenes, las chimeneas y otras áreas que solían ser para la manufactura, sin embargo, hoy día estas ruinas se han convertido en vertederos de carros dañados, gomas usadas de autos y planchas de zinc. En el pueblo de Barceloneta se encuentran ubicadas industrias farmacéuticas y manufactureras como: Merck, Bristol, Abbott, etc. Cerca de estas industrias corren riachuelos que se unen al río Grande de Manatí el cual, a su vez, corre alrededor de las tierras de la central Plazuela camino a su desembocadura en el océano Atlántico. Cualquier contaminante que las industrias arrojen puede potencialmente alcanzar estas tierras (Rodríguez, 2005). Si el municipio de Barceloneta planea en un futuro utilizar estas tierras para cultivo, la exposición a cadmio por personas que trabajen en esta área y/o que consuman el producto cultivado sería significativa.

Otro de los pueblos en el cual se ha documentado la presencia de contaminantes orgánicos, inorgánicos y radioactivos es Vieques, según los análisis químicos se ha encontrado en grandes cantidades arsénico, aluminio, boro, cadmio, plomo y mercurio, entre otros. Al Este del pueblo de Vieques se ha identificado que algunos de éstos ya han sido incorporados y bioacumulados en los crustáceos (cadmio) y las plantas (plomo). De esta manera la contaminación con metales pesados ha entrado en la cadena alimenticia de los viequenses (Ortiz et al., 2000). Es importante que se sigan identificando los lugares contaminados con cadmio en Puerto Rico entre otras sustancias ya que se trata de un metal que puede ser nocivo para la salud en altas concentraciones y estos sitios pueden ser fuentes de exposición para las personas y animales.

Marco teórico

El U.S. Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR) enumera todos los peligros y daños presentes en desechos tóxicos de acuerdo a la severidad de su toxicidad. Según esta lista, en primer, segundo, tercer y sexto lugar se encuentran los siguientes metales pesados: plomo, mercurio, arsénico y cadmio, respectivamente. El cadmio es un elemento químico de número atómico 48; peso atómico de 112.40 gramos por mol (g/mol), densidad relativa de 8.65 a 20°C y valencia química 2. Posee un punto de fusión de 320.9°C y un punto de ebullición de 765°C (ASTDR, 1999). Este metal es de color blanco plateado, ligeramente azulado y se encuentra en la corteza terrestre. Es un elemento natural inodoro que suele encontrarse como mineral junto a otros elementos y su símbolo químico es Cd.

Este metal se encuentra en la corteza terrestre en una concentración de 0.1- 0.5 ppm y es comúnmente asociado con zinc, plomo y cobre (ASTDR, 2008). Existen muchos compuestos de cadmio que son frecuentemente utilizados, estos son, óxido de cadmio, sulfato de cadmio, sulfuro de cadmio y cloruro de cadmio. La mayor parte del cadmio empleado en los Estados Unidos y sus territorios se extrae durante la producción de metales, como cobre, plomo y zinc. El cadmio se puede encontrar en algunos alimentos y es emitido por la combustión de desechos, combustibles fósiles y el humo de cigarrillos (Correia & Martín, 2005).

Durante la primera guerra mundial, este metal se usó como sustituto del estaño. Hoy en día, se emplea sobre todo como material de fabricación de pilas. Se usa en pigmentos, esmaltes artesanales, revestimiento, platinados y estabilizadores para plásticos. En el lugar de trabajo, se utiliza principalmente para estampado y teñido de textiles, fabricación de fungicidas, soldadura del aluminio, fotocopias y electroplateado

de piezas automotrices, electrónicas y de aviones (Toxtown, 2009). También se usa en el campo de la química analítica, en reactores nucleares y como endurecedor del cobre. El cadmio también se encuentra en la naturaleza ligado al zinc con quien presenta fuertes analogías químicas.

En los sistemas biológicos puede competir con el zinc, el cobre y el calcio por los sitios de unión de estos elementos en las macromoléculas. Su competencia con el calcio, se debe a que en el estado iónico (Cd^{2+}) presenta un radio iónico semejante a ese elemento; esto lleva a que pueda remplazarlo en los huesos, dando como resultado la deformación de los mismos (Salazar-Lugo, 2009). También esta afinidad química del Cd puede traer competencias por sitios activos para su absorción por ejemplo en las plantas. Esta movilidad del cadmio a sitios activos en el suelo dependerá de la actividad de las arcillas presentes (illita, caolinita y clorita) y puede ocurrir por procesos de lixiviación (Díaz et al., 2005).

A diferencia de otros metales pesados tales como mercurio y plomo, el cadmio ocurre en solo un estado de valencia, +2, y no forma compuestos alcalinos u otros compuestos organometálicos de conocido significado toxicológico. De esta forma se identifica el cadmio en su estado elemental como un agente tóxico (Ramírez, 2002). Por otro lado, este estado de esta valencia u oxidación no le permite ser influenciado por el potencial oxidante o reductor del agua. Sin embargo, bajo condiciones de reducción, puede formar sulfuro de cadmio, el cual es poco soluble y tiende a precipitarse (ASTDR, 2008). Otro dato interesante es que este metal tiene mayor movilidad en ambientes acuáticos debido a la afinidad de sus complejos.

En corrientes naturales de aguas sin contaminación, más cantidad de cadmio es transportado en la columna de agua como ion hidratado $\text{Cd}(\text{H}_2\text{O})_6^{2+}$. En cuerpos de aguas contaminados o ricos en materia orgánica, la absorción de cadmio por sustancias húmicas y otros agentes juega un rol dominante en el transporte, partición y remoción de cadmio (Ghrais et al., 2009). La concentración de cadmio en el agua es inversamente relacionada al pH y a la concentración de materia orgánica presente. En el suelo, el pH, las reacciones redox y la formación de complejos son factores importantes que afectan la movilidad del cadmio. Este se puede precipitar como un compuesto insoluble, formar complejos o quelatos por interacción con materia orgánica. Ejemplos de compuestos encontrados en el suelo son $\text{Cd}_3(\text{PO}_4)_2$, CdCO_3 , y $\text{Cd}(\text{OH})_2$ (Villanueva, 2002).

Existe una gran cantidad de literatura que documenta los efectos adversos a la salud por la exposición aguda y crónica a cadmio en humanos y animales. Los principales efectos que han sido observados son el cáncer pulmonar y el daño al riñón. Este metal presenta implicaciones a la salud por la inhabilidad que le produce al ser humano de excretarlo del cuerpo (es desechado al sistema excretor, pero reabsorbido por los riñones). Entre otros efectos que puede presentar se encuentra: irritación de las vías respiratorias, degeneración de los testículos, daño al túbulo proximal del nefrón (permitiendo que moléculas esenciales como calcio se filtren a la orina), pérdida de densidad en los huesos y cáncer en la próstata (Rodríguez, 2008). Por los daños a la salud que presenta el cadmio entre otros, existen varias técnicas tradicionales para remediar la contaminación de este tipo de metal.

Entre estas se encuentran: la precipitación química, oxidación-reducción, intercambio iónico, absorción, filtración por membrana y métodos electrolíticos entre otros (Chen et al., 2008). Pero por el alto costo entre otros factores que conllevan las mismas, hoy día la búsqueda de tecnologías amigables con el medio ambiente ha llevado a los investigadores a considerar la Nanotecnología. Por la razón de ser una opción viable y costo efectiva para remediar la contaminación en diferentes ecosistemas (Botello-Salinas et al., 2007). Esta nueva aplicación de la ciencia se describe como la capacidad técnica para modificar y manipular la materia con la posibilidad de fabricar materiales y productos a partir del reordenamiento de átomos y moléculas, desarrollar estructuras o dispositivos funcionales a las dimensiones nano (Zhu et al., 2006).

Este término “nano” corresponde a un prefijo del Sistema Internacional de Unidades que indica un factor de 10^{-9} , es decir una milmillonésima parte de algo. Lo cual indica que un nanómetro (nm) entonces equivale a la milmillonésima parte de un metro (EPA, 2007). Las nanopartículas y las nanoestructuras han sido parte de la naturaleza y de la vida por millones de años; no obstante, la habilidad de los humanos para trabajar, medir y manipular a nivel de nanoescala dichas estructuras a través de disciplinas como la física, química y biología, es relativamente nueva.

Al entender las propiedades de los materiales a nanoescala, es cada vez más factible diseñar y crear materiales totalmente nuevos y productos con novedosas características (NIOSH, 2006). Un objetivo importante de la nanotecnología es aprovechar las nuevas propiedades que presentan las partículas a nanoescala, las cuales son distintas a sus propiedades volumétricas.

Algunos de estos materiales se emplean por medio de la preparación de nanomateriales, los cuales son estructuras desarrolladas artificialmente con dimensiones inferiores a los 100 nanómetros que exhiben propiedades dependientes del tamaño y que han sido mínimamente procesadas. Por ejemplo: nanopartículas; nanotubos; puntos cuánticos; fulerenos; dendrímeros y materiales nanoporosos (Hernando, 2007). En esta investigación utilizaremos nanopartículas ya que son importantes materiales para la remediación en agua y suelo entre otros ambientes porque proveen una gran área superficial y propiedades físicas y químicas específicas.

Estas incluyen propiedades magnéticas, ópticas, adicional a las propiedades térmicas y químicas las cuales le proporciona reactividad a estas partículas (Ghrai et al., 2009). En aplicaciones ambientales, los materiales de hierro a nanoescala han sido identificados como estructuras efectivas para la limpieza de suelos y aguas subterráneas contaminadas. Esto se debe a las características que poseen estas estructuras, como su diminuto tamaño el cual le provee la capacidad de interactuar con otras sustancias (EPA, 2008). Se ha identificado que el hierro elemental es uno de los metales más abundantes de la Tierra y no presenta efectos tóxicos a la salud.

Cuando se expone al aire, el hierro elemental se oxida para formar óxido de hierro color rojizo. El hierro metálico una vez se oxida en la presencia de contaminantes orgánicos, tales como tricloroetano (TCA), tricloroetano (TCE), tetracloroetano (PCE) o tetracloruro de carbono puede convertir a estos en compuestos de carbono simples que son menos tóxicos que sus grandes cadenas. Por otro lado, el hierro oxidante puede reducir metales pesados como plomo, níquel o mercurio entre otros a una forma insoluble que tienda a permanecer estable en el suelo (Li, 2006).

Perfil de las propiedades de las nanopartículas de hierro

Las nanopartículas de hierro cero Valente (nZVI por sus siglas en inglés) que se utilizaron en esta investigación originalmente son fabricadas mediante diversos procesos. Dichos procesos incluyen, por ejemplo, reducción de partículas de óxido de hierro, precipitación de FeCl_3 usando borohidruro de sodio y síntesis de flama. El tamaño principal de las partículas, la distribución del tamaño y el grado de aglomeración/agregado de las nZVI es diferente para cada fabricante y cada proveedor lo considera información confidencial. Aún más confidencial se considera el uso de estabilizadores para lograr el equilibrio necesario entre la actividad química y su vida de almacenamiento (Du pont, 2007).

Perfil del destino ambiental y transporte

Puesto que las nZVI se inyectan directamente en el medio ambiente, es importante caracterizar el destino y el mecanismo de transporte de este material en el lugar contaminado (Zhang & Elliot, 2006). Con partículas ZVI de escala macro y micro ocurren reacciones muy similares a las producidas por las nZVI. El hierro generalmente se libera como hierro ferroso disuelto (Du pont, 2007). Este normalmente se precipita luego como minerales de carbonato o sulfuro bajo el gradiente del área de tratamiento.

Limitaciones

Las condiciones específicas de lugar tales como: la locación del lugar, condiciones geológicas, concentración de los contaminantes y tipo de contaminantes pueden limitar la efectividad de las nanopartículas de hierro.

Es importante también identificar la composición de la matriz del suelo, fortaleza iónica de las aguas subterráneas, propiedades hidráulicas del acuífero, profundidad de la columna de agua y propiedades geoquímicas antes de inyectar las nanopartículas en el lugar contaminado (Macé, 2006). Esta evaluación es fundamental para conocer el efecto que tendrán las nanopartículas en el proceso de remediación.

Costo

El costo estimado de las nanopartículas de hierro depende de sus modificaciones en la preparación. La compañía PARS Environmental Inc indica que el costo actual aproximado se encuentra entre \$31.00 por libra (sin soporte, hierro nanoescala / no-catalizado), \$45.00 por libras (con soporte) y \$66.00 por libras (soporte, catalizado) (Gavaskar, Tatar & Condit, 2005). Según esta compañía entre otras, el costo de una remediación in situ utilizando estas nanopartículas puede fluctuar entre los 250,000 en adelante según las condiciones de la fuente contaminada. Estos costos son relativamente mucho más bajos en comparación con los estimados para técnicas de remediación actuales, como lo son Bombeo y tratamiento (P & T por sus siglas en inglés), y Barrera permeable reactiva (PRB por sus siglas en inglés). Los cuales fluctúan entre \$1,000,000 y \$2,000,000 respectivamente según la remediación. Además el tiempo de tratamiento de estas técnicas puede extenderse por un periodo de 10 a 15 años aproximadamente.

Estudio de casos

Caso I. Remoción de metales pesados de aguas usadas por nanopartículas de hierro cero valente:

En este estudio realizado los investigadores utilizaron nanopartículas de hierro cero valente de 25 nanómetros (nm) y 50 m²/g por su alto potencial de reducción que

promueve la descontaminación de metales pesados en aguas usadas. Entre los factores que pueden afectar la efectividad de este método se encuentran: el pH inicial, dosis de ZVI a nanoescala y la concentración inicial del metal pesado. Estos fueron examinados por un experimento lote en donde prepararon diferentes sales ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, PbCl_2 and $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ en una solución de agua deionizada para obtener la concentración deseada. El pH de la muestra de agua usada sintética fue ajustado utilizando 0.1 N de NaOH o H_2SO_4 .

Para asegurar las condiciones anaeróbicas, el agua deionizada de las soluciones fue procesada con nitrógeno gas para remover el oxígeno disuelto antes de usarlo. Los metales pesados que fueron identificados son: cobre, zinc, plomo y cobre. Una vez preparadas las muestras, añadieron las nanopartículas en una botella HDPE que contenía el agua usada preparada. Colocaron la misma en un agitador orbital a 150 revoluciones por minutos (rpm) a una temperatura de 25°C .

Luego se filtraron las muestras tomando 5 ml con una jeringa y pasando la misma a través de un filtro de membrana de 0.2 mm esta se analizó por pH, metales pesados (Cu, Zn, Pb, y Ni), hierro y hierro ferroso total. Para determinar la concentración de metales pesados y hierro total utilizaron espectroscopia de absorción atómica de flama (FAAS). La determinación de hierro ferroso (Fe^{+2}) se llevó a cabo por el método 1,10-phenanthroline. La tasa y eficiencia aumentó con el decrecimiento del pH. Más del 80 % de los metales pesados fueron removidos cuando el pH inicial fue controlado a dos. Además, la razón y eficiencia de remoción de los metales aumento como el incremento de las nZVI al añadir 2.0g/L a las muestras.

Este estudio bajo condiciones operacionales demostró que las nanopartículas de hierro cero valente pueden remover eficientemente los metales pesados en aguas usadas (Chen et al., 2008).

Caso II. Descontaminación de nitratos y nitritos en aguas usadas por nanopartículas de hierro cero valentes:

En este estudio se realizó la reducción química de las especies de nitrato y nitrito utilizando nanopartículas de hierro cero Valente (ZVIN) en solución acuosa. Los investigadores prepararon experimentalmente ZVIN por la reducción de borohidruro a temperatura ambiente. La morfología de cómo se sintetizó las ZVIN fue determinado por unas partículas ultrafinas con un rango de 20 a 50 nm, estas fueron observadas a través de el microscopio FE-SEM. Tanto el nitrito como el nitrato fueron eficientemente removidos usando ZVIN, se encontró 65-83% para nitrito y 51-68% para nitrato, estos resultados se basan en tres diferentes concentraciones iniciales. Utilizando patrones de XRD la relación cuantitativa entre nitrito y Fe (III) o Fe (II) fue similar a la de nitrato y Fe (III) en el estudio. La posible razón a esto es la rápida reducción de nitrito por ZVIN.

El espectro XANES demostró que tanto el nitrato como el nitrito se reducen a N_2 mientras se oxida electroquímicamente el ZVIN a Fe_2O_3 o Fe_3O_4 . Lo que significa que la descontaminación de estas dos especies en aguas subterráneas vía remediación in situ con ZVIN es efectiva (Lin et al., 2008).

Caso III. Uso de nZVI en lugar de manufactura en Passaic, New Jersey:

Un estudio piloto realizado durante la semana del 9 al 13 de septiembre de 2005 en Passaic, New Jersey determinó altas concentraciones de solventes clorinados como TCE en aguas subterráneas. La tecnología designada para este proyecto consistió de la inyección de 108 libras de nZVI por mezcla y 1,200 libras de aceite emulsificado dentro de tres puntos de la unidad. El monitoreo se realizó semanalmente el primer mes del proyecto y luego mensualmente. Los resultados finales demostraron una reducción de la concentración de TCE en un 90 a 100% (NAVFAC, 2005).

Marco legal

Legislación Federal

La Ley de Conservación y Recuperación de Recursos (RCRA por sus siglas en inglés) del 21 de octubre de 1976, según enmendada, tiene como propósito reducir la generación de desperdicio peligroso y su disposición en el terreno promoviendo la sustitución de procesos, recuperación de materiales, reciclaje y reuso adecuado y tratamiento. A la misma vez, el Congreso también pronunció la política nacional de los Estados Unidos de tratar, almacenar, o disponer los desperdicios peligrosos de manera que se pueda reducir la amenaza futura y presente a la salud humana y al ambiente.

Para establecer protocolos y prácticas seguras de manejo de materiales secundarios, los cuales son desperdicios peligrosos, la EPA interpretó que la ley RCRA requiere que la agencia considere los materiales que se están manejando y la manera en la cual se están usando. Esta interpretación permitió a la EPA reducir el potencial de efectos adversos a la salud y al ambiente por actividades de reciclaje.

Bajo RCRA, Subtítulo C, la autoridad de la EPA está limitada a la reglamentación de desperdicio peligroso (Rohena, 2000). La Agencia Federal de Protección Ambiental (EPA, por sus siglas en inglés) ha identificado cuatro características para los desperdicios peligrosos. Cualquier desperdicio sólido que exhiba una o más de las siguientes características se clasificará como un desperdicio peligroso:

- Inflamabilidad
- Corrosividad
- Reactividad
- Toxicidad EP (Procedimiento de Extracción)

Además se establecen varios requisitos administrativos para las tres categorías de manejadores de desperdicios peligrosos: generadores, transportadores, dueños u operadores de instalaciones de tratamientos y almacenamiento o disposición. Se establecen estándares técnicos para el diseño y la operación de instalaciones orientadas al tratamiento, almacenamiento y disposición de desperdicios. Esto se realiza a base de un programa regulador de permisos.

Componente de toxicidad

Se considera peligroso un desperdicio que contiene cualquiera de los 39 constituyentes especificados en una concentración igual o mayor que el nivel regular establecido para cada constituyente. La lista incluye 8 metales, 4 insecticidas y 2 herbicidas que fueron regulados bajo el procedimiento de extracción (EP) de las características de toxicidad. Estos constituyentes y sus niveles de reglamentación no fueron cambiados por las características de toxicidad orgánica (TCLP), regla que comenzó a observarse a partir del 25 de septiembre de 1990.

En su lugar, la EPA añadió 25 constituyentes a los 14 EPA constituyentes característicos de toxicidad, lo que resultó en un nuevo TC de 39 constituyentes. Según las especificaciones contempladas en el subtítulo C, se ha clasificado al Cadmio como un desperdicio peligroso debido a la toxicidad que posee. Este se ha identificado en la lista con el código D006 con un nivel máximo de concentración (MCL por sus siglas en inglés) de 1.0 miligramos por litros (mg/L).

