

# UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y TEXTIL



**“ESTUDIO DE LA ADSORCION DEL SURFACTANTE ANIONICO DODECILBENCENO SULFONATO DE SODIO EMPLEANDO ARCILLAS MODIFICADAS Y SU APLICACIÓN EN EL TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE INDUSTRIAL”**

## **TESIS**

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:**

**INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTADO POR:**

**SILVIA MABEL DELGADILLO ESTACIO**

**LIMA – PERÚ**

**2010**

A mis amados padres, Víctor y Lastenia,  
por su ejemplo, apoyo y aliento constantes.

## AGRADECIMIENTOS

A Dios, por permitirme dar este paso en mi formación profesional.

A mi asesora, Dra. María del Rosario Sun Kou, por su valioso y permanente apoyo profesional y por haber hecho posible mi participación en el proyecto “Preparación de Filtros de Adsorción a base de Arcillas Modificadas”, patrocinado por la Pontificia Universidad Católica del Perú (PUCP) y el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONCYTEC), dentro del cual se desarrolló esta Tesis.

A la Dirección General de Investigación de la PUCP y al CONCYTEC por el apoyo económico y logístico durante el desarrollo de las pruebas experimentales que permitieron llevar a cabo este trabajo.

Al Dr. Abel Gutarra Espinoza, por su cooperación y disposición a la discusión de los resultados experimentales.

Al Ing. Javier Cárdenas por la ayuda prestada para la realización de las pruebas experimentales desarrolladas en el Laboratorio de Físicoquímica de la Facultad de Ingeniería Química y Textil de la UNI.

Al Ing. Jorge Alguiar Bellido, del Instituto de Química de la Universidad de Sao Paulo (Brasil) por la realización de las pruebas termogravimétricas y de determinación del área BET de las arcillas.

A la Lic. Milka Cajahuanca, del Laboratorio de Análisis Instrumental de la PUCP por la realización de las pruebas de espectroscopía infrarroja de las arcillas.

Al personal del Laboratorio de Películas Delgadas de la PUCP por la obtención de las micrografías de las arcillas.

A la Lic. Erika Gabriel Tuesta, por las pruebas de difracción de rayos X de las arcillas.

Al Ing. Rafael Chero Rivas e Ing. Emilio Porras Sosa por la cordial aceptación y atención de mis consultas acerca del diseño de planta y evaluación económica respectivamente.



## RESUMEN

El presente trabajo trata acerca del tratamiento de una arcilla peruana del tipo bentonita mediante tres métodos: pilaramiento con hidroxilaciones metálicas, activación termoácida e intercambio catiónico con una sal de amonio cuaternario para sintetizar materiales adsorbentes, que luego fueron empleados para la retención del surfactante aniónico dodecibenceno sulfonato de sodio lineal (DBS) contenido en soluciones acuosas y en un efluente industrial.

Las arcillas bentonitas natural y modificadas: pilarada, termoactivada y organofílica (intercambiada con la sal de amonio cuaternario), fueron caracterizadas mediante las técnicas de: fluorescencia de rayos X, difracción de rayos X, espectroscopía infrarroja, adsorción-desorción de  $N_2$ , microscopía electrónica de barrido y análisis termogravimétrico, con la finalidad de determinar el tipo y magnitud de alteración de la estructura de la arcilla natural lograda con cada uno de los tratamientos mencionados.

Las pruebas de adsorción con las arcillas modificadas se realizaron en sistema batch partiendo de una solución estándar de DBS y a temperatura de 25 °C. Para cada tipo de arcilla se determinó el tiempo de equilibrio cinético y la isoterma de adsorción. El primero sirvió para conocer el tiempo necesario para que el sistema alcanzara el equilibrio de adsorción y la segunda permitió comparar las capacidades de adsorción de cada material ensayado y determinar con cual de ellos se alcanzaba la mayor

retención de DBS. Durante el desarrollo de estas pruebas se tomaron en cuenta los parámetros: pH y relación masa de arcilla / volumen de solución de DBS, determinándose que la adsorción de DBS se vio favorecida al emplearse como adsorbente la arcilla organofílica para un tiempo de contacto de 2 horas, pH 1,5 y relación masa arcilla/ volumen solución de 3 g/L.

Seguidamente se realizaron pruebas similares en un efluente industrial empleando arcilla organofílica. Los interferentes presentes en el efluente ocasionaron que la adsorción de DBS fuese menor comparado con una solución estándar de igual concentración de surfactante. Esta vez las condiciones óptimas para la adsorción fueron: tiempo de contacto de 2 horas, pH 1,5 y relación masa arcilla / volumen solución de 5 g/L.

Sobre la base de estos resultados experimentales se diseñó una planta para el tratamiento del efluente, considerando dos posibilidades: 1) Emplear como adsorbente una arcilla organofílica comercial de características muy similares a aquella desarrollada en laboratorio (Proyecto "A") y 2) Una vez operativa la planta de tratamiento, se produzca la arcilla organofílica en lugar de comprarla (Proyecto "B"). Para este último caso, se determinó que la mayoría de los equipos de la planta de tratamiento, bajo distintos parámetros de funcionamiento, podrían ser utilizados también en la producción de arcilla organofílica, otro equipo debía ser cambiado y dos nuevos equipos debían ser adquiridos.

Por último, se realizó la evaluación económica de cada proyecto y la evaluación de la inversión en el Proyecto "B", encontrándose que, pese a que los precios de las materias primas para la producción de la arcilla organofílica eran significativamente menores que el precio de la arcilla comercial, la producción de arcilla organofílica no resultó rentable.

**INDICE**

I. INTRODUCCION	17
II. MARCO TEORICO	27
II.1 Los Surfactantes	28
II.1.1 Generalidades	28
II.1.2 La contaminación por surfactantes	32
II.2 Material de partida: la bentonita	40
II.2.1 Bentonita	40
II.2.2 Estructura y composición química de la montmorillonita	41
II.2.3 Génesis	43
II.2.4 Ocurrencia	44
II.2.5 Clasificación industrial de las bentonitas	44
II.3 Métodos de modificación de la bentonita	45
II.3.1 Pilaramiento	45
II.3.2 Activación termoácida	47
II.3.3 Intercambio catiónico con una sal de amonio cuaternario	49
III. METODOLOGIA	53
III.1 Caracterización fisicoquímica	54
III.1.1 Difracción de Rayos X	54
III.1.2 Espectroscopia Infrarroja	54
III.1.3 Adsorción desorción de N <sub>2</sub>	55
III.1.4 Microscopía Electrónica	56
III.1.5 Análisis Termogravimétrico	56
III.2 Modificación de la arcilla bentonita	57
III.2.1 Reactivos químicos utilizados	57
III.2.2 Tratamientos de modificación de la arcilla bentonita	58

III.3 Cinética e Isotermas de adsorción en sistema batch	62
III.3.1 Cinética de adsorción	62
III.3.2 Isotermas de adsorción	63
IV. RESULTADOS Y DISCUSION	64
IV.1 Caracterización	65
IV.1.1 Determinación de la Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) de la arcilla	65
IV.1.2 Determinación del pH	65
IV.1.3 Determinación de la humedad relativa	65
IV.1.4 Análisis Elemental	66
IV.1.5 Análisis Estructural	66
IV.1.6 Análisis Textural	76
IV.1.7 Análisis Morfológico	86
IV.1.8 Análisis Térmico	89
IV.2 Adsorción del surfactante dodecilbenceno sulfonato de sodio (DBS) a partir de una solución estándar empleando arcillas modificadas	92
IV.2.1 Cinética de adsorción	92
IV.2.2 Isotermas de adsorción	94
IV.2.3 Influencia del pH	101
IV.2.4 Influencia del parámetro “R”	104
IV.3 Adsorción del surfactante dodecilbenceno sulfonato de sodio (DBS) contenido en un efluente industrial real empleando una arcilla modificada	106
IV.3.1 Caracterización del efluente	107
IV.3.2 Resultados experimentales y discusión	107
V. DISEÑO DE UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CON CONTENIDO DE SURFACTANTE DBS	111
V.1 Etapas del proceso de tratamiento con una arcilla modificada	112

V.2 Diseño de equipos	113
VI. EVALUACION ECONOMICA DE LA INSTALACION Y OPERACIÓN DE UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CON CONTENIDO DE SURFACTANTE DBS EMPLEANDO UNA ARCILLA ORGANOFILICA	118
VI.1 Desarrollo del Proyecto “A”	119
VI.1.1 Cálculo del costo de tratamiento del efluente	119
VI.2 Desarrollo del Proyecto “B”	128
VI.2.1 Consideraciones previas respecto al diseño de equipos	128
VI.2.2 Cálculo del costo de producción de arcilla organofílica y tratamiento del efluente	130
VI.3 Evaluación de la inversión	139
VII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	147
VII.1 Conclusiones	148
VII.2 Recomendaciones	150
VIII. BIBLIOGRAFIA	151
IX. ANEXO	162
ANEXO 1: LAS ARCILLAS	163
ANEXO 2: REPORTE DE DATOS DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DESORCIÓN DE NITROGENO	169
ANEXO 3: NORMAS TÉCNICAS EMPLEADAS	180
ANEXO 4: CALCULOS DE DISEÑO DE LA PLANTA DE TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CON CONTENIDO DE SURFACTANTE DBS	185
ANEXO 5: INFORMACION DE REFERENCIA PARA EL DISEÑO DE PLANTA	205
ANEXO 6: FICHAS TECNICAS DE LOS EQUIPOS	

INVOLUCRADOS EN EL DISEÑO DE PLANTA	208
ANEXO 7: INFORMACION DE REFERENCIA PARA LA EVALUACIÓN ECONOMICA	214

## INDICE DE TABLAS Y FIGURAS

### INDICE DE TABLAS

Tabla II.1	: Concentraciones letales de DBS para especies de peces	34
Tabla II.2	: Límites máximos permisibles de concentración de surfactantes en el agua	36
Tabla III.1	: Reactivos químicos utilizados en los tratamientos de modificación de la arcilla y en los ensayos de adsorción	57
Tabla III.2	: Porcentajes de adsorción de DBS en arcillas organofílicas	62
Tabla IV.1	: Porcentaje de humedad relativa de la arcilla natural	66
Tabla IV.2	: Composición química del material de partida	67
Tabla IV.3	: Areas específicas de las diferentes arcillas modificadas	84
Tabla IV.4	: Tiempos de equilibrio cinético ( $t_{eq}$ )	93
Tabla IV.5	: Porcentajes de adsorción (%Ads) de DBS sobre las arcillas en estudio	99
Tabla IV.6	: Parámetros de Langmuir y Freundlich para la adsorción de DBS	102
Tabla IV.7	: Variación de los porcentajes de adsorción de DBS sobre arcilla AO con el pH y la concentración	

	inicial de surfactante (Co)	104
Tabla IV.8	: Variación de los porcentajes de adsorción de DBS sobre arcilla AO con los parámetros R y pH	105
Tabla IV.9	: Caracterización del efluente	107
Tabla IV.10	: Datos de adsorción de DBS a partir del efluente teniendo como variable al pH	108
Tabla IV.11	: Datos de adsorción de DBS a partir del efluente a pH 1,5 teniendo como variable al parámetro R	110
Tabla V.1	: Balance de masa del proceso de tratamiento de efluente con contenido de DBS	115
Tabla V.2	: Lista de equipos y sus especificaciones	116
Tabla VI.1	: Costo de Capital, Proyecto "A"	121
Tabla VI.2	: Costo de materia prima, Proyecto "A"	123
Tabla VI.3	: Costo de servicios, Proyecto "A"	123
Tabla VI.4	: Número de operarios por turno, Proyecto "A"	124
Tabla VI.5	: Sueldo de los operarios	124
Tabla VI.6	: Costo de mano de obra, Proyecto "A"	124
Tabla VI.7	: Costo de Operaciones, Proyecto "A"	126
Tabla VI.8	: Lista de equipos para la producción de arcilla organofílica y sus especificaciones	129
Tabla VI.9	: Costo de Capital, Proyecto "B"	131
Tabla VI.10	: Costo de materia prima, Proyecto "B"	134
Tabla VI.11	: Costo de servicios, Proyecto "B"	134
Tabla VI.12	: Número de operarios por turno, Proyecto "B"	135
Tabla VI.13	: Costo de mano de obra, Proyecto "B"	135
Tabla VI.14	: Costo de Operaciones, Proyecto "B"	137
Tabla VI.15	: Datos para la elaboración de los Estados Financieros	140

Tabla VI.16	: Estado de Ganancias y Pérdidas – Evaluación económica	141
Tabla VI.17	: Flujo de Caja – Evaluación económica	142
Tabla VI.18	: Indicadores Financieros: Valor Presente Neto (VPN)	142
Tabla VI.19	: Indicadores Financieros: Índice de Valor Presente (IVP)	144
Tabla VI.20	: Indicadores Financieros: Relación Beneficio Costo (B/C)	144
Tabla IX.1	: Clasificación de los minerales arcillosos	165
Tabla IX.2	: Clasificación de los filosilicatos	166
Tabla IX.3	: Composición química de algunos minerales arcillosos	168
Tabla IX.4	: Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Natural (AN)	170
Tabla IX.5	: Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Termoactivada (AA)	172
Tabla IX.6	: Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Organofílica (AO)	174
Tabla IX.7	: Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Pilarada con Aluminio (PA)	176
Tabla IX.8	: Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Pilarada con Circonio (PC)	178
Tabla IX.9	: Accesorios del conjunto de aspiración, bomba B-1	190
Tabla IX.10	: Accesorios del conjunto de impulsión, bomba B-2	190



Tabla IX.11	: Accesorios del conjunto de aspiración, bomba B-2	194
Tabla IX.12	: Accesorios del conjunto de impulsión, bomba B-2	195

## INDICE DE FIGURAS

Figura II.1	: Estructura de la molécula de dodecilbenceno sulfonato de sodio lineal	30
Figura II.2	: Diagrama estructural de la montmorillonita	42
Figura II.3	: Proceso de pilaramiento	46
Figura II.4	: Ion Keggin	47
Figura II.5	: Estructura del hidroxitación de circonio	48
Figura II.6	: Ordenamiento de los cationes de HDTMA en la estructura de una montmorillonita	51
Figura IV.1	: Difractograma de la arcilla natural AN	67
Figura IV.2	: Difractograma de la arcilla pilarada con hidroxitaciones de aluminio (PA)	70
Figura IV.3	: Difractograma de la arcilla pilarada con hidroxitaciones de circonio (PC)	70
Figura IV.4	: Modelos de asociación de las láminas de arcilla en: A) estructura pilarada y B) estructura delaminada	71
Figura IV.5	: Difractograma de la arcilla termoactivada (AA)	73
Figura IV.6	: Difractograma de la arcilla organofílica (AO)	73
Figura IV.7	: Comparación de los difractogramas de las arcillas natural y pilaradas con hidroxitaciones de aluminio y circonio, en el rango de $2\theta=3-13^\circ$	74
Figura IV.8	: Comparación de los difractogramas de las arcillas natural, termoactivada y organofílica, en el rango	

	de $2\theta = 3-13^\circ$	74
Figura IV. 9	: Espectro FTIR de la arcilla natural AN	77
Figura IV. 10	: Espectro FTIR de la arcilla pilarada PA	78
Figura IV. 11	: Espectro FTIR de la arcilla pilarada PC	79
Figura IV. 12	: Espectro FTIR de la arcilla termoactivada AA	80
Figura IV. 13	: Espectro FTIR de la arcilla organofílica AO	81
Figura IV. 14	: Comparación de espectros FTIR	82
Figura IV. 15	: Isotermas de adsorción desorción de $N_2$ de las arcillas natural, termoactivada y organofílica	84
Figura IV. 16	: Isotermas de adsorción desorción de $N_2$ de las arcillas natural, pilarada con aluminio y pilarada con circonio	85
Figura IV. 17	: Isotermas de adsorción desorción de $N_2$ en la zona microporosa ( $P/P_0 = 0-0,4$ )	85
Figura IV. 18	: Micrografía de la arcilla natural AN	87
Figura IV. 19	: Micrografía de la arcilla termoactivada AA	87
Figura IV. 20	: Micrografía de la arcilla pilarada con hidroxitaciones de aluminio PA	88
Figura IV. 21	: Micrografía de la arcilla pilarada con hidroxitaciones de circonio PC	88
Figura IV. 22	: Micrografía de la arcilla organofílica AO	89
Figura IV. 23	: Curva ATG de la arcilla natural AN	90
Figura IV. 24	: Curva ATG de la arcilla pilarada con hidroxitaciones de circonio PC	91
Figura IV. 25	: Curva ATG de la arcilla organofílica AO	92

Figura IV.26	: Curvas de cinética de adsorción del surfactante DBS sobre las arcillas natural, termoactivada y organofílica	93
Figura IV.27	: Curvas de cinética de adsorción del surfactante DBS sobre las arcillas natural y pilaradas	94
Figura IV.28	: Clasificación de las isothermas de adsorción según Giles y McEwan	96
Figura IV.29	: Isothermas de adsorción del surfactante DBS sobre las arcillas natural y modificadas a la temperatura de 25°C	97
Figura IV.30	: Isothermas de adsorción del surfactante DBS sobre la arcilla organofílica AO a diferentes valores de pH y temperatura de 25 °C	103
Figura IV.31	: Variación de la adsorción del surfactante DBS sobre la arcilla organofílica AO con respecto a la concentración inicial de surfactante y el pH	104
Figura IV.32	: Variación del porcentaje de adsorción de DBS sobre la arcilla organofílica AO respecto a la relación arcilla/solución (R)	106
Figura IV.33	: Comparación de los porcentajes de adsorción de DBS a partir de una solución estándar y del efluente	109
Figura IV.34	: Curva de variación del pH del efluente con la adición de HCl 5 M para un volumen de efluente de 500 mL	110
Figura V.1	: Diagrama de Bloque de la planta de tratamiento de efluente con contenido de DBS	114

Figura VI.1	⊘	Tiempo de recuperación de la inversión	143
Figura IX.1	⊘	Tanque agitado	186
Figura IX.2	⊘	Vista frontal de los equipos adyacentes a la bomba B-1	188
Figura IX.3	⊘	Vista superior de los equipos adyacentes a la bomba B-1	188
Figura IX.4	⊘	Conjunto de aspiración e impulsión de la bomba B-1	191
Figura IX.5	⊘	Vista frontal de los equipos adyacentes a la bomba B-2	192
Figura IX.6	⊘	Vista superior de los equipos adyacentes a la bomba B-2	193
Figura IX.7	⊘	Conjunto de aspiración e impulsión de la bomba B-2	195

## **I. INTRODUCCION**

## I. INTRODUCCION

Uno de los mayores problemas de contaminación ambiental en la actualidad lo constituyen las descargas de grandes volúmenes de agua de procedencia doméstica e industrial, conteniendo sustancias contaminantes de diversa naturaleza. Estas descargas líquidas, además de generar un gran daño estético en el medio en que son vertidas, representan un peligro real para la flora y fauna con la que entran en contacto, atentando también contra el bienestar humano. Al respecto la Ley General del Ambiente [1] señala en su Artículo N° 1 que “Toda persona tiene el derecho irrenunciable a vivir en un ambiente saludable, equilibrado y adecuado para el pleno desarrollo de la vida y el deber de contribuir a una efectiva gestión ambiental y de proteger el ambiente, así como sus componentes, asegurando particularmente la salud de las personas en forma individual y colectiva, la conservación de la diversidad biológica, el aprovechamiento sostenible de los recursos naturales y el desarrollo sostenible del país” . Los surfactantes, componente principal de los detergentes, se han convertido desde hace varias décadas en un constituyente común en muchos de estos efluentes domésticos e industriales. Los surfactantes, también llamados tensoactivos son especies químicas de naturaleza polar y no polar a la vez. La parte lipofílica (parte no polar) de la molécula está compuesta generalmente por estructuras alifáticas o alifático aromáticas,

mientras que los grupos hidrofílicos que constituyen la parte polar de la molécula suelen estar cargados eléctricamente. Estas sustancias se clasifican normalmente de acuerdo a la carga que lleva su grupo polar hidrofílico. Según esto pueden ser aniónicos, catiónicos, no iónicos o anfóteros [Tedder, 1979; UPM, 1981].

Los detergentes sintéticos aparecieron durante la primera guerra mundial, primero aquellos que contenían como agente activo de superficie o surfactante, los alcalinaftalenos sulfonados, después los alcoholes grasos sulfatados, las amidas grasas sulfonadas y los alquilarilsulfonatos. Una primera generación de estos últimos, los constituyeron los alquilbenceno sulfonatos de cadena alquílica ramificada que eran por esta característica difícilmente biodegradables, entendiéndose por biodegradabilidad la descomposición de un compuesto orgánico, en este caso del surfactante, por la acción de los microorganismos presentes en el medio. Debido a esto su uso fue prohibido o restringido en muchos países. En 1968 el Consejo de Europa publicó el “Acuerdo Europeo para la restricción del uso de determinados detergentes en productos de lavado y limpieza”, acuerdo que entró en vigencia en 1971 y que estableció una biodegradabilidad de 80% como valor mínimo aceptable. Esto obligó a la aparición de la segunda generación de alquilarilsulfonatos, esta vez de cadena alquílica lineal. Estos surfactantes se suponen biodegradables, sin embargo, dependiendo de las condiciones del agua puede tornarse no biodegradables. Esto ocurre en aguas con bajo contenido de oxígeno disuelto o cuando están presentes el fenol o compuestos fenólicos. En este caso la degradación microbiana disminuye y a la larga es completamente inhibida [Rodríguez y Pinzón, 2001; Tedder, 1979].

Algunos de los efectos nocivos provocados por los surfactantes son los siguientes: impiden la adecuada difusión del oxígeno del aire en el agua, inhiben el desarrollo de ciertas especies de la flora y fauna acuáticas, pueden producir esterilidad en los suelos y originan la formación de

espuma, atentando contra la estética del medio natural. En tal sentido, y dado que un surfactante puede tardar mucho tiempo en alcanzar el nivel máximo de biodegradabilidad, resulta necesario encontrar un modo mucho más efectivo y rápido para la remoción de éstos contaminantes del agua. Los métodos usuales para el tratamiento de surfactantes en efluentes son oxidación con luz ultravioleta, precipitación por agentes catiónicos, coagulación y eliminación por intercambio iónico empleando resinas [Chunga, 1984; UPM, 1981]. La dificultad de aplicar tecnologías de oxidación es la poca reproductibilidad de resultados a nivel industrial, posiblemente debido a flujos variables de efluentes lo que hace necesaria la aplicación de tratamientos terciarios. El empleo de agentes catiónicos y coagulantes tienen el inconveniente del aumento de componentes químicos en el residuo concentrado y el uso de resinas de intercambio es un proceso lento y requiere de temperaturas elevadas.

En este trabajo se propone el método de adsorción de un surfactante aniónico empleando una arcilla del tipo bentonita en su forma natural y modificada, como una alternativa simple, selectiva y económicamente aceptable en comparación con los tratamientos fisicoquímicos convencionales mencionados anteriormente.

Las arcillas, como la bentonita, han sido extensamente estudiadas debido a que presentan propiedades como catalizadores y adsorbentes. En lo que concierne a sus propiedades como adsorbentes, la bentonita ha sido empleada para la remoción de numerosas especies químicas como pigmentos orgánicos, cationes metálicos, fenol y derivados de éste, contaminantes no iónicos, surfactantes, etc. Algunas investigaciones referentes a adsorción con arcillas además de otros materiales como carbón activado se resumen a continuación:

**Noriega (1958)** [Noriega, 1958] llevó a cabo pruebas de laboratorio con distintos tipos de arcilla (diatomita, pirofilita, caolín y bentonita) activándolas con HCl y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a diferentes concentraciones y en un rango



de temperaturas de 100 a 140°C, presiones normal y 60 psia y tiempos de contacto de 2 a 18 horas. Las arcillas fueron probadas luego en la decoloración de aceites resultando mejores los resultados con la bentonita termoactivada. Su trabajo incluye también un estudio de ubicación y operaciones de una planta de fabricación de bentonitas termoactivadas sobre la base de los resultados experimentales.

**Chunga (1984)** [Chunga, 1984] llevó a cabo un estudio de la remoción de un surfactante aniónico de aguas a ser usadas en piscicultura mediante el uso de carbón activado como adsorbente empleando columnas de lecho fijo y tomando como variables el flujo descendente a través de las columnas y la altura del lecho de carbón, obteniendo eficiencias de remoción de 88-96%, partiendo de una solución 10 ppm de surfactante.

**Fayad (1998)** [Fayad, 1998] estudió la adsorción en sistema batch de cromo sobre bentonitas termoactivadas con ácido clorhídrico a diferentes concentraciones y temperaturas tanto con una solución estándar de cromo como con un efluente de curtiembre, encontrando que la adsorción de cromo se vio favorecida en la arcilla modificada cuando la activación se llevó a cabo a 100 °C y a concentraciones moderadas de ácido. Sus condiciones óptimas de adsorción fueron 0,05 g arcilla /ml de efluente y 12 horas de tiempo de contacto.

**Banat *et al.* (2000)** [Banat et al., 2000] estudiaron la adsorción de fenol en bentonita como alternativa al tratamiento de efluentes con dicho contenido. Este estudio se realizó en sistema batch evaluando el efecto del tiempo de contacto, concentración inicial, pH, solvente y características de desorción de la arcilla. La adsorción se incrementó con el incremento de la concentración inicial de fenol y decreció al incrementar el valor del pH. La afinidad del fenol por la bentonita en presencia de solventes siguió el siguiente orden: ciclohexano > agua > metanol, de lo cual concluyeron que el metanol puede ser usado para desorber el fenol de la arcilla.

**Meier *et al.* (2001)** [Meier et al., 2001] desarrollaron un nuevo tipo de arcillas organofílicas: arcillas intercambiadas con cationes orgánicos rígidos (RPC) cuyas propiedades de adsorción fueron comparadas con arcillas organofílicas comerciales intercambiadas con cationes orgánicos flexibles (FPC) como las sales de amonio cuaternario usando 2-clorofenol como adsorbato. Las arcillas RPC mostraron mayor área superficial y mayor capacidad de adsorción que las FPC, sobre todo a bajas concentraciones de adsorbato.

**Rodríguez y Pinzón (2001)** [Rodríguez y Pinzón, 2001] estudiaron la adsorción de dodecibenceno sulfonato de sodio lineal (DBS) sobre arcillas intercambiadas con cuatro diferentes sales de amonio cuaternario encontrando que la capacidad de adsorción es directamente proporcional al grado de sustitución de los cationes de intercambio de la arcilla natural por iones de la sal de amonio cuaternario. Determinaron que la adsorción de DBS sobre arcillas organofílicas es un proceso relativamente rápido (20-30 minutos). La adsorción máxima obtenida fue de alrededor de 200 mg DBS/g arcilla para la bentonita intercambiada al 100% de su CEC con hexadeciltrimetil amonio.

**Uribe *et al.* (2002)** [Uribe et al., 2002] analizaron el efecto de la temperatura y el pH en la adsorción de fenol, 2-clorofenol, anilina y clorobenceno en una arcilla organofílica del tipo montmorillonita. Encontraron que las capacidades máximas de adsorción fueron de 0,15 mg adsorbato / mg arcilla para clorobenceno, 0,07 mg/mg para 2-clorofenol, 0,03 mg/mg para fenol y 0,01 mg/mg para anilina. Asimismo, determinaron que el pH tiene una dramática influencia en la adsorción de fenol, ya que a valores de pH altos éste se encuentra en su estado iónico, decreciendo la capacidad de la arcilla para adsorberlos y que la temperatura no ejerce un efecto significativo en la adsorción de los compuestos estudiados.

**Espantaleón *et al.* (2003)** [Espantaleón *et al.*, 2003] utilizaron bentonitas y sepiolitas naturales y termoactivadas con ácido sulfúrico a concentraciones de 0,1; 0,5 y 2,0 N para adsorber colorantes aniónicos y el surfactante no iónico nonilfenol etoxilado con 8 moles de óxido de etileno. La sepiolita y la bentonita termoactivadas con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5 N mostraron las mayores capacidades de adsorción de colorante con porcentajes de adsorción de 97,9 y 84,9%, respectivamente, partiendo de soluciones de concentraciones entre 214 y 223 mg/L de adsorbato. Por otro lado, se logró una alta remoción del surfactante no iónico (entre 86,9 y 93,6 %) partiendo de una solución de concentración igual a 2 400 mg/L.

**Akçay y Akçay (2004)** [Akçay y Akçay, 2004] usaron una arcilla bentonita intercambiada con dodecilamonio (arcilla organofílica) para adsorber p-clorofenol y p-nitrofenol, tomando como variables la concentración de adsorbato en solución y la temperatura. Observaron que la cinética de adsorción fue de primer orden llegando al equilibrio aproximadamente a los 30 minutos. Por otro lado, concluyeron que la adsorción con este material se produjo debido a formación de enlaces puente hidrógeno entre adsorbente y adsorbato y que además, el proceso fue preferente por el p-nitrofenol.

**Ramos *et al.* (2004)** [Ramos *et al.*, 2004] caracterizaron dos arcillas de diferente naturaleza (SVC y SWy), ambas fueron intercambiadas con cloruro de alquilbencildimetil amonio y las evaluaron como adsorbentes de fenol. Dada su capacidad de hinchamiento, con la arcilla SVC se logró un mayor espaciado basal luego del tratamiento de intercambio catiónico con la sal de amonio. Ambos adsorbentes fueron efectivos en la retención de fenol, siendo la arcilla SVC la más eficiente.

**Calcavante *et al.* (2005)** [Calcavante *et al.*, 2005] estudiaron la adsorción de acetato de etilo en arcillas del tipo montmorillonita modificadas por intercambio catiónico con dos sales de amonio cuaternario: Tetrametilamonio (TMA) y Hexadeciltrimetilamonio

(HDTMA). La regeneración de dichas arcillas se realizó con dióxido de carbono supercrítico. Las capacidades de adsorción de acetato de etilo fueron de 6,2 mg/g para la montmorillonita natural, 15,6 mg/g para la arcilla tratada con TMA y 35,6 mg/g para aquella tratada con HDTMA. Las mejores condiciones de operación para la desorción del adsorbato en mención con CO<sub>2</sub> fueron encontradas en la región supercrítica (333 K y 413,8 bar) logrando recuperaciones de hasta 84%.

**Rodríguez *et al.* (2005)** [Rodríguez et al., 2005] llevaron a cabo el estudio comparativo de la adsorción y mecanismos de adsorción de los surfactantes: dodecil sulfonato de sodio (SDS) (aniónico) y Tritón X-100 (no iónico), en 18 materiales terrosos con contenido de materia orgánica entre 0,52 y 10,3% y de arcilla entre 9,41 y 47,2%. Encontraron que la arcilla con mejores propiedades adsorbentes estaba compuesta por montmorillonita, illita y caolinita en diferentes proporciones. La capacidad de adsorción en estas tierras fue en general mayor para el surfactante no iónico que para el aniónico. Determinaron que los parámetros que más afectaron la adsorción del surfactante aniónico SDS fueron el contenido de materia orgánica y de caolinita en el adsorbente, asimismo, determinaron que la adsorción del surfactante no iónico dependía de la fracción de arcilla contenida en el material adsorbente, sobre todo de montmorillonita e illita.

**Sun *et al.* (2005)** [Sun et al., 2005] probaron una arcilla del tipo esmectita tanto natural como termoactivada como adsorbente de los colorantes azoicos rojo 80 y azul 71. El tratamiento de activación termoácida incrementó el área superficial de la arcilla natural de 66 a 90 m<sup>2</sup>/g y el espaciado basal de 11,79 Å a 16,06 Å y por ende su capacidad de adsorción se vio incrementada hasta en 30 veces respecto al material natural. Los valores máximos de adsorción fueron de 75 mg de colorante azul y 30 mg de colorante rojo por gramo de arcilla termoactivada.

**Upson y Burns (2005)** [Upson y Burns, 2005] emplearon una arcilla intercambiadas con bromuro de hexadeciltrimetil amonio (HDTMA) y cloruro de benziltriethyl amonio (BTEA) a diferentes concentraciones para adsorber compuestos nitroaromáticos, demostrando que la adsorción de dichos compuestos se incrementaba con la cantidad de HDTMA y decrecía con la cantidad de BTEA intercambiada, este hecho se asoció a los distintos modos de interacción adsorbato – adsorbente que se producían en cada sistema, lo cual también estaba relacionado directamente con el área superficial disponible del adsorbente.

**Baskaralingam *et al.* (2006)** [Baskaralingam et al., 2006] usaron bentonitas modificadas (organobentonitas) para la remoción del colorante rojo ácido 151 presente en soluciones acuosas. Encontraron que la intercalación de surfactantes catiónicos en la superficie de la arcilla cambiaba el carácter hidrofílico del material por hidrofóbico y lo hacía más afín a las especies orgánicas. A bajos valores de pH se favorecía la adsorción del colorante, llegando a un máximo de 416,6 mg / g arcilla a un pH 3.

**Rossa *et al.* (2006)** [Rossa et al., 2006] emplearon arcillas montmorillonita natural y pilarada con aluminio, con y sin calcinación, a 400°C para adsorber indol, un contaminante del petróleo que produce NO<sub>x</sub>. Las pruebas de adsorción se realizaron en sistema batch usando hexano como solvente y con un tiempo de contacto de 24 horas a temperatura ambiente. Las arcillas modificadas por pilaramiento mostraron una alta eficiencia de remoción de indol en fase orgánica, obteniéndose un máximo de adsorción de 13,43 mg de indol/g de arcilla calcinada.

**Freitas *et al.* (2006)** [Freitas et al., 2006] estudiaron la adsorción de los ácidos acético, propiónico y butírico en una arcilla montmorillonita modificada por intercambio con una sal de amonio cuaternario, teniendo como parámetros la concentración y la temperatura de la solución de adsorbato. La adsorción se vio favorecida con el aumento de la

concentración a una temperatura constante y disminuyó con el aumento de la temperatura a una concentración constante. Los parámetros termodinámicos mostraron que la adsorción fue un proceso espontáneo y exotérmico y que las moléculas de los ácidos se encontraban más desordenadas en el estado adsorbido que en la solución.

**Pereira *et al.* (2006)** [Pereira et al., 2006] realizaron ensayos de adsorción en sistema batch del surfactante catiónico bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) sobre una matriz preparada a partir de óxido de niobio. El principal parámetro en estudio fue el pH, logrando determinar que la adsorción máxima fue de 9,56 mg CTAB/g arcilla en las siguientes condiciones: pH =3,0 y tiempo de contacto de 1 hora.

**El objetivo** del presente trabajo fue el estudio de la retención del surfactante aniónico dodecibenceno sulfonato de sodio (DBS) contenido en un efluente industrial, mediante el uso de adsorbentes preparados a partir de una arcilla peruana modificada del tipo bentonita, para, sobre la base de los resultados experimentales, realizar el diseño y la evaluación económica de una planta a escala piloto para el tratamiento de dicho efluente industrial así como para la producción de un tipo de arcilla modificada. Se aplicaron tres métodos de modificación química a la arcilla natural: pilaramiento con hidroxidaciones metálicas, activación termoácida e intercambio catiónico con una sal de amonio cuaternario. El propósito final fue reducir la concentración del surfactante en mención, hasta llevarla por debajo de los límites máximos permisibles establecido en las normas de calidad de aguas usadas como referencia.

## **II. MARCO TEORICO**

## **II. MARCO TEORICO**

### **II.1 Los Surfactantes**

#### **II.1.1 Generalidades**

Los surfactantes, también llamados tensoactivos o agentes de superficie son especies químicas de naturaleza polar y no polar a la vez. La parte lipofílica (parte no polar) de la molécula está compuesta generalmente por estructuras alifáticas o alifático aromáticas, mientras que los grupos hidrofílicos que constituyen la parte polar de la molécula suelen estar cargados eléctricamente.

Los surfactantes se clasifican normalmente de acuerdo a la carga que lleva su grupo polar hidrofílico. De acuerdo a esto pueden ser aniónicos, catiónicos, no iónicos o anfóteros [Tedder, 1979; UPM, 1981].

#### **A) Surfactantes aniónicos**

La parte hidrofílica tiene carga negativa. Algunas familias de este grupo son los alquilsulfatos primarios, alquilsulfonatos, alquilarilsulfonatos, alquilsulfatos secundarios, sulfatos de amidas grasas, amidas grasas sulfonadas, etc.



Los primeros surfactantes aniónicos que se explotaron comercialmente a gran escala, se basaron en alquilbencenos producidos por tetramerización de propileno y adición de la mezcla resultante de dodecenos altamente ramificados al benceno. Estos dodecilbencenos se convertían en dodecilbenceno sulfonato sódico con un rendimiento muy alto. Este surfactante de cadena ramificada tenía excelentes propiedades de formación de espuma.

Sin embargo, a final de la década de 1950 se volvió evidente que los materiales basados en propileno tetrámero eran biológicamente “duros”, es decir, se degradaban biológicamente con bastante lentitud debido al grupo alquilo altamente ramificado que contenían, por lo tanto, una proporción significativa del alquilbenceno sulfonato de sodio que iba a los desagües domésticos sobrevivía al tratamiento de aguas residuales y se descargaba a los ríos y lagos formando espumas desagradables, las cuales no sólo eran estéticamente indeseables sino que interferían de forma severa en el tratamiento de aguas residuales e inhibían la captación normal de oxígeno de las aguas naturales. Es por ello que en la década de 1960, se desarrollaron y comenzaron a comercializarse alquilbenceno sulfonatos de cadena lineal cuya biodegradación es mucho más rápida que los de cadena ramificada a los que reemplazaron con mucho éxito.

El grupo alquilo de estos alquilbenceno sulfonatos de cadena lineal deriva de n-parafinas en el intervalo  $C_{10-15}$  o de ceras parafinicas ( $C_{15-35}$ ). Las n-parafinas se aíslan a partir de fracciones del queroseno de petróleo. Las parafinas se convierten en monocloroparafinas o en olefinas no terminales que se usan después para alquilar el benceno en las condiciones de la reacción de Friedel-Crafts. Las ceras parafinicas se craquizan para dar un conjunto de olefinas terminales de longitud de cadena muy diferente, esta mezcla se fracciona para obtener la fracción  $C_{10-15}$  que se emplea para alquilar el benceno.

El método usual de sulfonación se basa en tratar el alquilbenceno con un exceso de ácido sulfúrico concentrado u óleum para dar un rendimiento de sulfonación mayor a 95%. También se puede usar trióxido de azufre, que reduce la cantidad total de ácido gastado y es rápido. Sin embargo, este proceso requiere un control muy estricto para mantener un color y un grado de sulfonación satisfactorios.

Las propiedades de los alquilbenceno sulfonatos sódicos de cadena lineal, dependen de la longitud de la cadena del grupo alquilo y de la posición del anillo bencénico en la cadena alquílica [Tedder, 1979; Kent, 1984].

Actualmente, los surfactantes aniónicos son los de mayor uso en las formulaciones de detergentes domésticos e industriales. De éstos, el dodecilbenceno sulfonato de sodio lineal (DBS) es el más utilizado debido a sus buenas propiedades deterativas.

La estructura del DBS se muestra en la Figura II.1.



**Figura II.1.** Estructura de la molécula de dodecilbenceno sulfonato de sodio lineal

## **B) Surfactantes catiónicos**

Están compuestos por un grupo alquilo hidrófobo unido a un grupo hidrófilo de carga positiva. Estos surfactantes pueden ser nitrilos, aminas, aminas con enlaces de amida o bases cuaternarias de nitrógeno.

Este tipo de surfactantes fue usado en un primer momento como suavizadores en la industria textil ya que poseen gran afinidad por las fibras de algodón, impartiendo suavidad y lubricación. Actualmente se usan además en los productos suavizantes de telas. Puesto que son agentes antiestáticos, también se usan en el acabado de telas sintéticas que desarrollan cargas indeseables y debido a su carácter bactericida son usados como agentes antibacterianos y alguicidas en los detergentes sanitarios [Kent, 1984].

## **C) Surfactantes no iónicos**

Están compuestos por un grupo alquilo de cadena larga hidrófobo conectado a un grupo neutro altamente polar, donde el grupo polar es lo suficientemente hidrófilo para llevar al grupo hidrófobo a solución acuosa.

A este grupo pertenecen los alquilfenoles etoxilados, alcoholes etoxilados, ácidos grasos etoxilados y aminas etoxiladas. Los alcoholes y alquilfenoles etoxilados son los surfactantes no iónicos más importantes. Se emplean en detergentes domésticos, en procesos textiles, fabricación de papel, tratamientos de caucho y fabricación de pinturas de emulsión [Tedder, 1979].

## **D) Surfactantes anfóteros**

Actúan dependiendo del medio en que se encuentren, en medio ácido son catiónicos y en medio básico son aniónicos. Presentan en su molécula a grupos aniónicos y catiónicos, constituidos por una cadena grasa y un nitrógeno cuaternario conteniendo un radical aniónico.

Estos compuestos se usan en la formulación de pastas dentífricas en las que actúan como inhibidores de la caries dental, en shampoo, cosméticos, pinturas en emulsión acuosa, inhibidores de corrosión, detergentes sanitarios, etc [Kent, 1984].

### **II.1.2 La contaminación por surfactantes**

#### **II.1.2.1 Fuentes de contaminación**

Los surfactantes, los cuales constituyen el principio activo de los detergentes se encuentran presentes en el medio natural por diversas fuentes [UPM, 1981]:

- Industrial: procedente del empleo de detergentes en la industria textil, del cuero, pinturas, etc., de su fabricación para usos domésticos y de su empleo en lavanderías.
- Agrícola: arrastrados por las aguas que lavan los suelos agrarios tratados con insecticidas y funguicidas en cuya composición se encuentran sustancias surfactantes.
- Urbano: por el uso cotidiano de estas sustancias en la limpieza doméstica y pública.

### II.1.2.2 Consecuencias de la contaminación por surfactantes

A continuación se mencionan los efectos producidos por la presencia de surfactantes en cuerpos líquidos a través de los detergentes, poniendo énfasis en los daños ocasionados por el surfactante DBS [Chunga, 1984; UPM, 1981]:

- Tienen a disminuir la tensión superficial del agua originando la formación de espuma. En agua residual que contenga 5 mg/L de  $Mg^{2+}$  son suficientes 0,5 mg/L de DBS para que se forme espuma abundante y estable.
- Inhibe la oxidación química y biológica de sustancias presentes en el agua como fenol o pirocatecol entre otras. Como resultado de esto la demanda bioquímica de oxígeno es pequeña pues las bacterias son rodeadas de una partícula de surfactante que las aísla del medio impidiendo su acción.
- Ocasionan la disminución de la difusión del oxígeno del aire a través del agua, dependiendo esto de la concentración de surfactante y la turbulencia del agua. Los surfactantes además favorecen la liberación del oxígeno adsorbido en las partículas porosas sumergidas.
- Interfieren en las estaciones de depuración, dificultando la sedimentación primaria debido a la variación de la tensión entre las fases líquida y sólida. Este efecto se debe también a otros componentes de los detergentes como son los fosfatos. Asimismo, los surfactantes interfieren en la floculación pues actúan como emulsionantes y solubilizantes de grasas.
- A nivel bioquímico actúan sobre las membranas celulares provocando una modificación del equilibrio osmótico y desnaturalizando las proteínas, enzimas y hormonas.

- Ocasionalmente desestabilización y con el tiempo esterilidad de los suelos irrigados con aguas residuales con contenido de DBS.
- Los surfactantes provocan daño directo a la fauna de agua dulce. El surfactante DBS ocasiona la inhibición del desarrollo de ostras, ciertos crustáceos y peces. La Tabla II.1 muestra algunas especies de peces que son afectadas por DBS y los rangos de concentración en que ocurre esto.