Desperdicios Universales

Bajo la Ley RCRA, los desperdicios universales también se incluyen en sus regulaciones. Estos desperdicios se consideran peligrosos y deben mantenerse de manera extendida en el medio ambiente y en volúmenes abundantes. Mediante esta reglamentación, se regula la disposición de baterías que contengan: plata, mercurio, ácido de plomo y aleaciones de níquel-cadmio, como las que actualmente son utilizadas en los teléfonos móviles. La EPA estimó que el 75% del cadmio presente en el flujo de desperdicio sólido en EUA para 1995, provino de baterías de níquel-cadmio (EPA, 2002).

Ley integral de respuesta a emergencias, compensación y responsabilidad (CERCLA)

Esta Ley mejor conocida como superfondo, fue promulgada por el Congreso de Estados Unidos, en diciembre de 1980. Esta ley crea un impuesto sobre las industrias químicas y petroleras que va directamente a un fondo fiduciario. Este fondo es utilizado para limpieza de lugares abandonados contaminados con sustancias peligrosas o en respuestas de emergencias a sustancias peligrosas liberadas al medio ambiente.

Mediante esta Ley, la EPA tiene el poder de responsabilizar a las partes involucradas y asegura la cooperación de las mismas durante las operaciones de limpieza. Además mediante CERCLA, la EPA recupera los costos financieros incurridos, una vez la limpieza es completada.

Mediante CERCLA se:

1. Establece prohibiciones y requerimientos concernientes a lugares abandonados o cerrados, contaminados con sustancias peligrosas.
2. Responsabiliza a las partes por la liberación de sustancias peligrosas.
3. Establece un fondo fiduciario para costear la limpieza cuando las partes responsables no pueden ser identificadas.

La Ley CERCLA, ha sido posteriormente modificada y ampliada en 1986, mediante la aprobación del Congreso, de la Ley de Enmienda y Reautorización del Superfondo (SARA por sus siglas en inglés) (EPA, 1998). En Puerto Rico como se mencionó anteriormente existen lugares identificados como superfondos, los cuales caen bajo el amparo de esta ley y solo tres de estos han sido completamente descontaminados de diferentes sustancias químicas como el cadmio.

Legislación estatal

A nivel estatal, no existe legislación que regule la disposición de desperdicios electrónicos, ni artefactos que posean cadmio entre otros metales pesados. Por lo que muchas personas, industrias entre otras fuentes pueden disponer de este metal proveniente de diferentes materiales usados sin ninguna penalidad.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

En este estudio se determinó cuan eficiente es utilizar nanopartículas de hierro cero valentes para reducir las altas concentraciones de cadmio en soluciones acuosas. Esta investigación la llevamos a cabo en el laboratorio de Química Analítica y Nanotecnología del Dr. Carlos Cabrera, Universidad de Puerto Rico, Recinto de Río Piedras. Y fue revisado y aprobado por el comité de Bioseguridad de la Universidad Metropolitana.

Materiales

Sustancias químicas

Entre las sustancias que utilizamos en este estudio se encuentran: $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Sigma-Aldrich F2877), NaBH_4 (Alfa Aesar), Etanol 200 proof, anhídrido 99.5% (Sigma-Aldrich 459836), $\text{Cd}(\text{CHOO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (Sigma- Aldrich 289159), Vulcan (Cabot) y HCl (Alfa-Aesar). El uso de las mismas se realizó sin ningún proceso de purificación previo al experimento. Todas las soluciones fueron preparadas con agua nanopura.

Instrumentación y métodos analíticos

La caracterización de los materiales sintetizados, y el análisis de las soluciones se realizaron por instrumentos y técnicas descritas a continuación:

Microscopio de Rastreo de Electrones (SEM por sus siglas en inglés)- Esta técnica de microscopía utiliza un haz de electrones como fuente de energía que rastrean la superficie del material sólido (Lawes & James, 1987). La energía del haz de electrones se produce en un rango de aproximadamente 100 kilo electro voltio (keV). Este haz es enfocado por uno o más lentes dentro de un tamaño de 0.4nm a 5 nm. El contacto de la superficie de la muestra con el haz de electrones resulta en el producto de una imagen 2D o 3D desplegada en un monitor CRT (Hafner, 2007). Este microscopio nos permite analizar la morfología de las muestras sintetizadas como el tamaño, aglomeración, área superficial y forma de las nanopartículas. El modelo utilizado fue JSM 7500 S-SEM.

Espectroscopía de Fotoelectrones Rayos X (XPS por sus siglas en inglés) – Este instrumento es muy eficiente para determinar la composición química y provee información sobre la estructura y el estado de oxidación de los compuestos de interés. La técnica se basa en la detección de las energías cinéticas emitidas por los electrones utilizando como fuente los rayos X para los fotones. La energía de los fotones se fija y la energía cinética de los electrones puede ser detectada, la energía de enlace es simplemente la diferencia de estas dos energías. Esta energía de enlace de un electrón es característico del átomo y el orbital del cual el electrón emitió su energía. Esto permite determinar el estado de oxidación de los elementos presentes en la muestra (Jenniss et al. 1998).

Método Experimental

Para el manejo, almacenamiento y disposición de las sustancias químicas utilizadas se preparó un plan de emergencia con la ayuda del personal de la Oficina de Seguridad Ambiental (UPR- RP) (apéndice 5).

1. Síntesis de las nanopartículas de hierro cero valentes (nZVI).

Para cumplir con el primer objetivo se preparó la síntesis de nZVI utilizando NaBH_4 como agente reductor. Este reduce Fe (III) por la siguiente reacción (Wang & Zhang 1997):



Para obtener 1.13 g de nZVI - se preparó una solución 0.6 M de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (masa molar 270.30 g/mol) en 30 ml con 25% de etanol y 5 % agua nanopura (v/v). Se mantuvo la solución burbujeando con N_2 por 30 minutos para eliminar el oxígeno durante la reacción, de esta forma se puede prevenir la oxidación del hierro. Luego se tituló la solución añadiendo el agente reductor NaBH_4 (masa molar 37.83 g/mol) a 0.8 M solución acuosa. Después de 30 minutos de agitación a 700rpm, se filtró la solución utilizando un papel de filtro de 0.22 μm (milipore) en un succionador al vacío a 25 °C.

Luego se enjuagó la muestra con 30 ml de etanol. La preparación de esta síntesis se realizó en un extractor de gases. Una vez filtradas las muestras se colocaron dentro de un desecador al vacío. Para analizar el tamaño y morfología de las nanopartículas en el SEM se utilizó aproximadamente un miligramo de la muestra. De igual forma para su determinación del estado de oxidación de hierro con el XPS y XRD.

2. Preparación de las concentraciones de Cadmio en aguas usadas sintéticas (wastewater synthetic)

Las soluciones de Cadmio se prepararon utilizando $\text{Cd}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ya que el acetato es altamente soluble en agua y etanol. Para representar diferentes muestras de aguas usadas contaminadas con Cadmio se preparó una solución de 6 ppm (7.10 mg en 500 mL de agua nanopura).

Luego se realizó dos diluciones de la solución 6 ppm (concentración madre) para preparar una solución de 3 ppm y otra de 1 ppm. Para la solución de 3 ppm se añadió 125.55 mL en un matraz aforado y se llenó de agua hasta 250 mL. Para la solución de 1 ppm se añadió 41.66 mL. El pH inicial de cada solución fue ajustado a 2 utilizando 1.0 M de HCl este se analizó utilizando un metro de pH.

3. Determinación de la reducción de la concentración de cadmio en solución acuosa con nZVI.

Todas las reacciones se realizaron dentro de la caja seca con Argón para evitar la corrosión de Fe con oxígeno. Chen et al. (2008) recomienda dosis de 1.0g/L a 3.5 g/L de nZVI para concentraciones de 1ppm o más de Zn (el cual posee propiedades químicas similares al Cd). De todas las soluciones preparadas de 1, 3 y 6 ppm se utilizó 200 mL de las mismas, a las cuales se le aplicó un tratamiento de 3g/L de nZVI a periodos de tiempo de 0,1, 3, 5 horas. Luego se tomó una muestra de cada solución antes del tratamiento con hierro para conocer la exactitud en la preparación de la concentración inicial y luego después del tratamiento para determinar la concentración final de cadmio. A cada solución de cadmio se le determinó el pH antes y después de añadir las nZVI para analizar el cambio en el porcentaje de iones de hidrógeno en solución.

Para determinar el efecto de las nanopartículas en la cantidad de iones de cadmio presentes en las muestras luego del tiempo determinado, las mismas se procesaron y analizaron a través del Laboratorio Eqlab localizado en Bayamón utilizando el instrumento ICP (EPA 6010B) el cual es altamente sensible para detectar cambios en las concentraciones y posee un límite de detección de 0.002 ppm para cadmio.

4. Síntesis de nanopartículas de hierro cero valentes con un soporte de carbono.

Las nanopartículas de hierro cero valentes poseen una gran área superficial pero a menudo éstas se ven afectadas por la aglomeración de sus partículas en la superficie (Tratnyek, 2006; Saleh, 2008). Considero que utilizar un soporte de carbono puede reducir la aglomeración o formación de agregados en la síntesis de nZVI. El carbono negro (Vulcan) es frecuentemente utilizado como soporte catalítico porque posee una alta estabilidad en medios ácidos y básicos, además es buen conductor eléctrico y tiene una gran área superficial específica.

Estas propiedades pueden mejorar las condiciones de corrosión, cambios en el carácter hidrofóbico/ hidrofílico en la superficie de las partículas en solución (Carmo et al., 2009). La síntesis se llevó a cabo utilizando carbono negro Vulcan XC-72R. Para obtener 1.13 g de nZVI, se preparó una solución de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ a 0.6 M en 30 ml con 25% de etanol y 5% agua nanopura (burbujeada con N_2 por 30 minutos para eliminar el oxígeno) (v/v). Luego se le añadió 0.06 g de C-Vulcan al 5% y se movió por 10 minutos. Luego se tituló la solución añadiendo NaBH_4 (agente reductor) a 0.8 M solución acuosa. Después de 30 minutos de agitación, se filtró la solución con un papel de filtro de $0.2\mu\text{m}$ en un filtrador de succión a 25°C y se lavó con agua nanopura.

Las muestras se guardaron en un desecador al vacío para su caracterización. El mismo proceso que se utilizó en la parte III de la metodología se realizó con la muestra de nZVI que contiene el soporte de carbono. Todos los desperdicios de las sustancias se dispusieron en envases previamente identificados para cada sustancia y se manejaron por el personal de la Oficina de Seguridad Ambiental del Recinto Universitario de la UPR Río Piedras.

5. Estimar la costo efectividad del uso de nanopartículas de hierro en un área contaminada con cadmio en Puerto Rico.

Para cumplir con este objetivo se utilizó el informe sometido por la EPA (2010) de la inspección del superfondo Papelera Puertorriqueña en Utuado. En donde se encontró una concentración de 2,370 ppm de cadmio en el sedimento en un área de muestreo de aproximadamente 60 pies³. Para estimar el costo de una remediación in situ utilizando inyección directa de las nZVI en esta área, se utilizó de referencia una hoja de factura de la compañía ARS Technologies localizada en New Jersey. Esta factura presenta los costos actuales de una remediación con nZVI incluyendo todos los componentes necesarios para realizar la limpieza en el área. De esta forma se pudo calcular el costo que podría generar la limpieza de un área de la Papelera puertorriqueña para un periodo de 12 meses aproximadamente.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La investigación consistió en preparar una síntesis de nanopartículas de hierro cero valentes para analizar su efecto en la reducción de la concentración de Cadmio a diferentes períodos de tiempo y a su vez comparar la efectividad de las nanopartículas con un soporte de carbono. Esto nos ayudó a determinar cuan eficiente es el uso de estas nanopartículas con o sin soporte en la remediación de este metal pesado. A continuación presentamos los resultados de la investigación.

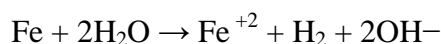
1. Caracterización de las nanopartículas de hierro cero valentes sintetizadas.

La caracterización de las nanopartículas de hierro cero valentes es fundamental para entender su mecanismo de reacción y cinética (Sun et al., 2006). El transporte, distribución y destino de las nanopartículas en el ambiente también dependen de estas propiedades superficiales. A menudo no se define un promedio típico de las nanopartículas de hierro porque estas son producidas con diferentes métodos que pueden variar sus propiedades (Li, Elliot & Zhang et al., 2006). En las imágenes del XRD la línea de difracción presenta un pico a 44.7° zeta grados el cual indica la presencia de Fe^0 (hierro metálico o cero valente) (figura 1). En estos patrones del XRD identificamos también la señal de óxido de hierro (hematita, Fe_2O_3). Esto se debe probablemente al oxígeno de la atmósfera en el momento de preparación. A pesar de ello, resultados previos indican que el hierro a nano-escala puede evitar oxidación bajo condiciones atmosféricas por largos periodos (Liu et al., 2005; Liu et al., 2006).

Las imágenes del Microscopio de Rastreo de Electrones (SEM por sus siglas en inglés) presentan las nanopartículas sintetizadas, las cuales exhiben formas esféricas y cadenas de agregados (figura 2 y 3). El diámetro determinado se encuentra en un rango de 35-100 nm. Estas imágenes presentan que el 70% de las nanopartículas posee diámetros menores de 100 nm. Estos agregados en ocasiones son parte de las propiedades magnéticas producto de la reducción por borohidruro, el cual promueve la orientación linear del hierro (Feng & Lim 2007; Ngo & Pileni 2001; Korth et al., 2006). La tasa de influencia de las fuerzas magnéticas en la agregación depende de la magnitud de la magnetización de las partículas, radio de las nanopartículas, tamaño de los agregados y su concentración en la solución (Dalla et al., 2009; Rosická & Šembera, 2010).

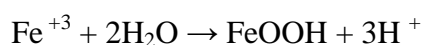
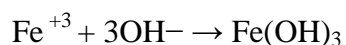
Las nanopartículas también las caracterizamos utilizando Espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X (XPS por sus siglas en inglés). De esta forma pudimos observar la deconvolución de los picos de nanopartículas frescas en regiones $Fe_{2p_{3/2}}$ y O_{1s} (figura 4). Para el espectro $Fe_{2p_{3/2}}$, la energía de enlace del pico significativo fue localizado a 711eV (electro voltio) el cual se le atribuyó a hierro férrico [Fe(III)]. A 707 eV observamos un pico correspondiente a hierro metálico. En cuanto al pico foto electrónico de O_{1s} , este puede ser descompuesto dentro de tres picos separados a 529.9 eV, 531.2 eV y 532.5 eV, representando las energías de enlace de oxígeno en O^{-2} , OH^{-} y agua absorbida química o físicamente en la muestra (figura 5). Examinando los radios de las áreas en los picos de Fe/OH y OH/O^{-2} establecimos que la capa de óxido que recubre el hierro puede estar compuesta de hidróxidos u oxihidróxidos.

Como resultado de la oxidación de hierro Fe^{+2} se forma primero en la superficie (Li et al., 2006):

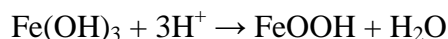


Fe^{+2} puede ser oxidado en Fe^{+3} : $4\text{Fe}^{+2} + 4\text{H}^+ + \text{O}_2 \rightarrow 4\text{Fe}^{+3} + 2\text{H}_2\text{O}$

Fe^{+3} reacciona con OH^- o H_2O y se transforma en hidróxido o oxihidróxido



$\text{Fe}(\text{OH})_3$ puede ser deshidratado para formar FeOOH :



Estos resultados constituyen la fundación del modelo conceptual de las nanopartículas nZVI (figura 6). El cual presenta el poder de reducción que poseen estas nanopartículas en contaminantes ambientales. En la superficie se puede ilustrar la formación de óxidos de hierro/ hidróxidos producto de la oxidación de las nZVI. También se muestra los posibles lugares de interacción para absorción y formación de complejos. En agua, las nanopartículas pueden exhibir afinación con metales o formación de ligando dependiendo de la solución química (Li et al. 2006).

2. Determinación de la concentración de cadmio luego del tratamiento con nZVI

Las nanopartículas de hierro poseen un potencial estándar de reducción (E°) de -0.44 V, el cual es más bajo que el potencial de reducción de cadmio (-0.40 V, 25°C) esto no permite que ocurra una reacción de reducción- oxidación sino más bien un proceso de absorción (Boparai, Joseph & O'Carroll, 2010; Li & Zhang, 2007).

Por lo tanto determinamos el porcentaje de absorción de iones de cadmio en la superficie de las nanopartículas para tres concentraciones (1, 3 y 6 ppm) utilizando la siguiente fórmula:

$$\% \text{ absorción} = \frac{[Ci] - [Cf]}{[Ci]} \times 100$$

En esta fórmula, [Ci] y [Cf] representan la concentración inicial y final en ppm (mg/L) respectivamente. Muchas investigaciones previas han estudiado procesos redox y de absorción como mecanismos de reducción de metales por hierro a nanoescala. Pero muy pocas investigaciones presentan en detalle las características de absorción que ocurre con ciertos metales (Li & Zhang, 2007). En la imagen de SEM se muestra las nanopartículas de Fe con iones de cadmio (figura 7). Esta interacción la pudimos observar con los puntos claros en la muestra, los cuales indican la presencia de iones de cadmio absorbidos por las nanopartículas (puntos negros) (figura 8).

De esta imagen realizamos también un análisis de Dispersión de Energía por Rayos X (EDX por sus siglas en inglés) para analizar los resultados y comprobamos la presencia de cadmio en la muestra de Fe⁰ (figura 9). Los picos característicos de los iones de Cd en el EDX aparecen a 2.95, 3.20, 3.45 y 3.75 KeV (Boparai et al., 2010). Según los resultados obtenidos, observamos un cambio en la absorción de cadmio a medida que transcurre el tiempo de tratamiento (tabla 1). El porcentaje de absorción para la concentración de 1, 3 y 6 ppm fue de 92.63%, 90.70 % y 89.39% respectivamente (figura 10). Estos porcentajes se obtuvieron en un periodo de 300 minutos (5 horas), lo cual nos indica que a mayor tiempo de interacción entre los iones de cadmio y las nanopartículas de Fe⁰ mayor es la reducción en la concentración inicial.

Para determinar la variabilidad entre los datos calculamos el promedio y la desviación estándar para cada concentración a un tiempo determinado (tabla 2). Según estos cálculos estimamos que la variación entre los datos de cada muestra se mantiene entre ± 0.1 a 0.5σ . La correlación entre la concentración final vs el tiempo y el coeficiente de determinación (R^2) para las tres concentraciones fue calculado (figura 11). Este fue de 0.9441 para la muestra de 6 ppm, 0.9889 para 3 ppm y 0.9924 para 1 ppm. Estos valores nos indican que el porcentaje de la variabilidad de la concentración final de cadmio es lineal con respecto al tiempo aplicado.

En las muestras también observamos el cambio de pH de 2 a 6 a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, esto se debe a la formación de hidróxidos (OH^-) en la superficie del hierro por su interacción con el agua (figura 12). La eficiencia máxima de reducción de cadmio fue mayor de 85% en 300 minutos donde el pH se mantuvo entre 2 a 4. Esto refleja que el pH óptimo para que ocurra una reducción más eficiente debe ser entre 2 a 4 para cadmio. De estos resultados también pudimos inferir que la reducción de metales pesados depende en gran parte al pH inicial de la solución. La tasa y eficiencia en la reducción de metales aumenta a medida que decrece el pH.

Cuando el agua usada posee un pH inicial básico, el hierro se precipita en oxihidróxidos. La presencia de esta especie causa una pasivación en la superficie de las nanopartículas de hierro. Por lo cual se debe utilizar pH ácidos para obtener mejores resultados (Chen et al., 2008).