**Tabla II.1.** Concentraciones letales de DBS en diferentes especies de peces

<b>Especie</b>	<b>Concentración DBS (mg/L)</b>
Esmerald Shiner	3,2-3,3
Bluegill	3,5-4,3
Fathead Minnow	3,7-5,0
Common Shiner	4,6-5,2
Black Bullhead	5,0-7,4
Ciprynus Carpio	6,8
Tilapia Melano	20

En general, el pez asimila el oxígeno disuelto por un fenómeno osmótico, el descenso de la tensión superficial en un líquido modifica la velocidad de intercambio a través de las membranas semipermeables. Aún cuando el agua contenga concentraciones poco letales, los peces se ven afectados en su crecimiento directa o indirectamente a causa de la reducción de su alimento natural. En el agua también se encuentran muchas sustancias contaminantes que pueden no ser tóxicas para la fauna de agua dulce dado que no penetran en sus organismos, pero en presencia de surfactantes puede ocurrir que estas sustancias, que normalmente circulaban a través de las branquias sin problemas, se

absorban entrando en contacto con otros tejidos en los que pueden causar lesiones más o menos graves.

Aunque el surfactante aniónico DBS es biodegradable, dependiendo de las condiciones del agua puede tornarse no biodegradable. Esto ocurre en aguas con bajo contenido de oxígeno disuelto o cuando fenol o compuestos fenólicos están presentes. En este caso la degradación bacteriana disminuye y a la larga puede ser completamente inhibida [Rodríguez y Pinzón, 2001].

### **II.1.2.3 Límites permisibles de contaminación**

En el Perú la normativa que regula el contenido de surfactantes en el agua, tanto para uso poblacional como recreacional, así como para riego de vegetales y bebidas de animales, es el Decreto Supremo N° 002-2008 MINAM: “Estándares Nacionales de Calidad Ambiental para Agua” [2]. En la Tabla II.2 se muestran los límites máximos permisibles para surfactantes, establecidos tanto por este Decreto Supremo como por la normativa ambiental de algunos países americanos. Vale señalar que en algunas de estas normas se refieren a los surfactantes como “sustancias activas al azul de metileno”.

### **II.1.2.4 Tratamientos de eliminación de surfactantes de aguas residuales**

#### **A) Procesos de oxidación**

Consiste en el empleo de luz ultravioleta para descomponer estructuralmente un surfactante. Tiene el inconveniente de que no todos los tipos de surfactantes son sensibles a la oxidación, aún en presencia de catalizadores como sulfato de cobre o de manganeso, nitrato de

**Tabla II.2.** Límites máximos permisibles de concentración de surfactantes en el agua

Norma	País	Límite máximo permisible de surfactantes (mg/L)	Tipo de agua
Estándares Nacionales de Calidad Ambiental para Agua [2]	Perú	0,5	Aguas superficiales destinadas a la producción de agua potable Tipo A1 <sup>a</sup>
		0,5	Aguas superficiales destinadas a la producción de agua potable Tipo A2 <sup>b</sup>
		n.a.	Aguas superficiales destinadas a la producción de agua potable Tipo A3 <sup>c</sup>
		0,5	Aguas superficiales destinadas para la recreación Tipo B1 <sup>d</sup>
		Ausencia de espuma persistente	Aguas superficiales destinadas para la recreación Tipo B2 <sup>e</sup>
		1,0	Riego de vegetales de tallo alto y de tallo bajo
		1,0	Bebidas de animales

n.a.: no aplica



**Tabla II.2 (continuación).** Límites máximos permisibles de concentración de surfactantes en el agua

<b>Norma</b>	<b>País</b>	<b>Límite máximo permisible de surfactantes (mg/L)</b>	<b>Tipo de agua</b>
Norma de Calidad Ambiental y de Descarga de Efluentes, Recurso Agua [3]	Ecuador	0,5	Consumo humano y uso doméstico
		0,5	Preservación de flora y fauna
		0,5	Fines recreativos
		2,0	Descarga al alcantarillado
		0,5	Descarga a un cuerpo de agua dulce
		0,5	Descarga al mar
Reglamento de Aguas para Consumo Humano [4]	República Dominicana	0,5	Uso doméstico
Norma Ambiental sobre Calidad de Aguas Subterráneas y Descargas al Subsuelo [5]	República Dominicana	0,15	Aguas subterráneas

**Tabla II.2 (continuación).** Límites máximos permisibles de concentración de surfactantes en el agua

<b>Norma</b>	<b>País</b>	<b>Límite máximo permisible de surfactantes (mg/L)</b>	<b>Tipo de agua</b>
Reglamento de Uso y Vertido de Aguas Residuales [6]	Costa Rica	10,0	Descarga al alcantarillado
		2,0	Descarga en cuerpos de agua
Disposiciones para el Control de la Contaminación proveniente de Aguas Residuales, Domésticas, Industriales y Agropecuarias [7]	Nicaragua	10,0	Descarga al alcantarillado
		3,0	Descarga a cuerpos receptores

<sup>a</sup>Tipo A1: Aguas que pueden ser potabilizadas con desinfección

<sup>b</sup>Tipo A2: Aguas que pueden ser potabilizadas con tratamiento convencional (separación de sólidos sedimentables, suspendidos y material flotante y tratamiento de lodos)

<sup>c</sup>Tipo A3: Aguas que pueden ser potabilizadas con tratamiento avanzado (tratamiento con carbón activado, ósmosis inversa, ultrafiltración, electrodiálisis, intercambio iónico, entre otros).

<sup>d</sup>Tipo B1: Contacto primario (actividades que implican contacto directo con el agua, como natación y buceo)

<sup>e</sup>Tipo B2: Contacto secundario (actividades que implican contacto indirecto con el agua, como en los deportes náuticos y la pesca)

cobalto, sal de Mohr, etc. Surfactantes como laurilsulfatos se alteran rápidamente, mas no los alquilarilsulfonatos como el DBS [UPM, 1981].

### **B) Precipitación por un agente catiónico**

Consiste en el uso de agentes catiónicos como cloruro de n-alquildimetil, n-dialquilmethylbenzilamonio o acetato de vosina-amina para formar complejos con los surfactantes aniónicos y precipitarlos. Sin embargo, es un procedimiento muy costoso y riesgoso dada la toxicidad de los agentes catiónicos empleados [UPM, 1981].

### **C) Eliminación por coagulantes**

Los coagulantes usados son sulfato de aluminio, sulfato férrico, silicato de sodio activado, entre otros. Los mejores resultados se obtienen a valores de pH altos, sin embargo, las eficiencias de eliminación de surfactantes son muy bajas [UPM, 1981].

### **D) Eliminación por intercambiadores iónicos**

Algunas resinas intercambiadoras de aniones como poliestireno tipo 2 del grupo dimetilalquilamonio activo o Duolita A 102 funcionan en la retención de surfactantes aunque el proceso es muy lento y requiere temperaturas elevadas [UPM, 1981].

### **E) Adsorción**

La adsorción consiste en la retención de la sustancia contaminante en la superficie de un material sólido adsorbente. Las principales

ventajas del método es que es más fácil de implementar, tiene un bajo costo y el contaminante puede ser retenido en un medio sólido en un gran porcentaje, en lugar de ser degradado.

La remoción de surfactantes por adsorción ha sido ampliamente estudiada con buenos resultados. Chunga [Chunga, 1984] utilizó carbón activado para adsorber un surfactante iónico en sistema continuo de agua para piscicultura obteniendo eficiencias de remoción de 88-96 %. Rodríguez y Pinzón [Rodríguez y Pinzón, 2001] realizaron pruebas de adsorción con una arcilla organofílica de un surfactante aniónico en sistema batch utilizando 1 g de arcilla por litro de solución de surfactante en concentraciones de 0 a 415 mg/L obteniendo retenciones de hasta 200 mg de surfactante/g de arcilla. Espantaleón *et al.* [Espantaleón *et al.*, 2003] estudiaron la adsorción de un surfactante no iónico sobre arcillas termoactivadas con ácido sulfúrico logrando altos porcentajes de retención (entre 86,9 y 93,6 %). Pereira *et al.*, [Pereira *et al.*, 2006] emplearon una matriz de óxido de niobio para adsorber un surfactante catiónico, trabajando en sistema batch consiguieron adsorber 9,56 mg de surfactante/g adsorbente en medio ácido.

## **II.2 Material de partida: la bentonita**

### **II.2.1 Bentonita**

Bentonita es el nombre comercial del filosilicato de la familia de las esmectitas compuesto principalmente por montmorillonita (no menos de 85%). Contiene también beidellita, illita, caolinita, cristobalita y a veces otros minerales considerados como impurezas como mica, feldespato, cuarzo, guiponita, magnetita, limonita, hematita, leucoxene, apatito, sericilia, calcedonia, piritita, tremolita, etc. El término “bentonita” fue

propuesto por Knight en 1898 para nombrar a un material arcilloso procedente de Benton Shale (Wyoming USA) [Grim y Güven, 1978].

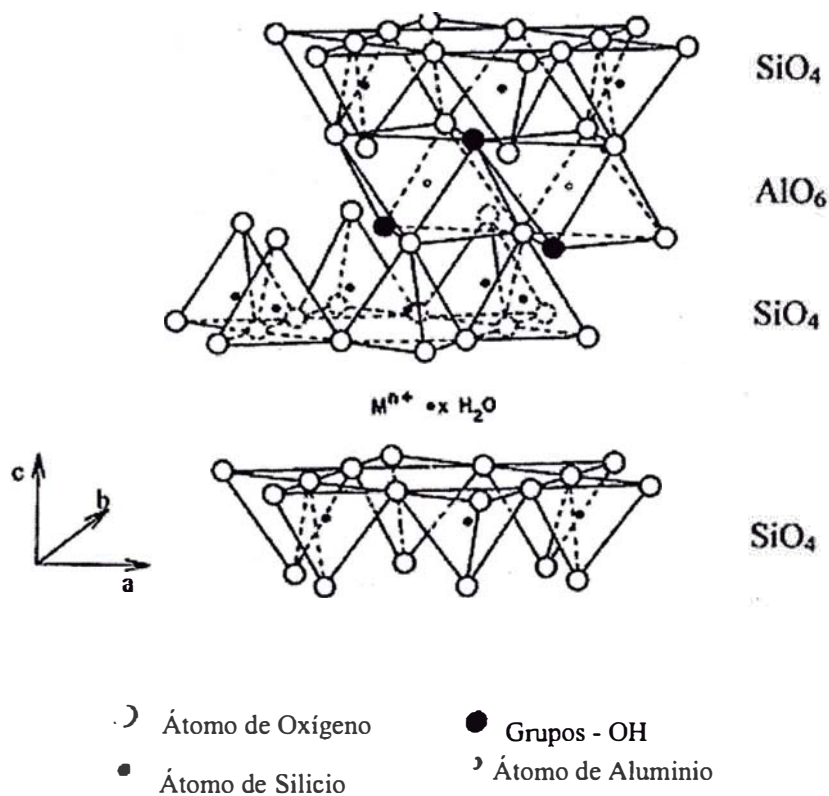
### **II.2.2 Estructura y composición química de la montmorillonita**

La montmorillonita está compuesta por láminas del tipo 2:1, es decir, está conformada por dos capas de tetraedros silíceos con una capa central de octaedros de aluminio (Figura II.2). Estas láminas son continuas en las direcciones axiales “a” y “b” y están dispuestas una sobre otra en la dirección “c” (Anexo 1).

Tomando este ordenamiento de las tres capas constituidas por tetraedros-octaedros-tetraedros (T-O-T) como unidad repetitiva se ve que los planos de las capas tetraédricas que contienen átomos de oxígeno en cada unidad son adyacentes a los planos similares en la unidad vecina, como consecuencia de esto, la unión entre dichos planos es muy débil y se genera una cavidad entre ellos. Una de las características más importantes de la montmorillonita es que agua u otras moléculas polares pueden entrar a esta cavidad formada entre unidades T-O-T (llamado espacio interlaminar), ocasionando que la estructura se expanda en la dirección “c”. Es por ello que la dimensión de la montmorillonita en el eje “c” no es fija sino que varía desde alrededor de 9,6 Å cuando no hay moléculas polares en el espacio interlaminar hasta una separación sustancial en algunos casos (delaminación). La abertura del espacio interlaminar depende de la naturaleza del catión de intercambio a una determinada presión de vapor. Bajo condiciones ordinarias una montmorillonita con Na<sup>+</sup> como catión de intercambio frecuentemente tiene una abertura de espacio interlaminar de alrededor de 12,5 Å; con el catión Ca<sup>2+</sup> dicho espacio mide de 14,5 a 15,5 Å. Esta expansión es reversible, sin embargo, cuando la estructura colapsa completamente por la remoción de todas las

moléculas que hay en el espacio interlaminar la reexpansión procede difícilmente [Grim, 1986].

Existen sustituciones isomórficas de  $Mg^{2+}$  o  $Fe^{2+}$  (o incluso  $Ni^{2+}$ ,  $Li^{1+}$ ,  $Zn^{2+}$  o  $Cu^{2+}$ ) por  $Al^{3+}$  en las capas octaédricas y  $Al^{3+}$  por  $Si^{4+}$  en las capas tetraédricas, por lo cual la composición de la montmorillonita difiere siempre de la fórmula teórica y la red adquiere un exceso de carga negativa (desbalance de carga), en la estructura la cual necesita atraer a otros cationes para compensarse.

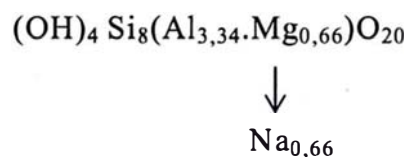


**Figura II.2.** Diagrama estructural de la montmorillonita

Estas sustituciones así como las compensaciones internas originan una deficiencia de carga de 0,66 por celda unitaria (sobre la base de 20 oxígenos en la red unitaria). Esta carga es compensada por los cationes de

cambio ( $Mn^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ ) que se ubican en la región interlamina y parte en los bordes de las láminas. La existencia de estas sustituciones isomórficas le dan a este tipo de arcilla la particularidad de que se produzcan intercambios iónicos en el interior de la estructura permitiendo que moléculas de agua también se incorporen a la estructura (propiedad de hidratación o hinchamiento) y que se puedan introducir hidroxilaciones de metales (proceso de pilaramiento).

La composición química real de la montmorillonita es variable, pero se le asigna la siguiente fórmula teórica [Grim, 1986]:



### II.2.3 Génesis

La montmorillonita se forma por alteración de las rocas eruptivas básicas, cenizas o tobas volcánicas. También se origina por alteración hidrotermal de plagioclasas, a veces mezclada con otros minerales como caolinita e illita. Asimismo, se origina a partir de la meteorización de rocas eruptivas (diabasas, basaltos, gabsos, peridotitas, etc.) y rocas intrusivas (granitos, granodioritas y dioritas).

Usualmente se da el nombre de bentonita a la montmorillonita derivada de la alteración de cenizas volcánicas.

La ceniza volcánica precursora de la bentonita precipita en aguas lacustres u oceánicas de temperaturas alternadas y en medio alcalino. La etapa que precede es la devitrificación de la ceniza seguida de la hidratación y cristalización de la bentonita. Durante esta alteración se produce la pérdida de álcalis y migración de la sílice.

Las variaciones en la composición química y mineralógica de las bentonitas procedentes de distintos yacimientos se deben a diferencias en la composición del material volcánico original.

#### **II.2.4 Ocurrencia**

Los depósitos de bentonitas se hallan en forma de capas gruesas intercaladas con lutitas y areniscas lacustres o marinas.

Las bentonitas originadas por alteración de tobas volcánicas se encuentran distribuidas en yacimientos de edad cretácea tales como los de Wyoming y Montana, en la región de Black Hills y los de Cheto en las proximidades de Chamberts (USA); y en yacimientos miocenos como los de Hokkaido, Honsu y los de Higashikambara en Japón [Dunin-Borkowski, 1996].

La montmorillonita de origen hidrotermal se presenta en forma de masas irregulares sin estratificación. Yacimientos de este tipo son los de Nevada y California (USA), Isla de Ponza (Italia), Oran (Argelia), Almería (España) y Tsuruoka-shi, Yamagata y Kitambara (Japón). En el Perú, los depósitos de bentonita se encuentran distribuidos a lo largo de la costa y la franja interandina y se formaron por devitrificación de tobas volcánicas eocénicas. Los depósitos más grandes se ubican en el departamento de Tumbes, norte de Piura e Ica y están constituidos por bentonita que contiene montmorillonita (45-47%) y cristobalita (10-30%) con cantidades menores de otros minerales. Existen yacimientos menores en los departamentos de Cajamarca, Ancash, Junín, Ayacucho, Puno y Lima [Dunin-Borkowski, 1996].

#### **II.2.5 Clasificación industrial de las bentonitas**

Existen dos tipos de bentonitas industriales:



### **A) Bentonita Sódica**

Se caracteriza por tener al ion sodio ( $\text{Na}^+$ ) como principal catión de intercambio. Su característica principal es su excepcional afinidad por el agua, lo cual se denota por la alta capacidad de hinchamiento de su estructura, pudiendo aumentar entre 15 hasta 25 veces su volumen y desde 30 hasta 50 veces su peso, formando una masa plástica, gelatinosa y deslizante que le da la apariencia de un jabón blando. Este tipo de bentonitas presenta comportamiento tixotrópico en suspensiones acuosas de baja concentración de arcilla [Fayad, 1998].

### **B) Bentonita Cálcica**

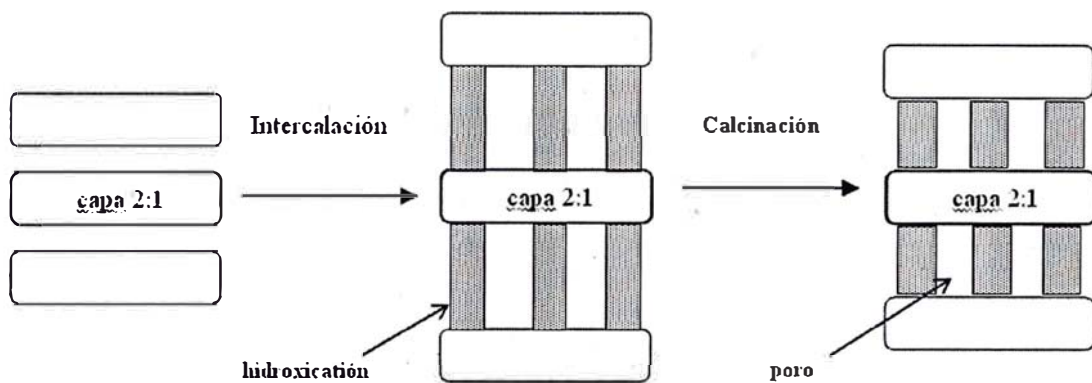
En este tipo de arcilla el principal catión de intercambio es el calcio ( $\text{Ca}^{++}$ ). Su capacidad de hinchamiento es baja, así como su tixotropía, floculando o precipitando en agua [Valenzuela y De Souza, 2001].

## **II.3 Métodos de modificación de la bentonita**

### **II.3.1 Pilaramiento**

Las arcillas pilaradas denominadas PILCs, siglas en inglés de Pillared Interlayered Clays, representan una clase de sólidos microporosos cuya preparación implica la introducción de grandes moléculas (oligómeros o hidroxidaciones) que son intercaladas en la región interlaminar de la estructura de las arcillas, principalmente de la familia de las esmectitas como la bentonita (Figura II.3). Muchas de las especies intercaladas son hidroxidaciones metálicas, tales metales pueden ser Al, Zr, Fe, Cr, Ti, etc., los cuales son convertidos, previa calcinación en el correspondiente

cluster del óxido metálico, el cual actúa como pilar separando las láminas de la arcilla. Esta nueva estructura así formada es lo suficientemente rígida no sólo para evitar el colapso de la estructura interlaminar sino también para generar, dependiendo del hidroxilación metálico introducido, microporos mayores que los de las zeolitas convencionales con poros desde 4 a 9 Å dependiendo del tipo de pilar, lo que les hace capaces de adsorber moléculas grandes [Chae, 2001].



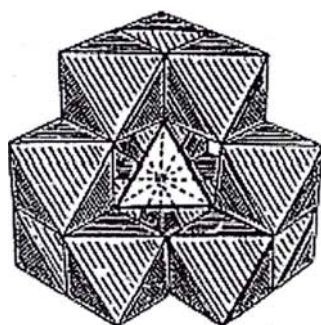
**Figura II.3.** Proceso de pilaramiento

El pilar influye en el espacio interlaminar, mientras que la frecuencia de pilares lo hace en la anchura del poro. Los parámetros más importantes que afectan a la formación y a las propiedades de los cationes polinucleares son: la concentración del ion metálico, la basicidad o el grado de hidrólisis, la temperatura de preparación, el tiempo y la temperatura de envejecimiento, el tipo de contraíón utilizado y el método de preparación.

Las más importantes propiedades de las PILCs son su acidez, relativa estabilidad térmica y microporosidad, aunque estas dependen de la naturaleza del material arcilloso y de la especie pilarante que se le incorpore a la estructura [Chae, 2001].

Para este trabajo de investigación se prepararon arcillas pilaradas con hidroxilaciones de aluminio y de circonio.

El hidroxilación de aluminio, conocido también como ión Keggin, tiene por fórmula  $[Al_{13}O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}]^{7+}$ . Esta estructura se muestra en la Figura II.4. Consta de doce octaedros de  $AlO_6$  unidos por los bordes. El tetraedro de átomos de oxígeno ubicado en el centro de la estructura contiene un átomo de aluminio con número de coordinación 4 [Baes y Mesmer, 1986; Sánchez y Montes, 1998].



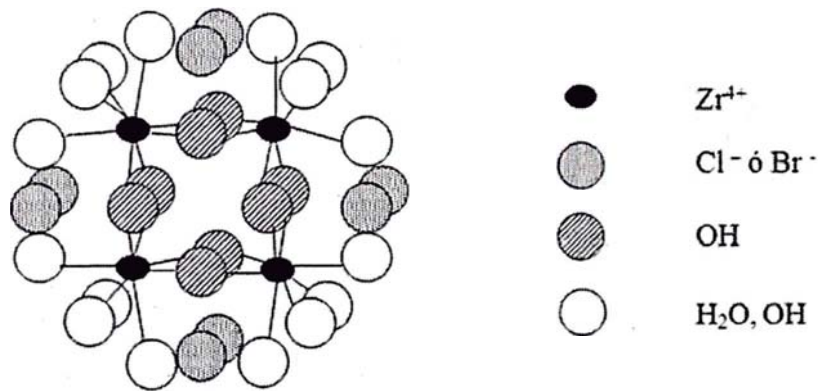
**Figura II.4.** Ion Keggin

El hidroxilación de circonio cuya fórmula es  $[Zr_4(OH)_{14}(H_2O)_{10}]^{2+}$  se compone de cuatro unidades de circonio ubicadas en las esquinas de un cuadrado y unidas de esquina a esquina por un par de grupos OH, localizados uno encima y otro debajo del plano de los iones circonio. Además cada ion circonio está unido con cuatro grupos hidroxilo y/o agua [Sun et al., 1998]. Esta estructura se muestra en la Figura II.5.

### **II.3.2 Activación Termoácida**

La activación termoácida es un tratamiento químico aplicado a la arcilla con la finalidad de mejorar su capacidad de adsorción. Este tratamiento ocasiona la disolución de impurezas y el reemplazo de los cationes intercambiables  $Na^+$  y  $Ca^{2+}$  ubicados en los espacios interlaminares del

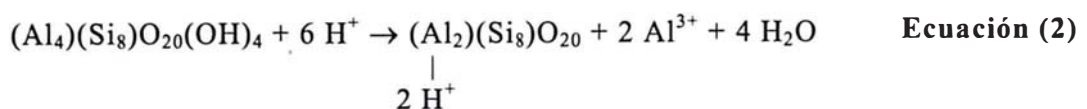
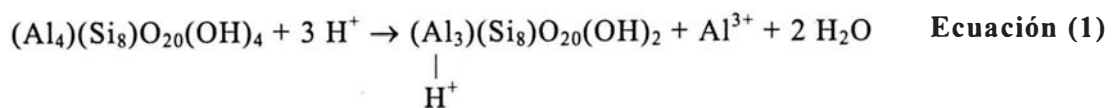
mineral por iones hidronio. Durante la termoactivación ácida de la montmorillonita los componentes básicos de su estructura son atacados por los bordes de la lámina avanzando hacia el interior a medida que transcurre este tratamiento y liberando hacia la solución parte del aluminio y posiblemente también magnesio y hierro procedentes de las posiciones octaédricas de la estructura dando lugar a una arcilla más porosa y electroquímicamente más activa [Del Castillo et al., 1997; Villacorta, 2000 y Valenzuela y De Souza, 2001].



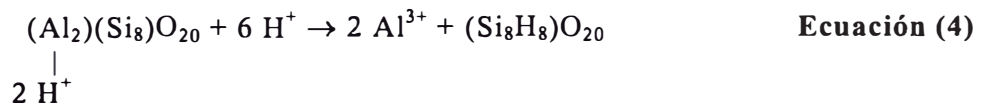
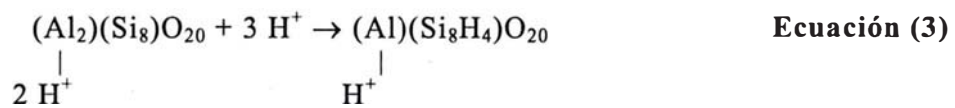
**Figura II.5.** Estructura del hidroxidato de circonio

### Mecanismo de la activación termoácida

Los cambios producidos en la montmorillonita debido a este tratamiento pueden expresarse del siguiente modo:



En esta etapa la mitad de los iones aluminio han sido eliminados de la estructura junto con los grupos hidroxilo. Los iones aluminio remanentes modifican su número de coordinación, y el cambio de coordinación octaédrica a tetraédrica origina en los bordes del cristal, cargas negativas las cuales son balanceadas con los iones  $H^+$  proporcionados por los agentes activantes.



Durante la activación ácida de las montmorillonitas pocas veces se alcanza este estado, generalmente subsisten algunos cationes de la capa octaédrica los cuales sostienen débilmente las láminas de sílice. Esto dependerá de la concentración de ácido, la temperatura y el tiempo de tratamiento aplicado [Villacorta, 2000].

### II.3.3 Intercambio catiónico con una sal de amonio cuaternario

Debido a las sustituciones isomórficas en la estructura de la arcilla natural, ésta tiene una carga negativa neta en su superficie la cual es balanceada por cationes de metales alcalinos o alcalinotérreos, usualmente  $Na^+$  y  $Ca^{2+}$ . La fuerte hidratación de estos cationes inorgánicos crea un medio hidrofílico tanto en la superficie como en la región interlaminar del mineral.

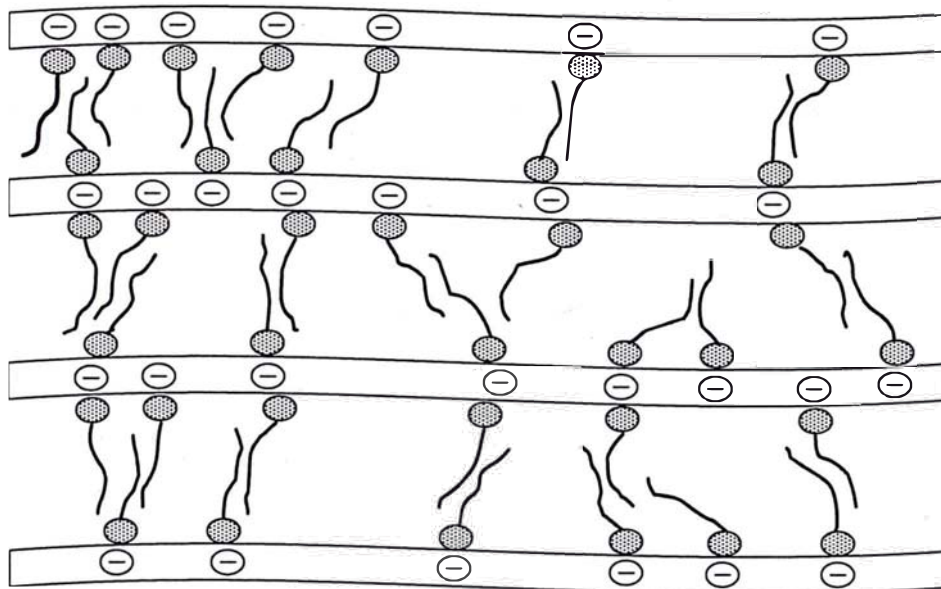
El intercambio catiónico con una sal de amonio, consiste en la sustitución del  $Na^+$  y  $Ca^{2+}$  por cationes de amonio cuaternario de la forma  $[(CH_3)_3 NR]^+$  o  $[(CH_3)_2 NRR']^+$  donde R es una cadena larga alifática, en los sitios de intercambio de la arcilla natural. La introducción de estos

cationes orgánicos altera drásticamente la superficie de la arcilla, ocasionando que pase de ser hidrofílica a hidrofóbica resultando una organoarcilla o también llamada arcilla organofílica [Rodríguez y Pinzón, 2001; Lee y Kim, 2002; Akçay y Akçay, 2004; Wang et al., 2004; Ramos et al., 2004; Ghiaci et al., 2004; Lee et al., 2005]. El intercambio iónico con estos cationes orgánicos es favorecido principalmente por interacciones electrostáticas e hidrofóbicas, las cuales incluyen tanto la atracción electrostática entre el grupo amino y la superficie de la arcilla y la mutua interacción entre las cadenas hidrocarbonadas de las moléculas de sal de amonio cuaternario.

El mecanismo del intercambio de los cationes metálicos por los cationes de amonio cuaternario, presenta una primera etapa en la que los cationes en mención son fisisorbidos como iones individuales en los sitios cargados negativamente en la superficie de la arcilla. En esta primera etapa el intercambio se da con protones principalmente. Este intercambio depende de las propiedades de la interfase sólido – líquido y del tipo de catión de amonio. Una vez que la superficie ha sido compensada, las fuerzas electrostáticas pasan a un segundo plano y la adsorción solo se incrementará si la poca afinidad de la parte hidrofóbica de las moléculas de sal de amonio por el agua puede promover la asociación de estas moléculas. Cuando la concentración de equilibrio de la sal de amonio equivale a la capacidad de cambio catiónico de la arcilla, entonces se habrá formado una monocapa donde la cadena alquílica del adsorbato se orienta hacia la solución [Tahani et al., 1999]. Si se eleva gradualmente la concentración de la solución de la sal de amonio para el intercambio por encima de la capacidad de cambio catiónico de la arcilla el espacio interlamina seguirá incrementándose debido a que más moléculas de sal de amonio se alojarán en él. Así mismo, habrá un mayor grado de dispersión de las partículas de arcilla, lo cual ocurre por la repulsión de las cargas positivas que ahora se encuentran en su superficie. Una

excesiva expansión del espacio interlaminar por alojamiento de las moléculas en mención puede ocasionar la delaminación de la estructura [Lee y Kim, 2002].

La Figura II.6 muestra el modelo propuesto por Lee y Kim (2002) [Lee y Kim, 2002] para el arreglo de los cationes de hexadeciltrimetil amonio (HDTMA) en el espacio interlaminar de una montmorillonita, donde el grupo amino cargado positivamente está representado por el círculo sombreado.



**Figura II.6.** Ordenamiento de los cationes de HDTMA en la estructura de una montmorillonita

La magnitud y mecanismo de adsorción sobre una arcilla organofílica puede establecerse como una función de la estructura molecular del catión orgánico de intercambio, la extensión del intercambio catiónico, la estructura molecular del soluto y la capacidad de intercambio catiónico de la arcilla [Ghiaci et al., 2004].

Las arcillas organofílicas han sido utilizadas en la manufactura de lubricantes, papel, cosméticos, medicinas y pinturas. Sin embargo, es creciente el interés en su uso para la retención de contaminantes orgánicos en el agua. Estudios efectuados en la década de los 90's mostraron que arcillas del tipo vermiculita, illita y esmectita intercambiadas con bromuro de hexadeciltrimetil amonio resultaban muy efectivas en la remoción de compuestos aromáticos del agua, tales como benceno, fenol y tolueno [Koh y Dixon, 2001].



### **III. METODOLOGIA**

### **III. METODOLOGÍA**

#### **III.1 Caracterización Físicoquímica**

##### **III.1.1 Difracción de Rayos X**

Los difractogramas fueron obtenidos en un difractómetro Rigaku modelo Miniflex usándose radiación  $\text{CuK}\alpha$ , filtro de Ni, longitud de onda de 1,5406 Å, 30 kV, 15 mA, paso angular  $0,02^\circ$ , tiempo de conteo de 2 s/paso y velocidad de barrido de  $1^\circ/\text{min}$ .

Las muestras se prepararon por el método del polvo cristalino, esto es, las partículas se encuentran dispuestas al azar sin orientación preferente. Se utilizaron aproximadamente 500 mg de muestra en cada ensayo.

Para la identificación de la composición mineralógica se utilizó la base de datos del JCPDS (Joint Comitee Powder Diffraction Standard- PCPDF WIN versión 2,2 – junio 2002).

##### **III.1.2 Espectroscopía Infrarroja**

Las bandas de los grupos superficiales en los espectros infrarrojos de las muestras se obtuvieron en un espectrómetro infrarrojo de transformada

de Fourier marca Perkin Elmer serie 1600 para un rango espectral de 4 400 a 450  $\text{cm}^{-1}$  con una resolución de 2-16  $\text{cm}^{-1}$ . El detector es de tipo DGTS con ventana de KBr y una velocidad móvil del interferómetro de 0,32  $\text{cm/s}$ .

Las muestras se prepararon formando pastillas conformadas por 1 mg de arcilla y 500 mg de KBr con una presión de 1,3  $\text{kg/cm}^2$ .

### III.1.3 Adsorción - Desorción de $\text{N}_2$

Para obtener las isotermas de adsorción-desorción de  $\text{N}_2$  se utilizó un equipo volumétrico de vidrio trabajando a alto vacío ( $10^{-8}$  a  $10^{-9}$  Torr). Las muestras entre 0,1024 y 0,2056 g fueron previamente secadas a  $100^\circ\text{C}$  por 2 horas y luego desgasificadas a  $300^\circ\text{C}$  por 1 hora a  $10^{-6}$  Torr de presión.

Durante la toma de datos se incrementó paulatinamente la presión a la temperatura de 77,4 K. Estos datos fueron correlacionados con la ecuación BET en su forma lineal (Ecuación (5)) tomando como referencia la superficie transversal de la molécula de nitrógeno ( $16,2 \text{ \AA}^2$ ).

$$\frac{1}{V(P_0/P-1)} = \frac{1}{V_m c} + \frac{c-1}{V_m c} \cdot \frac{P}{P_0} \quad \text{Ecuación (5)}$$

Donde:

$P_0$ : presión de saturación a la temperatura de la prueba

$P/P_0$ : presión relativa del nitrógeno

$V$ : volumen de nitrógeno adsorbido a una determinada presión relativa

$P/P_0$

$c$ : constante relacionada con el calor de adsorción de la monocapa

El valor de  $V_m$  para cada muestra se determina a partir de la pendiente  $(c-1)/V_{mc}$ , y el intercepto  $1/V_{mc}$ , que resulta del ploteo de  $1/V(P_0/P-1)$  versus  $P/P_0$  en el rango de  $0,05 < P / P_0 < 0,35$ ; del cual resulta la gráfica de una línea recta. El área BET se calcula multiplicando el número de moléculas contenidas en  $V_m$  por la superficie transversal de la molécula de nitrógeno (Anexo 2) [Altin et al., 1999].

#### **III.1.4 Microscopía Electrónica**

Las micrografías de las muestras de arcilla, natural y modificadas, fueron obtenidas con un microscopio electrónico de barrido (SEM-EDX) modelo RJ LEE SV 20. Las muestras fueron preparadas con 0,5 g de arcilla en 10 ml de agua destilada, se mantuvo en agitación constante por 16 horas y luego se formó una película de muestra sobre una cinta de grafito adherida a una placa de vidrio. Con este procedimiento, sólo la muestra natural formó una película fina que requirió una sola metalización con oro para ser conductora, para las demás muestras fueron necesarias hasta tres metalizaciones para lograr que fueran conductoras.

#### **III.1.5 Análisis Termogravimétrico**

Los análisis termogravimétricos se realizaron en un equipo modelo TG-951 acoplado a un analizador térmico TA-2000, ambos de TA Instruments y equipado con un registrador HP 7440A.

Se trabajó en atmósfera de aire para un rango de temperaturas de 25 a 900 °C, rampa de calentamiento de 2 °C/min y flujo de alimentación de aire de 50 cm<sup>3</sup>/min.

### III.2 Modificación de la arcilla bentonita

#### III.2.1 Reactivos químicos utilizados

Los reactivos químicos empleados en los tratamientos de modificación de la arcilla y en los ensayos de adsorción se mencionan en la Tabla III.1.

**Tabla III.1.** Reactivos químicos utilizados en los tratamientos de modificación de la arcilla y en los ensayos de adsorción

Reactivo	Fórmula	Marca	Grado de pureza
Hidróxido de sodio	NaOH	Merck	≥ 98,0 %
Cloruro de aluminio hexahidratado	AlCl <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O	Merck	≥ 97,0 %
Cloruro de circonio	ZrCl <sub>4</sub>	Merck	≥ 98 %
Acetona	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	Merck	≥ 99,00 %
Ácido clorhídrico	HCl	Merck	37,0–38,0 %
Sulfato ácido de tetrabutilamonio	C <sub>16</sub> H <sub>37</sub> NO <sub>4</sub> S	Merck	≥ 98 %
Cloruro de tetrabutilamonio	C <sub>16</sub> H <sub>36</sub> ClN	Merck	≥ 98 %
Bromuro de hexadeciltrimetilamonio	C <sub>19</sub> H <sub>42</sub> BrN	Merck	≥ 97 %
Dodecibenceno sulfonato de sodio	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>11</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> SO <sub>3</sub> Na	Cimatec	96,77 %
Hyamine® 1622	C <sub>27</sub> H <sub>42</sub> ClNO <sub>2</sub>	Aldrich	≥ 99,0 %

### III.2.2 Tratamientos de modificación de la arcilla bentonita

Para este trabajo se utilizó como material de partida una arcilla peruana natural del tipo montmorillonita, comercialmente conocida como bentonita, de textura fina, suave al tacto y color blanco parduzco que fue denominada AN. Esta arcilla fue suministrada por la empresa “Agregados Calcáreos S.A”.

#### III.2.2.1 Purificación

La arcilla natural AN fue sometida a un proceso de purificación por sedimentación controlada para separar la fracción montmorillonítica de otras sustancias consideradas como impurezas, usualmente feldespatos, cuarzo y mica.

El proceso de purificación de la bentonita natural se realizó mediante sedimentación controlada, que consiste en la extracción de la fracción  $\leq 2\mu\text{m}$ , denominada “fracción montmorillonítica”, ya que las partículas arcillosas constituyen la fracción más pequeña y menos densa de estos materiales. Para ello se aprovecha la diferente velocidad de sedimentación de los distintos materiales constituyentes de la arcilla, en función de su tamaño y de su densidad. Al ser dispersados en el seno de un líquido, las partículas de mayor tamaño y mayor densidad caen al fondo en un tiempo mucho mayor que las partículas pequeñas y ligeras. Matemáticamente, este fenómeno viene dado por la Ley de Stokes (Ecuación (6)):

$$v = \frac{2}{9\eta} r^2 g(\rho_p - \rho_L) \quad \text{Ecuación (6)}$$

Donde:

v: velocidad de sedimentación de una partícula en el seno de un líquido

$\eta$ : viscosidad de la suspensión (depende de la cantidad de material arcilloso presente en la suspensión, pero puede asimilarse a la viscosidad del líquido empleado, generalmente agua)

r: radio de la partícula

g: aceleración de la gravedad

$\rho_P$ : densidad de la partícula

$\rho_L$ : densidad del líquido

Para la aplicación numérica de esta ecuación se consideró: densidad de los materiales arcillosos suspendidos en agua  $\cong 2,16 \text{ g/cm}^3$ , gravedad =  $9,8 \text{ m/s}^2$  y viscosidad del agua a  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  =  $0,01 \text{ poise}$ , el resultado obtenido indicó, para una partícula de  $2 \text{ }\mu\text{m}$  de diámetro, una velocidad de sedimentación de  $0,94 \text{ cm/hora}$  [Sun, 1994].

### **Procedimiento**

En probetas de 2 L se colocaron 20 g de arcilla, después de agitar por 2 horas se dejó decantar durante 16 horas aplicando la Ley de Stokes, extrayéndose los primeros 16 cm de la suspensión. Luego se volvió a completar los 2 L con agua y se repitió el proceso hasta que la fracción extraída estuviese clara. Las suspensiones extraídas fueron concentradas en un rotavapor y secadas en estufa por 16 horas a  $60 \text{ }^\circ\text{C}$  para eliminar los carbonatos. Luego fue molida y tamizada a un tamaño de partícula de  $250 \text{ }\mu\text{m}$ .

### **III.2.2.2 Pilaramiento**

#### **A) Pilaramiento con hidroxidaciones de aluminio**

La solución pilarante de aluminio se preparó añadiendo lentamente una solución de NaOH 0,5M a una solución de  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0,2M hasta lograr una relación OH/Al de 1,8 molar manteniendo la agitación durante 12 horas. Luego, esta solución pilarante se sometió a reflujo durante 4 horas a  $90^\circ\text{C}$  y se dejó reposar por 1 día.

Se preparó una suspensión al 2% de arcilla natural purificada la cual se mantuvo en agitación durante 24 horas antes de ser tratada.

La solución pilarante fue añadida lentamente a la suspensión de arcilla. Esta mezcla fue mantenida en agitación por 24 horas a temperatura ambiente. La relación Al/arcilla usada fue de 20 meq Al/g arcilla. Posteriormente la arcilla intercalada fue lavada con agua desionizada hasta que la conductividad del agua de lavado alcanzara los  $20 \mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$ , medido con un conductímetro Hanna HI 8733, secada en estufa a  $60^\circ\text{C}$  y molida. Finalmente el sólido remanente fue calcinado a  $350^\circ\text{C}$  por 4 horas.

#### **B) Pilaramiento con hidroxidaciones de circonio**

La solución pilarante de circonio consistió en una solución acuosa 0,1M de  $\text{ZrCl}_4$  preparada como mínimo un día antes de ser usada.

La arcilla a ser pilarada fue suspendida en una mezcla de agua y acetona en relación 1:1 en volumen, con una concentración de 1,5%, una semana antes de ser sometida a este tratamiento. Al cabo de ese tiempo la solución pilarante fue añadida lentamente a la suspensión de arcilla con agitación vigorosa hasta obtener una relación Zr/arcilla de 10 meq/g manteniendo el pH en 1,9 durante este proceso. Sin dejar de



agitar se calentó la mezcla a 40 °C por 2 horas, luego fue enfriada y mantenida a temperatura ambiente por 15 horas. Seguidamente la arcilla pilarada fue lavada hasta que el agua de lavado alcanzara una conductividad de 20  $\mu\text{S}/\text{cm}^{-1}$  aproximadamente, medido con un conductímetro Hanna HI 8733, secada en estufa a 60 °C, molida y calcinada a 350 °C por 4 horas [Hermoza, 2007].

Las arcillas pilaradas fueron nombradas como PA (arcilla pilarada con aluminio) y PC (arcilla pilarada con circonio).

### **III.2.2.3 Activación Termoácida**

La arcilla natural a ser tratada fue puesta en contacto con una solución de HCl 2N aplicando una relación de 10 ml de ácido/g de arcilla dentro de un reactor de reflujo, manteniendo el sistema en agitación y a la temperatura constante de 90 °C durante 1 hora. Posteriormente, la arcilla fue lavada hasta la eliminación de cloruros, secada en estufa a 60 °C por 24 horas y molida hasta un tamaño de partícula de 250  $\mu\text{m}$  [Sun et al., 2005]. La arcilla termoactivada se denominó AA.