3. Eficiencia de las nanopartículas de hierro con un soporte de carbono en la reducción de las concentraciones de cadmio.

En los patrones del XRD observamos la línea de difracción para las nanopartículas de hierro con 95% Fe y 5% C (figura 1). Este muestra una señal a 21° zeta grados para carbono el cual se observa poco definido ya que la estructura del carbono negro es amorfo. También detectamos el pico característico de Fe^0 a 45° . En las imágenes del SEM las muestras de nZVI con el soporte de carbono presentan mayor dispersión, lo cual se pudo corroborar al determinar el tamaño de las nanopartículas (figura 13). Este rango fue de 35 a 85 nm el cual es relativamente más bajo que las nZVI sin soporte.

Para comparar la eficiencia de las nanopartículas de hierro con y sin soporte de carbono, utilizamos el período de tiempo de 300 minutos. En el cual se determinó la mayor reducción para las tres concentraciones de cadmio en la primera parte de la investigación. Luego calculamos el porcentaje de absorción para las concentraciones de 1, 3 y 6 ppm. Estos resultados muestran que hubo mayor reducción en la concentración de 1 ppm a diferencia de las muestras con nZVI solamente (figura 14). Esto nos indica que las nanopartículas sintetizadas con un soporte de carbono al estar más dispersadas y con mayor área superficial pudieron absorber más cantidad de iones de cadmio en la superficie de hierro. Para corroborar el efecto del carbono solamente en las concentraciones de cadmio se realizó un blanco utilizando el mismo proceso que se realiza con las nZVI, los resultados del ICP indicaron que el carbono lo máximo que pudo remover fue un 20% (figura 15) entre los diferentes periodos de tiempo. Esto refleja claramente que el porcentaje de remoción mayor surge de la interacción de las nanopartículas de hierro con el cadmio y no del carbono en su totalidad.

4. Estimado del costo efectividad del uso de nZVI

Según los cálculos realizados para la remoción de más de un 80% de cadmio en el sedimento y parte de las aguas subterráneas se necesitan una cantidad de nZVI de aproximadamente 12.9146 libras lo que equivale a 5857.964 gramos. Esta remediación se estimó para un área de 60 pies³ con un tratamiento de nZVI por un año realizando monitoreo semanalmente por los primeros tres meses y luego mensualmente. Entre las técnicas que se pueden utilizar para realizar este monitoreo se encuentra el ICP y Espectroscopía de absorción atómica de flama (FAAS por sus siglas en inglés). Estos instrumentos son excelentes para determinar concentraciones de metales como lo es el cadmio en diferentes muestras.

El tratamiento con nZVI para esta remediación puede ser aplicada utilizando fracturación neumática la cual facilita el movimiento y dispersión de las nanopartículas a través del sedimento y los acuíferos. Ya que el área contaminada está situada en Utuado al oeste de la región montañosa de la Cordillera Central, lo cual implica un suelo más rocoso que debe ser manipulado de forma eficiente sin causar daño a los acuíferos que conectan esta área con el río Viví y Grande de Arecibo. El costo total según lo estimado fue de \$232,023.35 esto incluye desde el transporte de las nanopartículas, aplicación y monitoreo (tabla 3).

CAPÍTULO V

CONCLUSIÓN Y RECOMENDACIONES

En esta investigación, sintetizamos nanopartículas de hierro cero valentes en etanol por el método de reducción química con borohidruro bajo condiciones atmosféricas. Para determinar la eficiencia en la reducción y flexibilidad de este material en aplicaciones ambientales, también preparamos nZVI con un soporte de carbono. La caracterización de las nanopartículas se realizaron utilizando XRD, XPS y SEM. De los resultados del SEM, determinamos que las nanopartículas poseen un tamaño entre 35-100 nm y más del 70% presentaron un tamaño menor de 100nm. Estas nanopartículas las aplicamos en un tratamiento con iones de Cd^{+2} en soluciones acuosas sintéticas. De acuerdo a los resultados, las concentraciones de cadmio fueron reducidas casi en su totalidad en un periodo de tiempo de 300 minutos. Utilizando una concentración estándar de 3g/L de nZVI para cada muestra.

Debido aquel proceso de interacción de las nanopartículas de Fe^0 ocurre en función de su superficie, la tasa y eficiencia de la reducción se puede ver afectada por la concentración inicial del metal a una cantidad determinada de nZVI. Consideramos que el pH inicial es otro de los factores que puede influenciar el mecanismo de reacción de las nanopartículas, según los resultados el pH entre 2 a 4 favorece la absorción de cadmio en la superficie del hierro. Investigaciones previas señalan que un pH básico puede producir pasivación en las nZVI, lo cual limita su potencial de reducción en metales entre otras sustancias.

Estas nanopartículas también pueden verse afectadas por la aglomeración y formación de agregados ya que esto decrece el área superficial. El uso de un soporte de carbono en la preparación de las mismas produjo menos aglomeración entre las partículas y a su vez aumentó la capacidad de absorción de iones de cadmio en las concentraciones de 1, 3 y 6 ppm en un periodo de 300 minutos. Los resultados de esta investigación muestran claramente el gran potencial que poseen estas nanopartículas como mecanismo de remediación para metales pesados. Incluso su posible aplicación in situ según los resultados del estimado realizado muestran que un tratamiento con nZVI puede ser costo efectivo comparado con las técnicas actuales de PRB y P&T. Las cuales no solo son altamente costosas sino que sus procesos de remoción fluctúan entre 10 a 15 años.

Recomendaciones

A base de los resultados obtenidos en esta investigación se sugieren las siguientes recomendaciones:

1. Analizar la eficiencia de las nanopartículas de Fe^0 con el soporte de carbono en diferentes periodos de tiempos a una concentración mayor de 3g/L de nZVI.
2. Determinar el efecto de la temperatura en la absorción de cadmio con las nanopartículas sintetizadas al 100% Fe y 5% C.
3. Controlar la variación en el tamaño de las nanopartículas a través de la síntesis por microemulsión, lo cual promueve mayor área superficial al reducir el tamaño entre las partículas.

4. Estudiar la interacción de las nZVI con cadmio bajo condiciones controladas en muestras de agua que no hayan sido tratadas por la Autoridad de Acueductos y Alcantarillados. Esto ayudaría a determinar su efecto en muestras reales de diferentes cuerpos de agua que posean altas concentraciones de cadmio entre otros metales.
5. Aplicar esta técnica in situ en un área contaminada con cadmio a poca profundidad y determinar su efecto en la concentración inicial de este metal.

Limitaciones

Una de las limitaciones del estudio fue utilizar un agitador magnético durante la síntesis de las nanopartículas con borohidruro. Ya que el hierro se reduce a su estado elemental con propiedades magnéticas y se dificulta la recuperación de la muestra. Otra limitación fue preparar las nanopartículas fuera de la caja seca lo que promueve mayor exposición a la formación de óxidos en la superficie de hierro.

Es de suma importancia el desarrollo de experimentos pilotos de forma in situ con las nZVI en Puerto Rico, ya que muchos lugares han sido altamente contaminados por este metal carcinógeno. Muchas de las técnicas empleadas hoy día para remediar contaminantes, no producen una remoción rápida y costo efectiva. Cabe resaltar que para lograr excelentes resultados con estas nanopartículas, se debe hacer uso responsable de las mismas en aplicaciones ambientales y su manejo por riesgos asociados, requiere un conocimiento fundamental de su cinética e interacción. Especialmente en su movilidad, potencial de biodisponibilidad/ bioacumulación e impacto en una variedad de organismos.

LITERATURA CITADA

- Agencia para las Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades (ASTDR) (1999) *ToxFaQs™* para Cadmio (Cadmiun). CAS #74407-45-9
- Agencia para las Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades (ASTDR). (2008). Cadmio. *División de Toxicología Medicina Ambiental ToxFaQs™*
Recuperado de http://www.atsdr.cdc.gov/es/toxfaqs/es_tfacts5.pdf
- ARS technologies (2003). Final cost and performance report, feroxsm injection technology demonstration remedial unit C4, hunters point shipyard, San Francisco, California. Recuperado de <http://www.ert2.org/nzvit/swfs/table.pdf>
- Autoridad de Desperdicios Sólidos de Puerto Rico (2010). Información general de desperdicios electrónicos o “E-Waste”. Recuperado de http://www.ads.gobierno.pr/secciones/reciclaje/equipos_electronicos.htm
- Babula, P., Adam, V., Opatrilova, R., Zehnalek, J., Havel, L & Kizek, R. (2008). Uncommon heavy metals, metalloids and their plant toxicity: a review *Environmental Chemistry Letters*, (6)189–213. Recuperado de Springer Link Database
- Boparai, H., Joseph, M & O’Carroll, D. (2010). Kinetics and thermodynamics of cadmium ion removal by adsorption onto nano zerovalent iron particles, *Journal Hazard Material*, doi:10.1016/j.jhazmat.2010.11.029
- Botello-Salinas, L., Garza, M., Gómez, J & Hinojosa, M. (2007). Biosíntesis de nanopartículas de ZnS utilizando cepas de hongos. *Ingenierías(x)7*. Recuperado de http://www.ingenierias.uanl.mx/37/37_Biosíntesis.pdf
- Carmo, M., Linardi, M & Rocha, J. (2009). Characterization of nitric acid functionalized carbon black and its evaluation as electrocatalyst support for direct methanol fuel cell applications. *Applied Catalysis A: General*, 355: 132–138, doi:10.1016/j.apcata.2008.12.010
- Chang, N., Wanielista, M., Hossain, F., Zhai, L., & Lin, K. (2008). Integrating nanoscale zero-valent iron and titanium dioxide for nutrient removal in stormwater systems. *Nano*, 3(4), 297-300. Recuperado de Academic Search Complete database.
- Chen, S., Chen, W., & Shih, C. (2008). Heavy metal removal from wastewater using zero-valent iron nanoparticles. *Water Science & Technology*, 58(10), 1947-1954. doi:10.2166/wst.2008.556.

- Correia de Soto, A & Martín de Armando, M.L (2005). Propuesta de un plan de manejo de baterías usadas en teléfonos celulares en Venezuela. *Ingeniería*, 12(002) 32-41
- Dalla Vecchia E., Coisson M., Appino C., Vinai F., & Sethi R. (2009). Magnetic characterization and interaction modeling of zerovalent iron nanoparticles for the remediation of contaminated aquifers. *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 9, 3210-3218.
- Díaz, A., Arroqui, A & Sarquis, P. (2005). Study of cadmium levels in soil profiles in the Villa Nueva town. *Minería y Geología*, 21(1). Recuperado de <http://www.ismm.edu.cu/sites/revistamg/v21-n1-2005/art2-1-2005.pdf>
- Dupont (2007). Hoja de trabajo de evaluación de riesgos de los nanomateriales. nanopartículas de hierro con valencia cero (nZVI) para remediación del medio ambiente. Recuperado de http://www.edf.org/documents/7974_Summary-ZeVFe-ES.pdf
- EPA. (1998). Comprehensive environmental response, compensation, and liability of 1980 "superfund". Recuperado de <http://epw.senate.gov/cercla.pdf>
- EPA. (2002). Land disposal restrictions: national treatment variance to designate new treatment subcategories for radioactively contaminated cadmium, mercury, and silver containing batteries; *Direct Final Rule*. 67 FR 62618
- EPA. (2007) Nanotechnology white paper EPA 100/B-07/001. Recuperado de <http://www.epa.gov/ncerqa/nano/publications/whitepaper12022005.pdf>
- EPA. (2008). Office of solid waste and emergency response. Nanotechnology for site remediation fact sheet. Report number: EPA 542-F-08-009. Recuperado de <http://www.epa.gov/tio/download/remed/542-f-08-009.pdf>.
- Feng, J., Lim, T.T. 2007. Iron-mediated reduction rates and pathways of halogenated methanes with nanoscale Pd/Fe: Analysis of linear free energy relationship. *Chemosphere*, 66:1765–1774.
- Gavaskar A, Tatar L, Condit W. (2005). Cost and performance report nanoscale zero valent iron technologies for source remediation. *Naval Facilities Engineering Command (NAVFAC)*.
- Ghair, A., Ingwersen, J., & Streck, T. (2009). Nanoparticulate zeolitic tuff for immobilizing heavy. *Water Air Soil Pollution*, 203, 155-168. Recuperado de la Base de datos Springer.
- Hafner, B. (2007). *Scanning electron microscopy primer*. Characterization facility, University of Minnesota -Twin Cities

- Hernando, A. (2007). Nanotecnología y nanopartículas magnéticas: La física actual en lucha contra la enfermedad. *Real Academia de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales (España)*, 101(2), 321-327. Recuperado de <http://www.rac.es/ficheros/doc/00547.pdf>
- Jenniss, S.W., Katz, S.A & Lynch, R.W. (1997). *Atomic absorption spectrometry. In Application of Atomic Spectrometry to Regulatory Compliance Monitoring*. New York: Wiley-VCH, Inc.
- Korth, B.D., Keng, P., Shim, I., Bowles, S.E., Tang, C., Kowalewski, T., Nebesny, K.W & Pyun, J. (2006). Polymer-coated ferromagnetic colloids from well-defined macromolecular surfactants and assembly into nanoparticle chains. *Journal of the American Chemical Society*, 128(20):6562 – 6563.
- Lawes, G & James, A.M. (1987). *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*. London: John Wiley & Sons.
- Li, X.Q & Zhang, W.X. (2007). Sequestration of metal cations with zerovalent iron nanoparticles a study with high resolution X-ray photoelectron spectroscopy (HR-XPS), *Journal of Physics Chemistry*, 111, 6939–6946.
- Li, L., Fan, M., Brown, R & Van -Leeuwen, J. (2006). Synthesis, properties and environmental applications of nanoscale iron-based materials: review. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 36:405-431. doi: 10.1080/10643380600620387
- Lin, K., Chang, N., & Chuang, T. (2008). Decontamination of nitrates and nitrites in wastewater by zero – valent iron nanoparticles. *Nano*, 3(4), 291-295. Recuperado de Academic Search Complete database.
- Liu, Y., Majetich, S-A., Tilton, R-D., Sholl, D-S & Lowry, G-V. (2005). TCE dechlorination rates pathways, and efficiency of nanoscale iron particles with different properties, *Environmental Science Technology*, 39(5):1338-1345.
- Liu, Y & Lowry, G.V., (2006). Effect of particle age (Fe content) and solution pH on nZVI reactivity: H₂ evolution and TCE Dechlorination. *Environmental Science Technology*, 40(19):6085-6090.
- Macé, C., Desrocher, S., Gheorghiu, F., Kane, A., Pupeza, M., Cernik, M., Kvapil, P., Venkatakrishnan, R & Zhang, W-X. (2006). Nanotechnology and groundwater remediation: a step forward in technology understanding. *Remediation Journal*, 6(2):23-33.
- Naval Facilities Engineering Command (NAVFAC). 2005. *Cost and performance report: nanoscale zerovalent iron technologies for source remediation*. (2005) Recuperado de <http://www.clu-n.org/download/remed/cr-05-007-env.pdf>.

- Navarro Aviño, J.P., Aguilar Alonso, I & López Moya, J.R. (2007). Aspectos bioquímicos y genéticos de la tolerancia y acumulación de metales pesados en plantas. *Ecosistemas (2)*. Recuperado de <http://redalyc.uaemex.mx/pdf/540/54016203.pdf>
- Ngo, A.T., Pileni, M. P. 2001. Assemblies of ferrite nanocrystals: partial orientation of the easy magnetic axes. *Journal of Physical Chemistry B*, 105:53-58.
- NIOSH (2006). Nanotechnology: *Approaches to safe nanotechnology* . CDC Recuperado de <http://www.cdc.gov/niosh/topics/nanotech/safenano/intro.html>.
- Ortiz Roque, C., Ortiz Roque, J & Albandoz Ortiz, D. (2000). *Exposición a contaminantes y enfermedad en Vieques: Un trabajo en progreso*. Recuperado de cuhwww.upr.clu.edu/exegesis/37/Exec-37-04-09.pdf
- Ramírez, A. (2002). Toxicología del cadmio. Conceptos actuales para evaluar exposición ambiental u ocupacional con indicadores biológicos. *Anuales de la Facultad de Medicina*. Universidad Nacional Mayor de San Marcos 63(1) 51-64. ISSN 1025 - 5583
- Rodríguez –Serrano, M., Martínez de la Casa, N., Romero-Puertas, M.C., Del Río, L.A & Sandalio, L.M. (2008). Toxicidad del Cadmio en las plantas. *Ecosistemas 17* (3):139-146. Recuperado de <http://www.revistaecosistemas.net/articulo.asp?Id=558>
- Rodríguez Rosario, K. (2005). *Eficacia del hongo Pleurotus ostreatus como biorremediador de suelos contaminados con metales pesados*. (Tesis de maestría, Universidad de Puerto Rico, Recinto de Mayagüez). Recuperado de http://www.triartstudios.com/pleurotus/eficacia_del_pleutorus_como_bioremediador.pdf
- Rohena, S. (2000). *El manejo de los desperdicios sólidos peligrosos y no peligrosos, de conformidad con la Ley de Conservación y de Recuperación de los Recursos (RCRA) del 21 de octubre de 1976, según enmendada*. Universidad Metropolitana de San Juan (Umet)
- Rosická, D & Šembera, J. (2011). Assessment of influence of magnetic forces on aggregation of zero-valent iron nanoparticles. *Nanoscale Research Letters* 6:10. doi:10.1007/s11671-010-9753-4
- Salazar –Lugo, R. (2009). Estado de conocimiento de las concentraciones de cadmio, mercurio y plomo en organismos acuáticos de Venezuela. *REDVET. Revista electrónica de Veterinaria* 10(11). Recuperado de <http://www.veterinaria.org/revistas/redvet/n111109.html>

- Saleh, N., Kim, H-J., Phenrat, T, Matyjaszewski, K, Tilton, R-D & Lowry GV. (2008). Ionic strength and composition affect the mobility of surface-modified FeO nanoparticles in water-saturated sand columns. *Environmental Science Technology* 42(9):3349-3355.
- Sun, Y., Li, X., Cao, J., Zhang, W., Wang, H.P. (2006). Characterization of zero-valent iron nanoparticles. *Advances in Colloid and Interface Science* 120:47-56
- Toxmap (2008). Superfund sites with Cadmium in Puerto Rico. *Environmental Health e-Maps*. Recuperado de <http://toxmap.nlm.nih.gov/toxmap/combo/sfIdentify.do>
- Toxtown (2009). Cadmio. *National Library of Medicine*. Recuperado de <http://cu-www.upr.clu.edu/exegesis/37/Exeg-37-04-09.pdf>
- Tratnyek, P-G & Johnson., R-L. (2006). Nanotechnologies for environmental cleanup. *Nanotoday*, 1(2). Available at: <http://cgr.ebs.ogi.edu/iron/TratnyekJohnson06.pdf>.
- Villanueva, L.R. (2002). *Evaluación del impacto de fertilizantes fosfatados en la acumulación de Cadmio en suelos cultivados con maíz (Zea mays)*. (Tesis de maestría, Universidad de Chile). Recuperado de <http://mgpa.forestaluchile.cl/documentos/villanueval.pdf>
- Wang, C. and Zhang, W. (1997). Synthesizing nanoscale iron particles for rapid and complete dechlorination of TCE and PCBs. *Environmental Science & Technology* 31(7):2154-2156.
- Zhang W-X & Elliot DW. (2006). Applications of iron nanoparticles for groundwater remediation. *Remediation Journal*; 16(2).
- Zhu, B., Lim, T., Feng, J. (2006). Reductive dechlorination of 1,2,4-trichlorobenzene with palladized nanoscale Fe⁰ particles supported on chitosan and silica. *Chemosphere* 65:1137-1145.

TABLAS

Tabla 1.