### **III.2.2.4 Intercambio catiónico con una sal de amonio cuaternario**

La sal de amonio a usarse en este tratamiento se seleccionó en base a los resultados obtenidos de la adsorción del surfactante dodecibenceno sulfonato de sodio (DBS) con tres tipos de arcilla organofílica preparadas a partir de una arcilla natural de composición química similar a la arcilla denominada AN usada en este trabajo. Estas arcillas organofílicas tenían la siguiente denominación: STA-01 (intercambiada con sulfato ácido de tetrabutilamonio), CTA-01 (intercambiada con cloruro de tetrabutilamonio) y HTA-01

(intercambiada con bromuro de hexadeciltrimetilamonio). Los resultados de la adsorción de DBS en batch después de un tiempo de contacto de dos horas a partir de una solución de concentración inicial 500 mg/L y con una relación arcilla/solución de 1,0 g/L, se muestran en la Tabla III.2.

**Tabla III.2.** Porcentajes de adsorción de DBS en arcillas organofílicas.

Arcilla	% adsorción
STA-01	2,8
CTA-01	0
HTA-01	44,4

A partir de estos resultados se optó por realizar el tratamiento de intercambio catiónico de la arcilla AN con bromuro de hexadeciltrimetilamonio.

Para la preparación de la arcilla organofílica se añadió bromuro de hexadeciltrimetilamonio (HDTMA) a una suspensión al 1% de arcilla natural (AN) en una cantidad equivalente al 100% de su CIC, es decir 52,5 meq/100 g, manteniendo la agitación durante 12 horas a 25°C. Luego la arcilla fue lavada con agua desionizada hasta la eliminación de bromuros, secada en estufa a 60°C por 24 horas y molida hasta un tamaño de partícula de 250  $\mu\text{m}$  [Lazo, 2010]. La arcilla organofílica resultante se denominó AO.

### III.3 Cinética e isotermas de adsorción en sistema batch

#### III.3.1 Cinética de adsorción

El estudio de la cinética de adsorción en sistema batch se realizó partiendo de una solución del surfactante aniónico dodecibenceno sulfonato de sodio (DBS) de concentración 500 mg/L. La relación arcilla/solución fue de 1,0 g/L, la temperatura se mantuvo en 25°C y el pH a 2,5 [Rodríguez y Pinzón, 2001]. Se extrajeron muestras en el intervalo de 0 a 2 horas las cuales se mantuvieron en reposo durante 24 horas para separar la arcilla de la solución por sedimentación. La concentración de DBS remanente en estas muestras fue determinada por titulación potenciométrica de acuerdo a la norma ASTM D 4251-89 (Anexo 3) [ASTM, 1989].

### **III.3.2 Isotermas de adsorción**

Las isotermas de adsorción se determinaron para un rango de concentraciones de DBS de 0 a 400 mg/L. La relación arcilla/solución fue 1,0 g/L, la temperatura se mantuvo en 25°C y el pH en 2,5. El tiempo de contacto (basado en la cinética de adsorción) fue de 2 horas. Las muestras extraídas al cabo de este tiempo fueron dejadas en reposo por 24 horas. La concentración de DBS fue determinada por titulación potenciométrica de acuerdo a la norma ASTM D 4251-89 (Anexo 3) [ASTM, 1989].

#### **IV. RESULTADOS Y DISCUSION**

## **IV. RESULTADOS Y DISCUSION**

### **IV.1 Caracterización**

#### **IV.1.1 Determinación de la Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) de la arcilla**

Para la determinación de la Capacidad de Intercambio Catiónico (CIC) de la arcilla natural AN se usó el método del Índice del Azul de Metileno de acuerdo con la norma ASTM C837-99 (Anexo 3) [ASTM, 1999], resultando un valor de 52,5 meq/100 g arcilla.

#### **IV.1.2 Determinación del pH**

Para la determinación del pH de la arcilla natural se suspendieron 2 g de muestra en 100 ml de agua destilada y se midió el pH con un pHmetro Hanna modelo HI98103. El valor obtenido fue de 8,7 a una temperatura de 25°C. Este carácter básico es característico en las arcillas montmorillonitas.

#### **IV.1.3 Determinación de la humedad relativa**

El porcentaje de humedad relativa de la arcilla natural fue determinado mediante la fórmula:

$$\%H = \frac{(P_2 - P_3) * 100}{(P_2 - P_1)} \quad \text{Ecuación (7)}$$

Donde:

P<sub>1</sub>: peso del crisol vacío

P<sub>2</sub>: peso del crisol + muestra

P<sub>3</sub>: (peso del crisol + muestra) después del ensayo

El ensayo consistió en calentar la muestra en estufa a 105°C por 2 horas. Los resultados se muestran en la Tabla IV.1.

**Tabla IV.1.** Porcentaje de humedad relativa de la arcilla natural

Arcilla	Ensayo 1 (%)	Ensayo 2 (%)	Promedio (%)
AN	13,00	13,58	13,29

La humedad relativa es un indicativo de la cantidad de agua fisisorbida en la arcilla.

#### IV.1.4 Análisis Elemental

Los resultados del análisis por Fluorescencia de Rayos X (FRX) del material de partida, es decir la arcilla natural AN se muestra en la Tabla IV.2.

#### IV.1.5 Análisis Estructural

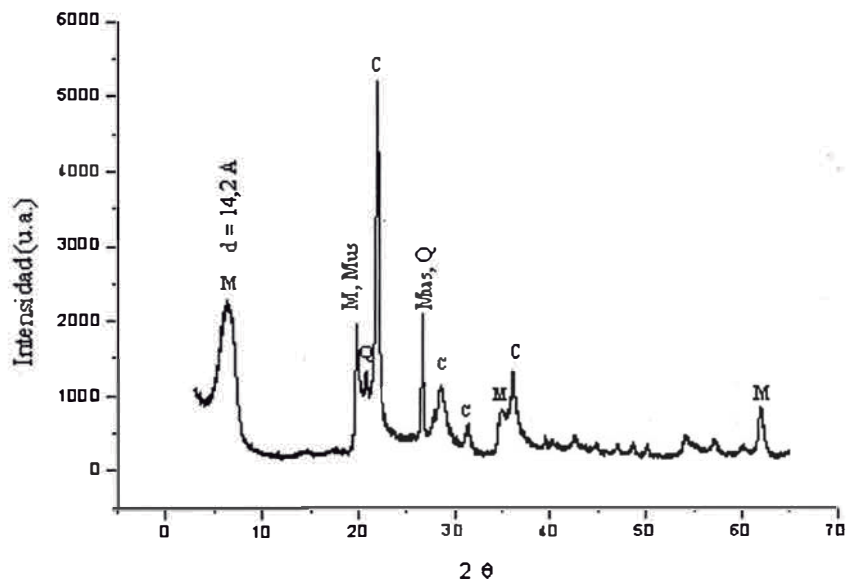
##### A) Difracción de Rayos X

**Material de partida: arcilla natural**

La Figura IV.1 muestra el difractograma de la arcilla natural AN.

**Tabla IV.2:** Composición química del material de partida

Elementos	Contenido
SiO <sub>2</sub>	60,1 %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,6 %
Ca	1,0 %
Na	0,96 %
Mg	0,44 %
K	0,08 %
Mn	0,01 %
Ti	< 0,01 %
Ni	13 ppm
Zr	5 ppm



**Figura IV.1.** Difractograma de la arcilla natural (AN)

Este difractograma muestra los picos característicos de la montmorillonita (M) de acuerdo con los patrones de difracción de la base de datos JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Standard) [Moore y Reynolds, 1997]. El pico en  $2\theta = 6,5^\circ$  corresponde al espaciado basal  $d_{001}$  de la arcilla natural que da un valor de  $14,2 \text{ \AA}$ . Esta arcilla también contiene muscovita (Mus), cristobalita (C) y cuarzo (Q).

### **Arcillas pilaradas**

La Figura IV.2 muestra el difractograma de la arcilla pilarada con aluminio PA. El pico  $2\theta = 6,5^\circ$  en la arcilla natural se ha desplazado a  $2\theta = 4,9^\circ$  (Figura IV.7) y corresponde al nuevo espaciado basal  $d_{001}$  producto de la inserción de los pilares de aluminio (ion Keggin) en los espacios interlaminares de la arcilla. Este espaciado se incrementó a  $18,0 \text{ \AA}$  respecto al material natural. Se conoce por estudios anteriores [Yang, 1998] que en la montmorillonita sin modificar, el espaciado  $d_{001}$  es de aproximadamente  $9,7 \text{ \AA}$ , correspondiente al ancho de una lámina. El valor de  $18,0 \text{ \AA}$  en la arcilla pilarada con aluminio significa que se ha podido incrementar en  $8,3 \text{ \AA}$  dicho espacio, lo que corresponde al tamaño aproximado del ion Keggin reportado en la literatura [Sun, 1994].

Este hecho, unido a que el pico  $d_{001}$  está bien definido indica que el ion Keggin incorporado a la arcilla logró abrir la estructura laminar original en forma homogénea. El pico en  $2\theta = 9,3^\circ$  indica que el pilaramiento no fue completo sino que una pequeña porción del material natural permanece inalterada.

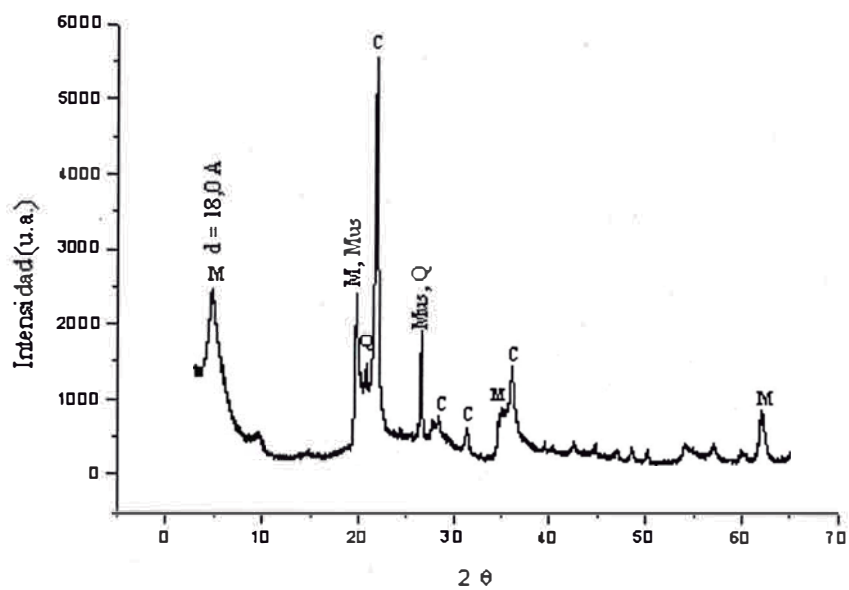
En la Figura IV.3 se observa el difractograma de la arcilla PC. A bajos ángulos del difractograma se puede observar un pequeño pico en  $2\theta = 4,8^\circ$ , lo cual es un indicativo de que sólo se logró una baja inserción de los pilares de circonio en los espacios interlaminares de la arcilla con una apertura de dicho espacio de  $18,3 \text{ \AA}$ . La pendiente que va de  $2\theta = 3^\circ$  a  $8^\circ$  pone de manifiesto una delaminación parcial de la estructura de la arcilla,



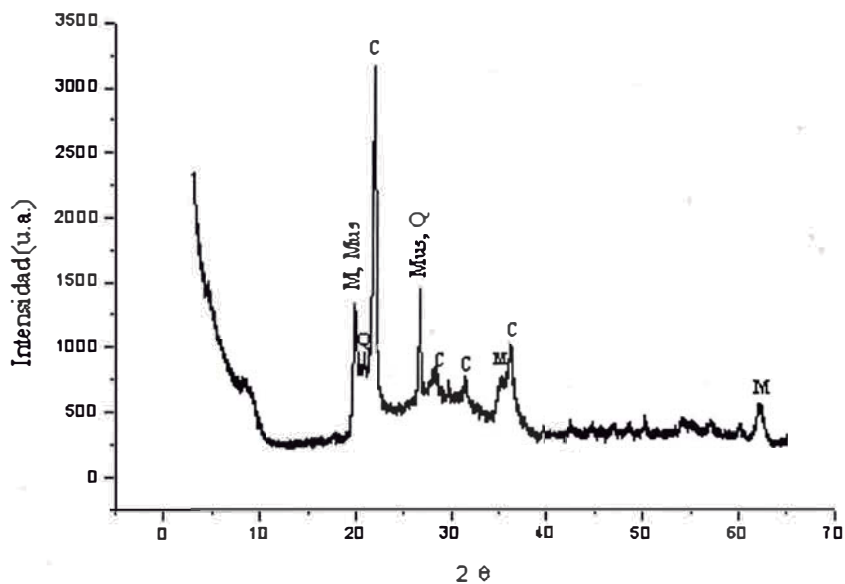
probablemente debido a las condiciones de gran acidez en que se realizó el tratamiento ( $\text{pH} = 1,9$ ). La delaminación es caracterizada porque el material queda fraccionado en partes más pequeñas que se agrupan dando una conformación tipo “casa de naipes” que incrementa la macroporosidad, mesoporosidad así como cierta microporosidad dada la asociación “cara a cara” de las láminas. Los modelos de asociación de las láminas de arcilla en una estructura pilarada y en otra delaminada son graficados en la Figura IV.4. Las severas condiciones de acidez pueden haber ocasionado la disolución parcial de la capa octaédrica y de las impurezas ya que se observa la reducción de la intensidad de los correspondientes picos ( $2\theta = 21,8^\circ; 26,8^\circ; 28,2^\circ; 36,1^\circ$  y  $62,2^\circ$ ) [Sun et al., 1998]; sin embargo, esto no parece haber afectado la estructura laminar de la arcilla puesto que la reflexión (060) en  $2\theta = 61,9^\circ$  presenta un espaciado de  $1,5 \text{ \AA}$  concordante con los valores correspondientes a esmectitas dioctaédricas. Al respecto debe indicarse que esta reflexión, producida dentro de la arcilla e independiente del pilaramiento de las láminas en el eje “c” es muy sensible a la naturaleza de los cationes octaédricos lo cual indica que la estructura 2:1 se mantuvo estable.

### **Arcilla termoactivada**

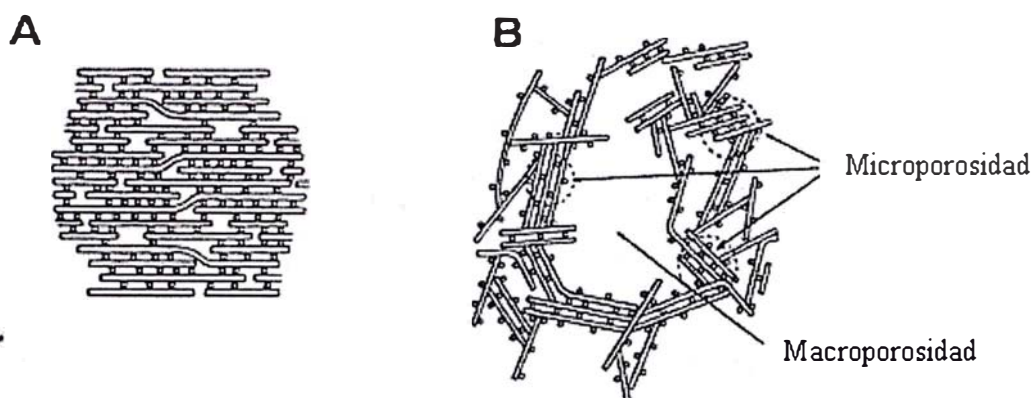
En el difractograma de rayos X de la arcilla termoactivada AA (Figura IV.5) se aprecia que el pico correspondiente al espacio basal  $d_{001}$  se desplazó hasta  $2\theta = 5,4^\circ$  (Figura IV.8). Aplicando la Ley de Bragg, este espaciado resultó ser de  $16,3 \text{ \AA}$ , lo cual sugiere que el tratamiento ácido ocasiona la intercalación de agua o hidronio en dichos espacios [Sun et al., 2005]. Asimismo los picos de impurezas como cuarzo ( $26,6^\circ$ ) y cristobalita ( $21,9^\circ; 28,4^\circ; 31,4^\circ$ ) disminuyen indicando su parcial disolución. En este caso, también se observó la reflexión (060) en  $2\theta = 61^\circ$ , indicando que la estructura 2:1 no fue alterada.



**Figura IV.2.** Difractograma de la arcilla pilarada con hidroxidaciones de aluminio (PA)



**Figura IV.3.** Difractograma de la arcilla pilarada con hidroxidaciones de circonio (PC)



**Figura IV.4.** Modelos de asociación de las láminas de arcilla en: A) estructura pilarada y B) estructura delaminada

### **Arcilla organofílica**

El difractograma de rayos X de la arcilla organofílica AO (Figura IV.6) muestra un pico muy intenso en  $2\theta = 4,9^\circ$  que corresponde a un espaciado basal  $d_{001}$  de  $18,0 \text{ \AA}$ , es decir, se incrementó en  $3,8 \text{ \AA}$  respecto a la arcilla natural, la alta intensidad lograda en este pico, supone una distribución estrecha de los espaciados basales, lo cual podría indicar que las moléculas de la sal de amonio cuaternario se han alojado en dicho espacio. La intensidad de este pico respecto a aquel en  $2\theta = 9,8^\circ$  revela que el intercambio catiónico se completó casi al 100%. Adicionalmente, el incremento de la separación interlaminar podría dar un indicio del posible acomodo de la sal de amonio dentro del espaciado basal, es decir, que las distancias interlaminares son aproximadamente proporcionales al número de capas de moléculas, esto se estima considerando que la arcilla natural tiene una separación de  $9,7 \text{ \AA}$  y el espesor de una cadena hidrocarbonada alifática de  $4 \text{ \AA}$ .

Basado en esto, Lagaly (Lagaly, 1982) relacionó un espaciado de  $13,7 \text{ \AA}$  con la adsorción de una monocapa de cadenas alquílicas paralelas a la superficie de las láminas de arcilla y el valor de  $17,7 \text{ \AA}$  fue atribuido por dichos autores a la adsorción en una bicapa. Esto último coincidiría con los resultados obtenidos en este estudio.

En las Figuras IV.13 y IV.14 se aprecian en forma comparativa la sección de  $2\theta = 3-13^\circ$  lo que permite apreciar mejor el desplazamiento e intensidad del pico  $d_{001}$  que corresponde a la apertura de espaciamiento basal.

## **B) Espectroscopía Infrarroja**

### **Arcilla natural**

La Figura IV.9 muestra el espectro FTIR de la arcilla natural AN. En este espectro FTIR se observan las señales a  $1\ 044,53$  y  $521,90\text{ cm}^{-1}$  que son asignadas a vibraciones de tensión del enlace Si-O-Si y de deformación del enlace Si-O respectivamente de la capa tetraédrica de la estructura laminar de la montmorillonita y una señal a  $917,89\text{ cm}^{-1}$  que corresponde a la vibración del enlace Al-OH-Al de la capa octaédrica de dicha estructura. La señal a  $469,68\text{ cm}^{-1}$  se atribuye al enlace Si-O-Mg y aquella a  $796,35\text{ cm}^{-1}$  a vibraciones del enlace Si-O-Al. La aparición de bandas a  $3\ 423,49$  y  $1\ 636,40\text{ cm}^{-1}$  se deben a las vibraciones de los enlaces O-H de las moléculas de agua fisisorbida.

### **Arcillas pilaradas**

Las Figuras IV.16 y IV.17 muestran los espectros FTIR de las arcillas pilaradas con hidroxilaciones de aluminio (PA) y circonio (PC), respectivamente. En ambos casos es notoria la reducción de intensidad respecto a la arcilla natural, de las bandas que corresponden a los enlaces Si-O y Si-O-Si, característicos de la capa tetraédrica e identificados con las bandas en  $1\ 053,33$  y  $525,56\text{ cm}^{-1}$  en la arcilla PA y  $1\ 048,00$  y  $518,13\text{ cm}^{-1}$  en la arcilla PC; y los enlaces Al-OH-Al de la capa octaédrica, cuya banda aparece en  $917\text{ cm}^{-1}$  aproximadamente en ambos casos.

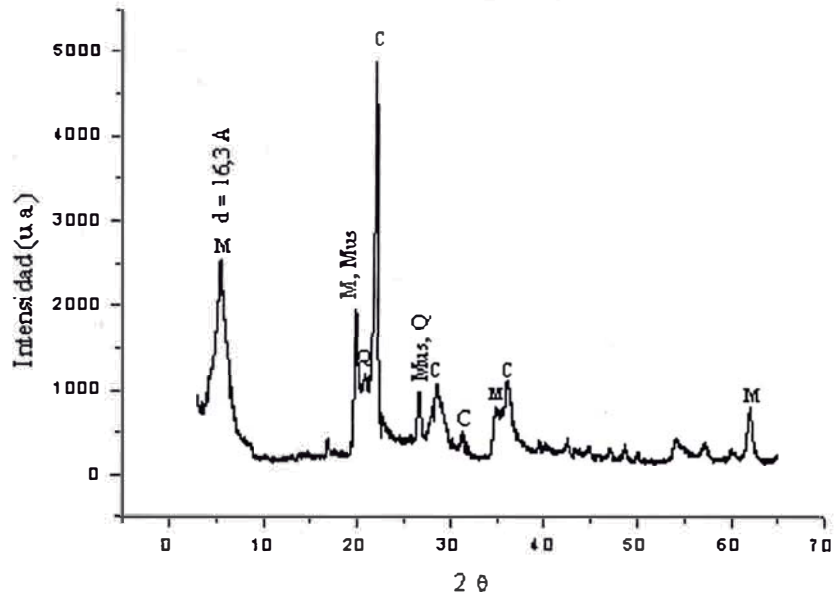


Figura IV.5. Difractograma de la arcilla termoactivada (AA)

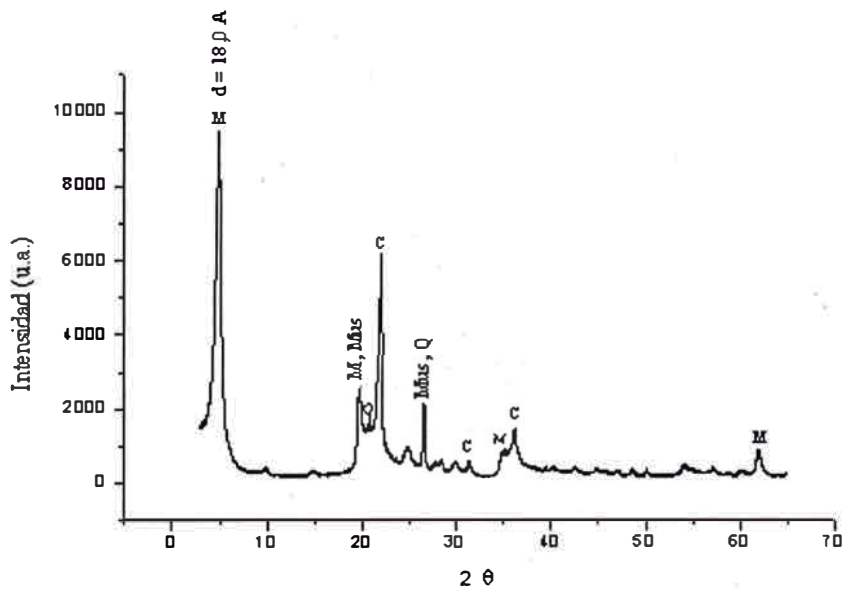
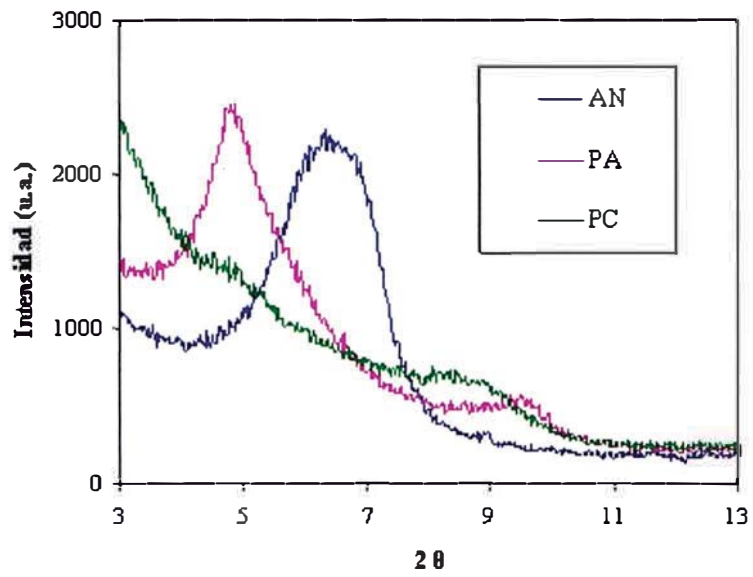
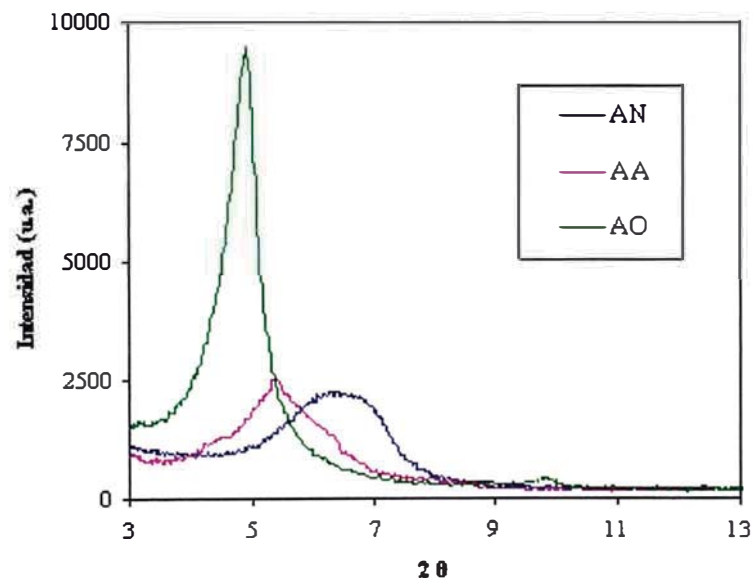


Figura IV.6. Difractograma de la arcilla organofílica (AO)



**Figura IV.7.** Comparación de los difractogramas de las arcillas natural y pilaradas con hidroxilaciones de aluminio y circonio, en el rango de  $2\theta = 3-13^\circ$



**Figura IV.8.** Comparación de los difractogramas de las arcillas natural, termoactivada y organofílica, en el rango de  $2\theta = 3-13^\circ$

Esto indicaría que el medio fuertemente ácido en que se desarrollaron estos tratamientos de pilaramiento (pH= 1,9 para el pilaramiento con circonio y pH= 4 aproximadamente para el pilaramiento con aluminio) ocasionó cierto grado de disolución de dichas capas, más en la arcilla pilarada con circonio que en la arcilla pilarada con aluminio.

Las bandas pertenecientes a los enlaces O-H son más intensas en los espectros de las arcillas pilaradas que en el espectro de la arcilla natural. Esto sucede porque la apertura del espacio intelaminar en la arcilla PA debido a la inserción de los pilares de aluminio y la formación de mesoporos y posibles macroporos debido a la delaminación de la estructura de la arcilla PC facilitarían e incrementarían la fisisorción de agua.

#### **Arcilla termoactivada**

En el espectro FTIR de la arcilla AA que se muestra en la Figura IV.12, las señales en  $916,18\text{ cm}^{-1}$  (vibración del enlace Al-OH-Al) y  $796,23\text{ cm}^{-1}$  (vibraciones del enlace Si-O-Al) aparecen con menor intensidad que en el espectro de la respectiva arcilla natural AN (ver gráfico comparativo en la Figura IV.14) lo cual evidencia la disolución parcial de la capa octaédrica como consecuencia del ataque ácido a que fue sometido este material, mientras que las bandas de vibración de los enlaces Si-O de la capa tetraédrica ( $1\ 043,98$  y  $521,29\text{ cm}^{-1}$ ) permanecen con similar intensidad.

También puede observarse una reducción de la intensidad de las señales correspondientes a los enlaces puente hidrógeno cuyas bandas aparecen en  $3\ 426,47$ ;  $3\ 629,24$  y  $1\ 636,46\text{ cm}^{-1}$ . Esto se atribuye a que el tratamiento de activación termoácida debilitó las energías de enlace tipo van der Waals [Fayad, 1998].

### **Arcilla organofílica**

En la Figura IV.13 se observa el espectro FTIR de la arcilla organofílica AO. En él se muestran, en general, las mismas características que su respectiva arcilla natural AN. Esto estaría indicando que el tratamiento de intercambio catiónico no altera la estructura reticular del material inicial. Sin embargo se aprecian fuertes señales a 2 850,90 y 2 925,29  $\text{cm}^{-1}$  que se atribuyen a las vibraciones de alargamiento simétrico y asimétrico respectivamente del enlace C-C en la cadena alquilo de la sal de amonio cuaternario [Lee y Kim, 2002; Li y Gallus, 2005].

Las bandas a 3 432 y 1 636  $\text{cm}^{-1}$  corresponden a vibraciones de los enlaces O-H e indican la presencia de agua adsorbida. Bandas adicionales alrededor de 1 473  $\text{cm}^{-1}$  presentes en la arcilla organofílica y ausentes en la arcilla natural, son atribuidas a la torsión del enlace carbono-hidrógeno. La señal más intensa y ancha que aparece en el rango entre 1 000-1 500  $\text{cm}^{-1}$ , corresponde a señales superpuestas correspondientes a las vibraciones asimétricas de los enlaces tipo amina (enlaces C-N) presentes en la arcilla organofílica y a los enlaces Si-O-Si presentes en la arcilla natural [Anirudhan y Ramachandran, 2006].

En la Figura IV.14 se puede apreciar comparativamente los espectros FTIR de las arcillas natural y organofílica.

#### **IV.1.6 Análisis Textural**

##### **A) Adsorción desorción de $\text{N}_2$**

En las Figuras IV.21 y IV.22 se observan las isotermas de adsorción desorción de  $\text{N}_2$  de las muestras, en un primer grupo: arcilla natural (AN), termoactivada (AA) y organofílica (AO), y en el segundo grupo: arcilla natural, pilarada con aluminio (PA) y pilarada con circonio (PC)



respectivamente. Todas estas isotermas pertenecen al tipo IV de la clasificación propuesta por Brunauer, Deming, Deming y Teller (BDDT).

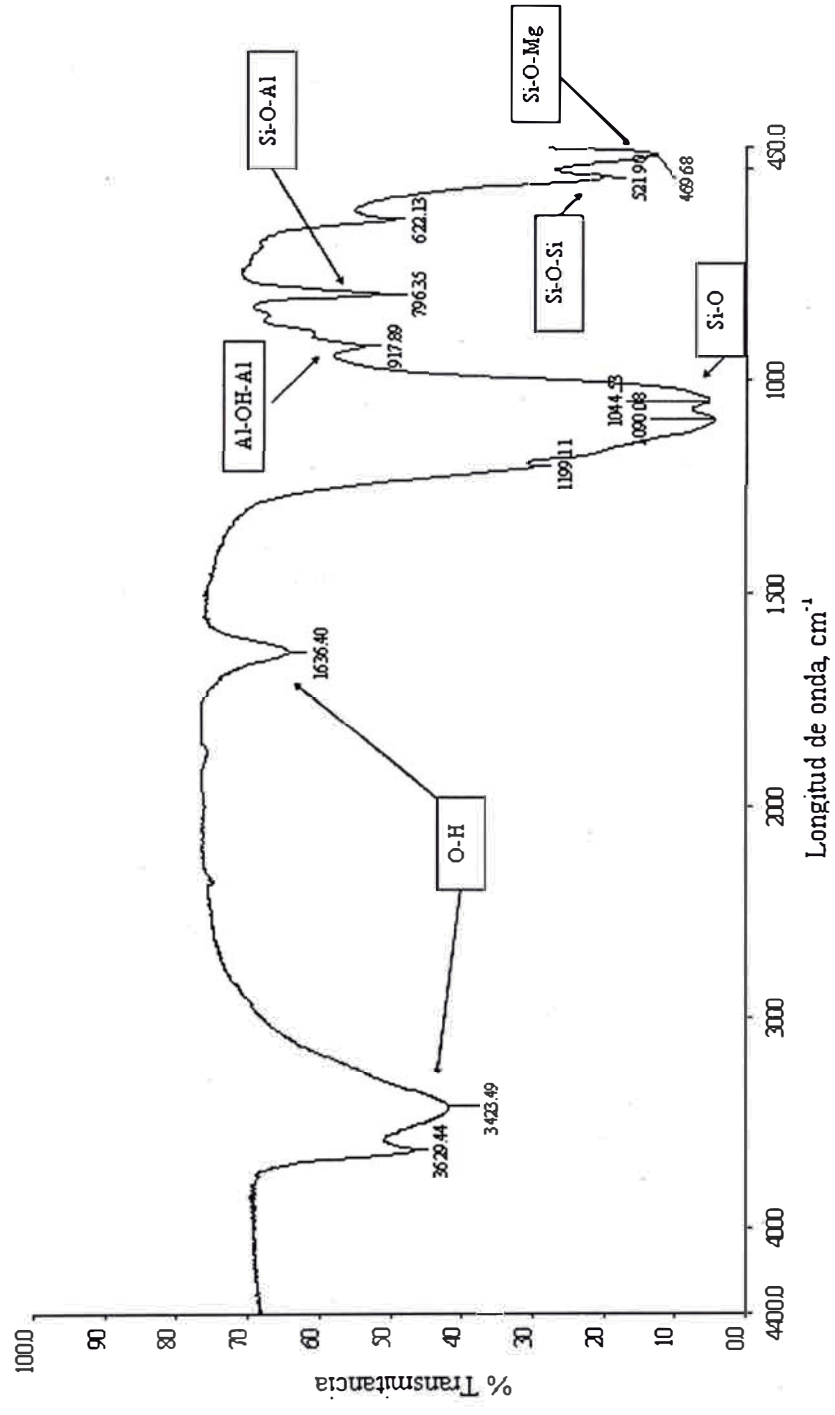


Figura IV.9. Espectro FTIR de la arcilla natural AN

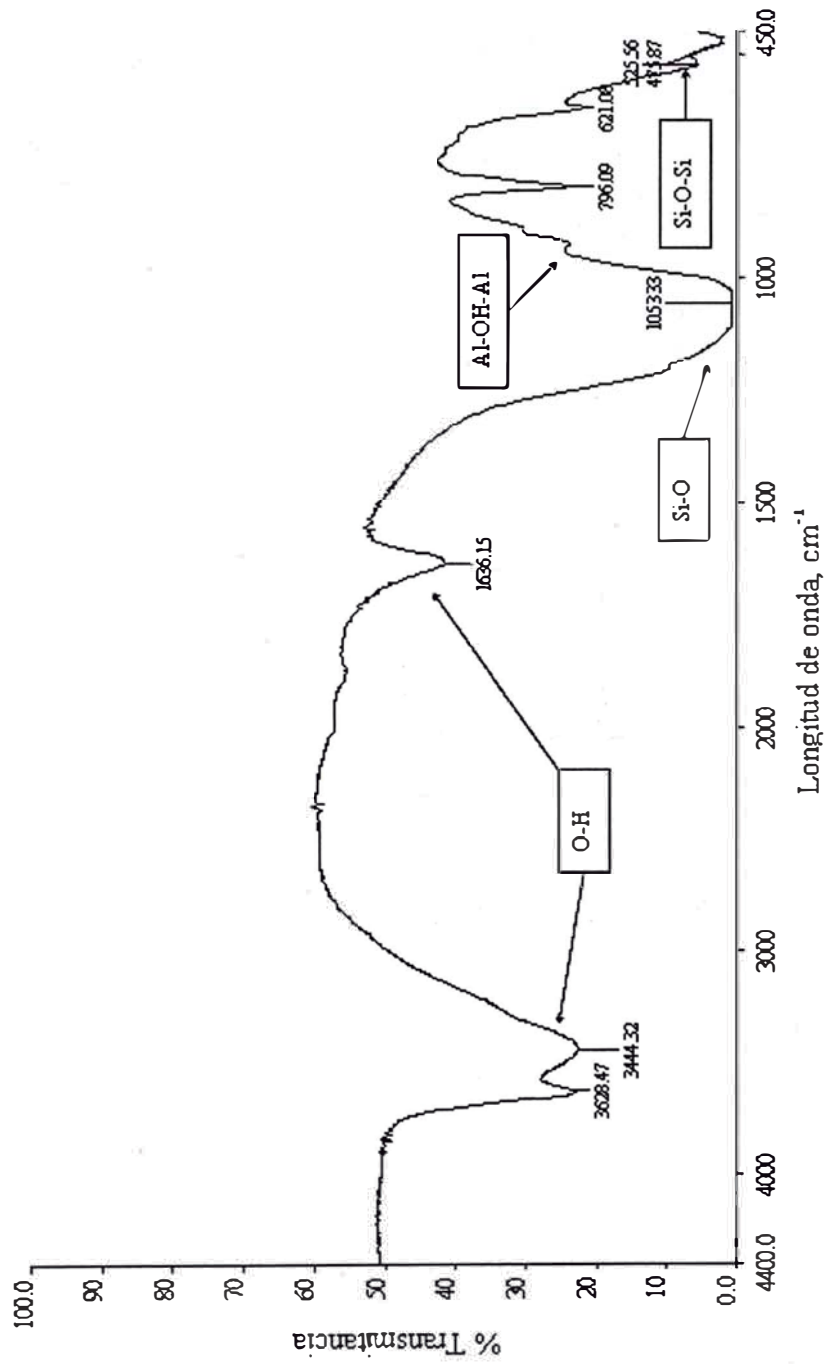


Figura IV.10. Espectro FTIR de la arcilla pilarada PA

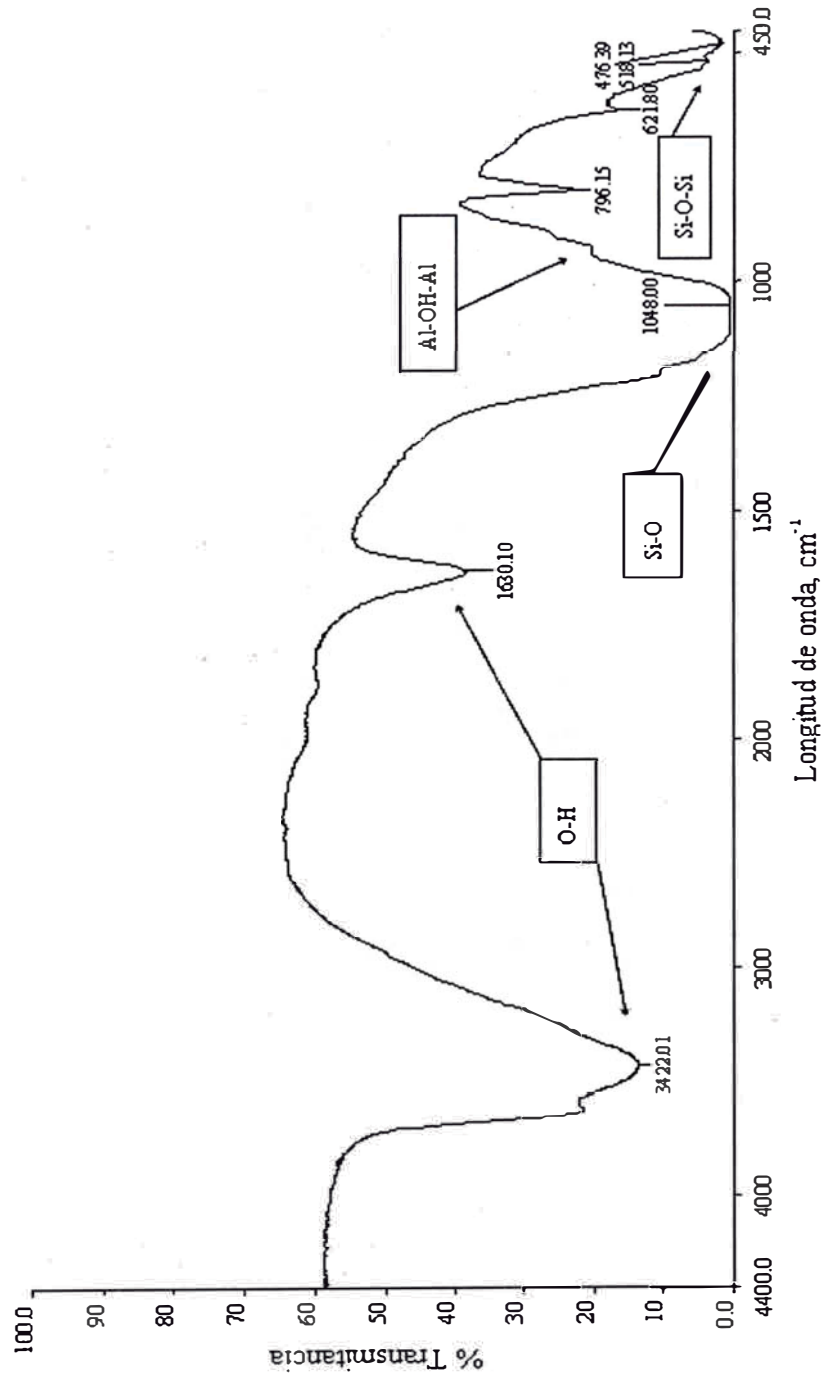
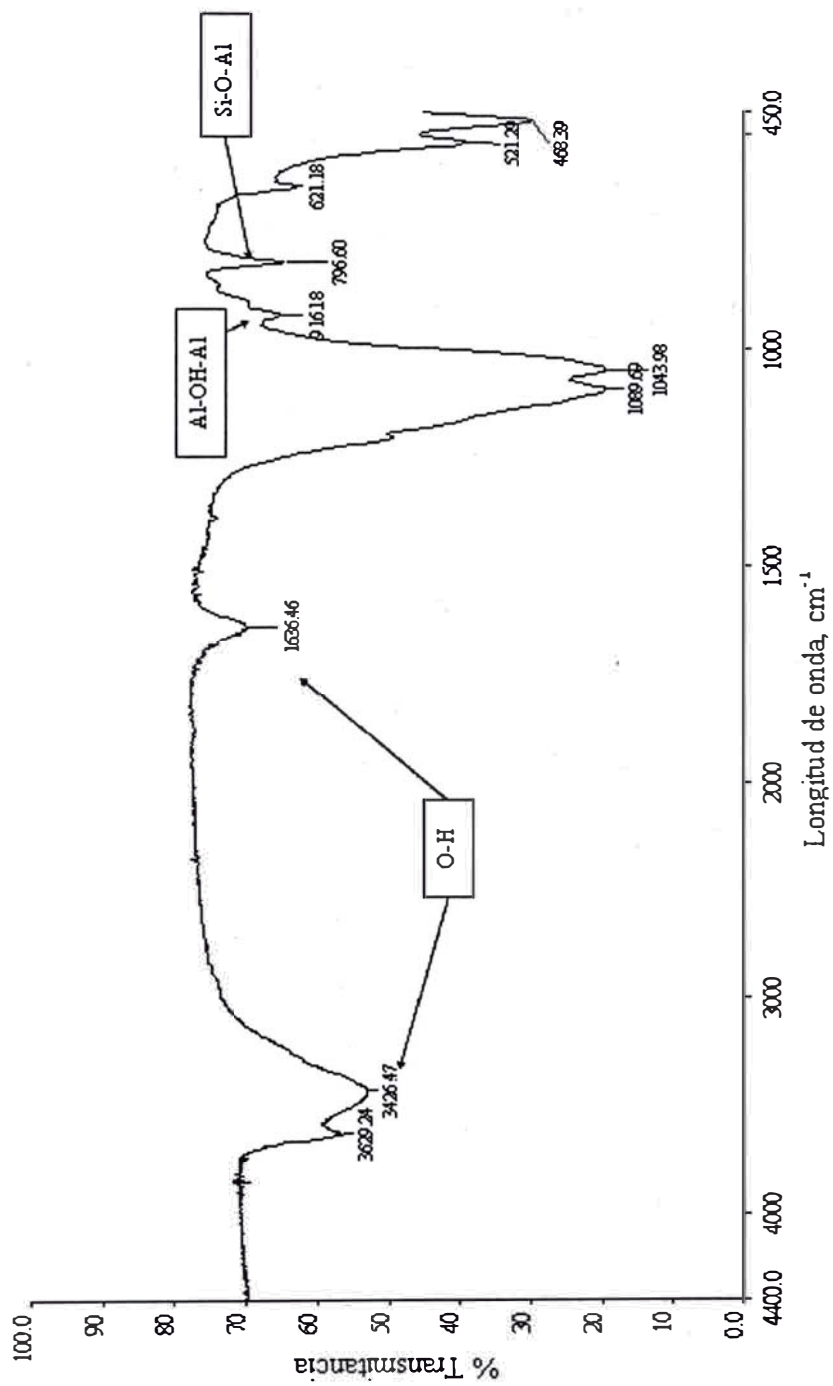