Resultados del promedio de la concentración final y el pH en las concentraciones de Cadmio a diferentes tiempos utilizando las nanopartículas de Fe⁰ (n=12)

[Co] (ppm)	[C1] (ppm)	Tiempo (min)	Δ pH inicial	% absorción
1.00	1.00	0	2.0	0
1.00	0.83	60	3.83	16.7
1.00	0.37	180	4.6	62.5
1.00	0.07	300	5.67	92.6
3.00	3.00	0	2.0	0
3.00	2.41	60	3.9	19.6
3.00	1.21	180	4.0	59.8
3.00	0.27	300	5.8	90.7
6.00	6.00	0	2.0	0
6.00	5.09	60	3.83	15.2
6.00	1.56	180	4.4	65.9
6.00	0.63	300	5.57	89.3

Tabla 2.

Resultados de la absorción de iones de Cadmio en la superficie de las nZVI (mg/g) (n=12)

[Cd]inicial (mg/L)	Tiempo (min)	[Cd]final (mg/L)	[Cd] fase sólida (mg/g)
1	60	0.83 ± 0.14	0.14
1	180	0.37 ± 0.06	0.55
1	300	0.07± 0.06	0.82
3	60	2.4 ± 0.28	0.52
3	180	1.2 ± 0.15	1.6
3	300	0.27± 0.15	2.4
6	60	5.0 ± 0.26	0.81
6	180	1.5 ± 0.39	3.9
6	300	0.63± 0.23	4.7

- *Concentración estándar: 0.5 g nZVI*
- *Para cada tiempo se realizó un triplicado*

Tabla 3.

Reporte estimado para la remediación de un área de 60 pies³ contaminada con cadmio en la Papelera puertorriqueña (Utuado).

Mobilización y desmobilización por inyección	Costo estimado
Transporte de equipo	\$13,400
Personal	\$7,036
Viaje	\$10,734
Equipo y suplido	
Herramientas de montaje	\$4,800
Materiales de salud y seguridad	\$940
nZVI (\$31.00/lb)	60 pies ³ se necesita 12.9146 lb = \$10,400.352 incluye el transporte
Nitrógeno	\$27,639
Fracturación neumática	\$10,500
Conexiones para inyección	\$7,800
Agua	\$330
Generador	\$980
Transportación	\$750
Misceláneos	\$3,000
Empleados x 1 año	\$30,000
Equipo de empleados	\$14,343
Análisis de datos	\$41,017
Validación	\$4,247
Análisis de agua y disposición	\$4,935
Análisis de suelo y disposición	\$2,262
Total	\$232,023.35

FIGURAS

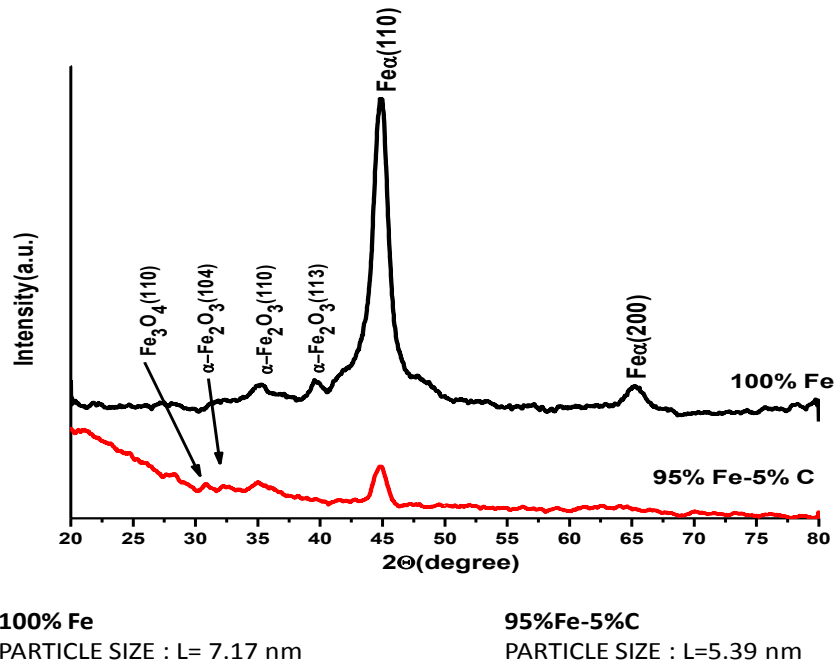


Figura 1. Difracción de Rayos X de las nanopartículas de Fe⁰ 100% y 95 % Fe- 5% C

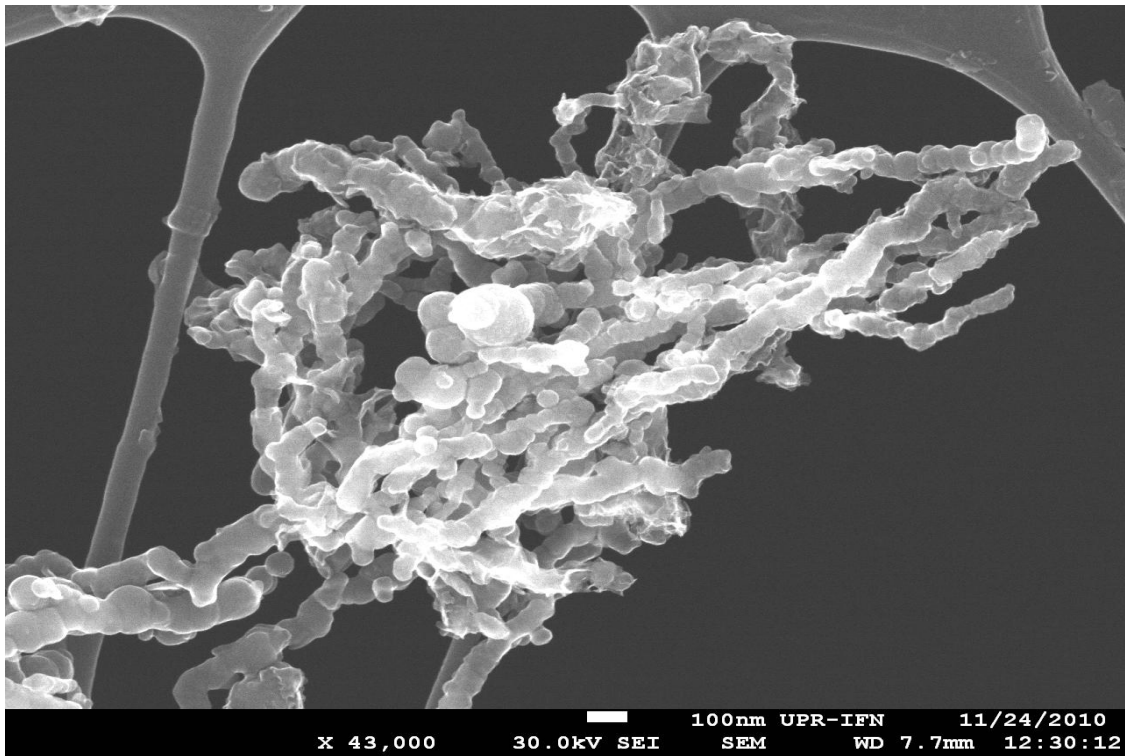


Figura 2: Caracterización de las nanopartículas de Fe⁰ por SEM a 43,0000x

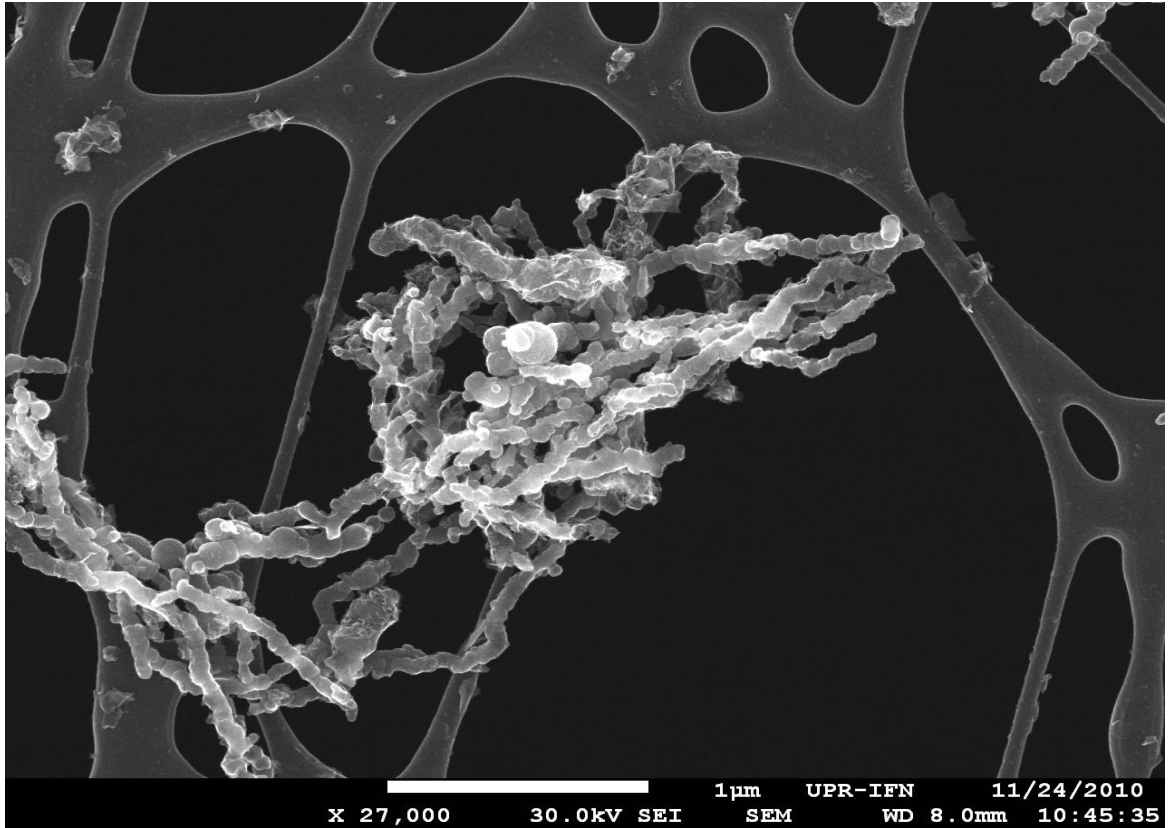


Figura 3: Caracterización de las nanopartículas de Fe⁰ por SEM a 27,0000x

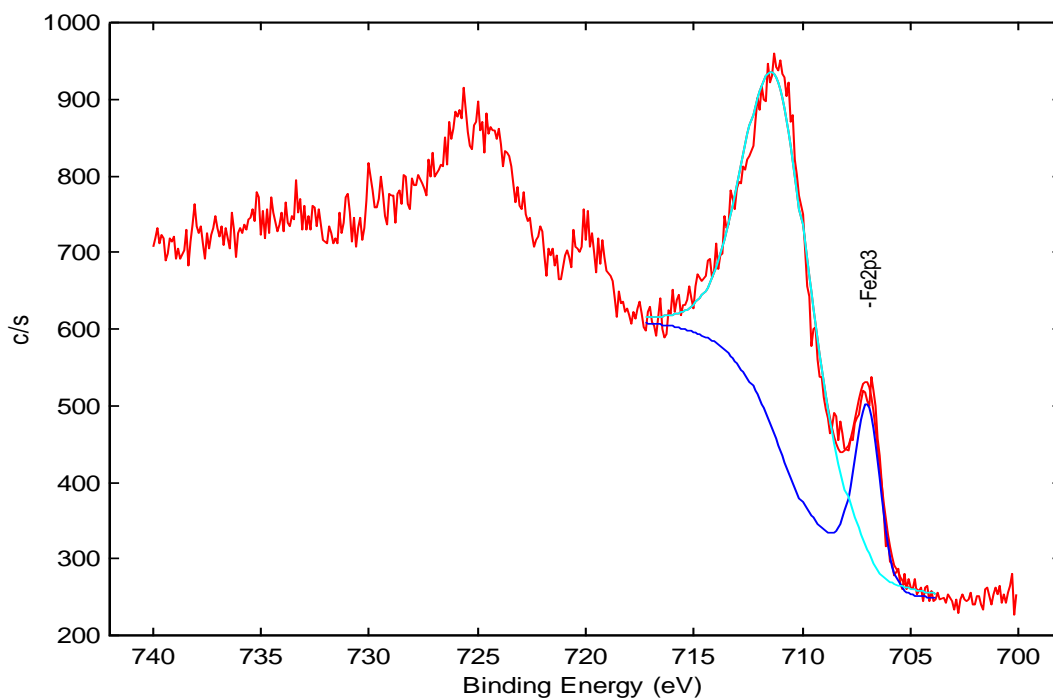


Figura 4: XPS Deconvolución de la señal de Hierro - primera aproximación

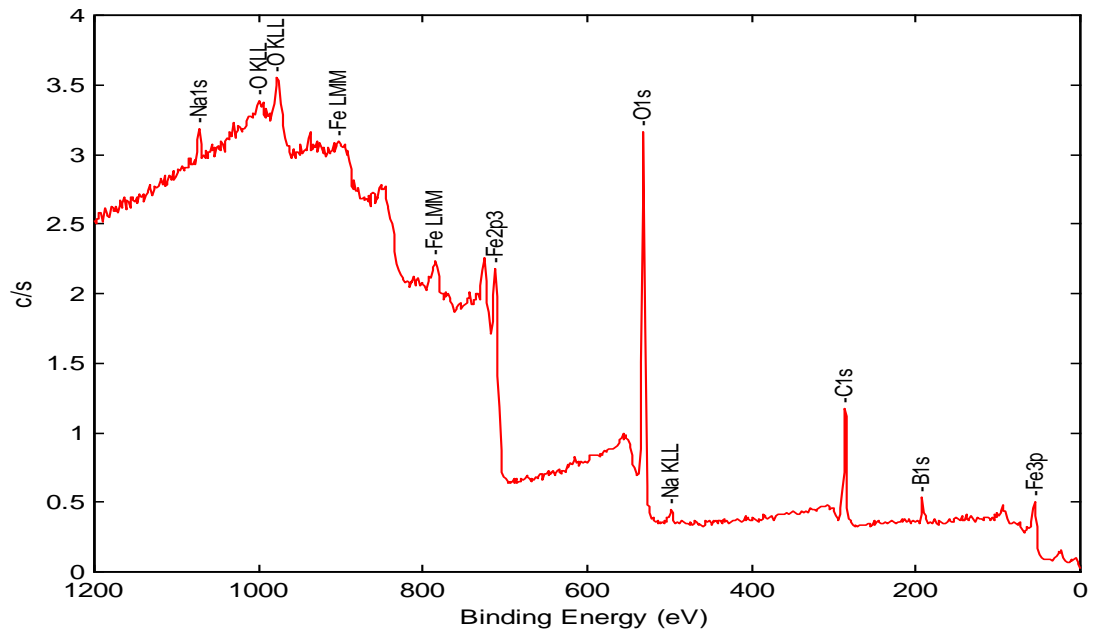


Figura 5: XPS- Espectro de ventana amplia para diferentes picos en una muestra de nZVI

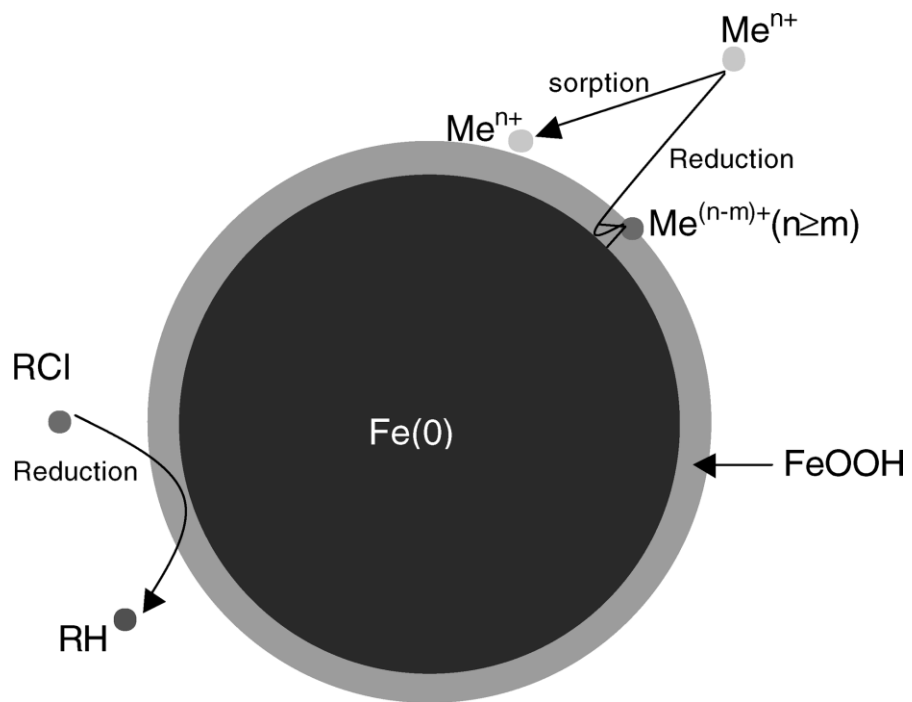


Figura 6: Modelo de las nanopartículas de Fe⁰ (Li et al. 2006)

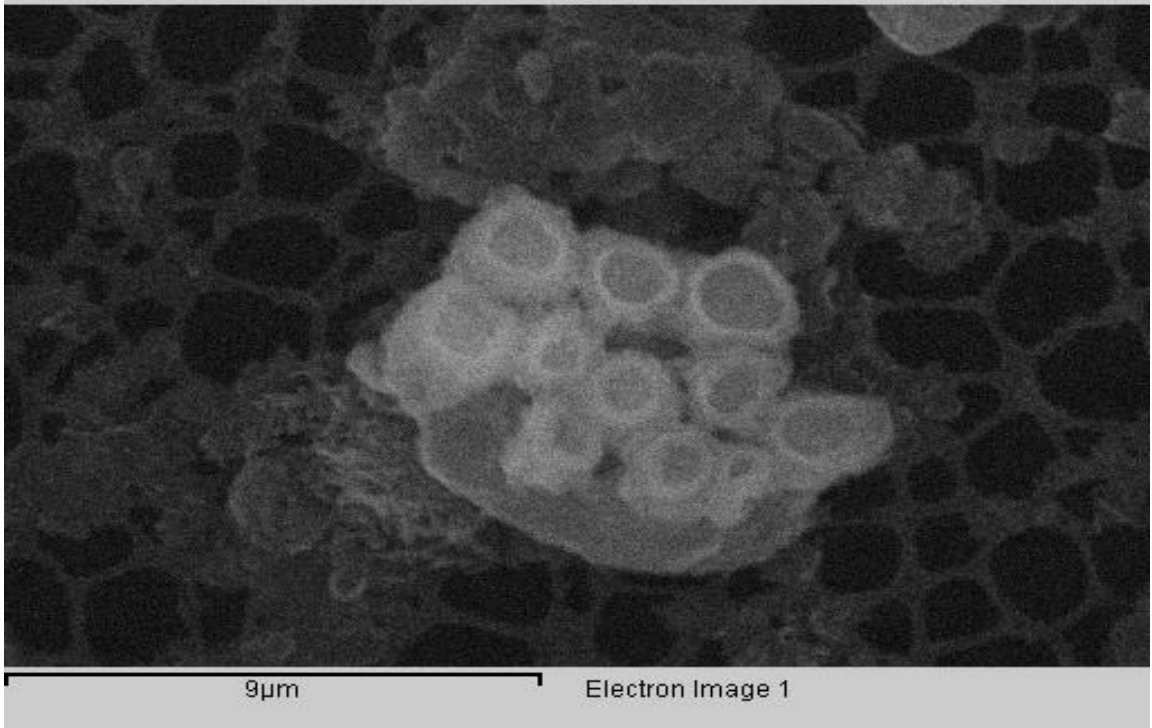


Figura 7: Caracterización por SEM de las nanopartículas de Fe⁰ con iones de Cadmio.