Figura IV.11. Espectro FTIR de la arcilla pilarada PC



**Figura IV.12.** Espectro FTIR de la arcilla termoactivada AA

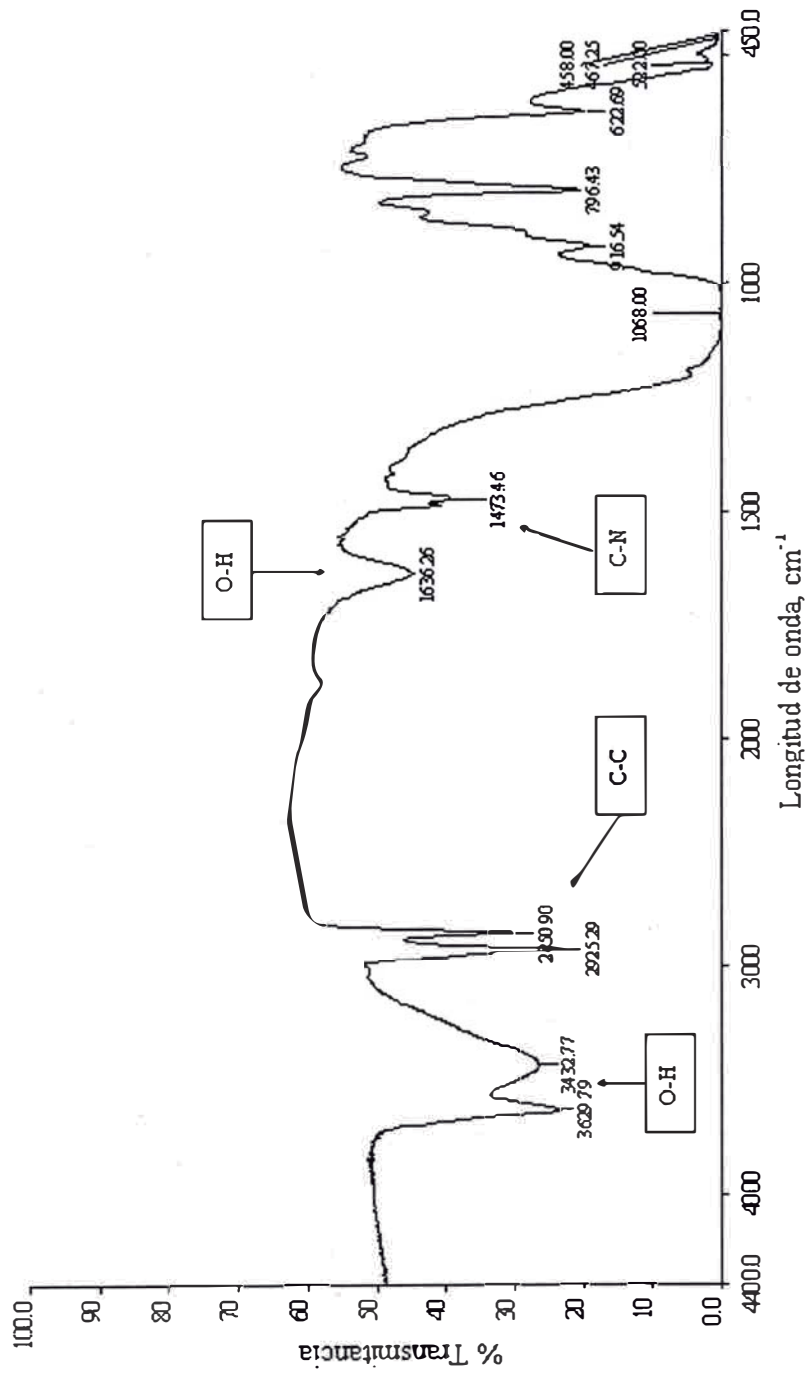
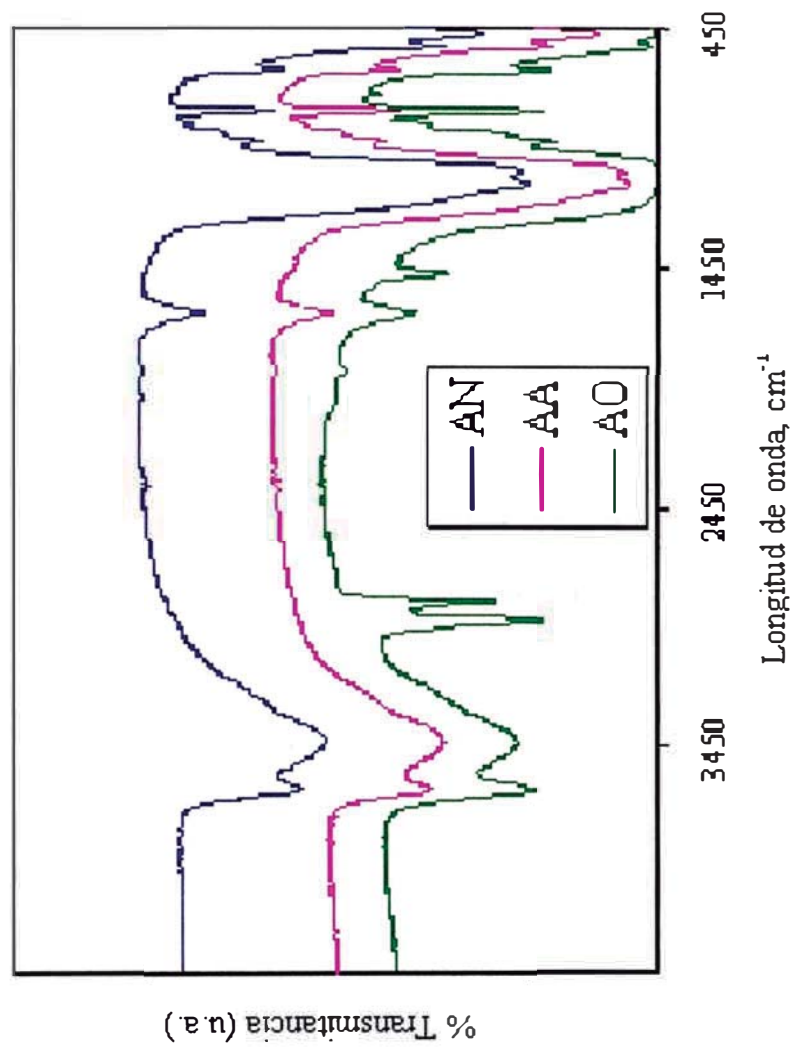


Figura IV.13. Espectro FTIR de la arcilla organofílica AO



**Figura IV.14.** Comparación de espectros FTIR

La parte inicial de las isothermas (a bajas presiones relativas), zona microporosa, corresponde a la formación de la monocapa y la restante (zona mesoporosa) a la adsorción en multicapas.

Haciendo la comparación de las isothermas mencionadas se observa en la arcilla termoactivada un mayor incremento en la zona mesoporosa que en la zona microporosa con respecto a la arcilla natural, producto del aumento de la mesoporosidad del material con el tratamiento ácido, mientras que en la isoterma de la arcilla organofílica se observa una ligera reducción del volumen de mesoporos y también de microporos (Figura IV.17) ya que éstos se encuentran parcialmente ocupados por las moléculas de la sal de amonio cuaternario [Freitas et al., 2006]. Al parecer, los cambios en la estructura de la arcilla están directamente relacionadas con el número de cationes orgánicos presentes en el espacio interlamilar. Cuanto mayor es éste, más grande es la separación entre las láminas y menor la superficie específica del material.

Asimismo y tal como puede verse en la Figura IV.16, las isothermas de adsorción y desorción de las arcillas PA y PC, pilaradas con hidroxilaciones de aluminio y de circonio, respectivamente, presentan un incremento considerable en la zona microporosa en comparación con la isoterma de la arcilla natural, lo cual puede apreciarse con mayor claridad en la Figura IV.17. En el caso de la arcilla PA este incremento de la microporosidad se debe a que los pilares de aluminio insertados en la estructura de dicha arcilla logran una mayor y permanente apertura del espacio interlamilar en el que se encuentran alojados, estableciendo una mayor superficie disponible para la adsorción. En el caso de la arcilla pilarada con circonio, el aumento del área superficial se debe principalmente a la delaminación de la estructura de la arcilla, lo cual ocasionó la formación de un mayor número de mesoporos y posiblemente macroporos.

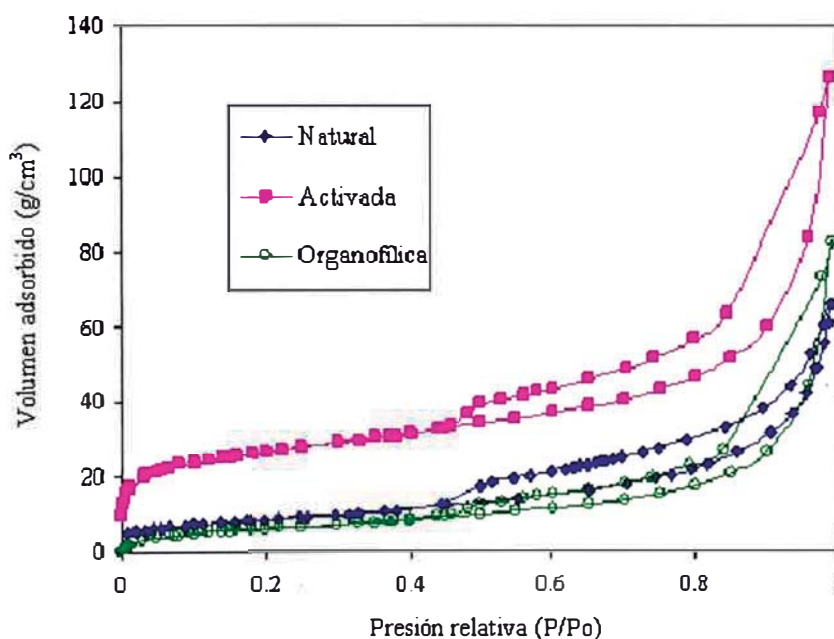
Ninguno de los tratamientos modificó los ciclos de histéresis, los cuales corresponden al tipo H3, originados por porosidades del tipo laminar.



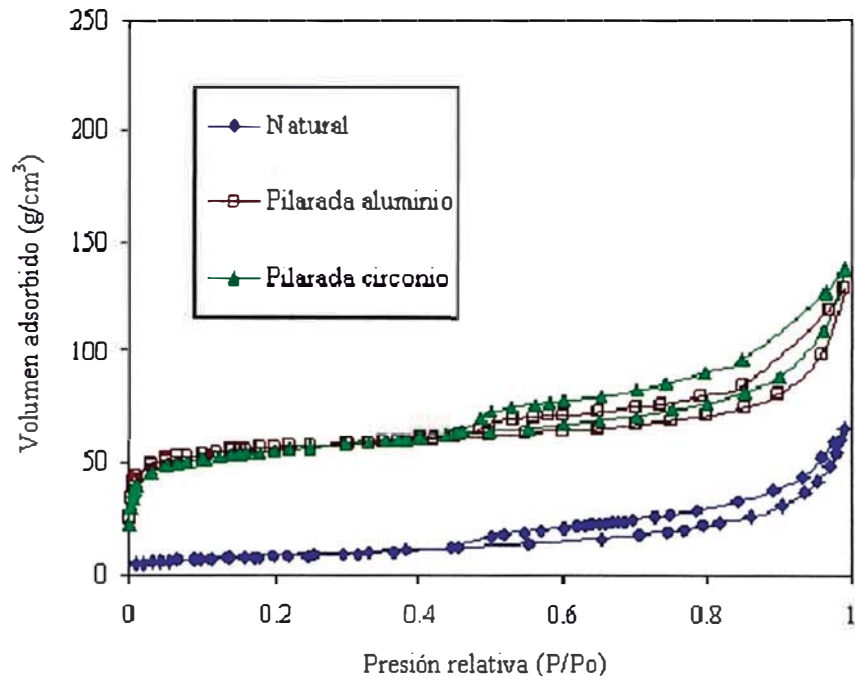
Los valores de área superficial de cada tipo de arcilla se muestran en la Tabla IV.3.

**Tabla IV.3.** Areas específicas de las diferentes arcillas modificadas

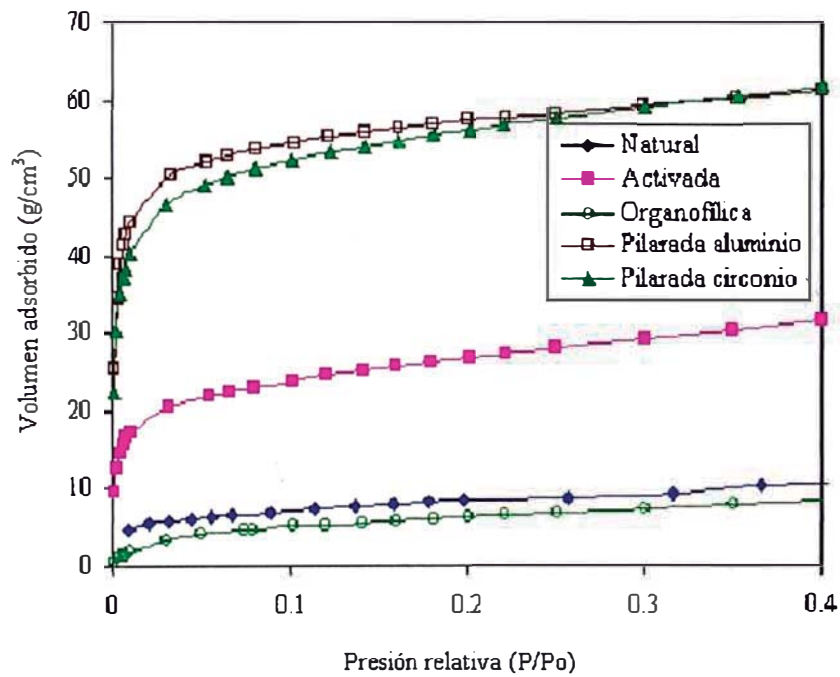
Material	Area BET, m <sup>2</sup> /g
AN	30,68
AA	94,67
AO	23,85
PA	194,34
PC	196,67



**Figura IV.15.** Isothermas de adsorción desorción de N<sub>2</sub> de las arcillas natural, termoactivada y organofílica



**Figura IV.16.** Isothermas de adsorción desorción de  $N_2$  de las arcillas natural, pilarada con aluminio y pilarada con circonio

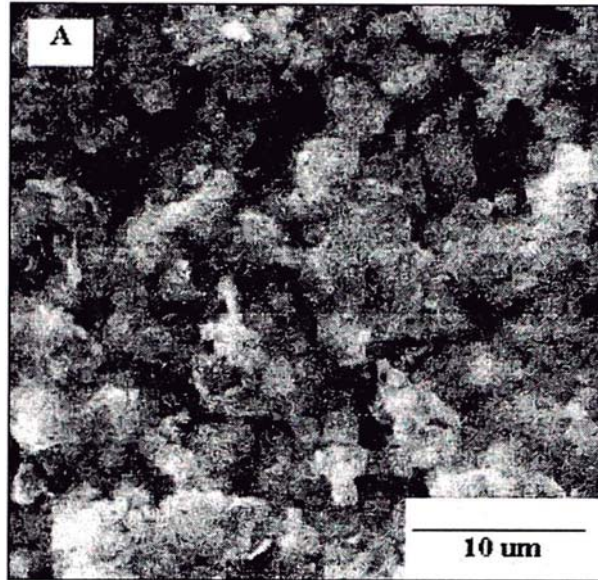


**Figura IV.17.** Isothermas de adsorción desorción de  $N_2$  en la zona microporosa ( $P/P_o = 0-0,4$ )

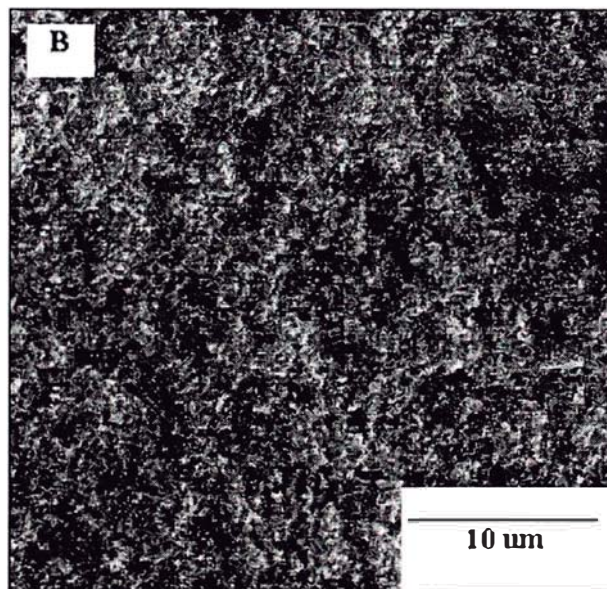
### **IV.1.7 Análisis Morfológico**

#### **A) Microscopía electrónica**

Las micrografías de las arcillas que se estudian en este trabajo se pueden apreciar en las Figuras IV.24-28 observándose un significativo cambio en la morfología. La Figura IV.18 muestra la micrografía de la arcilla natural AN. En ella pueden verse los agregados de arcilla formados por capas curvas. En la micrografía de la Figura IV.19 correspondiente a la arcilla termoactivada AA se ve claramente que el tratamiento de activación termoácida ocasionó que la estructura del material natural se disolviera parcialmente lográndose agregados mucho más pequeños y en consecuencia una mayor porosidad. En las micrografías de las Figuras IV.26 y IV.27 de las arcillas PA y PC respectivamente se observan agregados ligeramente más pequeños que en la arcilla natural. Las capas que conforman los agregados de arcilla se notan con mayor definición y menos curvatura, esto se debe a que la inserción de los hidroxilaciones metálicas entre las láminas que conforman la estructura de la arcilla provoca en éstas un ordenamiento en paralelo que se traduce en un orden similar a nivel de agregados y que es mucho más evidente en la arcilla PA que en la arcilla PC puesto que la estructura de ésta última se delaminó después del tratamiento de modificación. La micrografía de la Figura IV.22 corresponde a la arcilla organofílica AO. En ella se observa la formación repetitiva de “capas sobre capas” de dimensiones regulares. Las capas que conforman los agregados de arcilla se han tornado relativamente planas, lo cual es atribuido al empaquetamiento de los cationes de sal de amonio cuaternario en los espacios interlaminares que, así como en el caso de la arcilla pilarada PA, ocasiona que las capas que conforman los agregados de arcilla se vean paralelas.

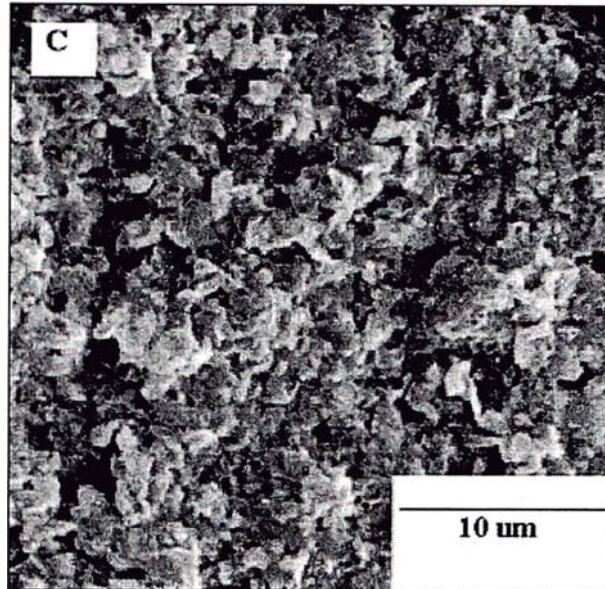


**Figura IV.18.** Micrografía de la arcilla natural AN

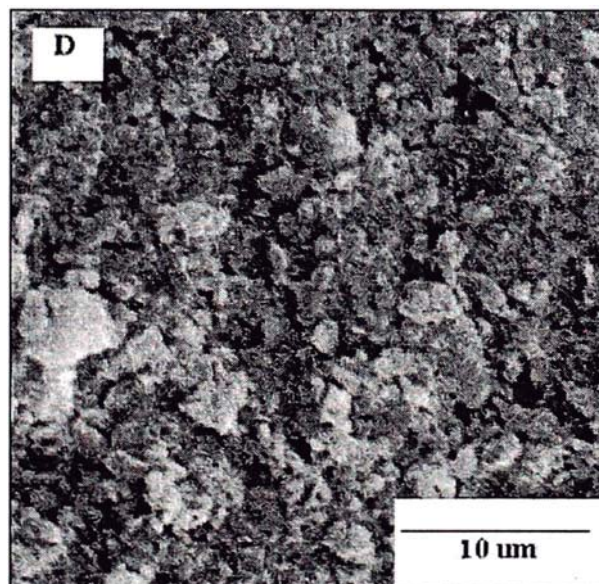


**Figura IV.19.** Micrografía de la arcilla termoactivada AA

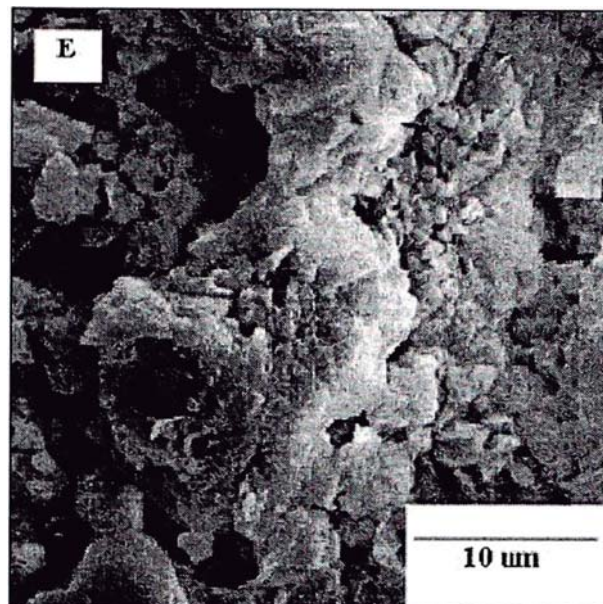




**Figura IV.20.** Micrografía de la arcilla pilarada con hidroxidaciones de aluminio PA



**Figura IV.21.** Micrografía de la arcilla pilarada con hidroxidaciones de circonio PC

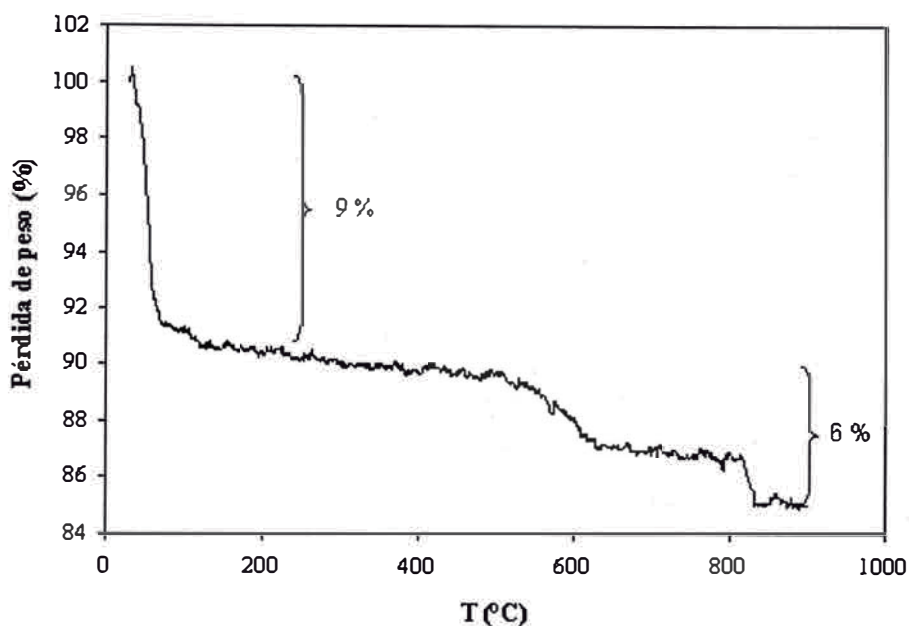


**Figura IV.22.** Micrografía de la arcilla organofílica AO

#### **IV.1.8 Análisis Térmico**

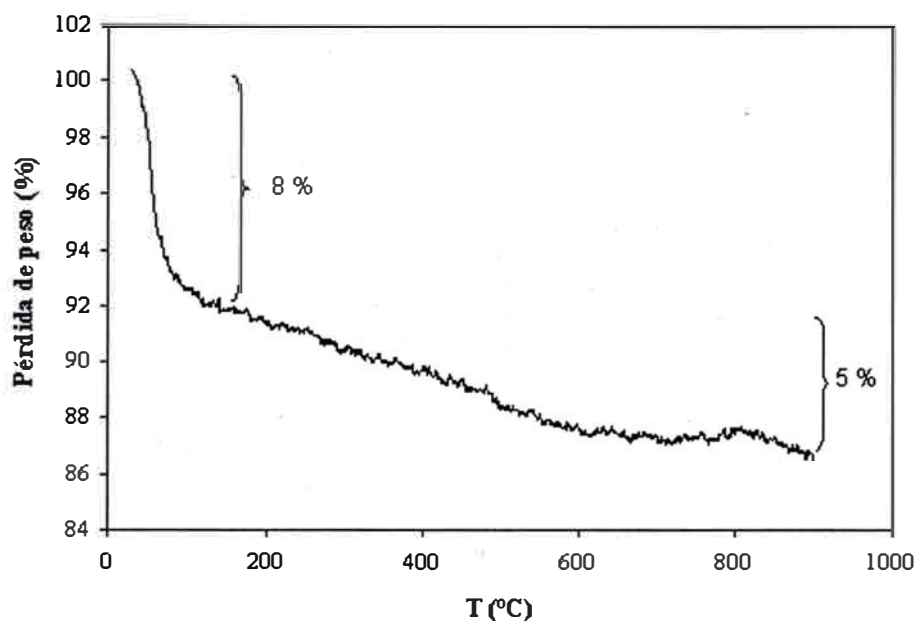
##### **A) Análisis Termogravimétrico**

En la Figura IV.23 se tiene la curva ATG (Análisis Termogravimétrico) que relaciona la pérdida de peso vs temperatura de la arcilla AN. En ésta se aprecian dos caídas importantes: la primera, de aproximadamente 9 % del peso de la muestra, en el rango de 25 a 100°C correspondiente a la eliminación del agua fisisorbida e interlaminar mientras que la segunda, aproximadamente 6 % del peso inicial de la muestra, entre 380 y 800°C se debe a la deshidroxilación de la estructura silícea. La disociación en dos de esta última caída denota la deshidroxilación en dos diferentes medios: aluminio y magnesio como resultado de las sustituciones isomórficas en la capa octaédrica [Sun et al., 1998; Chae et al., 2001].



**Figura IV.23.** Curva ATG de la arcilla natural AN

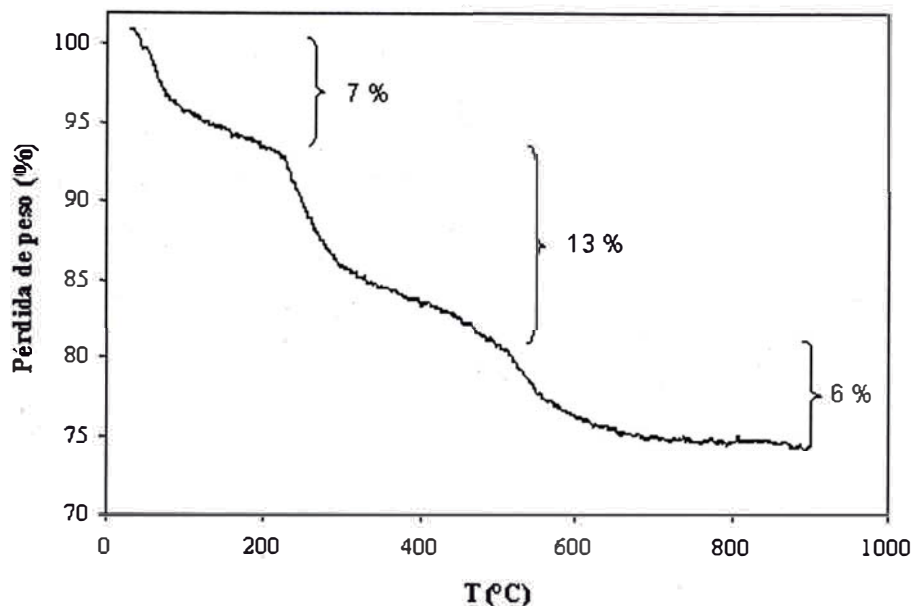
La curva ATG de la arcilla PC (Figura IV.24) muestra pérdidas de peso mayores que la arcilla natural. La primera caída, de 8% en peso en el rango de 25 a 100°C, se debe a la eliminación del agua fisisorbida e interlamilar remanente después del tratamiento. La pérdida continua que va de 100 a 800°C se forma porque los hidroxilaciones de circonio deforman la estructura reticular de la arcilla debilitando los enlaces estructurales y facilitando la deshidroxilación a temperaturas menores que en el caso del material natural siendo la pérdida de peso en este caso de 5 %. Sin embargo, en la curva ATG de la muestra PC esta pendiente es menor de lo esperado, lo cual podría estar relacionado a la posición superficial de las especies de circonio en la arcilla delaminada [Sun et al., 1998].



**Figura IV.24.** Curva ATG de la arcilla pilarada con hidroxilaciones de circonio  
PC

Las curvas ATG de la arcilla organofílica AO puede verse en la Figura IV.25. Aunque esta arcilla es considerada hidrofóbica por la adición de cationes de alquilamonio, la adsorción de agua todavía ocurre al exterior de los agregados y a lo largo de los bordes hidrofílicos de las láminas de arcilla y depende de las condiciones del medio así como también de la humedad relativa [Xie et al., 2001]. Es por eso que se observa una primera y baja pérdida de masa (7% del peso inicial de la muestra). La descomposición de los cationes de alquilamonio ocurre entre 200-500 °C [Xie et al., 2001; Xi et al., 2004] y ocasiona que la masa de la muestra de arcilla disminuya en 13% aproximadamente. La tercera pérdida de masa (6%) se atribuye a la deshidroxilación estructural de la montmorillonita y ocurre entre 500 y 1 000 °C.





**Figura IV.25.** Curva ATG de la arcilla organofílica AO

## **IV.2 Adsorción del surfactante aniónico dodecibenceno sulfonato de sodio (DBS) a partir de una solución estándar empleando arcillas modificadas**

### **IV.2.1 Cinética de adsorción**

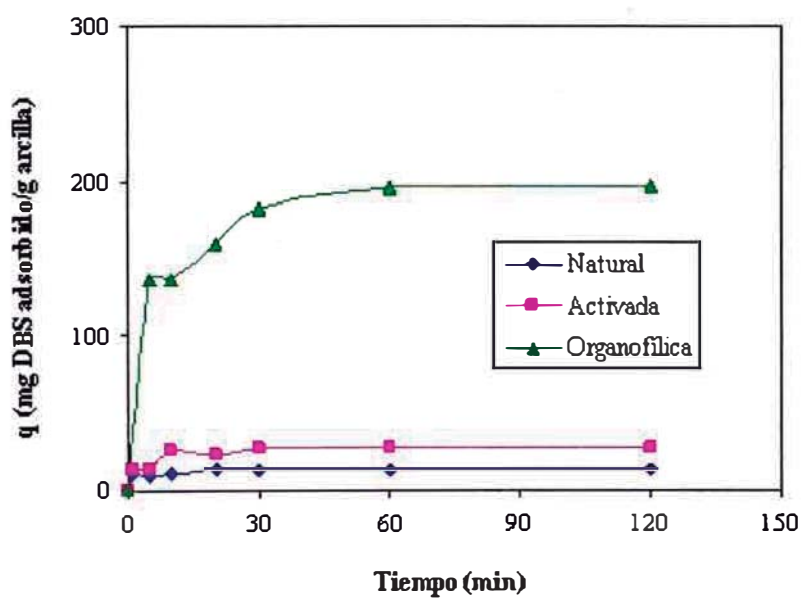
Con la finalidad de evaluar la cinética de adsorción de DBS sobre las arcillas modificadas en estudio se graficaron los valores de  $q$  (miligramos de surfactante DBS adsorbido por gramo de arcilla) versus tiempo, como puede verse en las Figuras IV.32 y IV.33.

El tiempo de equilibrio o tiempo en el cual la arcilla se satura de adsorbato es distinto según el tipo de arcilla y el tratamiento aplicado como se muestra en la Tabla IV.4. Las condiciones de ensayo han sido descritas en el capítulo III. Como se puede apreciar, el proceso de adsorción del DBS en la arcilla organofílica y en las pilaradas con Al y Zr es mayoritario y bastante

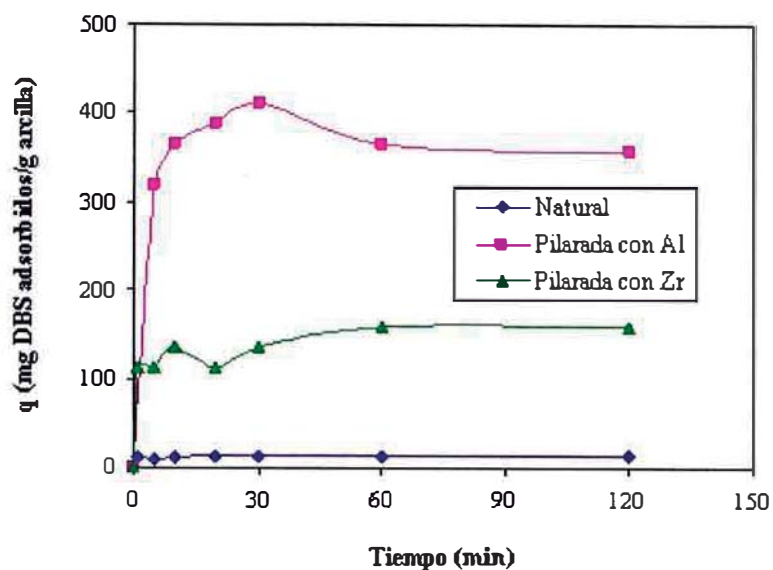
rápido en los primeros minutos del proceso, lográndose poco a poco el equilibrio a los 60 min.

**Tabla IV.4.** Tiempos de equilibrio cinético ( $t_{eq}$ )

Arcilla	$t_{eq}$ (min)
AN	20
PA	60
PC	60
AA	30
AO	60



**Figura IV.26.** Curvas de cinética de adsorción del surfactante DBS sobre las arcillas natural, termoactivada y organofílica



**Figura IV.27.** Curvas de cinética de adsorción del surfactante DBS sobre las arcillas natural y pilaradas

#### IV.2.2 Isotermas de adsorción

Para la evaluación de las isotermas de adsorción se ha tomado como referencia la clasificación de Giles y McEwan [Giles et al., 1960] quienes establecen cuatro tipos de isoterma de adsorción de compuestos orgánicos: “S”, “L”, “H” y “C”, basándose principalmente en la pendiente de la porción inicial de la curva.

En una isoterma del tipo “S”, la pendiente inicial de la curva muestra que la adsorción se ve favorecida rápidamente con el incremento de la concentración de adsorbato. Este tipo de curva se genera cuando existen tres condiciones: (a) las moléculas de adsorbato son monofuncionales (poseen una cadena larga hidrofóbica de más de 5 átomos de carbono), b) existe entre ellas una moderada atracción intermolecular que ocasiona un arreglo vertical de las mismas sobre la superficie del adsorbente y c) existe una fuerte

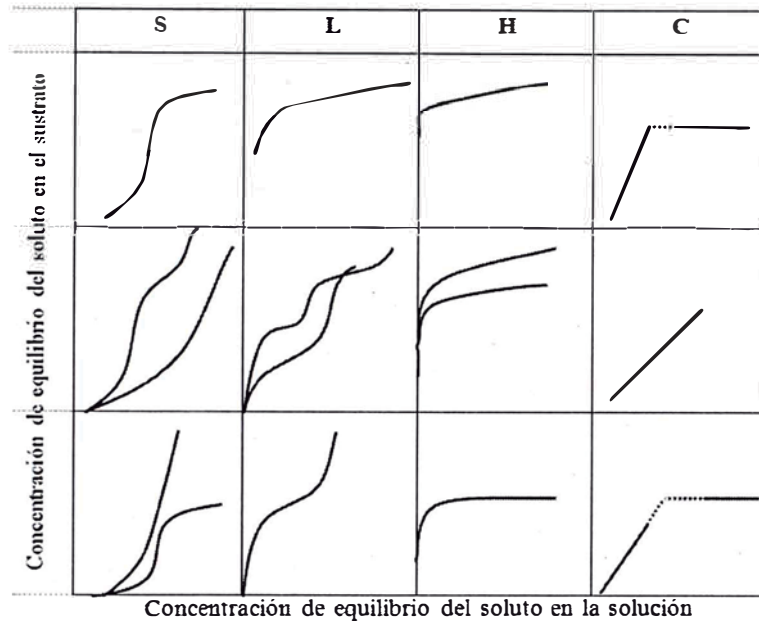
competencia por los sitios de adsorción sobre el sustrato con moléculas de solvente o de otras especies adsorbidas.

En una curva del tipo “L”, la curvatura inicial muestra que cuantos más sitios en el sustrato se ocupan, se incrementa la dificultad de que las moléculas de adsorbato remanente encuentren un sitio disponible. Esto indica que, o las moléculas de adsorbato no se encuentran adsorbidas con orientación vertical respecto a la superficie del sustrato, o que no existe una fuerte competencia por la adsorción por parte del solvente.

La curva del tipo “H” es un caso especial de la curva tipo “L” en el cual el adsorbato tiene tanta afinidad con el adsorbente que en soluciones diluidas es completamente adsorbido, o al menos no queda una cantidad remanente apreciable de éste en la solución. Por esta razón, la primera parte de la isoterma es vertical.

La curva del tipo “C” se caracteriza por la constante “partición” del adsorbato entre el sustrato y la solución. Las condiciones que favorecen este caso son: a) un sustrato poroso con moléculas flexibles (b) un adsorbato con más afinidad por el sustrato que la que tiene el solvente c) un adsorbato con mejor capacidad de penetración y (d) una geometría molecular adecuada dentro de las regiones cristalinas del sustrato. Fundamentalmente, la linealidad de la isoterma de este tipo muestra que el número de sitios de adsorción se mantiene constante, cuanto más adsorbato es retenido, más sitios de adsorción deben ser creados. Para ello el adsorbato debe poder romper los enlaces del sustrato en mayor proporción que el solvente lo haría, y si las condiciones moleculares son las apropiadas, poder penetrar en la estructura del sustrato en regiones donde aún no ha penetrado el solvente. La primera molécula de adsorbato en penetrar abre la estructura para permitir la entrada de más moléculas. Esta acción se interrumpe abruptamente cuando se han ocupado el máximo posible de regiones cristalinas en el sustrato.

En la Figura IV.28 se pueden apreciar ejemplos de las isotermas de adsorción de cada tipo.



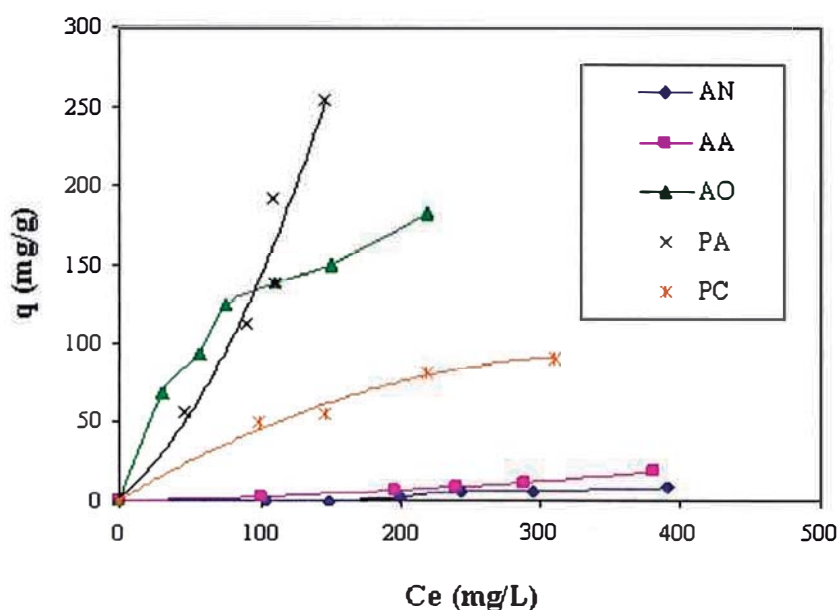
**Figura IV.28.** Clasificación de las isotermas de adsorción según Giles y McEwan

En las Figura IV.29 se aprecian en forma comparativa las isotermas de adsorción a 25 °C del surfactante DBS sobre cada tipo de arcilla estudiada, siendo  $q$  (mg/g) la cantidad adsorbida de DBS por gramo de arcilla y  $C_e$  (mg/L) la concentración de DBS en equilibrio.

La baja capacidad de adsorción de la arcilla natural AN que se observa en las Figuras IV.32 y IV.33 puede ser atribuida a que las cargas negativas de su superficie repelen al surfactante aniónico [Rodríguez y Pinzón, 2001].

La adsorción de DBS mejora un poco con la arcilla termoactivada AA. La isoterma es del tipo “L” de acuerdo a la clasificación de Giles y McEwan [Giles et al., 1960]. La poca pendiente de la curva indica que las fuerzas involucradas en la adsorción son pequeñas, tal que no existe una gran afinidad por el adsorbato, sobre todo a bajas concentraciones de éste. En una arcilla termoactivada estas fuerzas son atribuidas a los cationes  $H^+$  presentes en los espacios interlaminares que establecen enlaces del tipo puente hidrógeno entre las partículas de arcilla y el extremo aniónico del surfactante

con la consiguiente formación de una monocapa con los grupos sulfonato adyacentes a la superficie del adsorbente. Algunos iones cloruro remanentes del tratamiento de termoactivación están presentes compensando las cargas positivas de la superficie. Un intercambio entre estos iones por los aniones de surfactante también puede tomar lugar [Espantaleón et al., 2003].



**Figura IV.29.** Isotermas de adsorción del surfactante DBS sobre las arcillas natural y modificadas a la temperatura de 25 °C

La isoterma de la arcilla pilarada PA pertenece al tipo “S” de la clasificación de Giles y McEwan [Giles et al., 1960]. Muestra una fuerte pendiente, indicativo de una gran afinidad del surfactante por esta arcilla modificada. La apertura del espacio interlaminar (valor obtenido por difracción de rayos X) de 17,7 Å debido a la presencia de los pilares de aluminio, crea suficiente espacio para el alojamiento de las moléculas de surfactante. La adsorción se debe principalmente a la fuerza de atracción electrostática entre los pilares de aluminio cargados positivamente y el extremo aniónico del surfactante. El acomodo del adsorbato en los espacios

creados por estos pilares es sin embargo lento tal como lo denota su cinética de adsorción (Figura IV.27).

La isoterma de la arcilla PC es de tipo “L” [Giles et al., 1960] y muestra una regular capacidad de retención de DBS, pese a la delaminación de la estructura de la arcilla de origen. El mecanismo de adsorción podría ser similar al de las arcillas termoactivadas, es decir, cationes  $H^+$  que forman enlaces puente hidrógeno entre el sustrato y el extremo aniónico del surfactante.

La arcilla organofílica AO posee una gran capacidad de retención de DBS. Como se observa la isoterma de adsorción a baja concentraciones presenta la forma aproximada de una recta con origen en el punto cero. Su isoterma (Figura IV.29) de tipo “L” [Giles et al., 1960] sugiere la formación de una monocapa de adsorbato en los sitios activos de la superficie y que todos estos sitios son equivalentes [Rodríguez y Pinzón, 2001]. Este notable incremento de la capacidad de adsorción respecto al material de partida se debe principalmente a tres factores: i) la hidrofobicidad de la arcilla que favorece la retención del adsorbato orgánico, ii) las interacciones lado-lado entre las moléculas de surfactante y sal de amonio, ambas de cadena larga, y iii) las interacciones electrostáticas entre el surfactante aniónico y la sal de amonio catiónica. Lo más importante de estas arcillas es que al tener un medio orgánico que actúa por un proceso de partición, la cantidad de moléculas susceptibles de ser retenidas es mayor.

En la Tabla IV.5 se tienen los porcentajes de adsorción de DBS para cada tipo de arcilla, calculado mediante la Ecuación (8).

$$\%Ads = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100 \qquad \text{Ecuación (8)}$$

Donde  $C_o$  es la concentración inicial de DBS (mg/L) y  $C_e$  es la concentración de DBS en equilibrio (mg/L).

**Tabla IV.5.** Porcentajes de adsorción (%Ads) de DBS sobre las arcillas en estudio

Arcilla	Co (mg/L)			
	100	200	300	400
AO	69,0	62,0	50,0	45,5
PA	57,0	56,0	63,7	63,5
PC	18,0	28,0	27,3	22,8
AA	2,0	3,5	4,0	5,0
AN	1,0	1,5	2,0	2,3

Los modelos matemáticos de Langmuir y Freundlich son los más frecuentemente empleados para describir la relación entre la cantidad de adsorbato retenida y su concentración en equilibrio. Los datos experimentales fueron correlacionados según ambos modelos.

#### Ecuación de Langmuir

$$\frac{C_e}{q} = \frac{1}{X_m K_e} + \frac{C_e}{X_m} \quad (\text{forma linealizada}) \quad \text{Ecuación (9)}$$

$$K_d = X_m K_e \quad \text{Ecuación (10)}$$

Donde q son los miligramos de surfactante adsorbidos por gramo de arcilla, Ce es la concentración de surfactante en equilibrio en la solución (mg/L), X<sub>m</sub> es un parámetro que indica la capacidad de retención de la arcilla, Ke es un parámetro relacionado a la energía de adsorción y K<sub>d</sub> es la relación entre cantidad de adsorbato presente en el adsorbente respecto a aquella presente en la solución.



Ecuación de Freundlich

$$q = K_f \cdot C^n \quad \text{Ecuación (11)}$$

$$\log q = \log K_f + n \cdot \log C \quad (\text{forma linealizada}) \quad \text{Ecuación (12)}$$

Donde  $K_f$  es el valor de  $q$  cuando  $C$  es 1 mg/L y  $n$  es la pendiente de la isoterma de Freundlich.  $K_f$  y  $n$  incorporan los factores que afectan la capacidad de adsorción o intensidad de adsorción respectivamente y son indicativos de la retención favorable del adsorbato.

Los parámetros de ajuste de ambos modelos se calcularon por el método de mínimos cuadrados. El porcentaje de desviación es definido como [Leyva, 2004]:

$$\%D = \left[ \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{q_{\text{exp}} - q_{\text{cal}}}{q_{\text{exp}}} \right| \right] \times 100 \quad \text{Ecuación (13)}$$

Los parámetros, coeficientes de correlación y porcentajes de desviación se muestran en la Tabla IV.6.

AO muestra un alto coeficiente de correlación con la ecuación de Langmuir mientras que para las demás arcillas los datos experimentales se ajustan mejor al modelo de Freundlich, aunque no en todos los casos el coeficiente de correlación es el deseado, es decir, cercano a la unidad.

Los valores de  $K_d$  y  $K_f$  dan un indicio de las capacidades de adsorción de cada material. La comparación de los valores de estas constantes correspondientes a cada tipo de arcilla ayuda a establecer de forma teórica cuales de ellas presentan una mayor o menor capacidad de adsorción que las otras. La secuencia en orden descendente de los valores de estas constantes es la siguiente:

Modelo de Langmuir ( $K_d$ ):

$$AO > PA > PC > AA > AN$$

Modelo de Freundlich ( $K_f$ ):

$$AO > PA > PC > AA > AN$$

Estas secuencias obtenidas de forma teórica coinciden con la secuencia que resultaría de ordenar decrecientemente los valores de porcentaje de adsorción de DBS para cada arcilla en estudio y que han sido obtenidos experimentalmente. Esto nos indica que las ecuaciones de Freundlich y de Langmuir son adecuadas para la descripción matemática del proceso de adsorción de DBS sobre arcillas.

#### **IV.2.3 Influencia del pH**

Se estudió la adsorción de DBS con la arcilla seleccionada AO a diferentes valores de pH. Se prepararon soluciones estándar de DBS en el rango de concentraciones de 100 a 400 mg/L y se ajustaron a pHs de 1,5; 2,5 y 4,0. La relación  $g_{arcilla}/vol_{solución}$  fue de 1,0 g/L, la temperatura de 25 °C y el tiempo de contacto con agitación fue de 2 horas. La variación del pH antes y después del proceso de adsorción fue mínima. Las isothermas pueden verse en la Figura IV.30.

Es claro que la adsorción de DBS decrece con el aumento del pH. Esto puede ser explicado por el hecho de que a menor pH más protones están disponibles en solución, entonces se incrementa la atracción electrostática entre el anión  $SO_3^-$  cargado negativamente y el sitio de adsorción cargado positivamente. Cuando el pH se incrementa, la carga positiva de la superficie decrece y el número de sitios de adsorción cargados negativamente se eleva. Estos sitios superficiales no favorecen la adsorción del surfactante aniónico

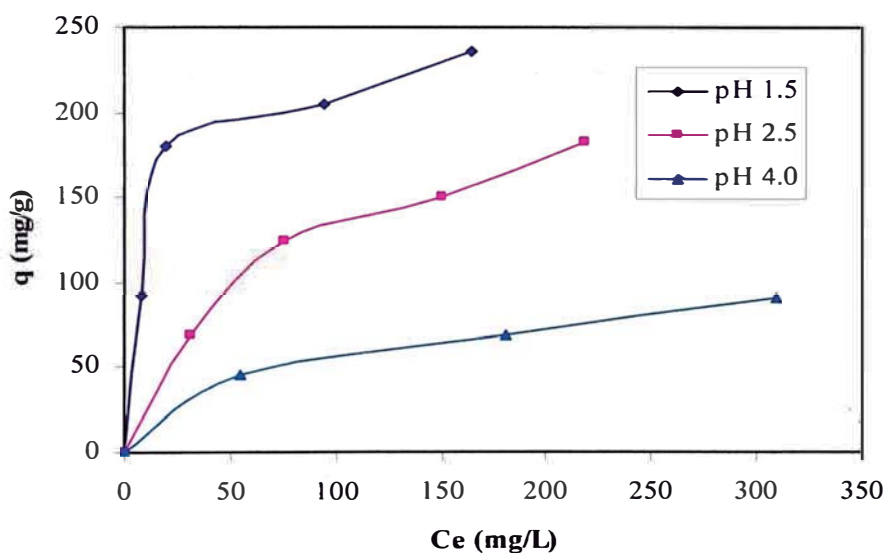
**Tabla IV.6:** Parámetros de Langmuir y Freundlich para la adsorción de DBS

Arcilla	Langmuir			Freundlich				
	$K_d$ (L/g)	$r^2$	D (%)	$K_f$ ( $L^n \text{ mg}^{1-n} \text{ g}^{-1}$ )	n	$r^2$	D (%)	
AN	0,0071	0,528	32,6	0,00017	1,84	0,897	22,9	
PA	1,15	0,333	11,2	0,37	1,31	0,932	13,5	
PC	0,36	0,00009	28,1	0,32	1,03	0,645	28,2	
AA	0,018	0,828	12,4	0,0009	1,67	0,996	3,2	
AO	2,78	0,987	2,8	13,18	0,49	0,971	4,2	

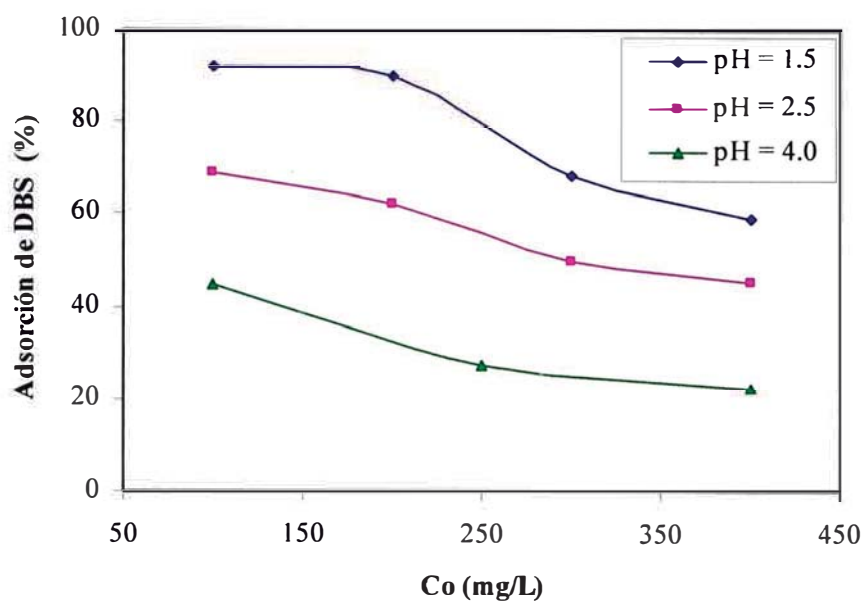
debido a la repulsión electrostática. También en medio alcalino existe competencia entre los iones  $\text{OH}^-$  y los aniones de surfactante [Baskaralingam, 2006].

La Tabla IV.7 muestra los porcentajes de adsorción de DBS para cada valor de pH y de concentración inicial de la solución de adsorbato. La reducción de la adsorción con el aumento de la concentración inicial de surfactante puede deberse a que una mayor presencia de aniones de éste ocasiona no solo la saturación de los sitios de adsorción sino también un mayor número de interacciones de repulsión electrostática entre aniones, dificultando que puedan ocupar los sitios en mención.

En la Figura IV.31 se aprecian en forma comparativa los datos de la Tabla IV.7



**Figura IV.30.** Isotermas de adsorción del surfactante DBS sobre la arcilla organofílica AO a diferentes valores de pH y temperatura de 25 °C



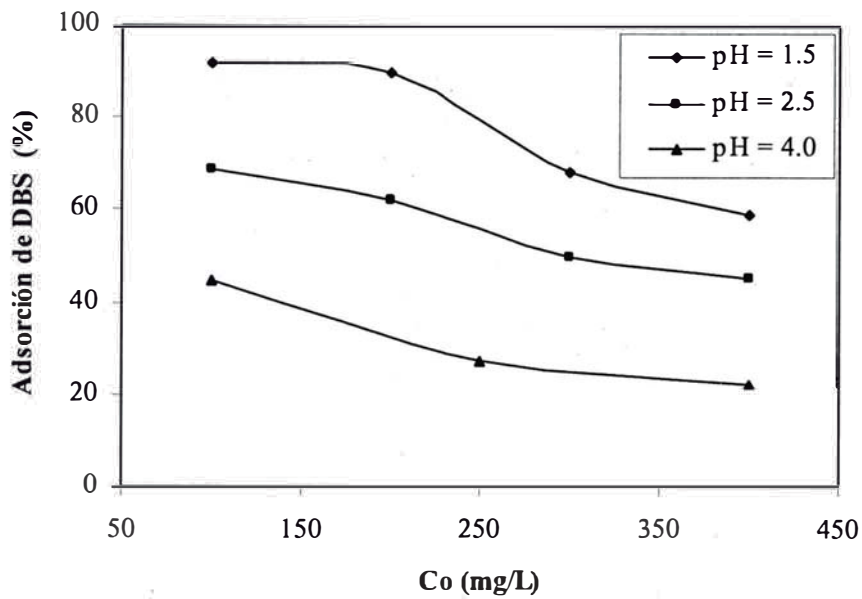
**Figura IV.31.** Variación de la adsorción del surfactante DBS sobre la arcilla organofílica AO con respecto a la concentración inicial de surfactante y el pH

**Tabla IV.7.** Variación de los porcentajes de adsorción de DBS sobre arcilla AO con el pH y la concentración inicial de surfactante ( $C_o$ )

$C_o$ (mg/L)	Adsorción (%)		
	pH = 1,5	pH = 2,5	pH = 4,0
100	92,0	69,0	45,0
200	90,0	62,1	28,0
300	68,3	50,0	27,3
400	59,0	45,5	22,7

#### IV.2.4 Influencia del parámetro “R”

Se estudió la adsorción del surfactante DBS con la arcilla organofílica AO para diferentes valores del parámetro R que representa los gramos de arcilla



**Figura IV.31.** Variación de la adsorción del surfactante DBS sobre la arcilla organofílica AO con respecto a la concentración inicial de surfactante y el pH

**Tabla IV.7.** Variación de los porcentajes de adsorción de DBS sobre arcilla AO con el pH y la concentración inicial de surfactante (Co)

Co (mg/L)	Adsorción (%)		
	pH = 1,5	pH = 2,5	pH = 4,0
100	92,0	69,0	45,0
200	90,0	62,1	28,0
300	68,3	50,0	27,3
400	59,0	45,5	22,7

#### IV.2.4 Influencia del parámetro “R”

Se estudió la adsorción del surfactante DBS con la arcilla organofílica AO para diferentes valores del parámetro R que representa los gramos de arcilla

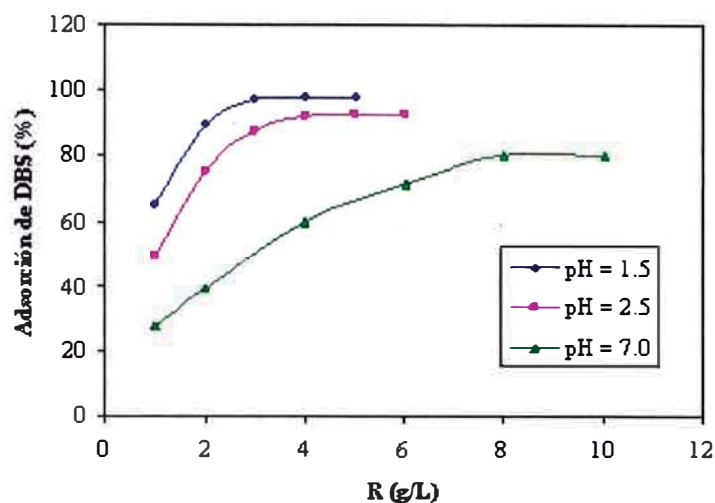
usados por litro de solución de DBS. Los ensayos de adsorción se realizaron con soluciones estándar de DBS de concentración inicial  $C_0 = 320$  mg/L (la concentración del efluente real) para tres valores de pH: 1,5; 2,5 y 7,0 (este último valor representa el pH al cual es descargado el efluente) a la temperatura de 25 °C y tiempo de contacto de 2 horas. Los resultados de estas pruebas se muestran en la Tabla IV.8. La Figura IV.32 ilustra dichos resultados.

Puede apreciarse que la adsorción es mayor cuando se incrementa el valor de R hasta llegar a un máximo a partir del cual posteriores incrementos de R no provocan un aumento significativo de la cantidad de DBS adsorbida.

A partir de estos resultados, se determinó que las mejores condiciones para la adsorción de DBS sobre la arcilla organofílica AO en sistema batch son pH = 1,5 y R = 3 g de arcilla/L solución de DBS.

**Tabla IV.8.** Variación de los porcentajes de adsorción de DBS sobre arcilla AO con los parámetros R y pH.

R (g arcilla/ L solución de DBS)	Adsorción (%)		
	pH = 1,5	pH = 2,5	pH = 7,0
1	64,7	48,9	27,8
2	89,2	75,0	38,9
3	97,2	87,5	--
4	97,3	91,9	60,0
5	--	92,5	--
6	--	92,5	71,2
7	--	--	--
8	--	--	80,0
9	--	--	--
10	--	--	80,0



**Figura IV.32.** Variación del porcentaje de adsorción de DBS sobre la arcilla organofílica AO respecto a la relación arcilla/solución (R)

### **IV.3 Adsorción del surfactante dodecilbenceno sulfonato de sodio (DBS) contenido en un efluente industrial real empleando una arcilla modificada**

El efluente utilizado contiene el surfactante aniónico DBS y fue obtenido de una empresa dedicada a la fabricación de detergentes y proviene de varias partes del proceso:

- Lubricación con agua de tuberías y equipos de bombeo de pasta neutralizada (resultado de la reacción de DBS con soda cáustica).
- Lubricación con agua de tuberías y equipos de bombeo de pasta batida (mezcla de pasta neutralizada con otros insumos como sulfato de sodio, carbonato de sodio, silicato de sodio, blanqueadores, abrillantadores, etc).
- Lavado de equipos en general.



- Limpieza de pisos.
- Drenaje de tanques de perfume y colorante.

#### IV.3.1 Caracterización del efluente

En la Tabla IV.9 se aprecia la caracterización del efluente. Esta información fue proporcionada por la empresa de cuya planta de producción se extrajo el efluente.

El efluente tiene originalmente un pH alcalino, entre 10 a 12 y es neutralizado con CO<sub>2</sub> gaseoso antes de ir a la línea de desagüe. Al momento de la recolección del efluente, éste ya estaba neutralizado. El análisis por titulación potenciométrica dio como resultado una concentración de 320 mg/L de DBS.

**Tabla IV.9.** Caracterización del efluente

<b>Componente</b>	<b>Contenido (%)</b>
Agua	85 – 95
Carbonatos	5 – 10
Surfactante DBS	5 – 8
Sulfonatos	4 – 6
Silicatos	2 – 5
Colorantes	1 – 2
Soda cáustica	1
Enzimas	0,05

#### IV.3.2 Resultados experimentales y discusión

Como se vio anteriormente, la adsorción de DBS a partir de una solución estándar de la misma concentración (320 mg/L) es óptima bajo las siguientes condiciones:

**Adsorbente: arcilla organofílica AO**

**Sistema: batch**

**pH = 1,5**

**R = 3 g arcilla / L solución DBS**

Sin embargo, dado que el efluente se compone además de DBS de otras sustancias (Tabla IV.9) que podrían actuar como interferentes en la adsorción del primero, se llevaron a cabo pruebas adicionales con dicho efluente teniendo como variables nuevamente pH y R a la temperatura de 25 °C y tiempo de contacto de 2 horas.

Manteniendo R constante e igual a 1 se hicieron pruebas de adsorción a pHs 1,5; 2,5 y 7,0 siendo este último valor, el pH del efluente al momento del muestreo en la planta industrial.

Los resultados se muestran en la Tabla IV.10. En la Figura IV.33 se grafica en forma comparativa la magnitud de la adsorción en el efluente industrial real y en una solución estándar de DBS de igual concentración.

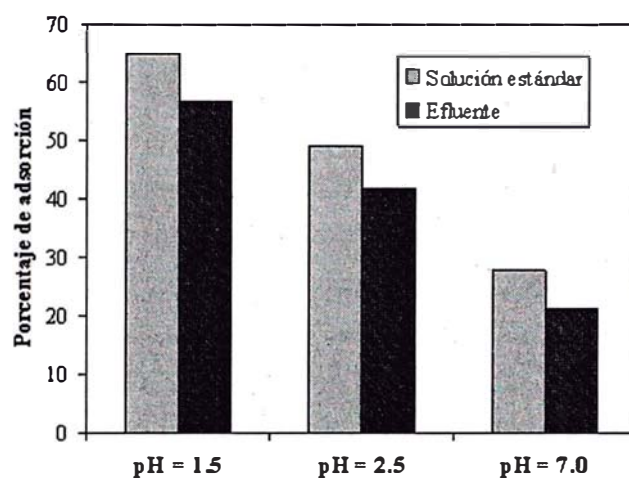
**Tabla IV.10.** Datos de adsorción de DBS a partir del efluente teniendo como variable al pH

	<b>pH = 1,5</b>	<b>pH = 2,5</b>	<b>pH = 7,0</b>
<b>Concentración inicial DBS (mg/L)</b>	320,0	320,0	320,0
<b>Concentración de equilibrio DBS (mg/L)</b>	139,2	186,5	251,8
<b>% Adsorción</b>	56,5	41,7	21,3

La presencia de interferentes en el efluente ocasionó que la adsorción de DBS fuera menor que en la solución estándar de igual concentración. Aún así, con el efluente se obtuvieron altos porcentajes de adsorción. Asimismo,

la tendencia de ésta a incrementarse con la reducción del pH se mantuvo, habiéndose obtenido el mejor resultado a  $\text{pH} = 1,5$ .

Posteriormente, el siguiente ensayo de adsorción con el efluente se realizó a  $\text{pH} 1,5$  teniendo como variable al parámetro R. La temperatura y el tiempo de contacto fueron  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  y 2 horas respectivamente. Los resultados se muestran en la Tabla IV.11.



**Figura IV.33.** Comparación de los porcentajes de adsorción de DBS a partir de una solución estándar y del efluente

A partir de estos resultados se obtuvo que las mejores condiciones para la retención de DBS del efluente con una arcilla modificada son las siguientes:

**Adsorbente: arcilla organofílica AO**

**Sistema: batch**

**$\text{pH} = 1,5$**

**$R = 5\text{ g arcilla} / \text{L efluente}$**

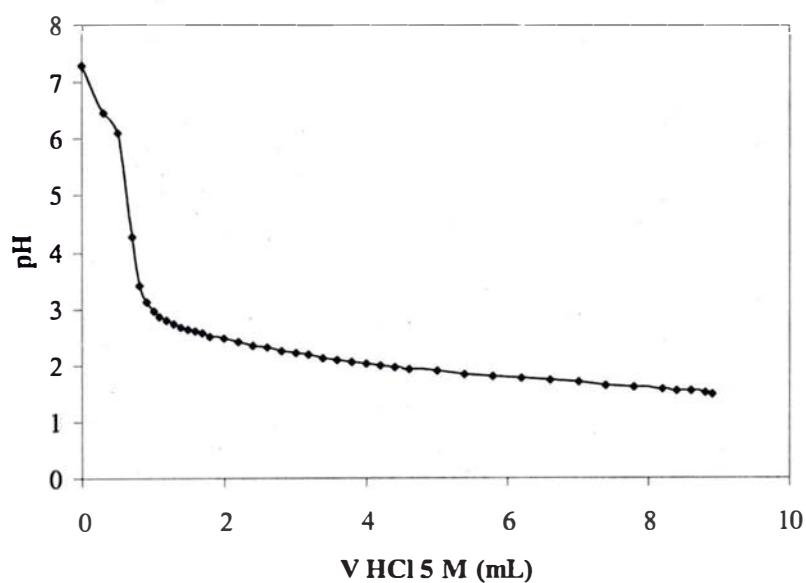
#### **Acidificación del efluente**

Al momento de la toma de muestra en planta el efluente tenía un  $\text{pH}$  de 7,0. Para fines de estudio fue acidificado empleando una solución de HCl

5 N. La curva de variación del pH con respecto al gasto de ácido para un volumen de efluente de 500 ml se muestra en la Figura IV.34.

**Tabla IV.11.** Datos de adsorción de DBS a partir del efluente a pH 1,5 teniendo como variable al parámetro R

R	% Adsorción a pH 1,5
1	56,5
2	81,2
3	90,1
4	94,6
5	97,2
6	97,4
7	97,4



**Figura IV.34.** Curva de variación del pH del efluente con la adición de HCl 5 M para un volumen de efluente de 500 mL.

**V. DISEÑO DE UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE UN  
EFLUENTE CON CONTENIDO DE SURFACTANTE DBS**

## **V. DISEÑO DE UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CON CONTENIDO DE SURFACTANTE DBS**

El efluente a tratar es recolectado en una poza subterránea donde es neutralizado una vez por semana antes de ser arrojado al desagüe. Se planea realizar el tratamiento con arcillas en el efluente ya neutralizado. El contenido de DBS en este efluente fue de 320 mg/L y el volumen a tratar, de acuerdo a información proporcionada por la empresa de donde se recogió el efluente, será de 9,35 m<sup>3</sup>/semana.

### **V.1 Etapas del proceso de tratamiento con una arcilla modificada**

#### **Acidificación del efluente**

El efluente fue recogido a pH neutro y de acuerdo a los resultados obtenidos en laboratorio, a pH 1,5 la adsorción del surfactante DBS fue mayor, para lograr esto fue necesario acidificarlo, por esta razón el volumen de efluente a tratar deberá ser bombeado a un tanque agitado donde será mezclado con ácido clorhídrico concentrado hasta alcanzar el pH deseado.

#### **Tratamiento con arcilla modificada**

Una vez que el efluente haya alcanzado el pH adecuado se pondrá en contacto con el material adsorbente, es decir, la arcilla organofílica

durante 2 horas con agitación constante a una velocidad adecuada de modo que la arcilla no sedimente. La cantidad de adsorbente a utilizar en esta operación será de  $5 \text{ kg/m}^3$  efluente y el volumen a tratar será de  $9,35 \text{ m}^3/\text{semana}$ , es decir, serán necesarios  $46,75 \text{ kg}$  de arcilla.

### **Filtración**

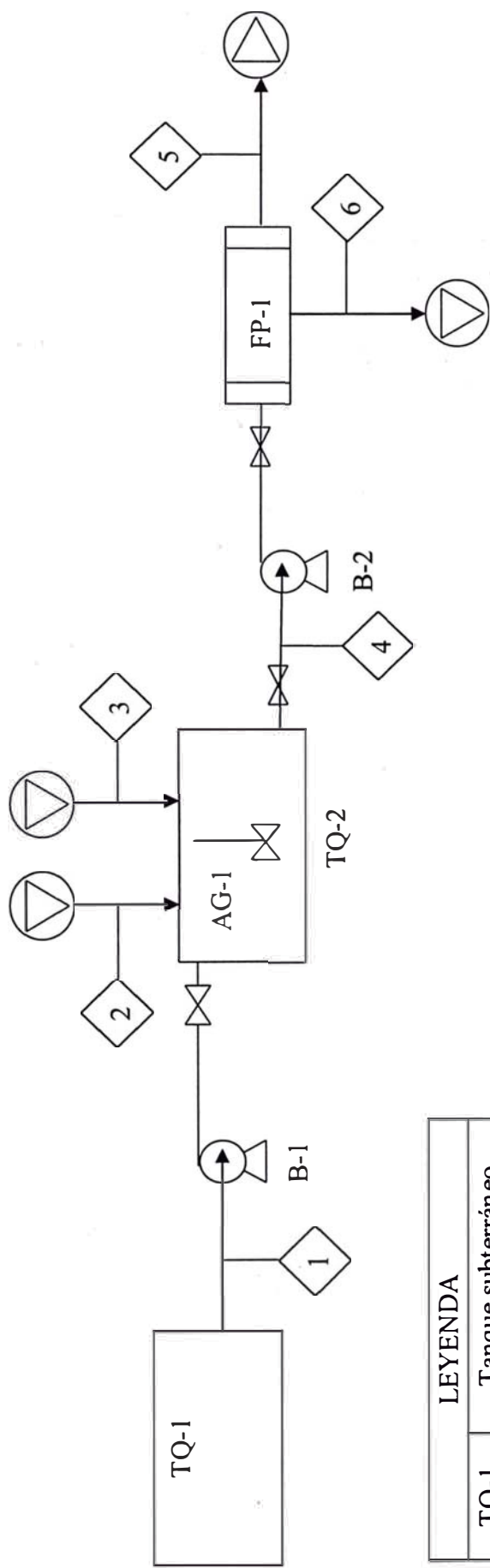
La suspensión de efluente tratado y arcilla saturada de surfactante será transportada a un filtro prensa para separar la fase sólida (arcilla) de la fase líquida (efluente). Se estima para la arcilla saturada de surfactante que saldrá de esta etapa, una humedad de  $14,99\%$  y será acopiada para su posterior tratamiento y disposición final de acuerdo a lo establecido en la Ley General de Residuos Sólidos [8]. El efluente líquido ya tratado será conducido a la línea de desagüe para ser expulsado.

Se espera que como resultado de este tratamiento se logrará reducir la concentración de surfactante DBS en el efluente hasta un valor de aproximadamente  $9 \text{ ppm}$ .

El diagrama de bloque de la planta de tratamiento del efluente se muestra en la Figura V.1 En la Tabla V.1 se tiene el balance de masa del proceso de tratamiento del efluente, donde se especifica la composición en masa de cada una de las corrientes de proceso que se indican en el diagrama de bloque.

### **V.2 Diseño de equipos**

Los cálculos para el diseño de los equipos involucrados en el proceso de tratamiento del efluente con contenido de DBS se detallan en el Anexo 4. En la Tabla V.2 se muestran las especificaciones de cada equipo.



LEYENDA	
TQ-1	Tanque subterráneo
TQ-2	Tanque de tratamiento
B-1	Bomba de alimentación
B-2	Bomba de pulpas
AG-1	Agitador
FP-1	Filtro prensa

**Figura V.1.** Diagrama de Bloque de la planta de tratamiento de efluente con contenido de DBS



**Tabla V.1.** Balance de masa del proceso de tratamiento de efluente con contenido de DBS

Componentes	Alimentación de efluente	Alimentación de ácido	Alimentación de arcilla	Lodo tratado	Efluente tratado	Lodo concentrado
	1	2	3	4	5	6
Efluente, kg	9 321,95	0	0	9 319,24	9 310,60	8,64
Acido clorhídrico, kg	0	82,56	0	82,56	82,48	0,08
Arcilla organofílica, kg	0	0	46,75	49,46	0	49,46
<b>TOTAL, kg</b>	<b>9 321,95</b>	<b>82,56</b>	<b>46,75</b>	<b>9 451,26</b>	<b>9 393,08</b>	<b>58,18</b>
<b>Líquidos, %</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>0</b>	<b>99,48</b>	<b>100,00</b>	<b>14,99</b>
<b>Sólidos, %</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>100,00</b>	<b>0,52</b>	<b>0</b>	<b>85,01</b>

Tabla V.2. Lista de equipos y sus especificaciones

Identificación del equipo	Tanque	Agitador	Bombas		Equipo de filtración
Código	TQ-2	AG-1	B-1	B-2	FP-1
Nombre	Tanque de tratamiento	Agitador	Bomba de alimentación	Bomba de pulpas	Filtro prensa
<b>Corrientes de proceso</b>					
Número de corriente	1	1	1	4	4
Nombre	Alimentación de efluente	Alimentación de efluente	Alimentación de efluente	Lodo tratado	Lodo tratado
<b>Dimensiones</b>					
Altura útil, m	3,00				
Diámetro, m	2,00	0,67			
Area, m <sup>2</sup>					6
Volumen, m <sup>3</sup>	9,44				1,0
Potencia, HP		2,0	1,0	1,5	7,4
Orientación	vertical	vertical	horizontal	horizontal	horizontal

Tabla V.2 (continuación). Lista de equipos y sus especificaciones

Identificación del equipo	Tanque	Agitador	Bombas		Equipo de filtración
			B-1	B-2	
Código	TQ-2	AG-1	Bomba de alimentación	Bomba de pulpas	FP-1
Nombre	Tanque de tratamiento	Agitador			Filtro prensa
Presión de entrada, bar	1,01		0,68	1,25	12,00
Presión de salida, bar	1,23		1,64	12,03	1,01
Material	acero SAE/AISI 316L	acero inoxidable	hierro fundido	acero inoxidable	
Otras especificaciones	e = 3/16" Forma cilíndrica Número de deflectores = 4	Tipo. turbina abierta de seis palas inclinadas 45°	bomba centrífuga	bomba de diafragma	Número de placas = 7

**VI. EVALUACION ECONOMICA DE LA INSTALACION Y  
OPERACIÓN DE UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE UN  
EFLUENTE CON CONTENIDO DE SURFACTANTE DBS  
EMPLEANDO UNA ARCILLA ORGANOFILICA**

## **VI. EVALUACION ECONOMICA DE LA INSTALACION Y OPERACIÓN DE UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CON CONTENIDO DE SURFACTANTE DBS EMPLEANDO UNA ARCILLA ORGANOFILICA**

La evaluación económica estará centrada en la instalación y operación de una planta de tratamiento del efluente con contenido de surfactante DBS. Dentro de esta evaluación se considerarán dos casos:

- a) Proyecto “A”: La planta de tratamiento opera utilizando una arcilla organofílica de similares características a la arcilla “AO” preparada en laboratorio, adquirida en el mercado local.
  
- b) Proyecto “B”: Una vez instalada y operativa la planta de tratamiento del efluente, se plantea producir la arcilla organofílica “AO” que luego se empleará en el tratamiento, en lugar de comprarla, para lo cual se requieren nuevos equipos y se aprovechan los que ya se tienen, variando algunos parámetros de funcionamiento.

### **VI.1 Desarrollo del Proyecto “A”**

#### **VI.1.1 Cálculo del costo de tratamiento del efluente**

##### **VI.1.1.1 Cálculo del costo de capital**

El costo de capital se ha calculado tomando como referencia los índices de costo Chemical Engineering Plant Cost Index (CEPCI) actualizados hasta febrero del año 2010 (Anexo 7).

El cálculo de los factores de presión, material y base módulo simple real se ha realizado empleando las gráficas de costos de equipos reportadas por Ulrich [Ulrich, 1986].

El capital en Perú resulta de multiplicar el Capital Básico por un factor igual a 1,3; que es el promedio de los valores de los aranceles de Aduanas aplicados a equipos industriales.

El cálculo del Costo de Capital para una planta con una capacidad de tratamiento de 448,8 m<sup>3</sup> de efluente/año (9,35 m<sup>3</sup> de efluente/semana) se muestra en la Tabla VI.1.

Tabla VI.1. Costo de Capital, Proyecto "A"

EQUIPO	Código	Especificaciones de capacidad o dimensión	Costo de adquisición (US\$)	Factor presión	Factor material	Factor base módulo simple real	Costo módulo simple real (US\$)	Total (US\$)
<b>Tanques</b>		<b>V (m<sup>3</sup>)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
Tanque de tratamiento	TQ-2	9,44	28 584,08	1,3	4,0	11,2	320 141,70	320 141,70
<b>Agitador</b>		<b>Potencia (HP)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
Agitador	AG-1	2,0	7 146,02	n.a.	n.a.	2,5	17 865,05	17 865,05
<b>Bombas</b>		<b>Potencia (HP)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
Bomba centrífuga	B-1	1,0	5 716,82	1,0	1,0	3,5	20 008,87	
Bomba de pulpas	B-2	1,5	8 166,88	1,0	2,0	4,5	36 750,96	56 759,83
<b>Filtro prensa</b>		<b>Area (m<sup>2</sup>)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
Filtro prensa	FP-1	6,0	10 616,94	n.a.	n.a.	2,8	29 727,43	29 727,43
							<b>TOTAL</b>	<b>424 494,01</b>

n.a.: no aplica

**Tabla VI.1 (continuación). Costo de Capital, Proyecto "A"**

<b>Costo total modulo simple real</b>	<b><math>C_{TBM}</math></b>	<b>424 494,01</b>
<b>Imprevistos y Honorarios</b>	<b><math>0,18 * C_{TBM}</math></b>	<b>76 408,92</b>
<b>Costo de Módulo Total</b>	<b><math>C_{TM}</math></b>	<b>500 902,93</b>
<b>Instalaciones Auxiliares</b>	<b><math>0,3 * C_{TM}</math></b>	<b>150 270,88</b>
<b>Capital Básico</b>	<b><math>C_{GR}</math></b>	<b>651 173,81</b>
	<b>Capital en Perú US\$</b>	<b>846 525,95</b>



### VI.1.1.2 Cálculo del costo de operación

#### Costo de materia prima y servicios

**Tabla VI.2.** Costo de materia prima, Proyecto “A”

NOMBRE	CONSUMO		PRECIO		COSTO TOTAL (US\$/año)
Arcilla organofílica	2 244,00	kg/año	4,76	US\$/kg	10 681,44
Acido clorhídrico	3 962,88	kg/año	4,15	US\$/kg	16 445,95
<b>TOTAL</b>					<b>27 127,39</b>

Fuentes: Química Anders S.A.C., Aduanas 2009

**Tabla VI.3.** Costo de servicios, Proyecto “A”

NOMBRE	CONSUMO		PRECIO		COSTO TOTAL (US\$/año)
Agua industrial	679,71	m <sup>3</sup> /año	1,79	US\$/m <sup>3</sup>	1 216,68
Energía eléctrica	2 936,64	Kw-h/año	0,12	US\$/Kw-h	352,40
<b>TOTAL</b>					<b>1 569,08</b>

Fuente: Osinerg, Sedapal

#### Costo de mano de obra

El número de operarios necesarios para el manejo de los equipos involucrados en el proceso se ha calculado de acuerdo a lo sugerido por Ulrich [Ulrich, 1986]. El proceso de tratamiento del efluente requerirá dos turnos de trabajo de 8 horas cada uno con dos operarios en el primer turno y un operario en el segundo turno.

**Tabla VI.4.** Número de operarios por turno, Proyecto “A”

<b>Tipo de Equipo Genérico</b>	<b>Operadores por unidad por turno</b>	<b>Nro de Equipos</b>	<b>Nro de operadores por turno</b>
Mezcladores	0,3	1	0,3
Bombas	0	2	0
Separadores de placa y cuadro	1	1	1

\* Fuente: Ulrich, 1986, “Necesidades de operadores para diversos tipo de equipo de proceso”

**Tabla VI.5.** Sueldo de los operarios

<b>Concepto</b>	<b>US\$/Mes</b>	<b>US\$/Año</b>
Sueldo Bruto	169,49	2 033,88
Beneficios (60%)	101,69	1 220,28
<b>Sueldo Neto</b>	<b>271,18</b>	<b>3 254,16</b>

**Tabla VI.6.** Costo de mano de obra, Proyecto “A”

<b>Turno</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
Nro Obreros por turno	2	1
Sueldo (US\$/año)	3 254,16	3 254,16
<b>Costo neto (US\$/año)</b>	<b>6 508,32</b>	<b>3 254,16</b>
<b>Costo total (US\$/año)</b>	<b>9 762,48</b>	

El costo de operación corresponde a una planta con una capacidad de tratamiento de 448,8 m<sup>3</sup> de efluente/año. Los costos directos e indirectos de la Tabla VI.7 se calcularon se acuerdo a lo sugerido por Ulrich [Ulrich, 1986].

El Capital Fijo es el llamado Capital en Perú (Tabla VI.1).

Los suministros de operaciones están referidos a los materiales necesarios para las tareas de mantenimiento y otras (lubricantes, suministros de seguridad, etc).

Los cargos de laboratorio se refieren a los costos involucrados en las pruebas de control de calidad y análisis químicos necesarios para verificar los resultados del proceso (análisis periódico de DBS en el efluente tratado).

Dentro de los costos indirectos se está considerando los impuestos locales y seguros cuyo valor asciende a 1,4 % del capital fijo.

La depreciación se considera lineal y su valor es de 10 % del capital fijo.

**Tabla VI.7. Costo de Operaciones, Proyecto “A”**

Capacidad de tratamiento: 448,8 m<sup>3</sup>/año

Capital Fijo, C<sub>FC</sub> (US\$) 846 525,95  
 Capital de trabajo 20% C<sub>FC</sub> (US\$) 169 305,19  
 Inversión de capital total, C<sub>TC</sub> (US\$) 1 015 831,14

COSTOS		US\$/Año	US\$/m <sup>3</sup>
<b>Gastos de fabricación</b>			
<b>Directos</b>			
<b>Materias primas</b>			
Arcilla organofílica	10 681,44	23,80	
Acido clorhídrico	16 445,95	36,64	
<b>Mano de obra</b>			
Mano de obra operaciones	9 762,48	21,75	
Supervisión y mano de obra de oficina (10% mano obra operación)	976,25	2,18	
<b>Servicios</b>			
Agua industrial	1 216,82	2,71	
Energía eléctrica	352,40	0,79	

**Tabla VI.7 (continuación). Costo de Operaciones, Proyecto “A”**

Mantenimiento y Reparaciones (10% de capital fijo)					84 652,60				188,62
Suministros de operación (10% de mant. y reparaciones)					8 465,26				18,86
Cargos de laboratorio					9 600,00				21,39
				<b>TOTAL</b>	<b>142 153,20</b>			<b>142 153,20</b>	<b>316,74</b>
<b>Indirectos</b>									
Generales (5% de gastos directos)					7 107,66				15,83
Impuestos locales (1% del capital fijo)					8 465,26				18,86
Seguros (0,4% capital fijo)					3 386,10				7,54
				<b>TOTAL</b>	<b>18 959,02</b>			<b>18 959,02</b>	<b>42,24</b>
Gasto de operación total (no incluye depreciación)								<b>161 112,22</b>	<b>358,98</b>
Depreciación (Lineal)								84 652,60	188,62
<b>Gastos generales</b>									
Costos Administrativos (2,5% de gastos generales)					1 776,92				3,96
				<b>TOTAL</b>	<b>1 776,92</b>			<b>1 776,92</b>	<b>3,96</b>
<b>Gasto total</b>								<b>247 541,74</b>	<b>551,56</b>

## **VI.2 Desarrollo del Proyecto “B”**

### **VI.2.1 Consideraciones previas respecto al diseño de equipos**

Para la producción de la arcilla organofílica se emplearán básicamente los mismos equipos que para el tratamiento del efluente, excepto el agitador, el cual se cambiará por uno de mayor potencia. Adicionalmente, será necesario adquirir un par de equipos más, un horno y un molino de bolas, que servirán para el secado y la molienda respectivamente, de la arcilla producida.

Para la producción de arcilla organofílica se deberá realizar el intercambio catiónico entre la arcilla natural y la sal de amonio HDTMA, el cual consistirá en mantener agitada una suspensión de la arcilla y añadir la sal de amonio manteniendo la agitación. Para ello se empleará el tanque agitado TQ-2 (Figura VI.1). Posteriormente, este lodo formado será conducido al filtro prensa FP-1, donde se separará la arcilla organofílica que será devuelta al tanque para ser lavada. Después de este paso, la arcilla organofílica se vuelve separar por filtración y será llevada a un horno de secado para luego ser pulverizada en un molino de bolas hasta obtener el tamaño promedio de partícula de 0,24 mm.

Los cálculos para el diseño de los equipos involucrados en el proceso de producción de arcilla organofílica se detallan en el Anexo 4. Los principales parámetros de diseño y de operación de los equipos se muestran en la Tabla VI.8.