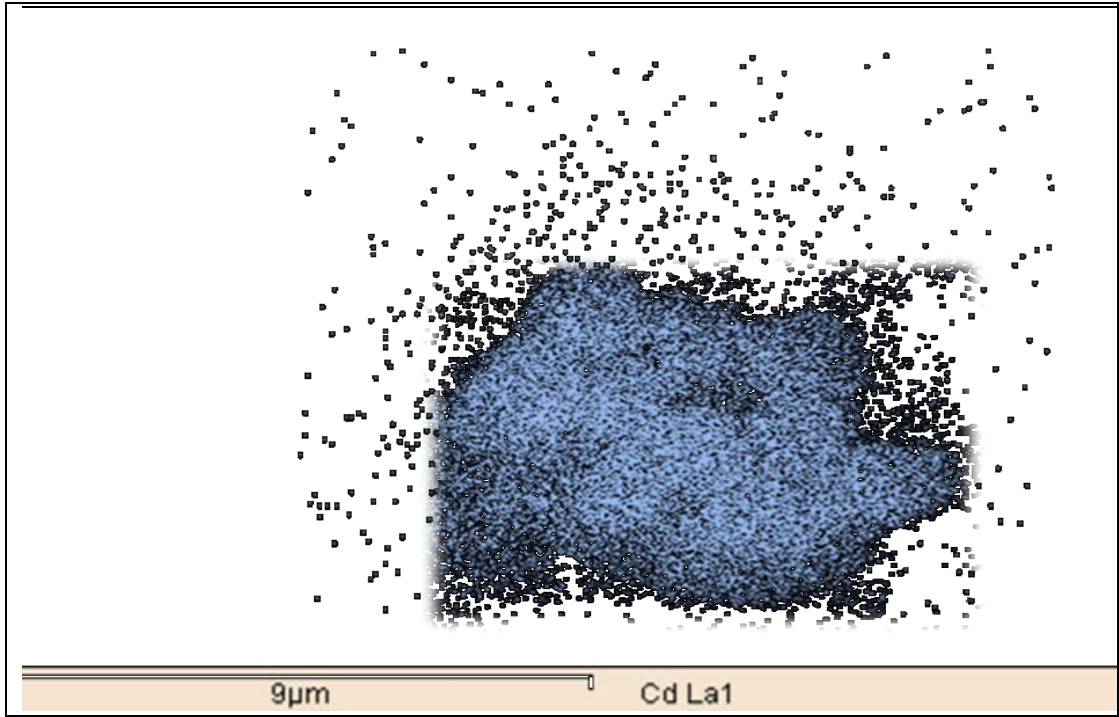


Figura 8: Rastreo de iones de Cadmio en la superficie de las nanopartículas de Fe⁰

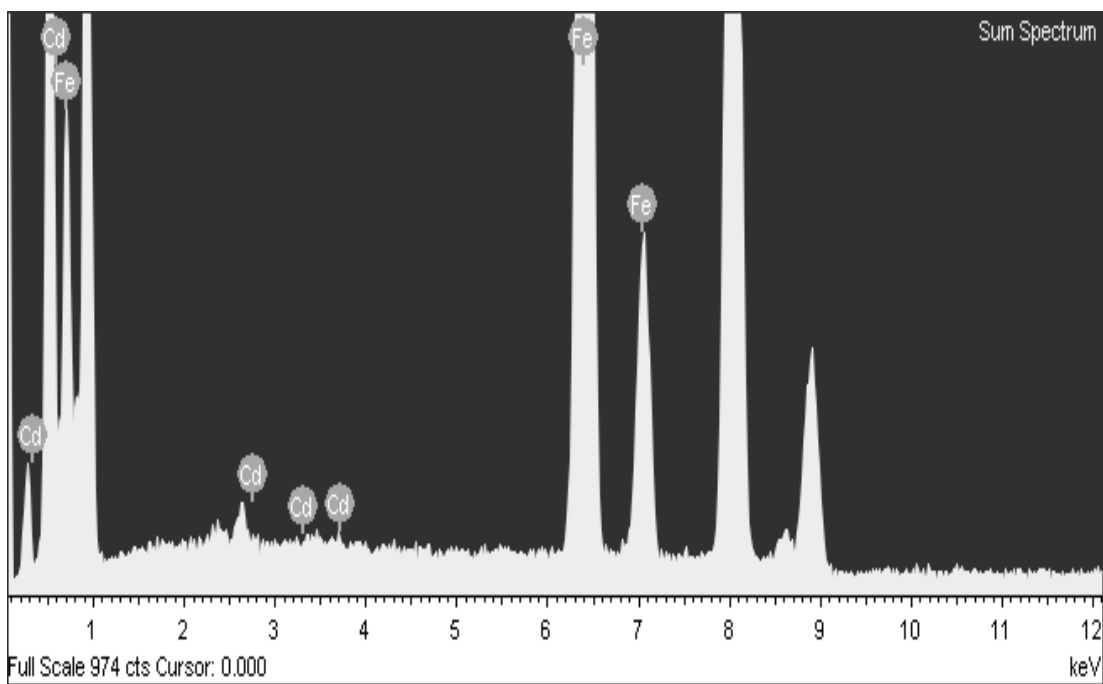


Figura 9: EDX de las nanopartículas de Fe° con iones de Cadmio

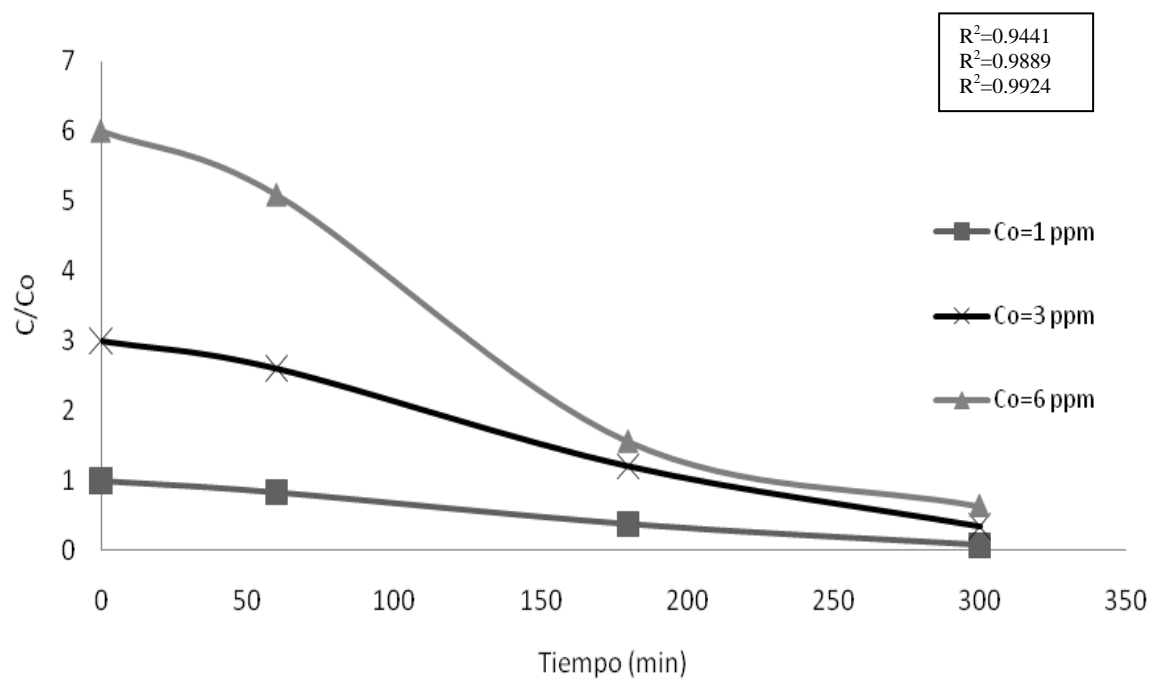


Figura 10: Efecto de las nanopartículas de Fe^0 en la reducción de la concentración inicial de Cadmio a diferentes tiempos.

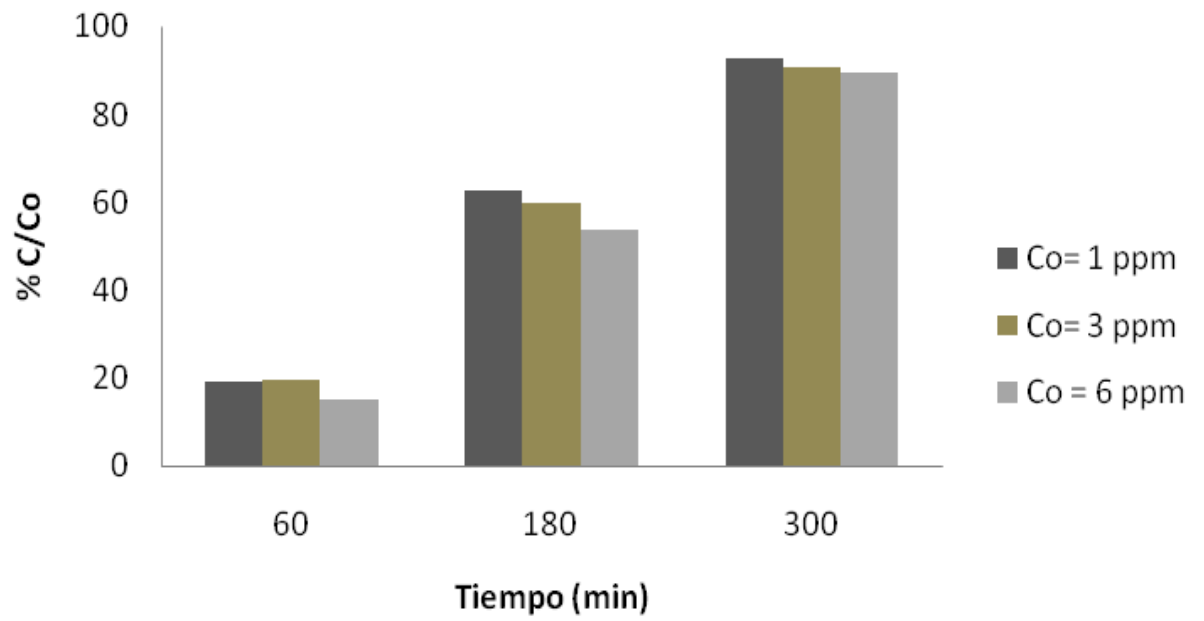


Figura 11: Porcentaje de absorción de iones de Cadmio en diferentes concentraciones utilizando nZVI (3g/L).

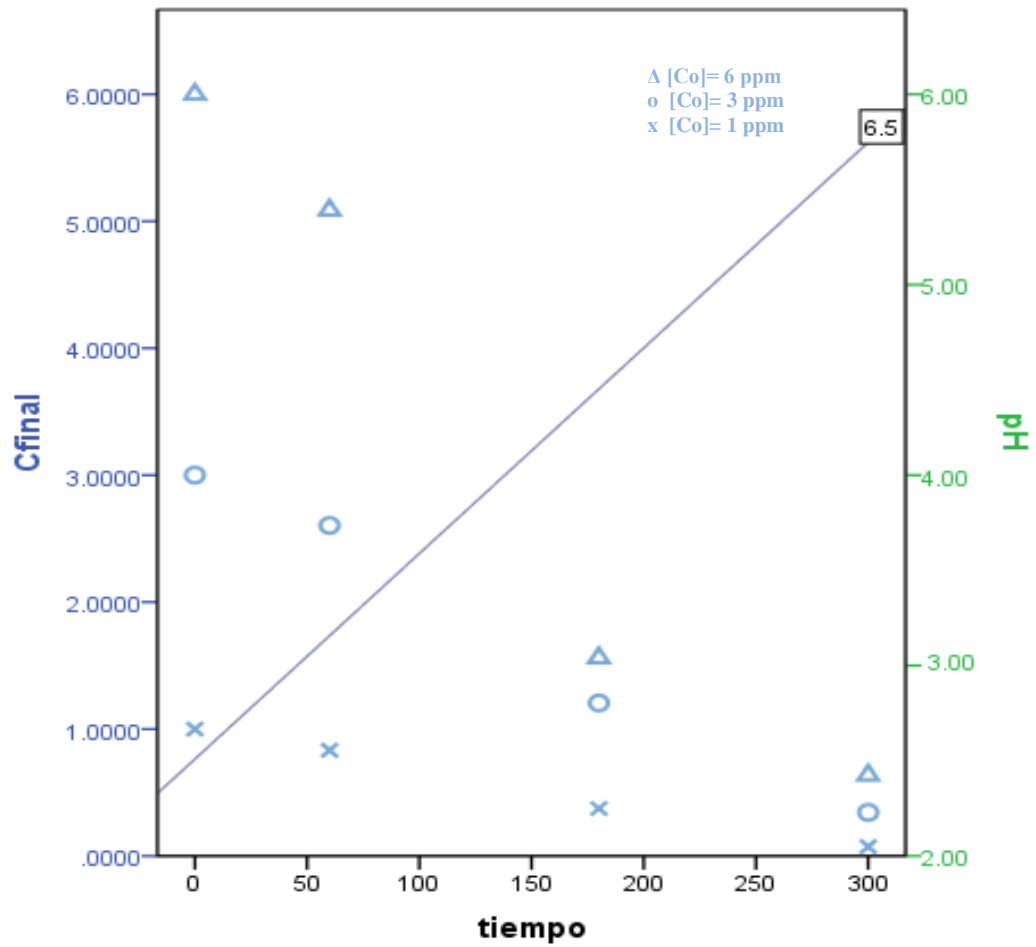


Figura 12: Correlación de la concentración final de Cadmio vs el pH de la solución a diferentes tiempos utilizando nZVI (3g/L).

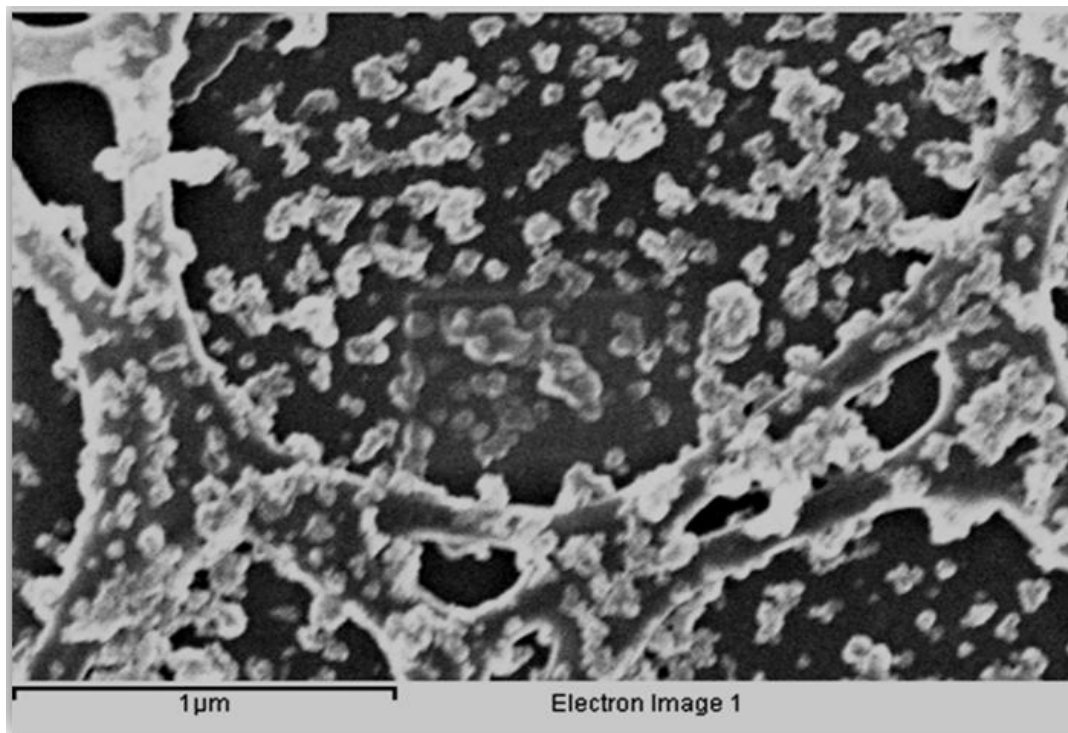


Figura 13: Caracterización de las nanopartículas de Fe^0 con el soporte de carbono al 5% por SEM a 27,0000x

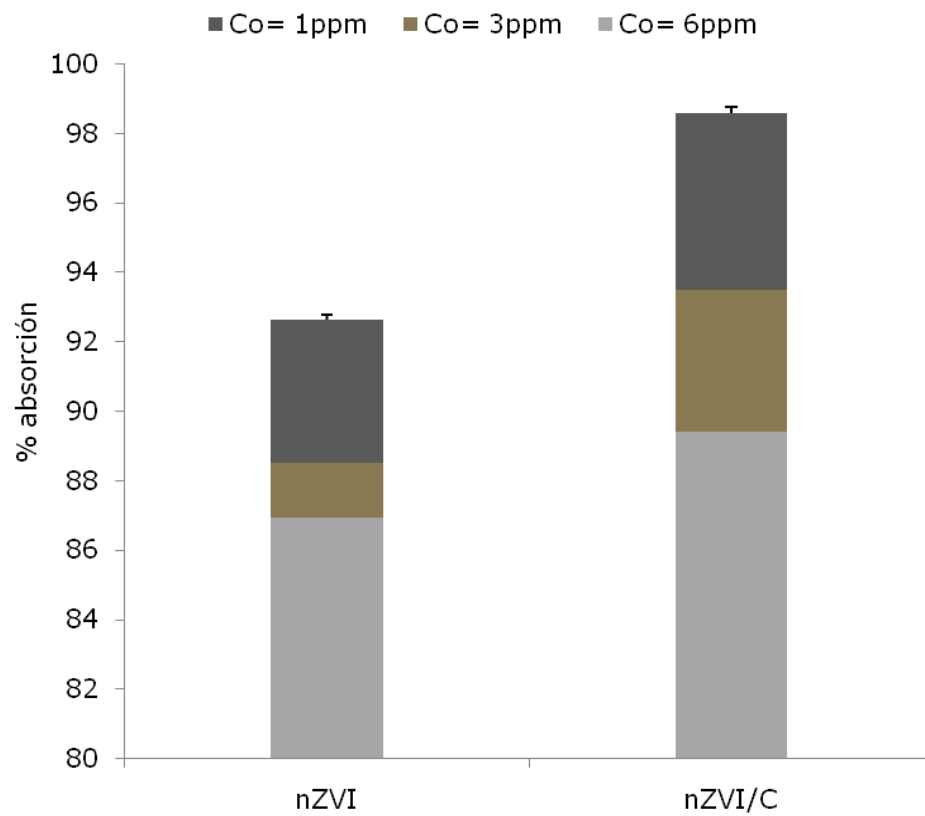


Figura 14: Eficiencia de las nZVI con soporte de carbono al 5% en la absorción de iones de Cadmio en un periodo de 300 minutos.