**Tabla VI.8.** Lista de equipos para la producción de arcilla organofílica y sus especificaciones

Identificación del equipo	Tanque	Agitador	Bombas		Equipo de filtración	Horno	Molino
Código	TQ-2	AG-1	B-1	B-2	FP-1		
Nombre	Tanque de tratamiento	Agitador	Bomba de alimentación	Bomba de pulpas	Filtro prensa	Horno de secado	Molino de bolas
<b>Dimensiones</b>							
Altura, m	3,00						
Diámetro, m	2,00	0,67					
Area, m <sup>2</sup>					6		
Volumen, m <sup>3</sup>	9,44				1,0	0,04	0,04
Potencia, HP		2,5	1,0	1,5	7,4	1,6	1,5
Orientación	vertical	vertical	horizontal	horizontal	horizontal	horizontal	horizontal
Presión de entrada, bar	1,01		0,68	1,25	12,00	1,01	1,01
Presión de salida, bar	1,23		1,64	12,03	1,01	1,01	1,01
Material	acero SAE/AISI 316L	acero inoxidable	hierro fundido	acero inoxidable			
Otras especificaciones	e = 3/16" Forma cilíndrica Número de deflectores = 4	Tipo: turbina abierta de seis palas inclinadas 45°	bomba centrífuga	bomba de diafragma	Número de placas= 7		

## **VI.2.2 Cálculo del costo producción de arcilla organofílica y tratamiento del efluente**

### **VI.2.2.1 Cálculo del costo de capital**

El costo de capital se ha calculado en base a los equipos mencionados en la Tabla VI.8, tomando como referencia los índices de costo Chemical Engineering Plant Cost Index (CEPCI) actualizados hasta febrero del año 2010 (Anexo 7).

El cálculo de los factores de presión, material y base módulo simple real se ha realizado empleando las gráficas de costos de equipos reportadas por Ulrich [Ulrich, 1986].

El capital en Perú resulta de multiplicar el Capital Básico por un factor igual a 1,3, que es el promedio de los valores de los aranceles de Aduanas aplicados a equipos industriales.

El cálculo del Costo de Capital para una planta con una capacidad de producción de 2 244 kg de arcilla organofílica /año y de tratamiento de 448,8 m<sup>3</sup> de efluente / año se muestra en la Tabla VI.9.



Tabla VI.9. Costo de Capital, Proyecto “B”

EQUIPO	Código	Especificaciones de capacidad o dimensión	Costo de adquisición (US\$)	Factor presión	Factor material	Factor base módulo simple real	Costo módulo simple real (US\$)	Total (US\$)
		<b>Volumen (m<sup>3</sup>)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
Tanque de tratamiento	TQ-2	9,44	28 584,08	1,3	4,0	11,2	320 141,70	320 141,70
		<b>Potencia (HP)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
<b>Agitador</b>		2,5	7 962,71	n.a.	n.a.	2,5	19 906,77	19 906,77
		<b>Potencia (HP)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
<b>Bombas</b>		1,0	5 716,82	1,0	1,0	3,5	20 008,87	
Bomba centrífuga	B-1	1,5	8 166,88	1,0	2,0	4,5	36 750,96	56 759,83
Bomba de pulpas	B-2							
		<b>Area (m<sup>2</sup>)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
<b>Filtro prensa</b>		6,00	10 616,94	n.a.	n.a.	2,8	29 727,43	29 727,43
Filtro prensa	FP-1							

n.a.: no aplica

Tabla VI.9 (continuación). Costo de Capital, Proyecto “B”

EQUIPO	Código	Especificaciones de capacidad o dimensión	Costo de adquisición (US\$)	Factor presión	Factor material	Factor base módulo simple real	Costo módulo simple real (US\$)	Total (US\$)
<b>Horno</b>		<b>Volumen (L)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
Horno se secado		40,0	3 062,58	n.a.	n.a.	1,5	4 593,87	4 593,87
<b>Molino</b>		<b>Volumen (L)</b>		<b>F<sub>P</sub></b>	<b>F<sub>M</sub></b>	<b>F<sub>BM</sub></b>	<b>C<sub>BM</sub></b>	
Molino de bolas		40,0	1 225,03	n.a.	n.a.	2,8	3 430,08	3 430,08
							<b>TOTAL</b>	<b>434 559,68</b>

n.a.: no aplica

**Tabla VI.9 (continuación). Costo de Capital, Proyecto “B”**

<b>Costo total modulo simple real</b>	<b>C<sub>TBM</sub></b>	<b>434 559,68</b>
<b>Imprevistos y Honorarios</b>	<b>0,18 * C<sub>TBM</sub></b>	<b>78 220,74</b>
<b>Costo de Módulo Total</b>	<b>C<sub>TM</sub></b>	<b>512 780,42</b>
<b>Instalaciones Auxiliares</b>	<b>0,3 * C<sub>TM</sub></b>	<b>153 834,13</b>
<b>Capital Básico</b>	<b>C<sub>GR</sub></b>	<b>666 614,55</b>
	<b>Capital en Perú US\$</b>	<b>866 598,92</b>

### VI.1.1.2 Cálculo del costo de operación

#### Costo de materia prima y servicios

**Tabla VI.10.** Costo de materia prima, Proyecto “B”

NOMBRE	CONSUMO		PRECIO		COSTO TOTAL (US\$/año)
Arcilla bentonita natural AN	3 141,60	kg/año	0,26	US\$/kg	816,82
Bromuro de hexadeciltrimetil amonio (HDTMA)	596,90	kg/año	1,54	US\$/kg	919,23
Acido clorhídrico	3 962,88	kg/año	4,15	US\$/kg	16 445,95
<b>TOTAL</b>					<b>18 182,00</b>

Fuente: Agregados Calcáreos S.A., Aduanas 2009

**Tabla VI.11.** Costo de servicios, Proyecto “B”

NOMBRE	CONSUMO		PRECIO		COSTO TOTAL (US\$/año)
Agua industrial	773,96	m <sup>3</sup> /año	1,79	US\$/m <sup>3</sup>	1 385,39
Agua desionizada	628,32	m <sup>3</sup> /año	2,50	US\$/m <sup>3</sup>	1 570,80
Energía eléctrica	7 883,55	Kw-h/año	0,12	US\$/Kw-h	946,03
<b>TOTAL</b>					<b>3 902,22</b>

Fuente: Osinerg, Sedapal

#### Costo de mano de obra

El número de operarios necesarios según los equipos a emplearse en este caso, se ha calculado de acuerdo a lo sugerido por Ulrich [Ulrich, 1986] (Tabla VI.12). Los procesos de producción de arcilla organofílica y tratamiento del efluente requieren de seis turnos de trabajo de 8 horas con

un número variable de operarios según Tabla VI.13. El sueldo de los operarios de indica en la Tabla VI.5.

**Tabla VI.12.** Número de operarios por turno, Proyecto “B”

Tipo de Equipo Genérico	Operadores por unidad por turno	Nro de Equipos	Nro de operadores por turno
Mezcladores	0,3	1	0,3
Bombas	0	2	0
Separadores de placa y cuadro	1	1	1
Horno	0,5	1	0,5
Molino	0,5	1	0,5

\* Fuente: Ulrich, 1986, “Necesidades de operadores para diversos tipo de equipo de proceso”

**Tabla VI.13.** Costo de mano de obra, Proyecto “B”

Turno	1	2	3	4	5	6
Nro Obreros por turno	1	1	1	2	2	1
Sueldo (US\$/año)	3 254,16	3 254,16	3 254,16	3 254,16	3 254,16	3 254,16
Costo neto (US\$/año)	3 254,16	3 254,16	3 254,16	3 254,16	3 254,16	3 254,16
Costo total (US\$/año)	26 033,28					

El costo de operación corresponde a una planta con una capacidad para la producción de 2 244 kg de arcilla organofílica/año y de tratamiento de 448,8 m<sup>3</sup> de efluente/año. Los costos directos e indirectos de la Tabla VI.14 se calcularon se acuerdo a lo sugerido por Ulrich [Ulrich, 1986].

El Capital Fijo es el llamado Capital en Perú (Tabla VI.9).

Las consideraciones en cuanto a los costos de mantenimiento y reparaciones y suministros de operación son las mismas que para el Proyecto “A”.

Los cargos de laboratorio se refieren a los costos involucrados en las pruebas de control de calidad y análisis químicos que serían necesarios para verificar los resultados tanto del proceso de producción de arcilla organofílica como del tratamiento del efluente.

Así como en el Proyecto "A", aquí también se considera como impuestos locales y seguros un porcentaje de 1,4 % del capital fijo.

La depreciación se considera lineal y su valor es de 10 % del capital fijo.

**Tabla VI.14. Costo de Operaciones, Proyecto "B"**

Capacidad de tratamiento: 448,8 m<sup>3</sup>/año

Capital Fijo, C<sub>FC</sub> (US\$) 866 598,92

Capital de trabajo 20% C<sub>FC</sub> (US\$) 173 319,78

Inversión de capital total, C<sub>TC</sub> (US\$) 1 039 918,70

COSTOS		US\$/Año	US\$/m <sup>3</sup>
<b>Gastos de fabricación</b>			
<b>Directos</b>			
<b>Materias primas</b>			
Arcilla natural	8 16,82	1,82	
Bromuro de hexadecil trimetil amonio (HDTMA)	9 19,23	2,05	
Acido clorhidrico	16 445,95	36,64	
<b>Mano de obra</b>			
Mano de obra operaciones	26 033,68	58,01	
Supervisión y mano de obra de obra de oficina (10% de mano obra operación)	2 603,36	5,80	
<b>Servicios</b>			
Agua industrial	1 385,39	3,09	
Agua desionizada	1 570,80	3,50	
Energía eléctrica	946,03	2,11	

**Tabla VI.14 (continuación). Costo de Operaciones**

Mantenimiento y Reparaciones (10% de capital fijo)		86 659,89			193,09
Suministros de operación (10% de mant. y reparaciones)		8 665,98			19,31
Cargos de laboratorio		19 200,00			42,78
	<b>TOTAL</b>	<b>165 247,13</b>		<b>165 247,13</b>	<b>368,20</b>
<b>Indirectos</b>					
Generales (5% de gastos directos)		8 262,36			18,41
Impuestos locales (1% del capital fijo)		8 665,99			19,31
Seguros (0,4% capital fijo)		3 466,40			7,72
	<b>TOTAL</b>	<b>20 394,75</b>		<b>20 394,75</b>	<b>45,44</b>
Gasto de operación total (no incluye depreciación)				<b>185 641,88</b>	<b>413,64</b>
Depreciación (Lineal)				86 659,89	193,09
<b>Gastos generales</b>					
Costos Administrativos (25% de gastos generales)		2 065,59			4,60
	<b>TOTAL</b>	<b>2 065,59</b>		<b>2 065,59</b>	<b>4,60</b>
<b>Gasto total</b>				<b>274 367,36</b>	<b>611,34</b>



### **VI.3 Evaluación de la inversión**

La idea de producir la arcilla organofílica necesaria para el tratamiento del efluente (Proyecto “B”) en lugar de comprarla (Proyecto “A”) surge como una alternativa para la reducción del costo de este tratamiento ya que, las materias primas principales para la producción de arcilla organofílica, es decir, la arcilla natural y la sal de amonio HDTMA, tienen en conjunto un costo significativamente menor que el de la arcilla organofílica del Proyecto “A”. Sin embargo, la puesta en marcha de esta planta de producción supone costos adicionales en servicios, mano de obra, compra e instalación de equipos y, por supuesto, la puesta en marcha y operación de los mismos.

La mejor alternativa se ha considerado aquella que generaría el menor costo de tratamiento por metro cúbico de efluente. Con la finalidad de saber si la alternativa de producir la arcilla organofílica era más conveniente que comprarla, se calcularon los indicadores financieros, tales como Valor Presente Neto (VPN), el Índice del Valor Presente (IVP) y la Relación Beneficio Costo (B/C), para lo cual se elaboraron los estados financieros para un horizonte de planeamiento de 10 años, empleando los diferenciales de los costos del tratamiento con arcilla organofílica producida en planta respecto a los costos del tratamiento con arcilla organofílica comprada (Tabla VI.15), considerando el ahorro en materias primas como un ingreso. Los valores de la Tabla VI.15 han sido copiados de las Tablas de Costo de Operación de cada proyecto (Tablas VI.7 y VI.14).

Las Tablas VI.16 y VI.17 corresponden al Estado de Ganancias y Pérdidas y al Flujo de Caja respectivamente.

Las Tablas VI.18, VI.19 y VI.20 corresponden a los indicadores financieros: Valor Presente Neto (VPN), Índice del Valor Presente (IVP) y Relación Beneficio Costo (B/C) respectivamente. La Figura VI.1 muestra

el gráfico de Tiempo de Recuperación de la Inversión. Los números entre paréntesis son negativos.

**Tabla VI.15.** Datos para la elaboración de los Estados Financieros

<b>Rubros</b>	<b>Proyecto "B"</b>	<b>Proyecto "A"</b>	<b>Diferencia (B-A)</b>
<b>Inversión en Capital Fijo, US\$</b>	866 598,92	846 525,95	<b>20 072,97</b>
<b>Inversión en Capital de Trabajo, US\$</b>	173 319,78	169 305,19	<b>4 014,59</b>
<b>Costo de materia prima, US\$</b>	18 182,00	27 127,39	<b>(8 945,39)</b>
<b>Costos de Producción (Variables y Fijos), US\$</b>	167 459,88	133 984,83	<b>33 475,05</b>
<b>Gastos administrativos, US\$</b>	2 065,59	1 776,92	<b>288,67</b>
<b>Depreciación, US\$</b>	86 659,89	84 652,60	<b>2 007,29</b>



**Tabla VI.17. Flujo de Caja – Evaluación económica (US\$ del año 0)**

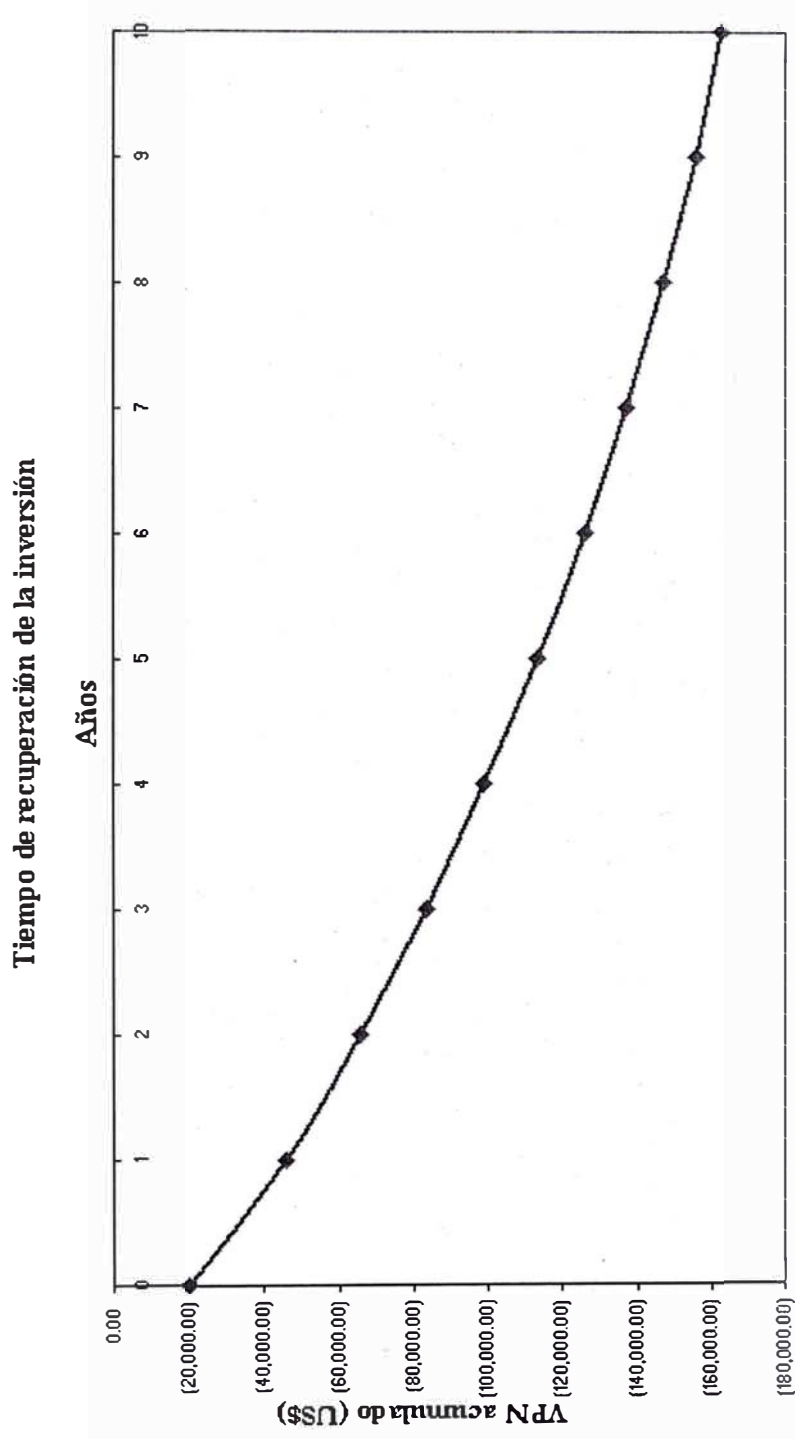
Rubros	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Inversión											
Capital Fijo	20 075,97										0,00
Δ capital de trabajo		4 014,59	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	(4 014,59)
Total inversión	20 075,97	4 014,59	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	(4 014,59)
Utilidad Neta		(26 825,62)	(26 825,62)	(26 825,62)	(26 825,62)	(26 825,62)	(26 825,62)	(26 825,62)	(26 825,62)	(26 825,62)	(26 825,62)
Depreciación		2 007,29	2 007,29	2 007,29	2 007,29	2 007,29	2 007,29	2 007,29	2 007,29	2 007,29	2 007,29
Flujo Neto de Fondos	(20 075,97)	(28 832,92)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(20 803,74)

**Tabla VI.18. Indicadores Financieros: Valor Presente Neto (VPN)**

Tasa de Descuento = 12,00%

US\$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
FNF Económicos (año 0)	(20 075,97)	(28 832,92)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(20 803,74)
VP	(20 075,97)	(25 743,68)	(19 785,02)	(17 665,20)	(15 772,50)	(14 082,59)	(12 573,74)	(11 226,55)	(10 023,71)	(8 949,74)	(6 698,25)
VPN ACUMULADO	(20 075,97)	(45 819,65)	(65 604,67)	(83 269,87)	(99 042,37)	(113 124,96)	(125 698,70)	(136 925,25)	(146 948,96)	(155 898,70)	(162 596,95)

VPN<sub>0,12%</sub> (162 596,95)



**Figura VI.1.** Tiempo de recuperación de la inversión

**Tabla VI.19. Indicadores Financieros: Índice de Valor Presente (IVP)**

US\$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
<b>FNF Económicos (año 0)</b>	(20 075,97)	(28 832,92)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(20 803,74)
<b>VP</b>	(20 075,97)	(25 743,68)	(19 785,02)	(17 665,20)	(15 772,50)	(14 082,59)	(12 573,74)	(11 226,55)	(10 023,71)	(8 949,74)	(6 698,25)
<b>INVERSIÓN (año 0)</b>	20 075,97	4 014,59	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	(4 014,59)
<b>VP INVERSION</b>	20 075,97	3 584,46	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	(1 292,59)

<b>IVP<sub>0,12%</sub></b>	<b>(7,27)</b>
----------------------------	---------------

**Tabla VI.20. Indicadores Financieros: Relación Beneficio Costo (B/C)**

US\$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
<b>FNF Económicos (año 0)</b>	(20 075,97)	(28 832,92)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(24 818,33)	(20 803,74)
<b>VP</b>	(20 075,97)	(25 743,68)	(19 785,02)	(17 665,20)	(15 772,50)	(14 082,59)	(12 573,74)	(11 226,55)	(10 023,71)	(8 949,74)	(6 698,25)
<b>BENEFICIOS (año 0)</b>	0,00	8 945,39	8 945,39	8 945,39	8,945,39	8 945,39	8 945,39	8 945,39	8 945,39	8 945,39	8 945,39
<b>VP BENEFICIOS</b>	0,00	7 986,96	7 131,21	6 367,15	5 684,96	5 075,85	4 532,01	4 046,44	3 612,89	3 225,80	2 880,18
<b>COSTOS (año 0)</b>	20 075,97	37 778,31	33 763,72	33 763,72	33 763,72	33 763,72	33 763,72	33 763,72	33 763,72	33 763,72	29 749,13
<b>VP COSTOS</b>	20 075,97	33 730,64	26 916,23	24 032,35	21 457,46	19 158,44	17 105,75	15 272,99	13 636,60	12 175,54	9 578,43

<b>B/C<sub>0,12%</sub></b>	<b>0,24</b>
----------------------------	-------------

El Valor Presente Neto (VPN) es la suma actualizada con la tasa de descuento de los Flujos Netos de Fondos (FNF) de todo el horizonte de planeamiento. El valor del VPN indica la magnitud del incremento o reducción de los fondos de un proyecto. Para que un proyecto sea rentable, el valor del FNF debe ser mayor a cero.

De acuerdo a lo indicado en la Tabla VI.18, el VPN resultante de desarrollar durante 10 años el Proyecto "B" es US\$ (162 596,95), es decir, de implementarse este proyecto, se generaría una pérdida monetaria equivalente a dicha cantidad.

Con los valores de VPN acumulado se elaboró el gráfico Tiempo de Recuperación de la Inversión que se muestra en la Figura VI.1. En este gráfico se aprecia claramente que la pérdida generada por el Proyecto "B" sería sostenida en todo el horizonte de planeamiento no habiendo en ningún momento una recuperación de la inversión.

El Índice del Valor Presente (IVP) es la relación del VPN y el Valor Presente de las Inversiones (VPInv). El IVP indica cuanto dinero ingresa o se pierde por cada unidad monetaria de inversión. Para que un proyecto sea rentable, el valor del IVP debe ser mayor a cero. El valor del IVP mostrado en la Tabla VI.19 indica que por cada dólar de inversión en el Proyecto "B", se pierden US\$ 7,27 y que bajo este criterio, este proyecto no es rentable.

La relación Beneficio Costo (B/C) es la relación del valor presente de los ingresos y los costos. Representa el dinero que ingresa al proyecto (en este caso, que se ahorra) por cada unidad monetaria de egreso. Para que un proyecto sea rentable, la relación B/C debe ser mayor a 1. El valor de la relación B/C resultante para el Proyecto "B" es 0,24 (Tabla VI.20), lo cual quiere decir que lo que se gasta en el desarrollo de este proyecto es más de lo que se ahorra, en una proporción de 100:24, por lo tanto, este proyecto no es rentable.

Como resultado de la evaluación de la inversión en el “Proyecto B”, se puede decir que ésta no es conveniente ya que generaría pérdidas, durante todo el período de planeamiento de 10 años, por un valor total de US\$ 162 596,95 (valor presente), ya que el costo de la inversión en equipos y en la operación de los mismos no es compensado por el ahorro en materia prima. La alternativa adecuada es optar por el “Proyecto A”, el tratamiento del efluente empleando una arcilla organofílica de similares características a aquella obtenida en laboratorio, adquirida en el mercado local.



## **VII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

## VII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### VII.1 CONCLUSIONES

1. Con diferentes tratamientos químicos: pilaramiento con hidroxitaciones de aluminio y circonio, activación termoácida e intercambio catiónico con una sal de amonio cuaternario, se logró en todos los casos, aumentar la capacidad de adsorción de la bentonita natural hacia el surfactante DBS.
2. La arcilla modificada con la que se obtuvieron los mejores resultados de adsorción del surfactante DBS, fue la arcilla organofílica (aquella tratada por intercambio con una sal de amonio cuaternario), la máxima capacidad de adsorción fue de 69% para una concentración inicial de 100mg<sub>DBS</sub>/L. Este comportamiento se atribuyó a que el material, al tener un medio orgánico que actúa por un proceso de partición, permitió que la cantidad de moléculas susceptibles de ser retenidas fuera mayor.
3. Con la arcilla organofílica, la adsorción del surfactante DBS se favoreció siempre en medio ácido (pH= 1,5), la máxima adsorción fue de 92% para una concentración de 100mg DBS/L. En tanto que el porcentaje de adsorción decreció a medida que aumentó la

concentración inicial de DBS y se incrementó el pH, el valor más bajo fue de 22% a pH=4 y con una concentración de 400mg DBS/L

4. La adsorción del surfactante DBS fue mayor cuando se incrementó el valor del parámetro R (gramos de arcilla usado por litro de solución de DBS) hasta llegar a un máximo de adsorción entre 90 y 100 %, para un R = 3 g de arcilla/L, utilizando soluciones estándar de DBS a la concentración inicial de 320 mg/L.
5. Las condiciones óptimas de adsorción del surfactante DBS contenido en un efluente industrial, sobre la arcilla organofílica fueron: pH = 1,5 y R = 5 g de arcilla/L de efluente.
6. El valor de la inversión requerida para la instalación y operación de una planta piloto para el tratamiento de un efluente conteniendo DBS, empleando una arcilla organofílica adquirida en el mercado local y de similares características a aquella desarrollada en laboratorio, asciende a US\$ 1 015 831,14 en capital total y US\$ 247 541,74 en costo de operación anual.
7. La producción de arcilla organofílica a escala piloto, de acuerdo a los parámetros desarrollados en laboratorio, es posible empleando los mismos equipos que para el tratamiento del efluente, excepto el agitador, el cual se debe reemplazar por uno de mayor potencia, y un par de equipos adicionales.
8. El valor de la inversión necesaria para la instalación y operación de una planta piloto de tratamiento de efluente, empleando una arcilla organofílica producida en la misma planta, asciende a

US\$ 1 039 918,70 en capital total y US\$ 274 367,36 en costo de operación anual.

9. De acuerdo al análisis de la evaluación económica, la inversión en la planta de tratamiento del efluente utilizando una arcilla organofílica adquirida en el mercado local, es la más conveniente, la producción de arcilla organofílica generaría pérdidas durante todo el período de planeamiento considerado (10 años) por un valor total de US\$ 162 596,95 (valor presente). El costo de la inversión en equipos y en la operación de los mismos no es compensado por el ahorro que se obtendría en la adquisición de materia prima.

## **VII.2 RECOMENDACIONES**

1. Se recomienda continuar la investigación con el estudio de la desorción del DBS y el aprovechamiento de los lodos saturados de surfactante que resultan del tratamiento del efluente estudiado, para su posterior uso en alguna actividad industrial o comercial.
2. En base a los resultados obtenidos en este trabajo (sistema batch), se recomienda ampliar el estudio de la arcilla organofílica como adsorbente en sistemas continuos, empleando filtros de adsorción en columnas.

## **VIII. BIBLIOGRAFÍA**

## VIII. BIBLIOGRAFÍA

Akçay M., Akçay G. (2004). The removal of phenolic compounds from aqueous solutions by organophilic bentonite, en *Journal of Hazardous Materials*, B1 13, 189-193.

Altin O., Ozbelge H. O., Dogu T. (1999). Effect of pH in an aqueous medium on the surface area, pore size, distribution, density and porosity of montmorillonite, en *Journal of Colloid and Interface Science*, 217, 19-27.

Anirudhan T. S., Ramachandran M. (2006). Adsorptive removal of tannin from aqueous solutions by cationic surfactant – modified bentonite clay, en *Journal of Colloid and Interface Science*, 299, 116-124.

American Society for Testing and Materials (1989). Standard Test Method for Active Matter in Anionic Surfactants by Potentiometric Titration, Norma D 4251-89, *Annual Book of ASTM Standards*, USA: ASTM

American Society for Testing and Materials (1999). Standard Test Method for Methylene Blue Index of Clay, Norma C 837-99, *Annual Book of ASTM Standards*, USA: ASTM

Baes C., Mesmer R. (1986). *The Hydrolysis of Cations*, Segunda Edición, USA: Krieger Publishing Company.

Baskaralingam P. (2006). Adsorption of acid dye onto organobentonite, en *Journal of Hazardous Materials*, B128, 138-144.

Banat F. A., Al-Bashir B., Al-Asheh S., Hayajneh O. (2000). Adsorption of phenol by bentonite, en *Environmental Pollution*, 107, 391-398.

Besoain E. (1985). *Mineralogía de arcillas de suelos*, Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura, Primera Edición, Costa Rica.

Buameister T., Avallone E. (1978), *Marks: Manual del Ingeniero Mecánico*, Segunda Edición, Mc Graw Hill, México

Calcavante A. M. (2005). Adsorption of ethyl acetate onto modified clays and its regeneration with supercritical CO<sub>2</sub>, en *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 22 (1), 75-82.

Chae H. J., Nam I., Ham S. W., Hong S. B. (2001). Physicochemical characteristics of pillared interlayered clays, en *Catalysis Today*, 68, 31-40.

Chemical Engineering (2010), *Economic Indicators*, edición digital de mayo del 2010.

Disponible en:

[http://www.che.com/business\\_and\\_economics/economic\\_indicators.html](http://www.che.com/business_and_economics/economic_indicators.html)

Chunga J. (1984). *Remoción de detergentes en aguas residuales domésticas tratadas en lagunas de estabilización para su empleo en piscicultura*, Tesis de Grado, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima.

Del Castillo H. L., Gil A., Grange P. (1997). Preparation and characterization of sulfated titanium-modified pillared montmorillonite, en *Catálisis Letters*, 43, 133-137.

Dunin-Borkowski E. (1996). Recursos minerales no metálicos del Perú, *Minería*, 244, 4-6.

Espantaleón A. G., Nieto J. A., Fernández M., Marsal A. (2003). Use of activated clays in the removal of dyes and surfactants from tannery waste waters, en *Applied Clay Science*, 24, 105-110.

Fayad H. (1998). *Evaluación de arcillas activadas como adsorbentes de efluentes industriales con contenido de cromo*, Tesis de Grado, Universidad Nacional de Ingeniería, Lima.

Freitas A., Mendes M., Coelho G. (2006). *Adsorção de ácidos carboxílicos em HDTMA montmorilonita*, 6º Encontro Brasileiro sobre Adsorción, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, Brasil.

Ghiaci M., Kalbasi R. J., Khani H., Abbaspur A., Shariatmadari H. (2004). Free-energy of adsorption of a cationic surfactant onto Na-bentonite: inspection of adsorption layer by X-ray spectroscopy, en *J. Chem. Thermodynamics*, 36, 707-713.



Giles C. H., MacEwan T. H., Nakhwa S. N., Smith D. (1960). Studies in adsorption. Part XI, en *Chemical Physics*, 15, 3973-3986.

Grim R. (1986). *Clay Mineralogy*, Segunda Edición, Mc Graw Hill, USA.

Grim R., Güven N. (1978). *Bentonites: geology, mineralogy, properties and uses*, Elsevier Scientific Publishing Company, Holanda.

Hermoza E. (2007). *Síntesis de catalizadores metálicos soportados en arcillas pilaradas y evaluación de su actividad en la reducción catalítica selectiva de óxidos de nitrógeno usando metano y etileno como reductores*, Tesis de Maestría, Pontificia Universidad Católica del Perú, Lima.

Kent J.A. (1984). *Manual de Riegel de Química Industrial*, Primera Edición, Compañía Editorial Continental S.A., México.

Koh S., Dixon J. (2001). Preparation and application of organo-minerals as sorbents of phenol, benzene and toluene, en *Applied Clay Science*, 18, 111-122.

Lazo J. (2010). Tesis de Maestría, Pontificia Universidad Católica del Perú, Lima (en elaboración).

Lee S. Y., Kim S. J. (2002). Adsorption of naphthalene by HDTMA modified kaolinite and halloysite, en *Applied Clay Science*, 22, 55-63.

Lee S. Y., Kim S. J. (2002). Delamination behavior of silicate layers by adsorption of cationic surfactants, en *Journal of Colloid and Interface Science*, 248, 231-238.

Lee S. Y., Cho W. J., Hahn P. S., Lee M., Lee Y. B., Kim K. J. (2005). Microstructural changes of reference montmorillonites by cationic surfactants, en *Applied Clay Science*, 30, 174-180.

Lagaly G. (1982). Later charge heterogeneity in vermiculites, en *Clays and clay minerals*, 30 (3), 215-222.

Leyva R. (2004), en *Adsorbentes en la solución de algunos problemas ambientales*, en Red Temática V. F., p. 95-112, CYTED, España.

Li Z., Gallus L. (2005). Surface configuration of sorbed hexadecyltrimethylammonium on kaolinite as indicated by surfactant and counterion sorption, cation desorption, and FTIR, en *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 264, 61-67.

McCabe W., Smith J.C., Harriott P. (1991). *Operaciones Unitarias en Ingeniería Química*, Cuarta Edición, McGraw Hill, España.

Meier L. P., Nueesch R., Madsen F. T. (2001). Organic pillared clays, en *Journal of Colloid and Interface Science*, 238, 24-32.

Moore D. M., Reynolds R. C. (1997). *X-Ray Diffraction and Identification Analysis of Clay Minerals*, Oxford University Press, USA.

Noriega D. (1958). *Anteproyecto de la fabricación de arcillas activadas*, Tesis de Grado, Universidad Nacional de Ingeniería, Lima.

Pereira P., Roledo C., Liana A., Silva G., Silva M. (2006). *Estudo da adsorção de surfatante catiónico em uma matriz inorgânica preparada via óxido de níóvio*, 6º Encontro Brasileiro sobre Adsorção, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, Brasil.

Pinzón J. A. (2006). Viscosidad de suspensiones de una bentonita en estado natural y organofílica, en *Revista Colombiana de Química*, 35 (2), 225-233

Ramos M., Franco J. H., Pinto C. A., Valenzuela F. R., Büchler P. M. (2004). Sorption of oil pollution by organoclays and coal / mineral complex, en *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 21 (2), 239-245.

Rodríguez D. C., Pinzón J. A. (2001). Adsorption of sodium dodecylbenzene sulfonate on organophilic bentonites, en *Applied Clay Science*, 18, 173-181.

Rodríguez-Cruz M.S., Sánchez-Martin M. J., Sánchez-Camazano M. (2005). A comparative study of adsorption of an anionic and a non-ionic surfactant by soils based on physicochemical and mineralogical properties of soils, en *Chemosphere*, 61, 56-64.

Rossa V., Spazzini S., Penha F., Pergher S. (2006). *Aplicação de argila montmorillonita como adsorvente de compostos nitrogenados*, 6º Encontro Brasileiro sobre Adsorção, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, Brasil.

Sánchez A., Montes M. (1998). Influence of the preparation parameters on the textural properties of Al-pillared clays for a scale-up process, en *Microporous and mesoporous materials*, 21, 117-125.

Sun Kou M.R. (1994). *Catalizadores de Cobre Soportados sobre Silicatos Naturales y Pilarados para la transformación de Metanol a Formiato de Metilo e Hidrocarburos*, Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, Madrid.

Sun Kou, M. R., Mendioroz S., Guijarro M. I. (1998). A thermal study of Zr-pillared montmorillonite, en *Thermochimica Acta*, 323, 145-157.

Sun Kou, M.R., Tuesta E., Vivas M., Gutarra A. (2005). Modificación química de arcillas y sus aplicaciones en la retención de colorantes, en *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 71 (1), 26-36.

Sun Kou, M.R. (2003). Materiales Adsorbentes II: Las Arcillas, en *IV Curso-Taller Iberoamericano sobre adsorbentes para la protección ambiental*, CONCYTEC, Perú.

Tahani A., Karroua M. Van Dame H., Levitz P., Bergaya F. (1999). Adsorption of a cationic surfactant on Na- montmorillonite: inspection of adsorption layer by X-ray and fluorescence spectroscopies, en *Journal of Colloid and Interface Science*, 216, 242-249.

Tedder J.M., Nechvatal A., Jubb A.H. (1979). *Química Orgánica, Productos Industriales Parte 5*, Editorial Urmo, España.

Ulrich G.D. (1986). *Diseño y Economía de los Procesos de Ingeniería Química*, Primera Edición, Nueva Editorial Interamericana, México.

Universidad Politécnica de Madrid (1981). *Tratado del Medio Natural, Tomo V.*

Upton R.T., Burns S.E. (2006). Sorption of nitroaromatic compounds to synthesized organoclays, en *Journal of Colloid and Interface Science*, 297, 70-76.

Uribe A., Bishop P., Pinto N. (2002). The influence of pH and temperature on the adsorption behavior of organophilic clays used in the stabilization/solidification of hazardous wastes, en *Journal of Environmental Engineering and Science*, 1, 123-133.

Valenzuela F., De Souza P. (2001). Studies on the acid activation of brazilian smectitic clays, *Química Nova*, 24 (3), 345-353.

Villacorta M. T. (2000). *Activación de Bentonitas*, Trabajo monográfico, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima.

Wang C., Juang L., Lee C., Hsu T., Lee J., Chao H. (2004). Effects of exchanged surfactant cations on the pore structure and adsorption characteristics of montmorillonite, en *Journal of Colloid and Interface Science*, 280, 27-35.

Xi Y., Ding Z., He H., Frost R. (2004). Structure of organoclays: an X-ray diffraction and thermogravimetric analysis study, en *Journal of Colloid and Interface Science*, 277, 116-120.

Xie W., Gao Z., Pan W., Hunter D., Singh A., Vaia R. (2001). Thermal degradation chemistry of alkyl quaternary ammonium montmorillonite, en *Chemistry of Materials*, 13, 2979-2990.

Yang R., Tharappiwattananon N., Long R. (1998). Ion-exchanged pillared clays for selective catalytic reduction of NO by ethylene in the presence of oxygen, en *Applied Catalysis B: Environmental*, 19, 289-304.

### **Leyes y Reglamentos**

[1] *Ley General del Ambiente, Ley N° 28611, 2005*, Consejo Nacional del Ambiente CONAM y Comisión de Pueblos Andino Amazónicos, Afroperuanos, Ambiente y Ecología del Congreso de la República, República del Perú

[2] *Estándares Nacionales de Calidad Ambiental para Agua, Decreto Supremo N° 002-2008-MINAM*, Ministerio del Ambiente, República del Perú

[3] *Texto Unificado de la Legislación Ambiental Secundaria, Decreto N° 3.516-2002, Libro VI: De la Calidad Ambiental, Anexo 1: Norma de Calidad Ambiental y de Descarga de Efluentes, Recurso Agua*, Ministerio del Ambiente, República del Ecuador

[4] *Reglamento de Agua para Consumo Humano, Decreto N° 42-05, 2005*, Consejo Nacional de Salud, República Dominicana

[5] *Norma Ambiental sobre Calidad de Aguas Subterráneas y Descargas al Subsuelo, 2003*, Secretaría de Estado de Medio Ambiente y Recursos Naturales, República Dominicana

[6] *Reglamento de Uso y Vertido de Aguas Residuales, Decreto Ejecutivo N° 26042 –S-MINAE-1997, Ministerio del Ambiente y Energía, República de Costa Rica*

[7] *Disposiciones para el Control de la Contaminación proveniente de las descargas de Aguas Residuales, Domésticas, Industriales y Agropecuarias, Decreto N° 33-95, 1995, República de Nicaragua*

[8] *Ley General de Residuos Sólidos, D.S. N° 057-2004-PCM, Reglamento de la Ley N° 27314, 2004, República del Perú*

## **IX. ANEXO**



## **IX. ANEXO**

### **ANEXO 1: LAS ARCILLAS**

La palabra arcilla proviene del latín “argilla” y éste del griego “argos” o “argilos” que significa “blanco”, por el color del material usado en cerámica.

Las arcillas se definen en forma general como un producto natural terroso constituido por partículas cristalinas de tamaño inferior a 2  $\mu\text{m}$  llamadas “minerales de arcilla”, además de cantidades variables de minerales no arcillosos como cuarzo, calcita, feldespato y pirita, así como material orgánico y sales hidrosolubles [Besoain, 1985].

#### **Formación de las arcillas**

Las arcillas se formaron por intemperismo o alteración hidrotermal de los silicatos o vidrios ricos en aluminio. El caolín común y la montmorillonita se forman durante el intemperismo.

Este intemperismo implica no sólo una disgregación mecánica sino también reacciones de carácter químico y fisicoquímico. Esta acción es favorecida por los cambios de temperatura y procesos de hidratación y desecación.

Los materiales formados pueden estacionarse en condiciones de dilución mayor o menor llamándose en este caso residuales. Por otro lado, muchas arcillas son transportadas por el viento, el agua o el hielo y en el transcurso de estos cambios experimentan una clasificación, depositándose de conformidad con el tamaño de sus partículas.

Si el transporte no es turbulento puede producirse la remoción de impurezas, lo cual es ayudado por la redeposición en aguas tranquilas.

Las arcillas de buena calidad se han desarrollado normalmente debido a una favorable combinación de composición mineralógica de la roca madre y de un proceso específico de desgaste en el curso general de la formación del suelo [Dunin-Borkowski, 1996].

### **Estructura y clasificación de los minerales arcillosos**

Los minerales arcillosos son aluminosilicatos hidratados cristalinos, algunos con sustitución total o parcial del aluminio por magnesio o hierro y que incluyen como constituyentes, en ciertos casos, elementos alcalinos o alcalinotérreos.

Estos minerales arcillosos tienen como característica principal el presentar una estructura organizada, conformada por hojas de tetraedros de silicio ( $\text{SiO}_4$ ) y de octaedros de aluminio ( $\text{AlO}_6$ ) o  $\text{Al}(\text{OH})_6$ . Muchas veces, por sustitución isomórfica, los tetraedros pueden ser de  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  o  $\text{Fe}^{2+}$ . De igual forma, los octaedros pueden incluir  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$  o  $\text{Zn}^{2+}$  [Besoain, 1985].

Algunas arcillas están compuestas por un solo mineral de arcilla, pero generalmente se trata de mezclas de ellos.

El Comité de Nomenclatura del Grupo de Minerales Arcillosos de la Sociedad Mineralógica de Gran Bretaña sugirió que los minerales arcillosos cristalinos se dividieran de acuerdo a su estructura de cadena o

laminar y que las estructuras laminares se dividan en familias 2:1 y 1:1 con los nombres de trimórfico y dimórfico respectivamente.

La clasificación mostrada en la Tabla IX.1 se basa en las distinciones en la forma de los minerales arcillosos y el carácter expandible o no expandible de las láminas 2:1 y 1:1 ya referidas pues ésta es una propiedad fácilmente determinable [Grim, 1986].

**Tabla IX.1** [Grim, 1986]. Clasificación de los minerales arcillosos

I. Amorfos Grupo de los alofanos
II. Cristalinos A. De dos láminas (estructuras laminares compuestas de unidades de una capa de tetraedros de silicio y una capa de octaedros de aluminio) 1. Equidimensional Grupo de la Caolinita Caolinita, nacrita, etc. 2. Elongados Grupo de la Halloysita
B. De tres láminas (estructuras laminares compuestas de dos capas de tetraedros de silicio y una capa central dioctaédrica o trioctaédrica) 1. Estructura expandible a. Equidimensional Grupo de la Montmorillonita Montmorillonita, sauconita, etc. Vermiculita b. Elongados Grupo de la Montmorillonita Nontronita, saponita, hectorita 2. Estructura no expandible Grupo de la Illita
C. De láminas combinadas (alternancia de capas de diferentes tipos) Grupo de la clorita
D. De estructura de cadena (cadenas tipo hornblenda de tetraedros de silicio unidas por grupos octaédricos de oxígenos e hidroxilos conteniendo átomos de Al y Mg) Atapulguita Sepiolita Paligorskita

En la Tabla IX.2 se tiene una clasificación más detallada de los filosilicatos o arcillas laminares propuesta en la Conferencia Internacional de Arcillas realizada en Estocolmo en 1963 [Grim, 1986].