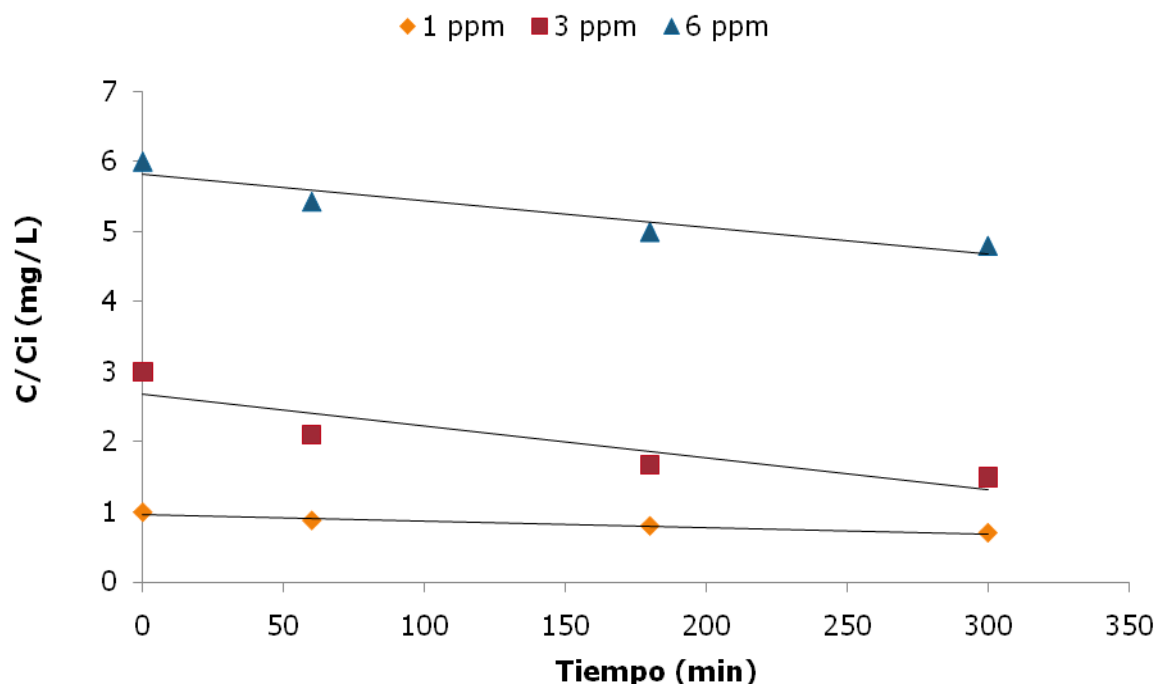
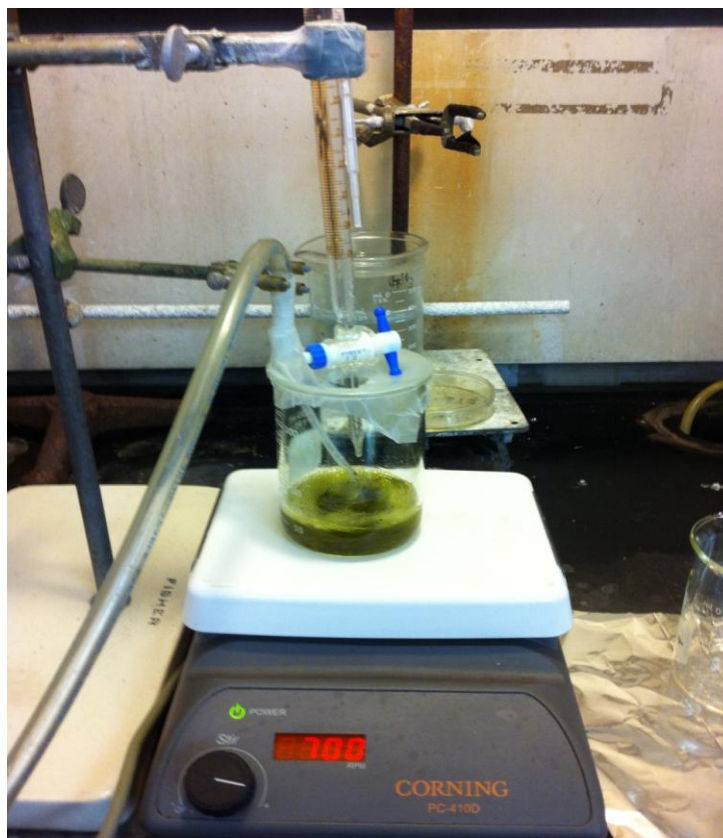
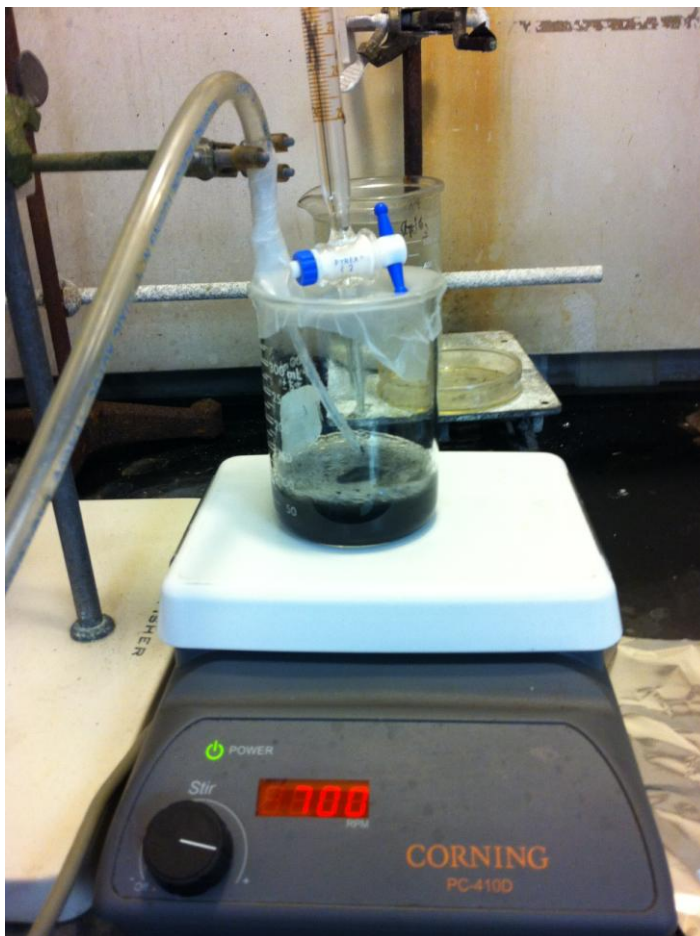


Figura 15: Reducción de la concentración de Cd utilizando carbon (vulcan XC-72R)
BLANCO

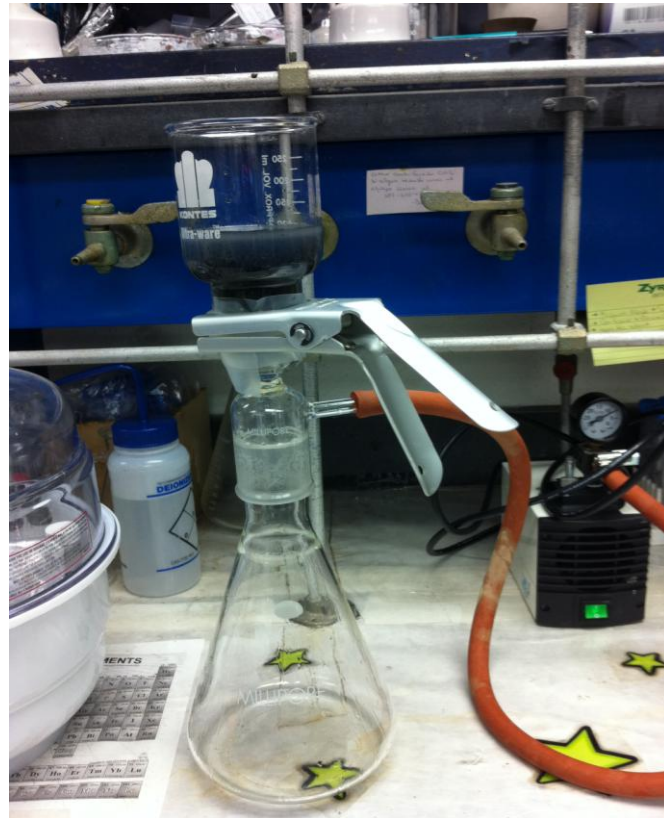
APÉNDICE



Apéndice 1: Proceso de preparación de las nanopartículas de hierro



Apéndice 2: Síntesis de las nZVI después de 30 minutos con exceso de borohidruro de sodio



Apéndice 3: Proceso de filtración al vacío de las nZVI



Apéndice 4: XRD – para caracterizar las muestras de las nZVI

Disposiciones generales establecidas en los laboratorios de la Universidad de Puerto Rico, Recinto de Rio Piedras para la protección de la salud y seguridad ocupacional y ambiental de todo personal. (Requisito de IBC)

(Información recopilada de PHQ preparado por Johnny Lugo – Opasso)

Según la reglamentación establecida en el 29 CFR parte 1910 sec. 1200 y 1450 de OSHA es compulsorio que todo laboratorio cumpla con un programa establecido por la Institución para implementar un plan diseñado para la adquisición, manejo y disposición de sustancias peligrosas. La U.P.R recinto de Rio Piedras actualmente trabaja arduamente en el cumplimiento de las leyes estatales y federales estableciendo un compromiso de cumplimiento de la Política Pública de Protección Ambiental, Salud y Seguridad Ocupacional de la UPR, el Programa de Control de Pérdidas y los reglamentos de la Agencia de Protección Ambiental Federal (EPA) con el fin de proteger la salud de todo personal y el ambiente.

Información general de los laboratorios de la UPR (R.P):

En todos los laboratorios se debe identificar y rotular todas las sustancias químicas en cumplimiento con los requisitos establecidos en el 29 CFR 1910.1200(f)(6). Entre los avisos de advertencia de riesgos específicos presentes se encuentran:

- a. Agente Carcinógeno
 - b. Precaución – Nitrógeno Líquido
 - c. Material Peligroso o Tóxico
 - d. Hidrógeno: Gas Inflamable
 - e. Peligro: Alto Voltaje
 - f. Material Inflamable
 - g. Gas Tóxico
- ✓ **Para establecer los avisos de control de acceso debe identificarse las áreas como:**
- a. Personal Autorizado Solamente
 - b. Área Restringida
 - c. Explosivos: Manténgase Alejado
- ✓ **Para establecer los avisos de información de emergencia debe identificarse las áreas como:**
- a. Ducha de Emergencia

- b. Estación de Lavado de Ojos
 - c. Botiquín de Primeros Auxilios
 - d. Extintor de Incendios
- ✓ **Para establecer los avisos de prácticas de seguridad debe identificarse las áreas como:**
- a. No coma, beba, fume o aplique cosméticos
 - b. Se requiere el uso de gafas de seguridad
 - c. Refrigerador: No se use para almacenar inflamables ni alimentos
 - d. Se requiere el uso de respirador

Requisitos adicionales:

- ✓ Cada laboratorio tiene que contar con las Hojas de Datos de Seguridad del Material de cada una de las sustancias peligrosas existentes en su área, agrupadas en una bitácora accesible al personal de trabajo y a auditores externos.
- ✓ Cada laboratorio debe contar con un sistema de identificación de riesgos utilizando rótulos dentro y fuera del mismo (puertas), que adviertan sobre los peligros presentes en dicha área. Además, estarán rotuladas las salidas de emergencia, así como la localización de equipos de seguridad como botiquín de primeros auxilios, duchas de seguridad, fuente de lavado de ojos y extintores.
- ✓ De igual forma los gabinetes, anaqueles y tablillas donde se almacenan sustancias químicas, incluyendo el área satélite de desperdicios peligrosos, deben estar debidamente rotulados.

Adquisición de sustancias peligrosas:

Todas las personas que soliciten la compra de sustancias químicas peligrosas, llevara a cabo una evaluación antes de adquirir el producto, tomando en consideración por lo menos las siguientes instrucciones:

1. Nombre químico legible y advertencia de peligrosidad
2. Cantidad realmente necesaria
3. Posibilidad de substituirlo por uno menos peligroso
4. Lugar apropiado para almacenarla
5. Equipo de protección personal adecuado para su manejo
6. Desperdicios que generará su uso
7. Cantidad y Método de disposición

Almacenamiento de sustancias químicas peligrosas:

El almacenamiento de sustancias químicas peligrosas debe considerar la incompatibilidad química y de peligrosidad entre ellas. Por tanto, todas las sustancias peligrosas se

almacenarán tomando en consideración su peligrosidad como primera instancia (descrita en las etiquetas del material químico) para luego agruparse por orden alfabético dentro de su grupo característico de peligrosidad. Se asignará un número o letra que pueda localizar el gabinete correspondiente en el Mapa de Localización con su respectiva identificación de riesgo (Inflamable, Corrosivo, Reactivos o explosivos o Tóxicos).

Guía para el Control de Derrames De Sustancias Químicas y Desperdicios peligrosos en los Laboratorios

PROCEDIMIENTO OPERACIONAL

A. Guías Generales- Cada laboratorio se contará por lo menos en el siguiente equipo y materiales para el control de derrames o escapes:

- ✓ Almohadillas o material absorbente para ácidos, bases u otras sustancias químicas. Mantenga las cantidades necesarias en su laboratorio de acuerdo al tipo y cantidades de sustancias que utiliza. No descarte la vermiculita que se encuentra dentro del empaque de las sustancias que usted compra. Almacénela para usarla en caso de emergencias.
- ✓ Gafas
- ✓ Guantes de goma y de tela
- ✓ Mamelucos
- ✓ Protectores para la cara
- ✓ Botas de goma
- ✓ Equipo de limpieza para mercurio
- ✓ Soga o cinta para control de acceso
- ✓ Rótulos de Peligro
- ✓ Bolsas de plástico resistente
- ✓ Pala, de material que no pueda crear electricidad estática
- ✓ Escoba
- ✓ Recogedor
- ✓ Respiradores
- ✓ Mapo y balde

B. Instrucciones a seguir en caso de derrames pequeños (aproximadamente un (1) galón). De ocurrir un derrame o escape, siga las siguientes instrucciones:

1. Tenga calma, no se descontrolé. Actúe con ligereza pero sin pánico. Llame a OPASO (x- 2421,7392)

2. No trate de contener o limpiar un derrame sin utilizar equipo de protección personal. Colóquese el equipo de protección adecuado. Sólo aquel personal debidamente adiestrado y médicamente capacitado podrá utilizar equipo de protección respiratoria.
3. **SOLO UNA PERSONA DARA INSTRUCCIONES.** Avise al (supervisor, técnico de Laboratorio u otra persona). Desaloje el lugar para dar espacio al personal autorizado para atender la emergencia. **AISLE EL AREA.**
4. Determine el número de personas afectadas y el grado de riesgo producido por la situación. Atienda cualquier persona afectada, si ésta ha sido salpicada con la sustancia derramada, lave el área con agua abundante por lo menos por quince (15) minutos.
5. Evite inhalar vapores de la sustancia derramada. Asegúrese que las campanas de extracción estén funcionando. Puede delegar esta acción a otra persona.
6. Mantenga las puertas y ventanas cerradas.
7. Verifique la identificación del material derramado. Localice el MSDS.
8. Si la condición del derrame no representa peligro a su salud y usted posee los adiestramientos y equipo de protección personal, proceda con cautela a controlar la fuente del derrame ya sea arreglando la posición de un envase, desconectar equipo, cerrar válvula o colocar almohadillas o material absorbente en forma de dique. Para cantidades pequeñas de bases o ácidos inorgánicos use agentes neutralizadores o material absorbente. Para cantidades pequeñas de sustancias inflamables use material absorbente no reactivo como vermiculita, arena, o almohadillas absorbentes. **ESTA ACCION LA LLEVARA A CABO SIEMPRE Y CUANDO NO PONGA EN RIESGO SU SALUD Y SEGURIDAD NI LA DE OTRAS PERSONAS.**
9. Añada material absorbente en forma de dique alrededor del derrame.
10. Cuando toda la sustancia química haya sido absorbida, recójala y deposítela en un envase adecuado (caja, bolsas plásticas, etc.), teniendo en cuenta la peligrosidad del material derramado.
11. Rotule los envases de acuerdo a las características de peligrosidad del material, indique que es un material peligroso. (Derrame de: _____)
12. Almacene en el área satélite para desperdicios peligrosos. Solicite a OPASO el servicio de recogido.

E. Notificaciones

1. A OPASO notifique por lo menos la siguiente información:
 - a. Lugar del derrame
 - b. Fecha y Hora
 - c. sustancia derramada y estimado de la cantidad
 - d. Personas afectadas
 - e. Si está contenido

f. Si la sustancia ha llegado a algún drenaje

2. Agencias Reguladoras

OPASO notificará a las Agencias Reguladoras (Junta de Calidad Ambiental, Agencia de Protección Ambiental, Guardia Costanera) de acuerdo al área afectada y la cantidad derramada.

F. Informes

OPASO preparará un informe sobre el derrame. Dicho informe deberá contener, por lo menos la siguiente información:

- ✓ Lugar del derrame
- ✓ Fecha y hora
- ✓ Causa del derrame.
- ✓ Sustancia derramada y cantidad, de no conocerse la cantidad exacta, hacer un estimado.
- ✓ Área(s) afectada(s).
- ✓ Personas afectadas.
- ✓ Quién efectuó la limpieza.
- ✓ Cantidad de desperdicios generados.
- ✓ Agencias reguladoras notificadas, nombre de la persona a la que se notificó y fecha.
- ✓ Acciones tomadas para evitar que el derrame vuelva ocurrir.

Plan de emergencia para derrames de desperdicios peligrosos

Borohidruro de sodio
CAS- 16940-66-2
452890-Sigma Aldrich

MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO

Precauciones para una manipulación sin peligro

- Se debe trabajar en un *fume hood*
- Evite el contacto con los ojos y la piel.
- Evite la formación de polvo y aerosoles.

- Debe disponer de extracción adecuada en aquellos lugares en los que se forma polvo.
- Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas.
- No fumar, comer, beber o aplicar cosméticos cerca del área de trabajo.

Condiciones para el almacenaje seguro

- Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar seco y bien ventilado.
- Se recomienda que el producto no tenga contacto con agua durante su almacenamiento.
- Sensible al aire y a la humedad.
- Almacenar en atmósfera inerte.
- Conservar en un lugar seco.

Primero auxilios en caso de un accidente con Borohidruro de sodio:

Por inhalación

Se debe mover a la persona al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Consultar al médico.

Por contacto con la piel

Se debe deshacer inmediatamente de la ropa y zapatos contaminados. Remover la sustancia lavando con jabón y mucha agua. Consultar a un médico.

Por contacto con los ojos

Continuar lavando los ojos durante el transporte al hospital. Lávese a fondo con agua abundante durante 15 minutos por lo menos y consulte al médico.

Por ingestión

No provocar el vómito. Nunca debe administrarse nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuague la boca con agua. Consultar a un médico.

Medidas de seguridad contra incendios

Medios de extinción adecuados

Dióxido de carbono (CO₂) Polvo seco

Medios de extinción que no deben utilizarse por razones de seguridad

Agua

Equipo de protección especial para el personal contra incendios

Si es necesario, usar equipo de respiración para controlar el fuego.

Medidas en caso de derrame accidental

Precauciones personales

Utilice equipo de protección individual. Evite la formación de polvo. Evitar respirar el polvo. Asegurar una ventilación apropiada en el laboratorio. Retirar todas las fuentes de

ignición. Evacuar el personal a zonas seguras. Comuníquese rápidamente con el personal de OPASO 787-764-0000 ext- 2421,7392 y el supervisor inmediato del laboratorio.

Precauciones para la protección del medio ambiente

Impedir nuevos escapes o derrames si puede hacerse sin riesgos. No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

Métodos y materiales para la contención y la limpieza

Recoger y preparar la eliminación sin originar polvo. No limpiar con agua. Guardar en contenedores apropiados y cerrados para su eliminación

Etanol
CAS-64-17-5
459836- Sigma-Aldrich

MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO

Precauciones para una manipulación sin peligro

- Evitar la inhalación de vapor, trabajar dentro de un *fume hood*.
- Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas - No fumar.
- Evitar descargas electrostáticas (trabajar lejos de enchufes)
- Manipular con guantes.
- gafas de seguridad.
- Elegir una protección para el cuerpo según la cantidad y la concentración de la sustancia peligrosa en el lugar de trabajo. (utilizar bata)
- Manipular con las precauciones de higiene industrial adecuadas, y respetar las prácticas de seguridad.
- Lavarse las manos antes de los descansos y después de terminar la jornada laboral.