**Tabla IX.2** [Grim, 1986]. Clasificación de los filosilicatos

<b>Tipo</b>	<b>Grupo (x = carga de la capa)</b>	<b>Subgrupo</b>	<b>Especies</b>
2:1	Pirofilita – talco (x ~ 0)	Pirofilita	Pirofilita
		Talco	Talco
	Esmectita o montmorillonita – saponita (x ~ 0,5-1)	Esmectitas dioctaédricas o montmorillonitas	Montmorillonita, beidelita, nontronita
		Esmectitas trioctaédricas o saponitas	Saponita, hectorita, sauconita
	Vermiculita (x ~ 1-1,5)	Vermiculita dioctaédrica	Vermiculita dioctaédrica
		Vermiculita trioctaédrica	Vermiculita trioctaédrica
	Mica (x ~ 2)	Micas dioctaédricas	Muscovita, paragonita
		Micas trioctaédricas	Biotita, plogopita
	Micas débiles (x ~ 4)	Micas débiles dioctaédricas	Margarita
		Micas débiles trioctaédricas	Seybertita, xantofilita, brandisita
2:1:1	Clorita (x variable)	Cloritas dioctaédricas	
		Cloritas trioctaédricas	Penina, clinocloro, proclorita
1:1	Caolinita – serpentina (x ~ 0)	Caolinita	Caolinita, halloysita
		Serpentinas	Crisotila, lizardita, antigorita

### **Composición química de las arcillas**

La composición química de las arcillas varía ampliamente según el tipo de mineral arcilloso que la componga. En la Tabla IX.3 se tiene la composición química de algunos minerales arcillosos. Las arcillas también presentan entre sus constituyentes a los llamados minerales no arcillosos como el cuarzo, que junto con el feldespato y la mica representan los restos inalterados de la roca madre. Con frecuencia también están presentes óxidos de hierro y constituyen los principales agentes colorantes de las arcillas [Fayad, 1998].

**Tabla IX.3:** Composición química de algunos minerales arcillosos

%	Caolinita	Halloysita	Montmorillonita	Beidellita	Nontrita	Illita
<b>SiO<sub>2</sub></b>	43,6 – 54,7	40,0 – 45,8	47,9 – 51,2	45,3 – 47,3	31,1 – 47,6	50,1 – 51,7
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	30,0 – 40,2	33,8 – 39,2	20,0 – 27,1	12,2 – 27,8	0,4 – 22,7	21,7 – 32,8
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,3 – 2,0	0 – 0,4	0,2 – 1,4	0,8 – 18,5	15,2 – 40,8	0 – 6,2
<b>MgO</b>	0 – 1,0	0,3	2,1 – 6,6	0,2 – 3,0	0,1 – 4,0	2,0 – 4,5
<b>CaO</b>	0,003 – 1,5	0,1 – 0,8	1,0 – 3,7	0,5 – 2,8	0,6 – 4,5	0 – 0,6
<b>K<sub>2</sub>O</b>	0 – 1,5	0,3	0,2 – 0,6	0,1	0,1 – 0,4	6,1 – 6,9
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	0 – 1,2	0,1 – 0,2	0,3 – 0,8	0,1 – 1,0	0 – 0,2	0,1 – 0,5
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0 – 1,4	--	--	0,8	0 – 0,1	0,5
<b>H<sub>2</sub>O</b>	11,0 – 14,3	13,4 – 23,7	17,1 – 23,7	17,3 – 22,6	5,1 – 13,0	6,4 – 7,0

Fuente: Fayad, 1998

## ANEXO 2: REPORTE DE DATOS DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN DESORCIÓN DE NITROGENO

### Cálculo del área BET

A modo de ejemplo se calculó el área BET de la arcilla natural AN:

Correlacionando los datos experimentales de la Tabla IX.4 de acuerdo a la Ecuación (5) resulta la ecuación lineal que resulta del ploteo de  $1/V(P_0/P-1)$  versus  $P/P_0$ :

$$Y = 0,0013 + 0,1406 X$$

Donde la pendiente es igual a  $(c-1)/V_m c$  y el intercepto a  $1/V_m c$

Calculando  $V_m$  y  $c$  resulta:

$$V_m = 7,045 \text{ cm}^3/\text{g}$$

$$c = 109,15$$

### Cálculo del Area BET

$$N = \text{número de Avogadro} = 6,023 \times 10^{23}$$

$$s = \text{sección transversal de adsorción (molécula de } N_2) = 16,2 \times 10^{-16} \text{ cm}^2$$

$$V = \text{volumen molar del gas adsorbido (} N_2) = 22\,400 \text{ cm}^3$$

$$S_{\text{BET}} = (V_m \cdot N \cdot s) / V$$

$$S_{\text{BET}} = (7,045 \text{ cm}^3/\text{g} \times 6,023 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{-16} \text{ cm}^2) / 22\,400 \text{ cm}^3$$

$$S_{\text{BET}} = 0,03068 \times 10^7 \text{ cm}^2/\text{g} = \mathbf{30,68 \text{ m}^2/\text{g}}$$

**Tabla IX.4.** Reporte de datos de las isothermas de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Natural (AN)

<b>Presión relativa (P/Po)</b>	<b>Presión (mmHg)</b>	<b>Volumen adsorbido (cm<sup>3</sup>/g)</b>	<b>Presión de saturación (mmHg)</b>
			769,2089
0,009547	7,3435	4,7642	
0,02003	15,411	5,3952	
0,03214	24,7197	5,8083	
0,0442	34,0284	6,1065	
0,0559	43,0268	6,353	
0,0673	51,8184	6,5794	
0,0887	68,2638	6,937	
0,1128	86,7777	7,3157	
0,1362	104,7228	7,6545	
0,1578	121,3233	7,9751	
0,1778	136,7344	8,251	
0,1978	152,0938	8,5303	
0,2176	167,3497	8,8368	
0,2569	197,5513	9,3917	
0,316	242,957	10,2705	
0,3662	281,4847	11,0692	
0,454	349,0245	12,5268	
0,5526	424,7802	14,342	
0,6512	500,5495	16,6281	
0,7036	540,7837	18,2566	
0,744	571,761	19,8026	
0,7659	588,5684	20,7879	
0,7944	610,4438	22,2745	
0,8151	626,3203	23,5532	
0,8585	659,6765	26,8649	
0,90332	694,0153	31,8283	
0,9329	716,7182	36,9113	
0,9521	731,4569	42,2106	
0,9674	743,1962	48,9066	
0,9773	750,6949	55,5788	
0,9835	755,401	61,0536	



0,9876	758,5039	65,8628	
0,9751	748,8848	60,3115	
0,958	735,6975	52,7008	
0,9316	715,3736	44,5719	
0,8921	685,0169	38,2084	
0,8408	645,5583	33,4525	
0,7848	602,5314	29,8101	
0,7464	573,0538	27,8049	
			767,6574
0,7264	557,6428	26,8376	
0,6947	533,3367	25,4275	
0,6841	525,1658	24,9878	
0,6742	517,5637	24,5642	
0,6677	512,599	24,2948	
0,6583	505,3589	23,9152	
0,6485	497,8602	23,5385	
0,6386	490,2582	23,1564	
0,6286	482,5526	22,7839	
0,6185	474,8471	22,4131	
0,5997	460,3669	21,6951	
0,5694	437,1468	20,5792	
0,5468	419,7706	19,7904	
0,5174	397,2229	18,7477	
0,4987	382,8978	17,5041	
0,4453	341,8878	12,5279	
0,3814	292,8103	11,3272	
0,3304	253,662	10,5009	
0,2956	226,9771	9,9672	
0,2476	190,1043	9,2584	
0,1981	152,0938	8,5598	
0,172	132,0801	8,184	
0,1373	105,4468	7,7031	
0,0986	75,7624	7,1214	

**Tabla IX.5.** Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Termoactivada (AA)

<b>Presión relativa (P/Po)</b>	<b>Presión (mmHg)</b>	<b>Volumen adsorbido (cm<sup>3</sup>/g)</b>	<b>Presión de saturación (mmHg)</b>
			729,6788
0,00097	0,7092	9,701	
0,0028	2,107	12,5074	
0,005	3,6842	14,5913	
0,00637	4,6482	15,5853	
			728,819
0,0081	5,9146	16,5498	
0,0101	7,3698	17,3229	
0,0321	23,4567	20,4257	
0,0547	39,9149	21,8798	
0,0653	47,6121	22,4246	
0,0798	58,1735	23,0752	
0,1012	73,7484	23,8848	
0,12	87,4814	24,513	
0,1405	102,3526	25,1549	
0,1602	116,7424	25,7217	
0,1807	131,6578	26,2821	
0,2012	146,5517	26,8188	
0,2216	161,4136	27,3332	
0,2509	182,7432	28,0407	
0,3001	218,59144	29,1954	
0,3505	255,2663	30,3859	
0,4005	291,692	31,6048	
0,4503	327,9149	32,8796	
0,5008	364,6457	34,2366	
0,5507	400,9585	35,6517	
0,6009	437,4999	37,1588	
0,6509	473,8509	38,8319	
0,7008	510,1787	40,8253	
0,7507	546,4685	43,3446	
			727,8502
0,8002	582,4459	46,7946	

0,8487	617,6911	51,6996	
0,8975	653,1684	59,8304	
0,9561	695,6928	84,0266	
0,9873	718,1877	126,7322	
0,9718	706,8148	117,3601	
0,8437	613,5474	63,2798	
			727,1729
0,7955	578,4535	56,5862	
0,7416	539,251	51,5511	
0,7032	511,2962	48,8645	
0,6515	473,6952	45,9288	
0,6003	436,4084	43,4991	
0,5809	422,2946	42,678	
0,5606	407,5527	41,8255	
0,53	385,2428	40,6108	
0,5009	364,071	39,442	
0,4847	352,2534	36,5499	
0,4591	333,6788	33,4812	
0,4411	320,5365	32,5839	
0,4029	292,7814	31,2915	
0,3822	277,7134	30,7178	
0,3711	269,664	30,4316	
0,3306	240,2171	29,4321	
0,3	217,9962	28,692	
0,25	181,6165	27,516	
0,1507	109,5046	24,9346	
0,1026	74,5826	23,3753	
			726,3447
0,0508	36,9609	21,0979	
0,031	22,569	19,7526	
0,0104	7,582	16,7934	

**Tabla IX.6.** Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Organofilica (AO)

<b>Presión relativa (P/Po)</b>	<b>Presión (mmHg)</b>	<b>Volumen adsorbido (cm<sup>3</sup>/g)</b>	<b>Presión de saturación (mmHg)</b>
			726,3414
0,001	0,7786	0,5939	
0,0032	2,3292	0,9855	
0,005	3,695	1,2626	
0,0064	4,6768	1,4479	
0,0082	5,9904	1,4479	
0,0103	7,5339	1,9456	
0,0308	22,3894	3,4134	
0,0494	35,8724	4,0458	
0,0743	53,9564	4,6069	
0,0795	57,7367	4,7102	
0,1015	73,6434	5,0616	
0,1206	87,5248	5,3218	
0,1406	102,0057	5,5887	
0,16	116,0808	5,8366	
0,1809	131,2595	6,0669	
0,2006	145,4785	6,2948	
0,2209	160,1809	6,5199	
0,2503	181,4946	6,8368	
0,3006	217,9957	7,3857	
0,3503	253,9814	7,9672	
0,401	290,7551	8,609	
			724,9108
0,4512	327,1215	9,2822	
0,5003	362,6834	10,0327	
0,5505	399,0172	10,8578	
0,6003	435,1106	11,7702	
0,6503	471,3502	12,8099	
0,7001	507,4506	14,0721	
0,7498	543,4039	15,6927	
0,7999	579,7226	17,9691	
0,8496	615,6558	21,2814	

0,8983	650,8925	26,7192	
0,9566	693,0518	44,2996	
0,9891	716,3106	82,9871	
0,9752	706,1315	73,6089	
			724,0632
0,8388	607,3915	27,1169	
0,7903	572,2428	23,1175	
0,7378	534,22	20,1585	
0,7017	508,0899	18,5982	
0,6505	470,9804	16,7954	
0,6004	434,7085	15,3177	
0,581	420,6953	14,7946	
0,5599	405,4091	14,2447	
0,5304	384,0822	13,5315	
0,4998	361,9259	12,7855	
0,4828	349,5494	11,5467	
0,4598	332,9518	9,7447	
0,4384	317,4523	9,2018	
0,4017	290,8316	8,6234	
0,3804	275,4172	8,3247	
0,3704	268,1784	8,1866	
0,3305	239,2759	7,692	
0,3001	217,3054	7,3317	
0,2501	181,0841	6,7684	
0,151	109,3771	5,6115	
0,1011	73,2462	4,8901	
			723,9606
0,0507	36,7099	3,8924	
0,0301	21,8213	3,169	
0,0103	7,5216	1,655	

**Tabla IX.7.** Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Pilarada con Aluminio (PA)

<b>Presión relativa (P/Po)</b>	<b>Presión (mmHg)</b>	<b>Volumen adsorbido (cm<sup>3</sup>/g)</b>	<b>Presión de saturación (mmHg)</b>
			725,3582
0,0009	0,6929	25,4846	
0,0029	2,1219	34,4511	
0,0048	3,4975	38,9494	
0,0064	4,6851	41,3161	
			722,063
0,0077	5,6124	42,662	
0,0099	7,1932	44,4163	
0,0323	23,3928	50,2003	
0,053	38,2914	52,0376	
0,0649	46,8903	52,792	
0,0807	58,3117	53,617	
0,1018	73,5457	54,4885	
0,1208	87,2348	55,142	
0,1414	102,1575	55,7906	
0,1608	116,1333	56,322	
0,1813	130,9486	56,8352	
0,2006	144,8605	57,2931	
0,2218	160,1826	57,7638	
0,2502	180,6849	58,3466	
0,2997	216,4465	59,2959	
0,351	253,502	60,2354	
0,3999	288,846	61,1432	
0,45	325,0155	62,0915	
0,4998	360,9747	63,0788	
0,5502	397,3458	64,1261	
0,6003	433,5589	65,2023	
0,6502	469,5473	66,3904	
0,7001	505,5783	67,7671	
			722,138
0,7498	541,5106	69,5	
0,7996	577,5131	71,8984	

0,8492	613,3612	75,4101	
0,8977	648,4851	81,223	
0,9573	691,632	99,8893	
0,9885	714,3886	129,6697	
0,9696	700,8517	120,3671	
0,849	613,7514	85,8056	
0,7903	571,3851	80,4722	
0,7361	532,2284	77,2524	
0,7018	507,4671	75,687	
0,6498	469,8325	73,6981	
0,5993	43,3602	72,0759	
0,5802	419,5484	71,5417	
0,5603	405,1774	70,9787	
0,5303	384,4349	70,1613	
0,5001	361,6095	69,1852	
0,4862	351,5514	65,809	
0,4588	331,7453	62,5396	
0,4227	305,6777	61,3237	
0,401	290,0022	60,819	
0,3808	275,385	60,4136	
0,3702	267,7356	60,2084	
0,3299	238,5738	59,4835	
0,3013	217,9124	58,9589	
0,2512	181,6363	58,0074	
0,151	109,1953	55,724	
0,103	74,4978	54,1857	
0,0514	37,1856	51,6091	
0,0306	22,1635	49,6858	
0,0104	7,5535	44,3771	



**Tabla IX.8.** Reporte de datos de las isoterma de adsorción desorción de nitrógeno - Arcilla Pilarada con Circonio (PC)

<b>Presión relativa (P/Po)</b>	<b>Presión (mmHg)</b>	<b>Volumen adsorbido (cm<sup>3</sup>/g)</b>	<b>Presión de saturación (mmHg)</b>
			721,5518
0,00095	0,6899	22,3368	
0,0028	2,0659	30,256	
0,0049	3,5704	34,9096	
0,0065	4,6816	37,0763	
			718,364
0,0077	5,5334	38,2996	
0,0098	7,1098	40,0796	
0,031	22,2754	46,5899	
0,0517	37,1396	48,9713	
0,0647	46,5023	50,0506	
0,0808	58,0368	51,1289	
0,1006	72,2425	52,2007	
0,1222	87,7657	53,195	
0,1411	101,3624	53,9895	
0,1613	115,8476	54,7668	
0,1815	130,314	55,4725	
0,2018	144,9375	56,1515	
0,221	158,7069	56,757	
0,2504	179,8069	57,6434	
0,3	215,3829	59,065	
0,3525	253,0331	60,534	
0,4003	287,3534	61,8698	
0,4508	323,5532	63,6065	
0,5005	359,2183	64,7586	
0,5508	395,2692	66,2928	
0,6005	430,9633	67,9152	
0,6505	466,7773	69,7228	
			717,5337
0,7009	502,9511	71,8265	
0,7498	537,9809	74,3827	
0,7994	573,5367	77,7322	



0,8494	609,345	82,4287	
0,8982	644,3025	89,6004	
0,9596	688,1162	110,2931	
0,9891	709,0858	138,4694	
0,9618	689,3815	127,5749	
0,8467	606,758	97,6278	
			716,5649
0,7954	569,9238	91,4092	
0,7409	530,8864	86,5581	
0,7019	502,8646	83,8139	
0,651	466,3994	80,8385	
0,601	430,5441	78,3539	
0,5809	416,1375	77,4457	
0,5606	401,5829	76,5686	
0,5301	379,7598	75,3071	
0,5004	358,4303	74,0485	
0,487	348,8005	70,4792	
0,4608	329,9832	64,8712	
0,4372	313,1044	63,2259	
0,4031	288,6435	61,8892	
0,3821	273,589	61,2017	
0,3714	265,9503	60,8893	
0,3306	236,7071	59,7077	
0,3001	214,8416	58,857	
0,2502	179,1503	57,4221	
			715,8158
0,1511	108,1783	54,182	
0,1035	74,1193	52,1241	
0,0522	37,4068	48,8116	
0,0312	22,3366	46,3973	
0,0101	7,2575	39,9435	

## ANEXO 3: NORMAS TÉCNICAS EMPLEADAS

### ASTM C 837-99: Método estándar para el Índice de Azul de Metileno en arcillas



Designation: C 837 – 99

#### Standard Test Method for Methylene Blue Index of Clay<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation C 837; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

#### 1. Scope

1.1 This test method covers the measurement of the adsorption of methylene blue dye by a clay, which is calculated as a methylene blue index for a clay.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

#### 2. Referenced Documents

- 2.1 *ASTM Standards:*  
C 324 Test Method for Free Moisture in Ceramic Whiteware Clays<sup>2</sup>

#### 3. Significance and Use

3.1 Tests run on many clays generally indicate that a straight-line relationship exists between the methylene blue index (MBI) and such fundamental clay properties as cation exchange capacity, dry bond strength, and casting rate. Where the colloidal portion of the clay is kaolinite, there is also a direct correlation with specific surface (as determined by nitrogen adsorption). Where the colloidal portion contains significant amounts of illite or montmorillonite, the same close correlation does not exist. The MBI better correlates with the ceramic-forming properties than does the specific surface.

3.2 That portion of a clay lying within the colloidal range (generally defined as the 0.5- to 0.001- $\mu\text{m}$  range), determines the strictly colloidal properties of the clay and, together with the amount and type of organic material associated with the clay and the 2- to 0.2- $\mu\text{m}$  fraction, largely determines the properties of the clay when used in ceramic-forming processes. While the specific surface of a clay is a function of the particle size and morphology and a relationship exists between dye adsorption and specific surface, the MBI should not be considered to be a particle size analysis since the value obtained is dominated by the character of only the very fine end of the particle size distribution. This procedure describes the deter-

mination of the dye adsorption (in this case, methylene blue) of a clay.

#### 4. Apparatus

- 4.1 *Balance*, accurate to 0.01 g.  
4.2 *Mixer*.<sup>3</sup>  
4.3 *pH Meter or pH Paper*.  
4.4 *Beaker*, 600 mL.  
4.5 *Buret*, 25 mL.  
4.6 *Medicine Dropper or Glass Stirring Rod*.  
4.7 *Filter Paper*, Baroid No. 987.<sup>4</sup>

#### 5. Reagents

5.1 *Purity of Reagents*—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available.<sup>5</sup> Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

5.2 *Purity of Water*—Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean distilled water or water of equal purity.

5.3 *Methylene Blue Solution (1 mL = 0.01 meq)*<sup>6</sup>—Store in darkness.

5.4 *Sulfuric Acid (0.1N)*.

#### 6. Procedure

6.1 Weigh out 2.00 g of clay that has been dried in accordance with the procedure in Test Method C 324 and place in the 600-mL beaker. If the clay cannot be tested immediately after drying, it should be stored in a desiccator.

6.2 Add 300 mL of distilled water to the beaker and stir with

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee C-21 on Ceramic Whitewares and Related Products and is the direct responsibility of Subcommittee C 21.04 on Clays.

Current edition approved Oct. 10, 1998. Published January 2000. Originally published as C 837 – 76. Last previous edition: C 837 – 81(1992).

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol. 15.02.

<sup>3</sup> This test method is based on the use of the Model F Lignamix mixer, which is available from Mixing Equipment Co., Inc., Rochester, NY. However, it has been found that some clays are not completely dispersed in this apparatus, and so results may be spurious. It has been found that the Waring Blender, available from Waring Products Division, Dynamics Corporation of America, New Hartford, CT 06057, is successful in dispersing all clays.

<sup>4</sup> Available from Baroid Div., National Lead Co., No. 425-15.

<sup>5</sup> *Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications*, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see *Analytical Standards for Laboratory Chemicals*, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the *United States Pharmacopoeia and National Formulary*, U.S. Pharmacopoeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

**C 837**

the mixer until the clay is uniformly dispersed.

6.3 Determine the pH of the slurry and add sufficient sulfuric acid to bring the pH within the range from 2.5 to 3.8. Continue stirring while the pH is being adjusted and continue stirring for 10 to 15 min after the last addition of acid.

6.4 Again test the slurry for pH, adding additional acid if necessary to restore the pH to the 2.5 to 3.8 range.

6.5 With the slurry still under the mixer, fill the buret with the methylene blue solution, add 5 ml of the solution to the slurry, and stir for 1 to 2 min.

6.6 Remove a drop of the slurry, using the dropper or the glass stirring rod, and place on the edge of the filter paper.

6.7 Observe the appearance of the drop on the filter paper. The end point is indicated by the formation of a light blue halo around the drop. Continue adding the methylene blue solution to the slurry in 1.0-mL increments with 1 to 2 min of stirring after each addition, then testing, until the end point is reached. For ball clays with relatively high methylene blue indexes, testing may start after two or even three 5-mL additions have been made to save time. Allow 1 to 2 min of stirring after each 5-mL increment.

6.8 After the end point is reached, continue stirring for 2 min and retest.

**NOTE 1**—Greater precision can be obtained by using larger samples with only minor influence on the value obtained.

**7. Calculation**

7.1 Calculate the methylene blue index as follows:

$$MBI = \frac{E \times V}{W} \times 100$$

where:

- MBI = methylene blue index for the clay in meq/100 g clay;
- E = milliequivalents of methylene blue per millilitre (see 5.3);
- V = millilitres of methylene blue solution required for the titration; and
- W = grams of dry material.

7.2 The calculations may be facilitated by using a multiplication factor where the specimen size is 2.00 g and the methylene blue titrating solution is 0.01N:

$$MBI = \frac{0.01 \times V}{2} \times 100$$

$$= 0.5 V$$

7.3 Record the methylene blue index for the clay.

**8. Precision and Bias**

8.1 The precision of this test method is the calculated methylene blue index (MBI)  $\pm$  0.25 meq/100 g clay. The MBI value cannot be directly related to any single, simply measured, characteristic of the clay; thus the bias of this test method cannot be specified.

*The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.*

*This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.*

*This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19380-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at: 610-832-9885 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail), or through the ASTM website (www.astm.org).*

# ASTM D 4251-89: Método estándar para materia activa en surfactantes aniónicos por titulación potenciométrica



Designation: D 4251 – 89 (Reapproved 1995)<sup>1</sup>

## Standard Test Method for Active Matter in Anionic Surfactants by Potentiometric Titration<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 4251; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscripted epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

<sup>1</sup> **Note**—Keywords were added editorially in February 1995.

### 1. Scope

1.1 This test method describes a potentiometric titration procedure for determining the anionic active matter in detergents. It is intended for the analysis of anionic surfactants such as detergent range alkylbenzenesulfonates,  $\alpha$ -olefin sulfonates, alcohol sulfates, and alcohol ethosulfates. It has not been tested for surfactant formulations.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.* Material Safety Data Sheets are available for reagents and materials. Review them for hazards prior to usage.

### 2. Referenced Documents

#### 2.1 ASTM Standards:

- D 459 Terminology Relating to Soaps and Other Detergents<sup>2</sup>
- D 1193 Specification for Reagent Water<sup>3</sup>
- D 1681 Test Method for Synthetic Anionic Active Ingredient in Detergents by Cationic Titration Procedure<sup>2</sup>
- D 3049 Test Method for Synthetic Anionic Ingredient by Cationic Titration<sup>2</sup>
- E 180 Practice for Determining the Precision of ASTM Methods for Analysis and Testing of Industrial Chemicals<sup>4</sup>

### 3. Terminology

#### 3.1 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 *active matter*—the organic surface-active material present in the detergent and defined in Terminology D 459 as active ingredient of a synthetic detergent.

### 4. Summary of Test Method

4.1 A detergent sample containing active matter is titrated

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D-12 on Soaps and Other Detergents and is the direct responsibility of Subcommittee D12.12 on Analysis of Soaps and Synthetic Detergents.

Current edition approved May 26, 1989. Published July 1989. Originally published as D 4251 – 83. Last previous edition D 4251 – 83.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.04.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.01.

<sup>4</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.05.

TABLE 1 Active Matter Content of Various Anionic Surfactants by the Potentiometric Titration and Two-Phase Titration Methods

Anionic Surfactant	Active Matter Content, % weight			
	Potentiometric Titration			Two-Phase Titration
	Orion NO. 7 <sup>a</sup> (1)	Orion NC. 7 <sup>a</sup> (2)	Orion HNU NO. 7	
Sulframix ACS (alpha-olefin sulfonate)	41.03	41.45	40.51	39.21 <sup>a</sup>
	42.50	40.74	41.05	39.26
	42.64	41.34	41.05	
Sulframix 1296 (alkylaryl sulfonate)	94.15	96.26	94.31	95.12 <sup>b</sup>
	95.31	95.67	95.50	95.12
	94.73	96.26	94.31	
NECCOL # 25-35 (alcohol ethoxysulfate sodium salt)	56.12	57.54	57.75	58.19 <sup>b</sup>
	56.61	57.74	57.55	58.24
	56.12	57.54	57.55	

<sup>a</sup> Methylene blue method.

<sup>b</sup> Mixed indicator method.

potentiometrically in an aqueous medium with a standard solution of Hyamine 1622 using a nitrate ion-selective electrode. The titration reaction involves the formation of a complex between the cationic quaternary ammonium titrant (Hyamine 1622) and the anionic surfactant which precipitates. The nitrate electrode probably responds to the concentration of unreacted anionic surfactant.

### 5. Significance and Use

5.1 Anionic surfactants are the most widely used of the synthetic detergents. ASTM methods in current use for their determination involve two-phase aqueous chloroform titrations with the organic dyes methylene blue (Test Method D 1681) or disulphine blue-dimidium bromide (Test Method D 3049) as indicators. One advantage of the potentiometric method is that it eliminates the use of chloroform whose use is restricted for environmental and toxicological reasons.

5.2 This test method is intended for use as described in 1.1.

### 6. Apparatus

6.1 *Potentiometric Titration Assembly*, consisting of an automatic titrator (Metrohm E536 or equivalent) fitted with a nitrate ion-selective electrode (Orion Model 93-07 Nitrate ISE, or equivalent) and a Ag/AgCl reference electrode (Metrohm EA 440 or equivalent) together with a buret assembly having a 5-mL buret (Metrohm E575) and 150-mL beaker. A TFE-fluorocarbon star-head stirring bar can be used to provide mixing and eliminate foaming during titration. Use of the



## D 4251

Orion electrode with a Metrohm E536 requires an adapter (Metrohm EA-1046<sup>2</sup>).

**NOTE 1**—The conditioning of the electrode is essential for obtaining a good break in the titration curve. Conditioning new electrodes in 0.01 *M* NaNO<sub>3</sub> aqueous solution for 60 min (or more) prior to use is recommended. Condition previously used electrodes by using again for the titration of aqueous sodium lauryl sulfate with Hyamine.

**NOTE 2**—Other electrodes (for example a calomel electrode) are suitable as the reference electrode provided they give a stable reference potential during the titration. Reference electrodes having a ceramic or an asbestos junction tend to clog with use. Therefore, a ground-glass sleeve electrode (such as the Metrohm EA 440) is suggested.

## 7. Reagents

7.1 *Hyamine 1622*,<sup>3</sup> diisobutylphenoxyethoxyethyl dimethyl benzyl ammonium chloride.

7.2 *Sodium Lauryl Sulfate*,<sup>4</sup> primary standard (Note 3).

**NOTE 3**—Sodium lauryl sulfate must be analyzed for purity according to the Reagent section of Test Method D 3049, before using as a primary standard.

7.3 *Water*, type III reagent water conforming to Specification D 1193.

## 8. Preparation of Standard Reagents

8.1 *Sodium Lauryl Sulfate Solution*,  $4 \times 10^{-2}N$ —Weigh accurately  $11.5 \pm 0.5$  g of sodium lauryl sulfate to 0.1 mg; dissolve in water and dilute to a final volume of 1 L. Calculate the normality of the solution with the following equation:

$$\text{Normality of sodium lauryl sulfate} = \frac{(P)(P)}{(100)(100)} \quad (1)$$

where:

*P* = purity of the sodium lauryl sulfate, weight %, and  
*W* = weight of sodium lauryl sulfate, g.

8.1.1 Keep the solution no longer than 1 month before making a fresh solution.

8.2 *Hyamine 1622 Solution*,  $4 \times 10^{-2}N$ —Dissolve  $18 \pm 0.5$  g of Hyamine 1622 in deionized water. Transfer to a 1-L volumetric flask. Add 0.4 mL of 50% NaOH and dilute to volume with water. Standardize following the same procedure described for the sample titration using 5 mL of the sodium lauryl sulfate solution. Calculate the normality of the Hyamine solution as follows:

$$\text{Normality of Hyamine 1622} = \frac{(A)(B)}{(C)} \quad (2)$$

where:

*A* = sodium lauryl sulfate solution used, mL,  
*B* = normality of sodium lauryl sulfate, and  
*C* = Hyamine solution consumed during titration, mL.

## 9. Procedure

9.1 Add to a 150-mL beaker a known weight of detergent sample together with enough water to make 50 mL of solution

(Note 4). The solution should cover the sensing tips of the electrodes. Titrate initially by adding Hyamine solution at approximately 0.5 mL/min while stirring constantly. As the inflection point is approached, reduce the addition rate, and continue titrating well past the inflection in the titration curve. (Automatic titrators can be preset to automatically slow down the addition rate as the inflection point is approached.)

**NOTE 4**—To determine the amount of sample needed for an approximate 3.75-mL titration (0.15 meq) use the following equation:

$$W = \frac{(0.015)(M)}{(D)} \quad (3)$$

where:

*W* = weight of sample to be taken for analysis, g,  
*M* = average equivalent weight of the anionic active matter present, and  
*D* = approximate concentration of anionic active matter expected, weight %.

9.1.1 To obtain accurate weights of sample, it is convenient to make up an aqueous solution (for example 250 mL) and take an aliquot corresponding to 0.15 meq of active matter.

9.1.2 The electrode should be cleaned between each titration. A satisfactory procedure is to first rinse it with water, then with alcohol (ethyl alcohol) (Note 5) and again with water followed by wiping the surface with a Kimwipe.

**NOTE 5**—The electrode can be quickly washed with ethyl alcohol when followed immediately by a water rinse. Prolonged contact of the electrode with alcohol or other organic solvent can cause failure of the electrode membrane.

9.2 Graphically select the inflection point of the curve on the recorder chart. Typical titration curves of several anionic surfactants are shown in Fig. 1.

## 10. Calculation

10.1 Calculate the anionic active matter content of the sample as follows:

$$\text{Anionic Active Matter, \% w} = \frac{(F)(N)(M)}{(10)(W)} \quad (4)$$

where:

*F* = Hyamine 1622 solution consumed in titration, mL,  
*N* = normality of Hyamine,  
*W* = weight of sample, g, and  
*M* = average equivalent weight of the anionic active matter present.

10.2 Calculate the milliequivalents of active matter per 100 g sample as follows:

$$\text{meq Active Matter/100 g} = \frac{(F)(N)(100)}{(W)} \quad (5)$$

where *F*, *N*, and *W* are as listed previously.

## 11. Precision

11.1 The following criteria should be used to judge the acceptability of the results (Note 6):<sup>5</sup>

<sup>1</sup> Available from Gallard Schlesinger Chemical Manufacturing Corp., 584 Mineola Ave., Carle Place, NY 11514.

<sup>2</sup> Available from British Drug House, LTD. or in the U.S. from Gallard Schlesinger Chemical Mfg. Corp., 584 Mineola Ave., Carle Place, NY 11514.

<sup>3</sup> Data supporting the precision statements are on file at ASTM Headquarters, 160 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, Research Report No. D12-1005.

<sup>4</sup> The statistical analysis was performed in accordance with Practice E 182 for developing precision estimates.

D 4251

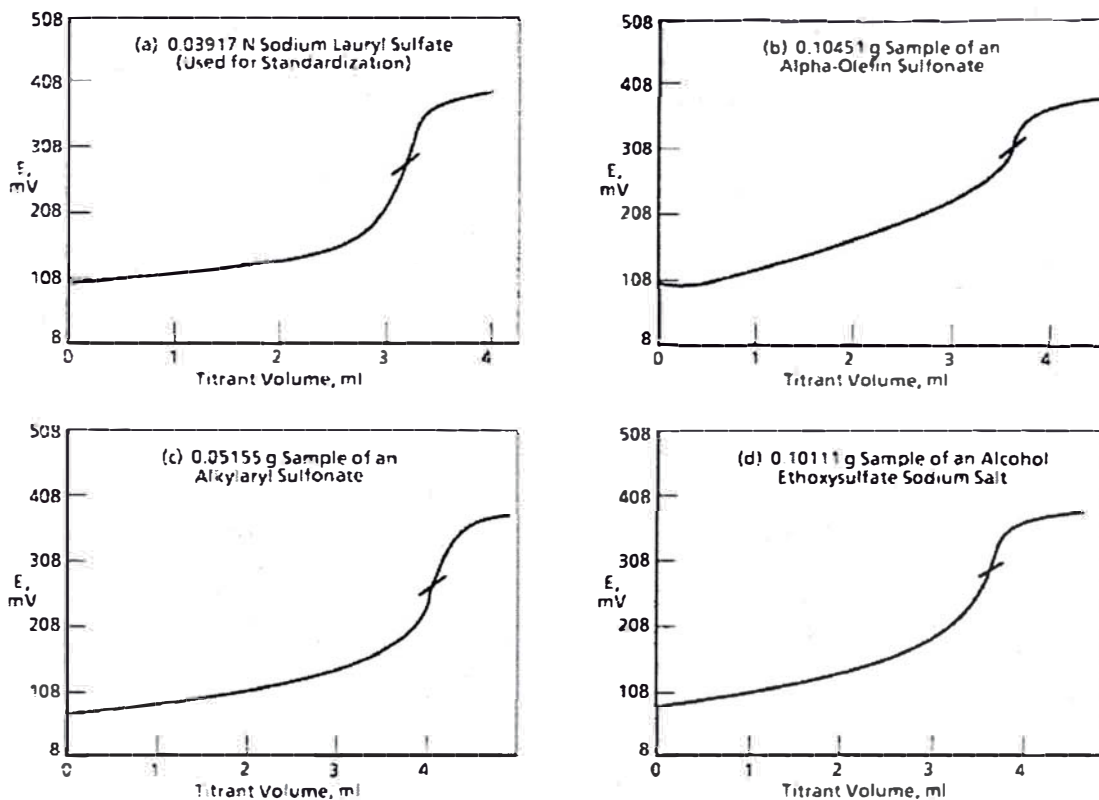


FIG. 1 Potentiometric Titration Curves of Various Anionic Surfactants versus 0.03757 N Hyamine 1622 Using the Orion Model 93-07 Nitrate ISE

11.1.1 *Repeatability (Single Analyst)*—The standard deviation of results (each the average of duplicates), obtained by the same analyst on different days, has been estimated to be 0.66 weight % relative at 28 df. Two such averages should be considered suspect (95 % confidence level) if they differ by more than 1.9 weight % relative.

11.1.2 *Reproducibility (multi-laboratory)*—The standard deviation of results (each the average of duplicates), obtained to be 1.3 weight % relative at 6 df. Two such averages should be considered suspect (95 % confidence level) if they differ by more than 4.5 weight % relative.

11.1.3 *Checking Limit: for Duplicates*—Report the weight

% active matter of the sample to the nearest 0.1 weight %. Duplicate runs that agree within 1.8 weight % relative are acceptable for averaging (95 % confidence level).

NOTE 6—The precision data were derived from results of the cooperative tests by eight laboratories on the following surfactants (equivalent weights in parenthesis): sodium lauryl sulfate (302), alcohol ethoxysulfate ammonium salt (434),  $\alpha$ -olefin sulfonate (225), alkylaryl sulfonic acid (318).

12. Keywords

12.1 active matter, anionic surfactants; titration

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19425.

**ANEXO 4: CALCULOS DE DISEÑO DE LA PLANTA DE  
TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CON CONTENIDO DE  
SURFACTANTE DBS**

**PROYECTO “A”**

**DISEÑO DEL TANQUE DE TRATAMIENTO TQ-2**

$$V_{\text{efluente}} = 9,35 \text{ m}^3/\text{semana}$$

$$W_{\text{arcilla}} = 46,75 \text{ kg/semana}$$

$$\text{Densidad de la arcilla} = 2,160 \text{ kg/m}^3$$

$$V_{\text{arcilla}} = 0,02 \text{ m}^3/\text{semana}$$

$$V_{\text{ácido HCl}} = 0,069 \text{ m}^3/\text{semana}$$

$$V_{\text{útil}} = 9,44 \text{ m}^3/\text{semana}$$

Nota 1: La acidificación del efluente se realiza en el tanque TQ-2

Nota 2: El volumen de ácido HCl concentrado a usar se ha calculado a partir de determinaciones experimentales. El pH final del efluente es 1,5

Base del diseño:  $H=2D$  resulta:

$$\text{Diámetro del tanque} = D_t = 2,00 \text{ m}$$

$$\text{Altura útil} = H_{\text{útil}} = 3,00 \text{ m}$$

$$\text{Número de deflectores} = 4$$

**Diseño del agitador AG-1**

$$\text{Diámetro del agitador} = D_a = D_t/3 = 0,67 \text{ m}$$

$$\text{Distancia de la base del tanque a la parte inferior del agitador} = E = D_t/4 = 0,50 \text{ m}$$

$$\text{Ancho de los deflectores} = J = D_t/20 = 0,10 \text{ m}$$

Las dimensiones del tanque diseñado son las mostradas en la Figura IX.1.

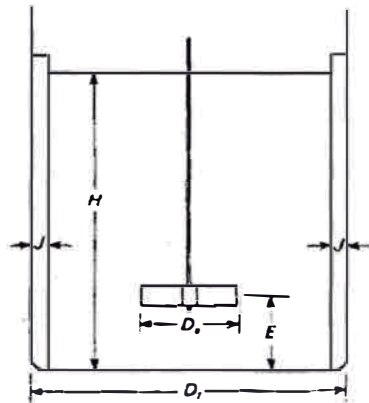


Figura IX.1. Tanque agitado

### Cálculo de $\eta_c$ (velocidad crítica del agitador)

Se ha empleado la siguiente correlación para suspensiones, sugerida por McCabe [McCabe, 1991]:

$$\eta_c \cdot Da^{0.85} = S \cdot \nu^{0.1} \cdot Dp^{0.2} \cdot \left(g \cdot \frac{\Delta\rho}{\rho}\right)^{0.45} \cdot B^{0.13} \quad \text{Ecuación (14)}$$

Donde:

$S = 7,5$  (para el tipo de agitador empleado)

$\eta_c$  = velocidad crítica del agitador

$Da$  = diámetro del agitador = 66,67 cm

$\nu$  = viscosidad cinemática = 0,011 cm<sup>2</sup>/s [Pinzón, 2006]

$Dp$  = tamaño medio de las partículas = 0,025 cm

$g$  = gravedad

$\Delta\rho$  = diferencia de densidades arcilla-efluente ácido =  $\rho_a - \rho = 1,16$  g/cm<sup>3</sup>

$\rho_a$  = densidad de la arcilla = 2,16 g/cm<sup>3</sup>

$\rho$  = densidad efluente acidificado = 1,01 g/cm<sup>3</sup>

Reemplazando en Ecuación (14), resulta:

$\eta_c = 82,61$  rpm



### Cálculo de la potencia del agitador

Número de Reynolds:

$$Re = \frac{Da^2 \cdot \eta_c \cdot \rho}{\mu} \quad \text{Ecuación (15)}$$

Reemplazando los datos obtenidos anteriormente en la Ecuación (15) resulta:

$$Re = 577\,960,63$$

Ecuación de potencia

$$P = \frac{Kt \cdot \eta^3 \cdot Da^5 \cdot \rho}{g_c} \quad \text{Ecuación (16)}$$

"En tanques con placas deflectoras, para números de Reynolds superiores a aproximadamente 10 000, el número de potencia es independiente del número de Reynolds y la viscosidad ya no influye. En este intervalo el flujo es totalmente turbulento y se aplica la ecuación con Kt" [McCabe, 1991]

De la Tabla 9,2 [McCabe, 1991], para una turbina de ventilador de 6 palas:

$$Kt = 1,65$$

Reemplazando en la Ecuación (16) se obtiene como resultado:

$$P = 0,75 \text{ HP}$$

Potencia del motorreductor:  $P \times Fs$  [Buameister, 1978]

Fs: Factor de servicio

Para un motor eléctrico y una carga media:  $Fs = 1,1$

$$P_{\text{motorreductor}} = 0,82 \text{ HP}$$

$$P_{\text{total agitación}} = 1,57 \text{ HP}$$

### DISEÑO DE LA BOMBA DE ALIMENTACION B-1

Se tiene la distribución de equipos alrededor de la bomba B-1 que se muestra en las Figuras IX.2 y IX.3. donde también se especifican las longitudes de las tuberías. Los puntos de análisis A y B se encuentran identificados en la Figura IX.2.