Condiciones para el almacenaje seguro

- Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar seco y bien ventilado. Los contenedores que se abren deben volverse a cerrar cuidadosamente y mantener en posición vertical para evitar pérdidas.
- Almacenar en un lugar fresco (higroscópico)

Primeros auxilios en caso de un accidente con Etanol

Por inhalación:

Se debe mover la persona al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Consultar al médico.

Por contacto con la piel

Eliminar lavando con jabón y mucha agua.

Por contacto con los ojos

Lavarse abundantemente los ojos con agua como medida de precaución.

Por ingestión:

No provocar el vómito, no administrar nada por la boca a una persona inconsciente.

Enjuague la boca con agua.

Medidas de seguridad contra incendios

Medios de extinción adecuados

En caso de fuegos incipientes, usar medios como espuma de "alcohol", polvo seco o dióxido de carbono. Para incendios, aplicar desde una larga distancia, abundante agua pulverizada o spray. Enfriar todos los contenedores afectados con abundante agua.

Equipo de protección especial para el personal contra incendios

Si es necesario, usar equipo de respiración autónomo para contra el fuego.

Medidas en caso de derrame accidental

Precauciones personales

Evitar respirar los vapores o gas. Asegurar que haya una ventilación apropiada. Retirar todas las fuentes de ignición. Evacuar el personal a zonas seguras. Tener cuidado con los vapores que se acumulan formando así concentraciones explosivas. Los vapores pueden acumularse en las zonas inferiores. Comuníquese rápidamente con el personal de OPASO 787-764-0000 ext- 2421,7392 y el supervisor inmediato del laboratorio.

Precauciones para la protección del medio ambiente

Impedir nuevos escapes o derrames si puede hacerse sin riesgos. No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

Métodos y materiales para la contención y la limpieza

Contener el derrame y recogerlo con material absorbente que no sea combustible (arena) y depositarlo en un recipiente para su eliminación de acuerdo con la legislación local y nacional.

Envases contaminados

Eliminar como producto no usado.

Tricloruro de hierro hexahidratado

CAS- 10025-77-1

F2877- Sigma-Aldrich

MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO

Precauciones para una manipulación sin peligro

- Evitar el contacto con los ojos y la piel.
- Evitar la formación de polvo y aerosoles.
- Se debe disponer de extracción adecuada en aquellos lugares en los que se forma polvo.
- Disposiciones normales de protección preventivas de incendio.

Condiciones para el almacenaje seguro

- Almacenar en atmósfera inerte. Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar seco y bien ventilado higroscópico.

Primeros auxilios en caso de un accidente con Tricloruro de hierro hexahidratado

Por inhalación:

Se debe mover la persona al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Consultar a un médico.

Por contacto con la piel

Eliminar lavando con jabón y mucha agua.

Por contacto con los ojos

Continuar lavando los ojos durante el transporte al hospital. Lavar con agua abundante durante 15 minutos por lo menos.

Por ingestión

No administrar nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuague la boca con agua. Consultar a un médico.

Medidas de seguridad contra incendios

Medios de extinción adecuados

Usar agua pulverizada, espuma resistente al alcohol, polvo seco o dióxido de carbono.

Equipo de protección especial para el personal contra incendios

Si es necesario, usar equipo de respiración autónomo contra el fuego.

Medidas en caso de derrame accidental

Precauciones personales

Utilícese equipo de protección individual. Evite la formación de polvo. Evitar respirar el polvo. Asegurar una ventilación apropiada.

Precauciones para la protección del medio ambiente

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

Métodos y materiales para la contención y la limpieza

Recoger y preparar la eliminación sin originar polvo. Guardar en contenedores apropiados y cerrados para su eliminación.

Acetato de cadmio dihidratado

CAS-5743-04-4

289159 – Sigma- Aldrich

MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO

Precauciones para una manipulación sin peligro

- Evitar el contacto con los ojos y la piel.
- Evitar la formación de polvo y aerosoles.
- Disposiciones normales de protección preventivas de incendio.

Condiciones para el almacenaje seguro

Almacenar en lugar frío. Conservar el envase cerrado en un lugar seco y bien ventilado.

Primeros auxilios en caso de un accidente con Acetato de cadmio dihidrtado

Por inhalación

Se debe mover la persona al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Consultar a un médico

Por contacto con la piel

Eliminar lavando con jabón y mucha agua.

Por contacto con los ojos

Continuar lavando los ojos durante el transporte al hospital. Lavar con agua abundante durante 15 minutos por lo menos.

Medidas de seguridad contra incendios

Medios de extinción adecuados

Usar agua pulverizada, espuma resistente al alcohol, polvo seco o dióxido de carbono.

Equipo de protección especial para el personal contra incendios

Si es necesario, usar equipo de respiración autónomo contra el fuego.

Medidas de seguridad en caso de derrame accidental

Precauciones personales

Utilícese equipo de protección individual. Evite la formación de polvo. Evitar respirar el polvo. Asegurar una ventilación apropiada.

Precauciones para la protección del medio ambiente

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

Métodos y materiales para la contención y la limpieza

Recoger y preparar la eliminación sin originar polvo. Guardar en contenedores apropiados y cerrados para su eliminación

Ácido clorhídrico
CAS-7647-01-0
320331- Sigma-Aldrich

MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO

Precauciones para una manipulación sin peligro

- Evitar la inhalación de vapor o neblina.
- Añada primero el agua y luego el ácido al agua para evitar accidentes

Condiciones para el almacenaje seguro

- Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar frío, seco y bien ventilado.
- Mantener fuera de la luz solar, calor.
- Los contenedores que se abren deben volverse a cerrar cuidadosamente y mantener en posición vertical para evitar pérdidas.

Primeros auxilios en caso de un accidente con ácido clorhídrico

Por inhalación:

Mover la persona al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Consultar a un médico.

Por contacto con la piel:

Quítese inmediatamente la ropa y zapatos contaminados. Eliminar lavando con jabón y mucha agua. Consultar a un médico.

Por contacto con los ojos

Continuar lavando los ojos durante el transporte al hospital. Lavar a fondo con agua abundante durante 15 minutos por lo menos.

Por ingestión:

No provocar el vómito, no se debe administrarse nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuague la boca con agua o un poco de leche. Consultar a un médico.

Medidas de seguridad contra incendios**Medios de extinción adecuados**

Usar medidas de extinción (*wáter spray*) que sean apropiadas a las circunstancias del local y a sus alrededores.

Equipo de protección especial para el personal contra incendios

Si es necesario, usar equipo de respiración autónomo contra el fuego.

Medidas de seguridad en caso de derrame accidental**Precauciones personales**

Evitar respirar los vapores, la neblina o el gas. Ventilación apropiada. Evacuar el personal a zonas seguras.

Precauciones para la protección del medio ambiente

No dejar que el producto entre en el sistema de alcantarillado.

Métodos y materiales para la contención y la limpieza

Neutralizar con material alcalino (piedras), luego absorber la sustancia con un material inerte (arena, tierra) y eliminar como un desecho peligroso. Guardar en contenedores apropiados y cerrados para su eliminación.

Carbono Negro (Vulcan)

CAS-1333-86-4

Cabot Corporation

MANIPULACIÓN Y ALMACENAMIENTO**Precauciones para una manipulación sin peligro**

- Evitar la inhalación de vapor, trabajar dentro de un *fume hood*.
- Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas - No fumar.
- Evitar descargas electrostáticas (trabajar lejos de enchufes)
- Manipular con guantes.
- gafas de seguridad.

Condiciones para el almacenaje seguro

- Conservar el envase herméticamente cerrado en un lugar frío, seco y bien ventilado.
- Mantener lejos del calor y fuentes de ignición.
- No almacenar junto con agentes oxidante fuertes.

- No almacenar junto con químicos volátiles

Primeros auxilios en caso de un accidente con ácido clorhídrico

Por inhalación:

Mover la persona al aire fresco. Si no respira, administrar respiración artificial. Consultar a un médico.

Por contacto con la piel:

Quítese inmediatamente la ropa y zapatos contaminados. Eliminar lavando con jabón y mucha agua. Consultar a un médico.

Por contacto con los ojos

Continuar lavando los ojos durante el transporte al hospital. Lavar a fondo con agua abundante durante 15 minutos por lo menos.

Por ingestión:

No provocar el vómito. Si está consciente la persona darle varios vasos de agua a tomar. No se debe administrarse nada por la boca a una persona inconsciente.

Medidas de seguridad contra incendios

Medios de extinción adecuados

En caso de fuegos incipientes, usar medios como espuma, polvo seco o dióxido de carbono. Este producto es insoluble en agua por lo que tiende a flotar. Para incendios, aplicar desde una larga distancia, abundante agua pulverizada o spray. Enfriar todos los contenedores afectados con abundante agua.

Medidas de seguridad en caso de derrame accidental

Precauciones personales

Ventilación apropiada

Métodos y materiales para la contención y la limpieza

Limpiar el área rápidamente con un vacuum con eficiencia de particulado (HEPA). Consultar al personal de Opasso en el caso de trabajarlo en la UPR (RP)

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALLEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 3 PPM) 5 HORAS
 Project Name: NANOTECH REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report



Sample Number: 1671775
 Work Order: 1828-74-01
 Delivery Slip: 2011-01699
 Folder Number: 154071

Collected Date & Time: 02/26/2011 13:30
 Received Date & Time: 03/01/2011 08:29
 Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 3/8/2011
 Collected By: KSOTO
 Equib Rep.: JFUENTES
 Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.0127	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	21:05	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

The results presented herein are the property of the client. All NEPA Certifications, Refer to method certification number: 837781 at www.mnhdo.com

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC.

P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

PR00014 Certified EPA ID PR00014



NP = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit NA = Not Applicable

MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to the sample.



To: KEYLIA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLIA SOTO
 Source: FINAL (± 3 PPM) 5 HORAS
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1671775
 Work Order: 1828-74-01
 Delivery Slip: 2011-01699
 Folder Number: 154071

Collected Date & Time: 02/26/2011 13:30
 Received Date & Time: 03/01/2011 08:29
 Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 3/8/2011
 Collected By: KSOTO
 Equib Rep.: JFUENTES
 Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.0127	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	21:05	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein are the property of Environmental Quality Laboratories, Inc. All NEA & C Requirements. Refer to website verification number E37781 at www.worldepa.com

NP = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit NA = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to the sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC.

P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 FAX (787) 288-6465

PR004 Certified
 EPA ID PR00014



To: KEYLIA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLIA SOTO
 Source: FINAL (# 1 PPM) 5 HORAS
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1671774	Collected Date & Time:	02/26/2011	13:30	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011	08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		Equip Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071				Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL		Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.1110	mg/L	0.0020	--		03/04/2011	21:30	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein meet all NELAC requirements. Refer to equi certification number E57783 at www.equi.com.

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to the sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, PR. 00910-1458 TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

PROCUT Certified
 ERM ID P000074



105
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 6 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1671773	Collected Date & Time:	02/25/2011	10:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011	08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-401699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		EqLab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071				Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.9798	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:55	JGARCIA	03/03/2011	NRDRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Below Detection Limit DNL = Does Not Apply MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to the sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

EPICOL Certified
 EPLD PR00014



1 of 1
 NE 1 LA 201 V P114/230
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR. 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 3 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number:	1671772	Collected Date & Time:	02/25/2011	10:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011	08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		EqLab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071				Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.9115	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:51	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein are the property of NELAP. Refer to web site certification number B87783 at www.zodlabs.com.

NI = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BD = Below Detection Limit DNI = Does Not Indicate MDL = Minimum Detection Limit NA = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, PR. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

PROLAP Certified
 EPA ID: PR00014



To: KEYLIA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR. 00956

Attn: MS. KEYLIA SOTO
 Source: FINAL (6 PPM) 5 HORAS
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report



Sample Number:	1671764	Collected Date & Time:	02/17/2011	13:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011	08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071				Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.8285	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:53	JGARCIA	03/03/2011	NRDRIGUEZ	Filtration



The results presented herein represent all NELAC requirements.
 Refer to outside certification number B87763 at www.nelac.com.

NI = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC.

P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6455

PRCQI Certified
 EPA ID PR00014



101
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 3 PPM) 5 HORAS
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1671763	Collected Date & Time:	02/17/2011	13:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011	08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071				Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL		Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	1.68	mg/L	0.0020	--		03/04/2011	19:48	JGARCIA	03/03/2011	NRDRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Issue MDR = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC.

P.O. BOX 11458, SAN JUAN, PR. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 FAX (787) 288-6465

PROL Certified
 EPLD PR00014



To: KEYLA SOTO HUALLCO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALFEGRE
 BAYAMON, PR. 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (6 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Chain Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1626944	Collected Date & Time:	11/17/2010 15:00	Date of Report:	12/2/2010
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	11/19/2010 15:45	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2010-10587	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP ^o	EqLab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	150912			Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL		Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.3910	mg/L	0.0100	--		11/30/2010	15:07	NRODRIGUEZ	11/19/2010	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Below Detection Limit MCL = Maximum Contaminant Level MCL = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated to a 95% single limit unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 F

To: KEYLA SOUTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALFREDE
BAYAMON, PR. 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (± 3 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1



Sample Number: 1626945
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2010-10587
Folder Number: 150912

Collected Date & Time: 11/17/2010 09:00
Received Date & Time: 11/19/2010 15:45
Temperature at Arrival: ROOM TEMP

Date of Report: 12/2/2010
Collected By: KSOTO
EqLab Rep.: JFUENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL		Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 31.13B	1.08	mg/L	0.0500	--		11/30/2010	15:07	NRODRIGUEZ	11/19/2010	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein meet all NELAP requirements.
Reference to NELAP certification number P07763 is hereby made.

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level RDL = Below Detection Limit PQL = Detect Not Indicate MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC.

P.O. BOX 11458 SAN JUAN, P.R. 00910-1458 TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

PRQOH Certified
EPA ID PR00014



CAMP ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attu: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (± 6 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1



Sample Number: 1674619
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2011-01858
Folder Number: 154250

Collected Date & Time: 03/05/2011 08:30
Received Date & Time: 03/07/2011 09:14
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 3/11/2011
Collected By: KSOTO
EqLab Rep: JFUENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	2.62	mg/L	0.0020	--	03/10/2011	18:00	JGARCIA	03/10/2011	NRDRIGUEZ	Filtration



ND - Not Detected MCL - Maximum Contaminant Level BDL - Below Detection Limit DNI - Does Not Injure MDL - Minimum Detection Limit N/A - Not Applicable
MO - Monitoring Only - All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



PROOH-Certified
EPA ID PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

The results presented in this report are the property of EQLAB. All N/A, C, or ND results are based on the information provided. Refer to the NELAP certification number 157783 at www.nelap.com.

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 3 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1671772	Collected Date & Time: 02/25/2011 10:00	Date of Report: 3/8/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 03/01/2011 08:29	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01699	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 134071		Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.9115	mg/L	0.0020	-	03/04/2011	20:51	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Major Discharge Limit RML = Residual MCL = Minimum Protection Level N/A = Not Applicable
 MO = Maximum Contaminant Level All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

Certified by _____

CAMPO ALLEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (# 3 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1660638	Collected Date & Time: 02/03/2011 08:00	Date of Report: 2/10/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 02/08/2011 09:25	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01042	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 153342		Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	2.27	mg/L	0.0020	--	02/09/2011	11:30	JGARCIA	02/08/2011	YCAMAACHO	Filtration



The newly accredited laboratory, Environmental Quality Laboratories, Inc. is a member of the MECLAC Accredited Laboratory Network. Refer to our website for our accreditation number: 587785 at www.meclac.com.

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level SDI = Below Detection Limit DNI = Does Not Apply MDL = Minimum Detectable Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only - All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465



PROCL Certified
EPA ID PR00014

CAMP0 ALLEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: **IRRIAL (6 PPM)**
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: **1660639**
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2011-01042
Folder Number: 15342

Collected Date & Time: 02/02/2011 09:30
Received Date & Time: 02/08/2011 09:25
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 2/10/2011
Collected By: KSOTO
EqLab Rep.: JFUENTES
Proposal Number: 12408-1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	5.29	mg/L	0.0020	--	02/09/2011	11:35	JGARCIA	02/08/2011	YCAMACHO	Filtration



ACCREDITED IN ACCORDANCE WITH
nelac
N/A
The results presented herein meet all NELAP Accreditation Requirements.
Refer to NELAP Accreditation Number: 827273 at www.nelap.com

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BHL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detectable Limit NA = Not Applicable
MO = Monitoring Only - All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458 SAN JUAN, P.R. 00910-1458 TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

PRODH Certified
EPA ID PR00014

CAMP0 ALLIGRE
BAYAMON, PR 00956

Client Name: MS. KEYLA SOTO
 Project Name: FINAL (± 6 PPM)
 Facility: NANOTECH. REMEDIATION
 Description: PILOT STUDY
 PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number: 1660642	Collected Date & Time: 02/03/2011 17:00	Date of Report: 2/10/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 02/08/2011 09:25	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01042	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	Eqlabo Rep.: JFUENTES
Folder Number: 15342		Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	5.52	mg/L	0.0020	--	02/09/2011	11:49	JGARCIA	02/08/2011	YCAMACHO	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level HDL = Action Detection Limit DNL = Does Not Exceed MDR = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MDL = Monitoring Detection Slip - All results are calculated as a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



PRO-01 Certified
EPA ID PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458 SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

CAMPO ALLEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (± 1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: **1660640**
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2011-01042
Folder Number: 15342

Collected Date & Time: **02/04/2011 10:00**
Received Date & Time: 02/08/2011 09:25
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 2/10/2011
Collected By: RSOTO
Eq1ab Rep.: JFUENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.9726	mg/L	0.0020	--	02/09/2011	11:40	JGARCIA	02/08/2011	YCAMAACHO	Filtration



The results presented herein are the property of EQ1 Laboratories, Inc. All rights reserved. EQ1 Labo is a registered trademark of EQ1 Laboratories, Inc. EQ1 Labo is a registered trademark of EQ1 Laboratories, Inc. EQ1 Labo is a registered trademark of EQ1 Laboratories, Inc.



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level HDL = Below Detection Limit PNL = Does Not Apply MDL = Minimum Detection Limit NA = Not Applicable
MO = Monitoring Only - All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

PROQU Certified
EPA ID PR00014

CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: **IMPAQ (# 1 PPM)**
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number: 1660637
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2011-01042
Folder Number: 153342

Collected Date & Time: 02/03/2011 08:00
Received Date & Time: 02/08/2011 09:25
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 2/10/2011
Collected By: KSOTO
Eqlab Rep.: JFUENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.8255	mg/L	0.0020	--	02/09/2011	11:30	JGARCIA	02/08/2011	YCAMACHO	Filtration



The results presented herein meet all NEPA requirements. Refer to the website for more information: R172761 or www.solidac.com

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNL = Does Not Apply MFL = Minimum Detection Limit NA = Not Applicable
 MD = Monitoring Only - All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

PROHQ Certified
EPA ID: PR000114



CAMPO ALIEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (3 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number: 1660641
Work Order: 1628-0101
Detail Slip: 261-01042
Folder Number: 153342

Collected Date & Time: 02/08/2011 17:00
Received Date & Time: 02/08/2011 09:25
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 2/10/2011
Collected By: KSOTO
EqLab Rep.: JFUENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	2.73	mg/L	0.0020	--	02/09/2011	11:45	JGARCIA	02/08/2011	YCAMACHO	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MFL = Maximum Level MTL = Maximum Tolerable Limit N/A = Not Applicable
 MDL = Minimum Detectable Limit MCL = Maximum Contaminant Level MFL = Maximum Level MTL = Maximum Tolerable Limit
 EQLAB = Environmental Quality Laboratories, Inc. 5015 Highway 100, Suite 100, San Juan, PR 00910-1458



PERMIT # 10000014
EPA ID # PR00014

The results presented herein meet all NELAP requirements. <http://www.nelap.com>

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC.

P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458 TEL. (787) 288-6420

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALLEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 6 PPM) 5 HORAS
 Project Name: NANOTECH REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1671764	Collected Date & Time:	02/17/2011	13:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011	08:29	Collected By:	K SOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		EqLab Rep.:	JPUENTES
Folder Number:	134071				Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.8285	mg/L	0.0020	-	03/04/2011	19:53	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Minimum Detection Limit MCL = Maximum Contaminant Level
 MO = Maximum Obs. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

Certified by _____

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 3 PPM) 5 HORAS
 Project Name: NANOTECH REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number:	1671763	Collected Date & Time:	02/17/2011	13:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011	08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		EqLab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071				Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	1.68	mg/L	0.0020	-	03/04/2011	19:48	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

ND = Not Detected, MCL = Maximum Contaminant Level, MDL = Minimum Detectable Limit, MNT = Not Noted, MDT = Minimum Detecting Limit, N/A = Not Applicable
 MCL = Maximum Contaminant Level. All results are calculated as a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FTNAL (± 1 PPM) S HORAS
 Project Name: NANOTECH REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number: 1671762	Collected Date & Time: 02/17/2011 13:00	Date of Report: 3/8/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 03/01/2011 08:29	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01699	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 154071		Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.5002	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:44	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNT = Detect Not To Be Ignored MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise noted. All results relate only to this sample.

Certified by _____

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Client Ref #: N/A
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Facility: PILOT STUDY
 Project Name: NANOTECH REMEDIATION
 Source: INITIAL (3 PWD) 5 HORAS
 Aim: MS. KEYLA SOTO

Laboratory Test Report

Sample Number:	1671760	Collected Date & Time:	02/17/2011 13:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	EqLab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		Method	
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date		By
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	2.60	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:34	JGARCIA	03/03/2011	NRDRIGUEZ	Filtration

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit PWT = Pilot Water MTD = Minimum Detectable Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

Certified By

LAWRY ALLEN
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: ENAL CONC (3 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1663406
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2011-01214
Folder Number: 153531

Collected Date & Time: 02/13/2011 09:00
Received Date & Time: 02/14/2011 10:20
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 2/24/2011
Collected By: KSOTO
EqLab Rep.: JFUENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method	
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	1.73	mg/L	0.0400	--	02/23/2011	07:41	NRDRIGUEZ	02/14/2011	NRDRIGUEZ	Filtration	



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level RDL = Below Detection Limit DFL = Does Not Apply MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



PRCOH Certified
 EPA ID PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-0000

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: INITIAL CONC (1 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1663402	Collected Date & Time:	02/13/2011 08:00	Date of Report:	2/24/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	02/14/2011 10:20	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01214	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	153531			Proposal Number:	12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method	
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.9620	mg/L	0.0200	--	02/23/2011	07:41	NRODRIGUEZ	02/14/2011	NRODRIGUEZ	Filtration	



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level RDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Injure MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC.
 P.O. BOX 11458 SAN JUAN, P.R. 00910-1458 TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-0155
 PROCL Certified EPA ID PR00014



CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL CONC (1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



5 hours + 10 min

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: **1663405**
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2011-01214
Folder Number: 153531

Collected Date & Time: 02/13/2011 09:00
Received Date & Time: 02/14/2011 10:20
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 2/24/2011
Collected By: KSOTO
EqLab Rep.: JRIENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.3600	mg/L	0.0200	--	02/23/2011	07:41	NRODRIGUEZ	02/14/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL - Maximum Contaminant Level MDL = Minimum Detectable Limit MCL - Maximum Contaminant Level MCL - Maximum Contaminant Level MCL - Maximum Contaminant Level
MO = Monitoring Only - All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.



PROBIL Certified
EPA 8160-9-01A

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

CAMPD ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Client: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (± 3 PPM)
Project Name: NAVOTECHE REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number:	1674618	Collected Date & Time:	03/05/2011	08:30	Date of Report:	03/11/2011	3/11/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/07/2011	09:14	Collected By:	K SOTO	
Delivery Slip:	2011-01858	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		EqLab Rep.:	JFUENTES	
Folder Number:	154250				Proposal Number:	12408 - 1	
Remarks:							



Page 1 of 1

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.0090	mg/L	0.0020	--	03/10/2011	17:55	JGARCIA	03/10/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DIN = Does Not Exceed MBL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only - All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to the sample.



38, TEL. (787) 288-6420 FAX (787) 288-6465
PRT EPA

CAMPBELL ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEVILA SOTO
Source: FINAL (± 1 PPM)
Project Name: NANOTECH REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number: 1674617	Collected Date & Time: 03/05/2011 08:30	Date of Report: 3/11/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 03/07/2011 09:14	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01858	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 154250		Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Date	By
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.5260	mg/L	0.0020	--	03/10/2011	17:50	03/10/2011	JGARCIA	NRDRIGUEZ	Filtration



The results presented herein are the property of NELAP. All NEA A Certifications Refer to valid certification number 537785 at www.nelap.com.

NP - Not Detected MCL - Maximum Contaminant Level RPL - Risk Reduction Level DN - Does Not Exceed MDL - Minimum Detection Limit N/A - Not Applicable
MO - Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results refer only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465



CAMPO ALLEGRE
BAYAMON, PR. 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (# 1 PPM)
Project Name: NANOTECH REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number:	1674620	Collected Date & Time:	03/05/2011	15:30	Date of Report:	3/11/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/07/2011	09:14	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-101838	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °		EqLab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154250				Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:						



Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.0031	mg/L	0.0020	--	03/10/2011	18:05	JGARCIA	03/10/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



Date of Report:	3/11/2011
Collected By:	KSOTO
EqLab Rep.:	JFUENTES
Proposal Number:	12408 - 1

Prep Method	Date	By	Method
	03/10/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND - Not Detected MCL - Maximum Contaminant Level BDL - Below Detection Limit DVI - Does Not Exceed MDL - Minimum Detection Limit N/A - Not Applicable
MO - Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to the sample.





7 1000

1663396
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL CONC (1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1663396
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2011-01214
Folder Number: 153531

Collected Date & Time: 02/09/2011 08:00
Received Date & Time: 02/14/2011 10:20
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 2/24/2011
Collected By: KSOTO
Eqlab Rep.: JFUENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	---	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.0168	mg/L	0.0010	--	--	02/23/2011	07:41	02/14/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignite MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

The results presented herein meet all NELAC requirements.
Refer to eqlab certification number ES07783 at www.eqlab.com.



ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 6 PPM)
 Project Name: NANOTECH REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number:	1671767	Collected Date & Time:	02/17/2011 15:30	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	5.25	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:07	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

Certified by _____

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNL = Does Not Exceed MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Moisture Obs. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (± 3 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number:	1671766	Collected Date & Time:	02/17/2011 15:30	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.9108	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:03	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

Certified by _____

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Below Detection Limit DNTL = Deep Not Ignite MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Moisture Obs. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (± 1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1671765	Collected Date & Time:	02/17/2011 15:30	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.3431	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:58	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

Certified by

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Below Detection Limit DNT = Deep Not Ignite MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Moisture Obs. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

To: KEyla SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (± 1 PPM)
Project Name: NANOTECH REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number: 1671768	Collected Date & Time: 02/17/2011 12:00	Date of Report: 3/8/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 03/01/2011 08:29	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01699	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	Eqlab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 154071		Proposal Number: 12408 - 1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method	
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.9343	mg/L	0.0020	-	03/04/2011	20:12	03/03/2011	JGARCIA	NRODRIGUEZ	Filtration

Certified by _____

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MD = Mils/line Onk. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (± 3 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1671769	Collected Date & Time:	02/17/2011 12:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	2.88	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:36	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration

Certified by

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Moisture Orb. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

3 hours



Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: INITIAL CONC (3 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref #: N/A

Laboratory Test Report

Sample Number: **1663397** Date of Report: 2/24/2011
 Work Order: 1828-74-01 Collected By: KSOTO
 Delivery Slip: 2011-01214 Eqlab Rep.: JFUENTES
 Folder Number: 153531 Proposal Number: 12408 - 1

Collected Date & Time: 02/09/2011 08:00
 Received Date & Time: 02/14/2011 10:20
 Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	2.20	mg/L	0.0500	--	02/23/2011	07:41	02/14/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Inhibit MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

The results presented herein meet all NEIAC requirements.
 Refer to equlab certification number ER7783 at www.equlab.com.

PRQOI Certified
 EPA ID: PR000114

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL CONC (3 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



3 hrs

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1663400	Collected Date & Time: 02/09/2011 09:00	Date of Report: 2/24/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 02/14/2011 10:20	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01214	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 153531		Proposal Number: 12408 - 1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method				
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Date	Method	
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	1.73	mg/L	0.0400	--	02/23/2011	07:41	02/14/2011	NRODRIGUEZ	02/14/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

The results presented herein meet all NELAP requirements.
Refer to eqlab certification number E87783 at www.eqlab.com.

PROOH Certified
EPA ID PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL CONC (6 PPM)
Project Name: NANOTECH REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1663398	Collected Date & Time: 02/09/2011 08:00	Date of Report: 2/24/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 02/14/2011 10:20	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01214	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 153531		Proposal Number: 12408-1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.7080	mg/L	0.0200	--	02/23/2011	07:41	02/14/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignite MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

The results presented herein meet all NELAP requirements.
Refer to eqlab certification number ES783 at www.eqlab.com.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465



PROOF
EQLAB

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (# 1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number:	1626942	Collected Date & Time:	11/17/2010 16:00	Date of Report:	12/2/2010
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	11/19/2010 15:45	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2010-10587	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	150912			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.3310	mg/L	0.0100	--	11/30/2010	15:07	11/19/2010	NRDRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignite MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

The results presented herein meet all NELAC requirements.
Refer to eqlab certification number E87783 at www.eqlab.com.

PRDOH Certified
EPA ID PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11456, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

10:
 RAYLA SOTO RIVERA
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

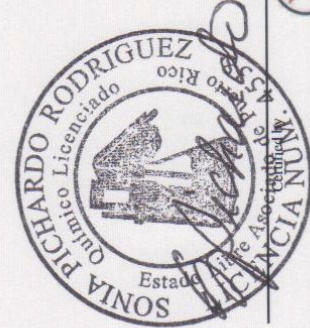
Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (± 3 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number:	1626943	Collected Date & Time:	11/18/2010 13:00	Date of Report:	12/2/2010
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	11/19/2010 15:45	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2010-10587	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP°	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	150912			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.9760	mg/L	0.0200	--	11/30/2010	15:07	11/19/2010	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

The results presented herein meet all NELAC requirements.
 Refer to eqlab certification number P87783 at www.eqlab.com.



ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (± 6 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number:	1626947	Collected Date & Time:	11/17/2010 09:00	Date of Report:	12/2/2010
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	11/19/2010 15:45	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2010-10587	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP	EqLab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	150912			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis			Prep Method		
				MDL	MCL	---	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	2.32	mg/L	0.1000	--	--	11/30/2010	15:07	NRODRIGUEZ	11/19/2010	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (± 1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1626946	Collected Date & Time: 11/17/2010 09:00	Date of Report: 12/2/2010
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 11/19/2010 15:45	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2010-10587	Temperature at Arrival: ROOM TEMP	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 150912		Proposal Number: 12408 - 1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.3530	mg/L	0.0100	--	11/30/2010	15:07	11/19/2010	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignore MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

The results presented herein meet all NELAP requirements.
Refer to eqlab certification number E87783 at www.eqlab.com.

PROCH Certified
EPA ID PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (± 1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number:	1671765	Collected Date & Time:	02/17/2011 15:30	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP°	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method	
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.3431	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:58	03/03/2011	JGARCIA	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein meet all NELAC requirements.
Refer to eqlab certification number E87783 at www.eqlab.com.

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNL = Diss. Not Exceeds MHL = Maximum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL: (787) 288-6420 Fax (787) 288-6485
PRDOH Certified EPA ID PR00114

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: INITIAL (± 6 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number:	1671770	Collected Date & Time:	02/17/2011 12:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method	
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	6.11	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:41	03/03/2011	JGARCIA	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected, MCL = Maximum Contaminant Level, BDL = Below Detection Limit, DNI = Does Not Apply, MDL = Minimum Detection Limit, N/A = Not Applicable, MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



The results presented herein meet all NELAC requirements. Refer to eqlab certification number E87783 at www.eqlab.com.

PRODH Certified
 EPA ID: 0000014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

To: KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: INITIAL (± 3 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number: 1671769	Collected Date & Time: 02/17/2011 12:00	Date of Report: 3/8/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 03/01/2011 08:29	Collected By: K SOTO
Delivery Slip: 2011-01699	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	Eqlab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 154071		Proposal Number: 12408 - 1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method	
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	2.88	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:36	03/03/2011	JGARCIA	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein meet all NELAP requirements. Refer to eqlab certification number ER783 at www.eqlab.com.

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Apply MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6660



PROOH Certified
 PRA IN 000014

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (± 1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number:	1671768	Collected Date & Time:	02/17/2011 12:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method	
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.9343	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:12	03/03/2011	JGARCIA	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein meet all NELAC requirements.
Refer to eqlab certification number E87783 at www.eqlab.com.

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level IDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Include MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



PROOF Certified
PQA in 2009/14

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 114556, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (± 6 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1671767
Work Order: 1828-74-01
Delivery Slip: 2011-01699
Folder Number: 154071

Collected Date & Time: 02/17/2011 15:30
Received Date & Time: 03/01/2011 08:29
Temperature at Arrival: ROOM TEMP °

Date of Report: 3/8/2011
Collected By: KSOTO
Eqlab Rep.: JFUENTES
Proposal Number: 12408 - 1

Remarks:

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method				
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Date	Method	
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	5.25	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:07	03/03/2011	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit BNL = Does Not Exceed MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



The results presented herein meet all NELAP requirements.
Refer to valid certification number ER7783 at www.nelap.com

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465
PRDOH Certified
EPA ID PR00014

To:
 KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: FINAL (#3 PPM)
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number: 1671766	Collected Date & Time: 02/17/2011 15:30	Date of Report: 3/8/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 03/01/2011 08:29	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01699	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 154071		Proposal Number: 12408 - 1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.9108	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	20:03	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected. MCL = Maximum Contaminant Level. BDL = Below Detection Limit. DNT = Does Not Exceed. MDL = Minimum Detection Limit. N/A = Not Applicable. MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.

The results presented herein meet all NELAC requirements. For more information, contact our customer service at 877.783.8283 or www.eqlab.com.

PRODH Certified EPA ID PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

To:
 KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn:
 MS. KEYLA SOTO
 Source:
FINAL (± 1 PPM) 5 HORAS
 Project Name:
 NANOTECH. REMEDIATION
 Facility:
 PILOT STUDY
 Description:
 PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #:
 N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1671762	Collected Date & Time:	02/17/2011 13:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqiab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method	
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.5002	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:44	03/03/2011	JGARCIA	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level MDL = Below Detection Limit DNL = Does Not Exceed MDE = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
 MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



The results presented herein meet all NELAC requirements.
 Refer to eqiab certification number E87783 at www.eqiab.com.

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 FAX (787) 288-6465
 PDCOH Certified
 FPA 10 PER0014

To:
 KEYLA SOTO HIDALGO
 G-24 CEREZA STREET
 CAMPO ALEGRE
 BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
 Source: INITIAL (± 6 PPM) 5 HORAS
 Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
 Facility: PILOT STUDY
 Description: PROCESS WATER - Grab
 Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number:	1671761	Collected Date & Time:	02/17/2011 13:00	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	EqLab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	5.77	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:39	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected, MCL = Maximum Contaminant Level, RDL = Below Detection Limit, DNI = Does Not Exceed, MDL = Minimum Detection Limit, N/A = Not Applicable, MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



The results presented herein meet all NELAC requirements. Refer to eqLab certification number ES7783 at www.eqLab.com.

PRODH Certified
 PRC in compliance

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (± 3 PPM) 5 HORAS
Project Name: NANOTECH REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Sample Number: 1671760	Collected Date & Time: 02/17/2011 13:00	Date of Report: 3/8/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 03/01/2011 08:29	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01699	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	EqLab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 154071		Proposal Number: 12408 - 1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits			Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	2.60	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:34	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein meet all NELAC requirements. Refer to eqlab certification number B87783 at www.eqlab.com.

ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit PNI = Does Not Apply MDL = Minimum Detection Limit NA = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



PRODH Certified
PMA 10 0000014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. 787 288-6420 Fax 787 288-6465

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: INITIAL (± 1 PPM) 5 HORAS
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1671756	Collected Date & Time: 02/17/2011 13:00	Date of Report: 3/8/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 03/01/2011 08:29	Collected By: KSSOTO
Delivery Slip: 2011-01699	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	Eqlab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 154071		Proposal Number: 12408 - 1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	1.01	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	19:29	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



ND = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNT = Diss. Not Test. MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



The results presented herein meet all NELAC requirements.
Refer to eqlab certification number E87783 at www.eqlab.com.

PRCOH Certified
EPA ID PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465

To: KEYLA SOTO HIDALGO
G-24 CEREZA STREET
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL (4 6 PPM) 5 HORAS
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number:	1671776	Collected Date & Time:	02/26/2011 13:30	Date of Report:	3/8/2011
Work Order:	1828-74-01	Received Date & Time:	03/01/2011 08:29	Collected By:	KSSOTO
Delivery Slip:	2011-01699	Temperature at Arrival:	ROOM TEMP °	Eqlab Rep.:	JFUENTES
Folder Number:	154071			Proposal Number:	12408 - 1
Remarks:					

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method			
				MDL	MCL	Date	Time	By	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	EPA 6010B	0.8701	mg/L	0.0020	--	03/04/2011	21:10	JGARCIA	03/03/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



The results presented herein meet all NELAC requirements.
Refer to eqlab certification number ES7783 at www.eqlab.com.

ND = Not Detected, MCL = Maximum Contaminant Level, BDL = Below Detection Limit, DNI = Does Not Apply, MHL = Maximum Detection Limit, N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458, TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465
PROOF Certified
EQA in 000014

LABORATORY OF QUALITY
CAMPO ALEGRE
BAYAMON, PR 00956

Attn: MS. KEYLA SOTO
Source: FINAL CONC (1 PPM)
Project Name: NANOTECH. REMEDIATION
Facility: PILOT STUDY
Description: PROCESS WATER - Grab
Client Ref. #: N/A



7 hours

Laboratory Test Report

Page 1 of 1

Sample Number: 1663399	Collected Date & Time: 02/09/2011 09:00	Date of Report: 2/24/2011
Work Order: 1828-74-01	Received Date & Time: 02/14/2011 10:20	Collected By: KSOTO
Delivery Slip: 2011-01214	Temperature at Arrival: ROOM TEMP °	Eqlab Rep.: JFUENTES
Folder Number: 153531		Proposal Number: 12408 - 1
Remarks:		

Parameter	Method	Results	Units	Limits		Analysis		Prep Method		
				MDL	MCL	Date	Time	Date	By	Method
Cadmium - Dissolved	SM 3113B	0.8700	mg/L	0.0200	--	02/23/2011	07:41	02/14/2011	NRODRIGUEZ	Filtration



NO = Not Detected MCL = Maximum Contaminant Level BDL = Below Detection Limit DNI = Does Not Ignite MDL = Minimum Detection Limit N/A = Not Applicable
MO = Monitoring Only. All results are calculated on a wet weight basis unless otherwise stated. All results relate only to this sample.



The results presented herein meet all NELAC requirements.
Refer to eqlab certification number ES7783 at www.eqlab.com.

PRDOH Certified
EPA ID: PR00014

ENVIRONMENTAL QUALITY LABORATORIES, INC. P.O. BOX 11458, SAN JUAN, P.R. 00910-1458. TEL. (787) 288-6420 Fax (787) 288-6465