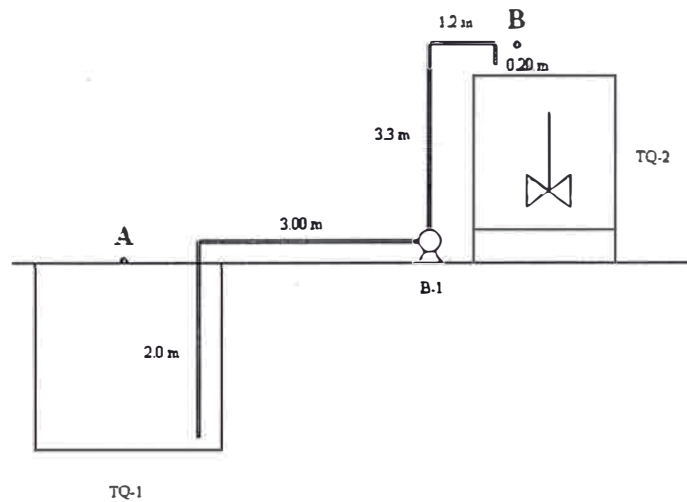


Figura IX.2. Vista frontal de los equipos adyacentes a la bomba B-1

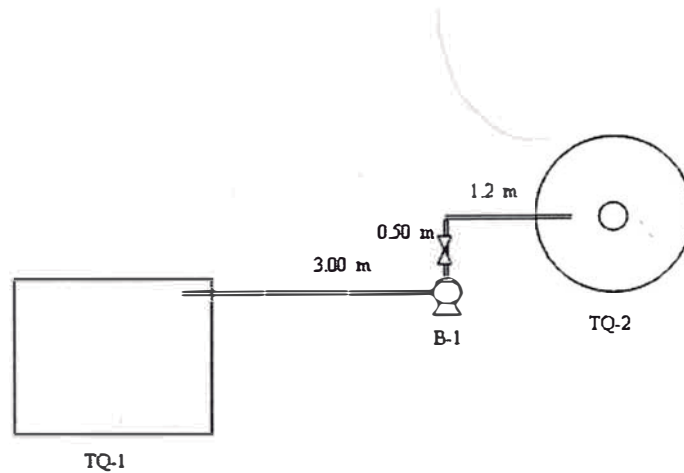


Figura IX.3. Vista superior de los equipos adyacentes a la bomba B-1

Aplicando la Ecuación de Bernoulli entre los puntos A y B se tiene que:

$$\frac{P_A}{\rho} + \frac{gZ_A}{g_c} + \frac{\alpha_A \cdot V_A^2}{2g_c} + \eta \cdot Wp = \frac{P_B}{\rho} + \frac{gZ_B}{g_c} + \frac{\alpha_B \cdot V_B^2}{2g_c} + hf \quad \text{Ecuación (17)}$$

Estableciendo:

Tiempo de llenado del tanque TQ-1: 1 hora

Volumen a trasvasar: 9,35 m<sup>3</sup>

Caudal: 9,35 m<sup>3</sup>/hora

La velocidad de salida en el punto B se calculó empleando los datos del Apéndice 6 McCabe [McCabe, 1991]. Para una tubería de 1,5" Schedule 40, una velocidad de 1 m/s corresponde a un caudal de 78,79 L/min, entonces:

$$V_B = \frac{Q_B \cdot V_x}{Q_x} \quad \text{Ecuación (18)}$$

Q<sub>B</sub> = 155,83 L/min

V<sub>x</sub> = 1 m/s

Q<sub>x</sub> = 78,8 L/min

V<sub>B</sub> = 1,98 m/s = 6,49 pie/s

**Cálculo de la pérdida de carga en tuberías (hf)**

$$hf = \left(f \cdot \frac{L}{D}\right) \cdot \frac{V^2}{2g_c} \quad \text{Ecuación (19)}$$

Características de la tubería:

Tubería de 1,5" Schedule 40

Material: acero comercial, ε = 0,00015

Diámetro interno de la tubería: Di = 0,039 m

Rugosidad relativa: ε/Di = 0,00112

Aplicando la Ecuación de Reynolds:

$$Re = \frac{D \cdot v \cdot \rho}{\mu} \quad \text{Ecuación (20)}$$

Resulta:

$$Re = 80\,749,89$$

Introduciendo los datos respectivos en la Gráfica Factor de Fricción (f) en función del número de Reynolds con la rugosidad relativa como parámetro [McCabe, 1991] se obtiene:

$$f = 0,023$$

### Cálculo de L/D de la tubería

$$L_{\text{tubería}} = 10,2 \text{ m}$$

$$D_{\text{tubería}} = 0,041 \text{ m}$$

$$L/D_{\text{tubería}} = 248,78$$

### Cálculo de L/D de los accesorios

Accesorios:

**Tabla IX.9.** Accesorios del conjunto de aspiración, bomba B-1 (Ver Figura IX.4)

Accesorio	Cantidad	L/D
Válvula de pie	1	450
Codo de 90°	1	30
Cono concéntrico de reducción	1	122
TOTAL		602

**Tabla IX.10.** Accesorios del conjunto de impulsión, bomba B-2 (Ver Figura IX.4)

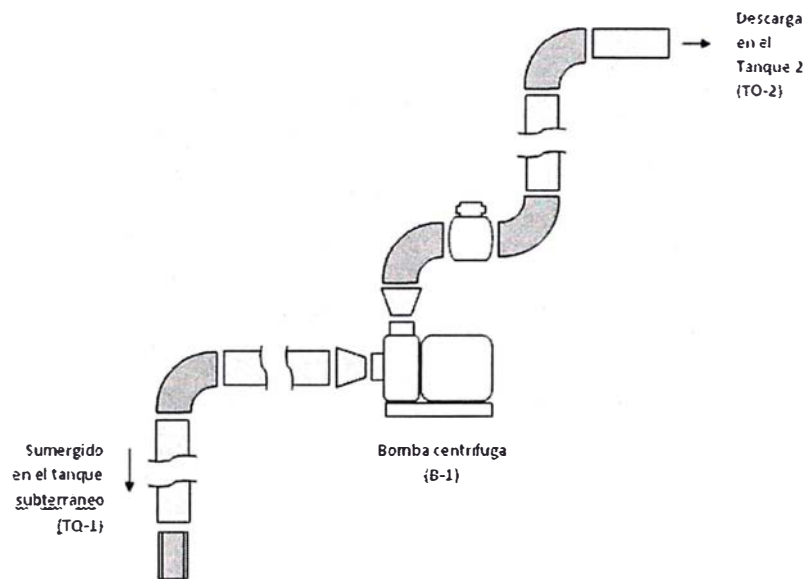
Accesorio	Cantidad	L/D
Cono concéntrico de ampliación	1	122
Codo de 90°	4	120
Válvula de globo	1	340
Salida con proyección del tubo	1	43
TOTAL		625

$$L/D_{\text{accesorios}} = L/D_{\text{aspiración}} + L/D_{\text{impulsión}} = 1\,227,00$$

$$L/D_{\text{total}} = L/D_{\text{tuberías}} + L/D_{\text{accesorios}} = 1\,475,78$$

Con los datos obtenidos, se aplica la Ecuación (19) para calcular  $h_f$ :

$$h_f = 6,77 \text{ m}$$



**Figura IX.4.** Conjunto de aspiración e impulsión de la bomba B-1

Volviendo a la Ecuación (17) y tomando en cuenta que:

$$V_A = 0$$

$$Z_A = 0$$

Eficiencia de la bomba,  $\eta = 0,6$

$$\alpha_B = 1$$

$$g = 9,79 \text{ m/s}^2$$

$$g_c = 9,80 \text{ m/s}^2$$

$$V_B = 1,97 \text{ m/s}$$

$$Z_B = 3,30 \text{ m}$$

$$h_f = 6,77 \text{ m}$$

$$P_B = P_A = P_{\text{atmosférica}}$$

Se obtiene:

$$W_p = 17,13 \text{ m-kgf/kg}$$

### Cálculo de la potencia de la bomba

$$P = m \cdot W_p \quad \text{Ecuación (21)}$$

$$m = \text{flujo másico} = 2,60 \text{ kg/s}$$

Reemplazando en la Ecuación (21) resulta:

$$P_{B-1} = 0,58 \text{ HP}$$

### DISEÑO DE LA BOMBA DE PULPAS B-2

Se tiene la distribución de equipos alrededor de la bomba B-2 que se muestra en las Figuras IX.5 y IX.6. donde también se especifican las longitudes de las tuberías. Los puntos de análisis C y D se encuentran identificados en la Figura IX.5.

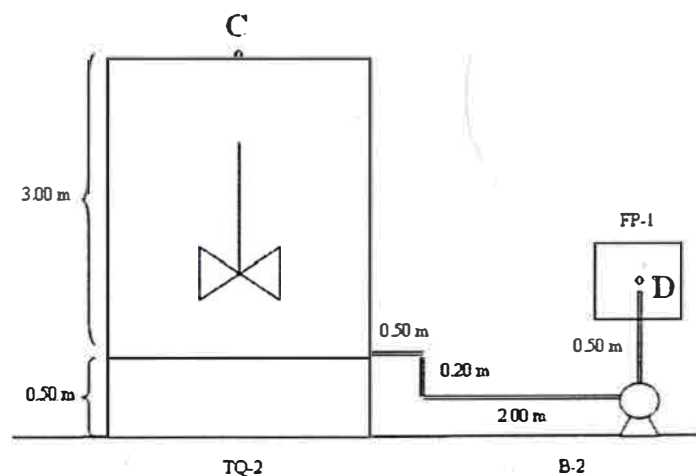
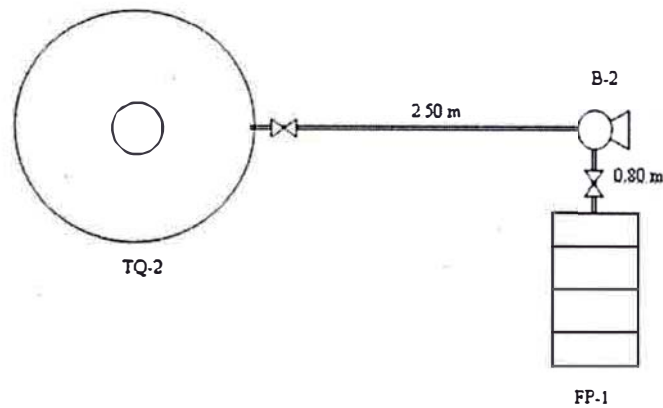


Figura IX.5. Vista frontal de los equipos adyacentes a la bomba B-2



**Figura IX.6.** Vista superior de los equipos adyacentes a la bomba B-2

Aplicando la Ecuación de Bernoulli entre los puntos C y D se tiene que:

$$\frac{P_C}{\rho} + \frac{gZ_C}{g_c} + \frac{\alpha_C V_C^2}{2g_c} + \eta W_p = \frac{P_D}{\rho} + \frac{gZ_D}{g_c} + \frac{\alpha_D V_D^2}{2g_c} + hf \quad \text{Ecuación (22)}$$

Estableciendo:

Tiempo de vaciado del tanque TQ-1: 6 horas

Volumen a vaciar: 9,44 m<sup>3</sup>

Caudal: 1,57 m<sup>3</sup>/hora

La velocidad en el punto D se calculó empleando los datos del Apéndice 6 McCabe, [McCabe, 1991]. Para una tubería de 1,5" Schedule 40, una velocidad de 1 m/s corresponde a un caudal de 78,79 L/min, entonces:

$$V_D = \frac{Q_D \cdot V_x}{Q_x} \quad \text{Ecuación (23)}$$

Q<sub>D</sub> = 26,22 L/min

V<sub>x</sub> = 1 m/s

Q<sub>x</sub> = 78,8 L/min

V<sub>D</sub> = 0,33 m/s = 1,09 pie/s

### Cálculo de la pérdida de carga en tuberías (hf)

Características de la tubería:

Tubería de 1,5" Schedule 40

Material: acero comercial,  $\varepsilon = 0,00015$

Diámetro interno:  $D_i = 0,039$  m

Rugosidad relativa:  $\varepsilon/D_i = 0,00112$

Aplicando la Ecuación (20) para el cálculo del número de Reynolds

Resulta:

$$Re = 12\,853,53$$

Introduciendo los datos respectivos en la Gráfica Factor de Fricción (f) en función del número de Reynolds con la rugosidad relativa como parámetro [McCabe, 1991] se obtiene:

$$f = 0,032$$

### Cálculo de L/D de la tubería

$$L_{\text{tubería}} = 4,0 \text{ m}$$

$$D_{\text{tubería}} = 0,041 \text{ m}$$

$$L/D_{\text{tubería}} = 97,56$$

### Cálculo de L/D de los accesorios

**Tabla IX.11.** Accesorios del conjunto de aspiración, bomba B-2 (Ver Figura IX.7)

Accesorio	Cantidad	L/D
Entrada con esquina aguda	1	16
Válvula de compuerta	1	260
Codo de 90°	2	60
Cono concéntrico de reducción	1	122
TOTAL		458



**Tabla IX.12.** Accesorios del conjunto de impulsión, bomba B-2 (Ver Figura IX.7)

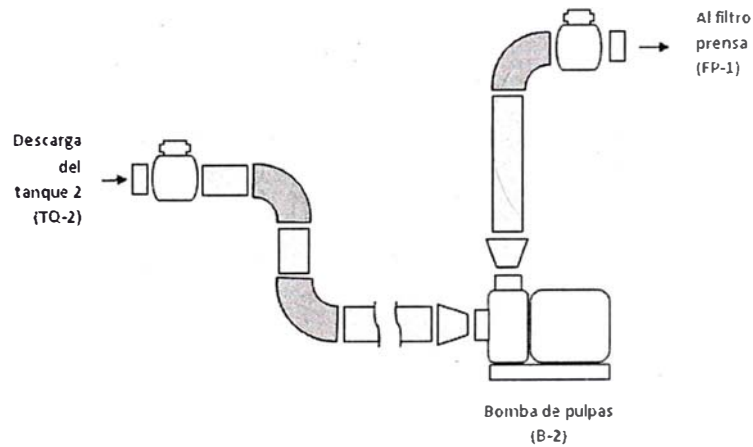
Accesorio	Cantidad	L/D
Cono concéntrico de ampliación	1	122
Codo de 90°	1	30
Válvula de compuerta	1	260
Salida con esquina aguda	1	31
TOTAL		443

$$L/D_{\text{ accesorios}} = L/D_{\text{ aspiración}} + L/D_{\text{ impulsión}} = 901,00$$

$$L/D_{\text{ total}} = L/D_{\text{ tuberías}} + L/D_{\text{ accesorios}} = 998,56$$

Con los datos calculados, se aplicó la Ecuación (19) dando como resultado:

$$h_f = 0,18 \text{ m}$$



**Figura IX.7.** Conjunto de aspiración e impulsión de la bomba B-2

Volviendo a la Ecuación (22) y tomando en cuenta que:

$$V_C = 0$$

$$\eta = 0,6$$

$$\alpha_D = 1$$

$$V_D = 0,33 \text{ m/s}$$

$$Z_C = 3,00 \text{ m}$$

$$Z_D = 0,80 \text{ m}$$

$$P_C = P_{\text{atmosférica}} = 0,101 \text{ MPa}$$

$$P_D = P_{\text{entrada al filtro prensa}} = 1,195 \text{ Pa}$$

Se obtiene:

$$W_p = 183,18 \text{ m-kgf/kg}$$

### **Cálculo de la potencia de la bomba**

$$m = \text{flujo másico} = 0,44 \text{ kg/s}$$

Reemplazando en la Ecuación (21) resulta:

$$P_{B-2} = 1,04 \text{ HP}$$

### **DISEÑO DEL FILTRO PRENSA FP-1**

Cálculo de la capacidad del filtro prensa (según Catálogo Siemens, ver Anexo 6)

$$Volumen\_total\_del\_filtro\_prensa = \frac{A * B * C * D}{E * F} \quad \text{Ecuación (24)}$$

A: Volumen total de alimentación de producto (litros) = 9,440,4

B: % concentración en sólidos de la entrada de producto = 0,0049

C: Densidad del agua (kg/L) = 0,997

D: Peso específico del fango de entrada = 1,001

E: Densidad de la torta de filtro húmeda\* (kg/L) = 0,998

F: % de sólido seco en la torta de filtro = 0,85

\*Densidad de la torta de filtro húmeda = Peso específico de la torta de filtro húmeda x Densidad del agua

Volumen total del filtro prensa = 54,94 L = 0,05 m<sup>3</sup>

Selección (Catálogo Hoesch):

Volumen del filtro = 1 m<sup>3</sup>

Area de filtración = 6 m<sup>2</sup>

Numero de placas = 7

Potencia = 7,4 HP

Tiempo de ciclo = t<sub>ciclo</sub> = t<sub>filtrado</sub> + t<sub>lavado</sub> + t<sub>limpieza</sub>

t<sub>filtrado</sub> = 6 horas

t<sub>lavado</sub> = 0,25 t<sub>filtrado</sub> = 1,5 horas

t<sub>limpieza</sub> = 1 hora

t<sub>ciclo</sub> = 8,5 horas

## **PROYECTO "B"**

### **DISEÑO DEL TANQUE DE TRATAMIENTO**

V<sub>agua</sub> = 6,54 m<sup>3</sup>/semana

W<sub>arcilla</sub> = 65,45 kg/semana

Densidad de la arcilla = 2160 kg/m<sup>3</sup>

V<sub>arcilla</sub> = 0,03 m<sup>3</sup>/semana

V<sub>HDTMA</sub> = 0,069 m<sup>3</sup>/semana

V<sub>útil</sub> = 6,64 m<sup>3</sup>

El tanque TQ-2 diseñado para el Proyecto "A" tiene las siguientes dimensiones:

Dt = 2 m

Altura = 3 m

Número de deflectores = 4

Con los datos de V<sub>útil</sub> y Dt, la altura útil (H<sub>útil</sub>) resulta:

$$H_{\text{útil}} = 2,11 \text{ m}$$

$$H = D \text{ (aproximadamente)}$$

Que es menor que la altura del tanque descrito, por lo que éste se puede emplear para la producción de arcilla organofílica

### **DISEÑO DEL AGITADOR**

$$\text{Diámetro del agitador} = D_a = D_t/3 = 0,67 \text{ m}$$

$$\text{Distancia de la base del tanque a la parte inferior del agitador} = E = D_t/4 = 0,50 \text{ m}$$

$$\text{Ancho de los deflectores} = J = D_t/20 = 0,10 \text{ m}$$

### **Cálculo de $\eta_c$ (velocidad crítica del agitador)**

Se ha empleado la correlación para suspensiones, sugerida por McCabe [McCabe, 1991], la cual se muestra en la Ecuación (14).

Donde:

$$S = 7,5$$

$$D_a = \text{diámetro del agitador} = 66,67 \text{ cm}$$

$$\nu = \text{viscosidad cinemática} = 0,013 \text{ cm}^2/\text{s} \text{ [Pinzón, 2006]}$$

$$D_p = \text{tamaño medio de las partículas} = 0,025 \text{ cm}$$

$$\Delta\rho = \text{diferencia de densidades arcilla-solución} = \rho_a - \rho = 1,07 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_a = \text{densidad de la arcilla} = 2,16 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho = \text{densidad de la solución} = 1,09 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{densidad de la suspensión} = 1,11 \text{ g/cm}^3$$

$$B = 100 \times \% \text{ peso del sólido} / \% \text{ peso del líquido} = 1,18$$

$$\% \text{ peso de sólido en la pulpa} = 1,17$$

$$\% \text{ peso de líquido en la pulpa} = 98,83$$

Reemplazando en Ecuación (14) la resulta:

$$\eta_c = 90,24 \text{ rpm}$$

### **Cálculo de la potencia del agitador**

El número de Reynolds fue calculado empleando la Ecuación (15):

$$Re = 472\,392,99$$

### **Cálculo de la potencia**

Empleando la Ecuación (16) para un valor de  $K_t$  de 1,65 (turbina con ventilador de 6 palas) se obtiene:

$$P = 1,07 \text{ HP}$$

Potencia del motorreductor:  $P \times F_s$  [Buameister, 1978]

$F_s$ : Factor de servicio

Para un motor eléctrico y una carga media:  $F_s = 1,1$

$$P_{\text{motorreductor}} = 1,18 \text{ HP}$$

$$P_{\text{total agitación}} = 2,25 \text{ HP}$$

### **DISEÑO DE LA BOMBA DE ALIMENTACION**

Se tiene la misma distribución de equipos que en el Proyecto "A", por lo tanto se aplicará la Ecuación (17). Los puntos A y B están ubicados según la Figura IX.2.

Estableciendo:

Tiempo de llenado del tanque: 0,7 horas

Volumen a trasvasar:  $6,54 \text{ m}^3$

Caudal:  $9,34 \text{ m}^3/\text{hora}$

La velocidad de salida en el punto B se calculó empleando los datos del Apéndice 6 McCabe, [McCabe, 1991]. Para una tubería de 1,5" Schedule 40, una velocidad de 1 m/s corresponde a un caudal de 78,79 L/min. Aplicando la Ecuación (18) resulta:

$$Q_B = 155,71 \text{ L/min}$$

$$V_x = 1 \text{ m/s}$$

$$Q_x = 78,8 \text{ L/min}$$

$$V_B = 1,98 \text{ m/s} = 6,48 \text{ pie/s}$$

### **Cálculo de la pérdida de carga (hf)**

Características de la tubería:

Tubería de 1,5" Schedule 40

Material: acero comercial,  $\varepsilon = 0,00015$

Diámetro interno:  $D_i = 0,039$  m

Rugosidad relativa:  $\varepsilon/D_i = 0,00112$

El número de Reynolds fue calculado mediante la Ecuación (20), dando como resultado:

$$Re = 81\,243,91$$

El factor de fricción (f) es obtenido de la Gráfica Factor de Fricción en función del número de Reynolds con la rugosidad relativa como parámetro [McCabe, 1991]:

$$f = 0,023$$

### **Cálculo de L/D de la tubería**

$$L_{\text{tubería}} = 10,2 \text{ m}$$

$$D_{\text{tubería}} = 0,041 \text{ m}$$

$$L/D_{\text{tubería}} = 248,78$$

### **Cálculo de L/D de los accesorios**

Los accesorios en este caso son los mismos que los del proyecto "A" y que se muestran en las Tablas IX.9 y IX.10, Entonces:

$$L/D_{\text{accesorios}} = L/D_{\text{aspiración}} + L/D_{\text{impulsión}} = 1\,227,00$$

$$L/D_{\text{total}} = L/D_{\text{tuberías}} + L/D_{\text{accesorios}} = 1\,475,78$$

Con los datos obtenidos, se aplicó la Ecuación (19), obteniéndose que:

$$hf = 6,77 \text{ m}$$

Volviendo a la Ecuación (17) y tomando en cuenta que:

$$V_A = 0$$

$$Z_A = 0$$

$$\eta = 0,6$$

$$\alpha_B = 1$$

$$g = 9,79 \text{ m/s}^2$$

$$g_c = 9,80 \text{ m/s}^2$$

$$V_B = 1,98 \text{ m/s}$$

$$Z_B = 3,30 \text{ m}$$

$$h_f = 6,77 \text{ m}$$

$$P_B = P_A = P_{\text{atmosférica}}$$

Resulta:

$$W_p = 17,10 \text{ m-kgf/kg}$$

### **Cálculo de la potencia de la bomba**

$$m = \text{flujo másico} = 2,85 \text{ kg/s}$$

Reemplazando en la Ecuación (21) resulta:

$$P = 0,63 \text{ HP}$$

### **DISEÑO DE LA BOMBA DE PULPAS**

Considerando la misma distribución de equipos que en el Proyecto "A", se aplicará la Ecuación (22). Los puntos C y D están ubicados según la Figura IX.5.

Estableciendo:

Tiempo de vaciado del tanque: 4 horas

Volumen a vaciar:  $6,64 \text{ m}^3$

Caudal:  $1,66 \text{ m}^3/\text{hora}$

La velocidad de salida en el punto D se calculó empleando los datos del Apéndice 6 McCabe, [McCabe, 1991]. Para una tubería de 1,5" Schedule 40, una velocidad

de 1 m/s corresponde a un caudal de 78,79 L/min, entonces, aplicando la Ecuación (23) tenemos:

$$Q_D = 27,66 \text{ L/min}$$

$$V_x = 1 \text{ m/s}$$

$$Q_x = 78,8 \text{ L/min}$$

$$V_D = 0,35 \text{ m/s} = 1,15 \text{ pie/s}$$

### **Cálculo de la pérdida de carga (hf)**

Características de la tubería:

Tubería de 1,5" Schedule 40

Material: acero comercial,  $\epsilon = 0,00015$

Diámetro interno:  $D_i = 0,039 \text{ m}$

Rugosidad relativa:  $\epsilon/D_i = 0,00112$

El número de Reynolds fue calculado con la Ecuación (20):

$$Re = 11\,043,22$$

El factor de fricción (f) es obtenido de la Gráfica Factor de Fricción en función del número de Reynolds con la rugosidad relativa como parámetro [McCabe, 1991]:

$$f = 0,032$$

### **Cálculo de L/D de la tubería**

$$L_{\text{tubería}} = 4,0 \text{ m}$$

$$D_{\text{tubería}} = 0,041 \text{ m}$$

$$L/D_{\text{tubería}} = 97,56$$

### **Cálculo de L/D de los accesorios**

Los accesorios en este caso son los mismos que los del proyecto "A" y que se muestran en las Tablas IX.11 y IX.12, Entonces:



$$L/D_{\text{accesorios}} = L/D_{\text{aspiración}} + L/D_{\text{impulsión}} = 901,00$$

$$L/D_{\text{total}} = L/D_{\text{tuberías}} + L/D_{\text{accesorios}} = 998,56$$

Con los datos obtenidos, se aplicó la Ecuación (19):

$$h_f = 0,20 \text{ m}$$

Volviendo a la Ecuación (22) y tomando en cuenta que:

$$V_C = 0$$

$$\eta = 0,6$$

$$\alpha_D = 1$$

$$V_D = 0,35 \text{ m/s}$$

$$Z_C = 3,00 \text{ m}$$

$$Z_D = 0,80 \text{ m}$$

$$P_C = P_{\text{atmosférica}} = 0,101 \text{ MPa}$$

$$P_D = P_{\text{entrada al filtro prensa}} = 1,195 \text{ Pa}$$

Se obtiene:

$$W_p = 166,45 \text{ m-kgf/kg}$$

### **Cálculo de la potencia de la bomba**

$$m = \text{flujo másico} = 0,51 \text{ kg/s}$$

Reemplazando en la Ecuación (21) resulta:

$$P = 1,01 \text{ HP}$$

### **DISEÑO DEL FILTRO PRENSA**

La capacidad del filtro prensa se calculó mediante la Ecuación (24):

$$\text{Volumen total del filtro prensa} = 91,39 \text{ L} = 0,09 \text{ m}^3$$

Selección (Catálogo Hoesch):

Volumen del filtro =  $1 \text{ m}^3$

Area de filtración =  $6 \text{ m}^2$

Numero de placas = 7

Potencia = 7,4 HP

Tiempo de ciclo =  $t_{\text{ciclo}} = t_{\text{filtrado}} + t_{\text{lavado}} + t_{\text{limpieza}}$

$t_{\text{filtrado}} = 5 \text{ horas}$

$t_{\text{lavado}} = 0,25 t_{\text{filtrado}} = 1,3 \text{ horas}$

$t_{\text{limpieza}} = 1 \text{ hora}$

$t_{\text{ciclo}} = 7,3 \text{ horas}$

**ANEXO 5: INFORMACION DE REFERENCIA PARA EL DISEÑO DE PLANTA**

Apéndice 6 [McCabe, 1991]

**APENDICE SEIS**

**DIMENSIONES, CAPACIDADES Y PESOS DE TUBERIAS NORMALIZADAS DE ACERO†**

Tamaño nominal de tubería, pulg	Diámetro exterior, cm	Número de catálogo	Espesor de la pared, cm	Diámetro interior, cm	Área de la sección interior, dm <sup>2</sup>	Capacidad para la velocidad de 1 m/seg Litros/min	Peso de tubería, kg/m
1/8	1,029	40	0,173	0,683	0,00372	2,198	0,36
		80	0,241	0,546	0,00232	1,403	0,46
1/4	1,372	40	0,224	0,925	0,00669	4,032	0,63
		80	0,302	0,767	0,00465	2,772	0,80
3/8	1,715	40	0,231	1,252	0,01236	7,387	0,85
		80	0,320	1,074	0,00910	5,436	1,10
1/2	2,134	40	0,277	1,580	0,01960	11,76	1,27
		80	0,373	1,387	0,01514	9,066	1,62
3/4	2,667	40	0,287	2,093	0,03447	20,64	1,68
		80	0,391	1,885	0,02787	16,74	2,19
1	3,340	40	0,338	2,664	0,05574	33,44	2,50
		80	0,455	2,431	0,04636	27,83	3,23
1 1/4	4,216	40	0,356	3,505	0,09662	57,89	3,38
		80	0,485	3,246	0,08277	49,65	4,47
1 1/2	4,826	40	0,368	4,089	0,13136	78,79	4,05
		80	0,508	3,810	0,11380	68,41	5,40
2	6,033	40	0,391	5,250	0,21646	129,9	5,43
		80	0,554	4,925	0,19045	114,3	7,47
2 1/2	7,303	40	0,516	6,271	0,30861	185,3	8,62
		80	0,701	5,900	0,27331	164,0	11,40
3	8,890	40	0,549	7,793	0,47658	286,2	11,28
		80	0,762	7,366	0,42613	255,7	15,25
3 1/2	10,16	40	0,574	9,012	0,63822	382,7	13,36
		80	0,808	8,545	0,57319	344,1	18,62
4	11,43	40	0,602	10,226	0,82124	492,8	16,06
		80	0,856	9,718	0,74190	445,0	22,29
5	14,13	40	0,655	12,819	1,29131	774,4	21,76
		80	0,953	12,225	1,1733	704,3	30,92
6	16,83	40	0,711	15,405	1,8636	1118	28,23
		80	1,097	14,633	1,6815	1009	42,52
8	21,91	40	0,818	20,272	3,2274	1937	42,49
		80	1,270	19,368	2,9459	1768	64,57





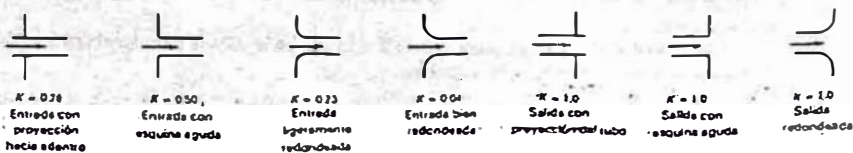
Apéndice C-2a [McCabe, 1991]

Apéndice C-2a Longitud equivalente representativa en diámetros de tubo (L/D) de varias válvulas y accesorios (Cromb Co.)

Descripción	Longitud equivalente en diámetros de tubo (L/D)
<b>Válvulas de globo</b>	
Convencional	
Sin obstrucción con asiento plano, biselado o de obturador — totalmente abierta	340
Con disco accionado con vástagos o mariposa — totalmente abierta	450
Modelo en Y (Sin obstrucción en asiento plano, biselado o de obturador)	
Con vástago de 60° desde la corrida de tubería — totalmente abierta	175
Con vástago de 45° desde la corrida de tubería — totalmente abierta	145
<b>Válvulas de ángulo</b>	
Convencional	
Sin obstrucción en el asiento plano, biselado o de obturador — totalmente abierta	145
Con disco accionado con vástagos o mariposa — totalmente abierta	200
<b>Válvulas de compuerta</b>	
Convencional de disco de cuña, disco doble o disco obturador	
Totalmente abierta	13
Abierta a tres cuartos	35
Abierta a la mitad	160
Abierta a un cuarto	900
<b>Válvula para pastas o pulpas</b>	
Totalmente abierta	17
Abierta a tres cuartos	50
Abierta a la mitad	260
Abierta a un cuarto	1200
<b>Tubería de cañería — totalmente abierta</b>	3*
<b>Válvulas de retención</b>	
Oscilación convencional 0.5" — totalmente abierta	135
Oscilación de paso libre 0.5" — totalmente abierta	50
globo ascendente o paro — 2.0" — totalmente abierta	Igual que de globo
Ángulo ascendente o paro — 2.0" — totalmente abierta	Igual que de ángulo
Bola en línea — 2.5 vertical y 0.25 horizontal" — totalmente abierta	150
<b>Válvulas de pie con filtro</b>	
Con válvula de disco de tipo ascendente — 0.3" — totalmente abierta	420

Descripción	Longitud equivalente en diámetros de tubo (L/D)
<b>Accesorios</b>	
Codo convencional de 90°	30
Codo convencional de 45°	16
Codo de radio-largo de 90°	20
Codo recto de 90°	50
Codo recto de 45°	26
Codo de esquina cuadrada	57
<b>T</b>	
Convencional	
Para el flujo transversal recto	20
Para el flujo transversal ramificado	60
Curva de retorno de patrón cerrado	50

Apéndice C-2c Resistencia debida a la entrada y salida de tubos (Crane Co.)



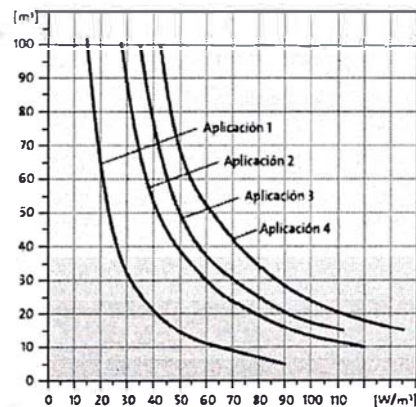
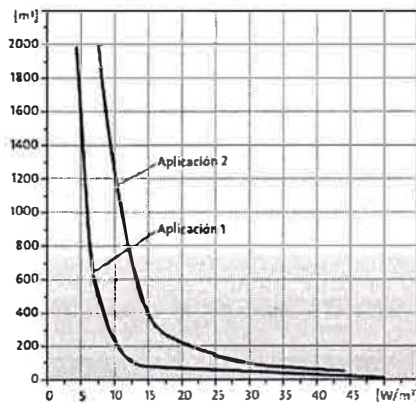
## ANEXO 6: FICHAS TECNICAS DE LOS EQUIPOS INVOLUCRADOS EN EL DISEÑO DE PLANTA

### AGITADOR

## Guía de selección de Agitadores Grundfos

Esta guía de selección es sólo orientativa. Para Información adicional por favor contactar con Grundfos.

Los diagramas de selección (curvas) de los agitadores Grundfos están basados en tanques cuadrados y redondos.



Tipo de agitador	Potencia de motor P <sub>1</sub> [kW]	Aplicación 1	Aplicación 2	Aplicación 3	Aplicación 4
AMD 07.18.1410	0.75	6 m	2.5 m	2.0 m	1.5 m
AMD 15.458.770	1.50	16 m	-	5.5 m	4.5 m
AMD 25.458.6990	2.50	20 m	-	6.0 m	5.0 m
AMD 35.458.705	3.50	24 m	-	6.5 m	5.5 m
AMD 45.458.675	4.50	28 m	-	7.0 m	6.0 m
AMD 20.45.700	2.00	16 m	11 m	5.0 m	4.5 m
AMD 30.45.710	3.00	20 m	15 m	6.0 m	5.0 m
AMD 40.45.695	4.00	24 m	14 m	6.5 m	5.5 m
AMG 15.40.325	1.50	20 m	10 m	5.5 m	4.0 m
AMG 22.45.325	2.20	22 m	11 m	6.0 m	4.5 m
AMG 30.47.328	3.00	24 m	12 m	6.5 m	5.0 m
AMG 40.52.326	4.00	26 m	13 m	7.0 m	5.5 m
AMG 55.50.335	5.50	31 m	15 m	8.6 m	6.0 m
AMG 75.98.336	7.50	37 m	18 m	10.0 m	7.5 m
AMG 110.68.334	11.00	45 m	22 m	12.5 m	9.0 m
AMG 150.73.354	15.00	55 m	27 m	15.0 m	11.0 m
AMG 185.78.351	18.50	65 m	30 m	18.0 m	13.0 m

Aplicación 1

Fangos activados, Zonas selectoras  
Zonas anóxicas, Zonas bialimentes  
Zonas anaeróbicas

Aplicación 2

Fangos primarios < 3 % contenido de sólidos  
Fangos secundarios < 6 % contenido de sólidos  
Fangos digeridos < 8 % contenido de sólidos

Aplicación 3

Sumidero de bomba sin  
aerobaste previo

Aplicación 4

Sumidero de bomba  
con arena

#### Ejemplo de agitadores:

Para tanques de más de 2000 m<sup>3</sup>, utilizar el valor de energía necesario para 2000 m<sup>3</sup>.

**Paso 1** Seleccionar curva para la aplicación en cuestión utilizando las anteriores definiciones, por ejemplo Aplicación 2.

**Paso 2** Seleccionar volumen del tanque, por ejemplo 1200 m<sup>3</sup>.

**Paso 3** Utilizar el diagrama de curva para determinar la energía necesaria.

Este ejemplo = 10 W/m<sup>3</sup> para fango primario

**Paso 4** Calcular la potencia de entrada necesaria, utilizando esta fórmula:

$$\frac{\text{Energía necesaria } 10 \text{ W/m}^3 \times \text{volumen del tanque } 1200 \text{ m}^3}{1000} = 12 \text{ kW}$$

**Resultado:** 1 ud. de AMG.150.73.354 que dará una potencia de salida de 15 kW (se necesitan 12 kW). Como alternativa, seleccionar 2 uds. AMG.75.98.336. Comprobar que no se exceda la longitud max. del tanque. Si es así, hay que repartir la energía necesaria entre más agitadores instalados en serie.

## BOMBA CENTRIFUGA



### CP

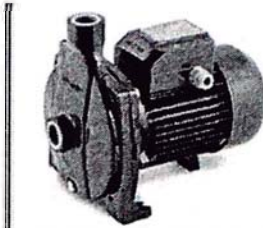
#### CAMPO DE LAS PRESTACIONES

- Caudal hasta 160 l/min (9.6 m<sup>3</sup>/h)
- Altura manométrica hasta 58m

#### LIMITES DE UTILIZO

- Altura de aspiración manométrica hasta 7m
- Temperatura del fluido hasta + 60°C
- Máxima temperatura ambiente hasta + 40°C

#### ELECTROBOMBAS CENTRIFUGAS



CPm 620

#### ► PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO

La serie CP está constituida por ELECTROBOMBAS CENTRIFUGAS MONORODETE, que tienen en común un diseño esencial y una selección técnica bien definida de construcción, que caracterizan sus prestaciones. El rodete, instalado en voladizo sobre el eje motor, se halla directamente delante de la boca de aspiración del cuerpo bomba.

La forma del rodete impulsa, con las menores pérdidas hidráulicas, el fluido radialmente desde el centro hacia la periferia, así que los álabes, situados en el canal del rodete, ceden al fluido energía tanto en forma de presión, como de aumento de velocidad. A la salida del rodete el fluido es conducido a la voluta del cuerpo bomba, que junto con el difusor cónico transforma parte de la energía cinética en energía de presión.

#### ► PRESTACIONES

La gama de bombas de la serie CP es particularmente variada; sin embargo en el estudio de cada máquina se ha tratado de conseguir una estandarización en los siguientes puntos:

- **Curvas características particularmente amplias y estables.**
  - **Rendimientos caracterizados por elevados valores absolutos y curvas de rendimiento tendencialmente planas.**
  - **Curvas de absorbitamiento planas en los altos caudales, tales que impidan la sobrecarga de los motores incluso frente a empleos prolongados.**
  - **Buenas capacidades de aspiración tanto para bajos como para elevados caudales.**
- Tolerancia de las curvas según ISO 2548.

#### ► CARACTERISTICAS DE CONSTRUCCION

- ☐ **CUERPO BOMBA** en hierro fundido, con bocas de aspiración e impulsión roscadas.
- ☐ **TAPA DEL CUERPO BOMBA** en **acero inoxidable AISI 304** o en hierro fundido en los modelos de mayor potencia.
- ☐ **RODETE EN LATON**, del tipo a flujo radial centrífugo (rodete en tecnopolímero disponible, indicado con una X después de el modelo).
- ☐ **EJE MOTOR** en **acero inoxidable AISI 316** (AISI 416 hasta 0.75 kW).
- ☐ **SELLO MECANICO** en cerámica y grafito.
- ☐ **MOTOR ELECTRICO**: las bombas están acopladas directamente a un motor eléctrico PEDROLLO expresamente dimensionado, de tipo asíncrono de elevado rendimiento, silencioso, cerrado, con ventilación externa, apto para el servicio continuo. AISLAMIENTO clase F (B hasta a 0.75 kW).  
**El protector térmico (salvomotor) está incorporado en los motores monofásicos.**  
Los motores trifásicos debe ser protegido con un salvamotor externo adecuado, por lo que se preve una conexión conforme a las normas vigentes.
- ☐ **PROTECCION IP 44.**
- ☐ **EJECUCION Y NORMAS DE SEGURIDAD** según EN60 335-1 (IEC 335-1, CEI 61-150) EN 60034-1 (IEC 34-1, CEI 2-3).
- ☐ **MODELO REGISTRADO.**

## BOMBA DE PULPAS

# Bombas de Alta Presión

### Bombas de Alta Presión Relación 2:1

Diseñadas para aplicaciones donde la presión máxima normal, de 7 Kg/cm<sup>2</sup> (100 PSI), es insuficiente para vencer los requerimientos del sistema. El caudal es aproximadamente la mitad de la capacidad de una bomba estándar, pero se alcanza una presión de descarga de 14 Kg/cm<sup>2</sup>, (200 PSI) con solo 7 Kg/cm<sup>2</sup> (100 PSI) de alimentación de aire comprimido.

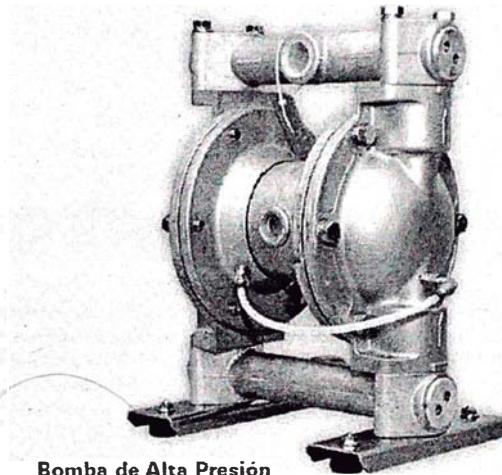
Tamaños disponibles: Desde de 3/4" a 3"  
(20 mm a 100 mm)

Disponibles en: Aluminio, Hierro fundido y  
Acero Inoxidable

Diafragmas:  
Siete materiales diferentes

Capacidades: Entre 3.8 y 378 LPM  
(1 hasta 100 GPM)

Instalación: No se requieren costosas válvulas o sistemas de alivio de presión. Gran retención de presión.



Bomba de Alta Presión  
Relación 2:1



## FILTRO PRENSA



### Tablas de selección y especificación

Es posible utilizar la siguiente fórmula para calcular el volumen (ft<sup>3</sup>) (l) de un filtro-prensa J-Press® en la mayoría de las aplicaciones de secado:

$$\text{Volumen total del filtro-prensa (ft}^3\text{) (l)} = \frac{\text{Volumen total de alimentación de producto (galones) (litros)} \times \text{\% concentración en sólidos de la entrada de producto}^* \times 8,34 \text{ (lb por galón de agua) (1 kg/l) (densidad del agua)} \times \text{peso específico del tango de entrada}}{\text{Densidad de la torta de filtro húmeda}^{**} \times \text{\% de sólido seco en la torta de filtro}^* \times \text{densidad de la torta (lb/ft}^3\text{) (kg/l) x \% de sólido en la torta}}$$

\* La concentración en % se debe expresar en forma decimal (por ejemplo, 2% = 0.02).

\*\* Densidad de la torta de filtro húmeda = Peso específico de la torta de filtro húmeda x Densidad del agua

Tomado del Catálogo Siemens J-Press® Filtro Prensa pagina 11

## Filtro Prensa de Barra Lateral Hoesch

### Una Potente Herramienta para Aplicaciones de Filtración

La serie de filtros prensa de membrana de barra lateral es una tecnología probada y fiable para aplicaciones estándar y altamente corrosivas. El diseño se basa en

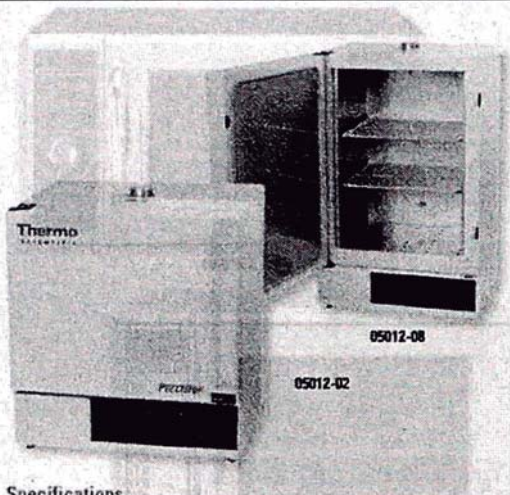
las condiciones operativas con vistas a una vida excepcional, junto con unos requisitos mínimos de mantenimiento. Las operaciones, en particular las que presentan tiempos de filtración ampliados, minimizan el efecto de los tiempos técnicos más largos sobre la capacidad específica del filtro.

El rango estándar incluye tamaños de placa de 1.200 mm, 1.500 mm y 2.000 mm. Existen otros formatos que se pueden solicitar.

Filtro de Barra Lateral Hoesch		800	1 200	1 500	2 000
Área de filtración	m <sup>2</sup>	6-60	17-147	27-482	240-1 000
Volumen del filtro	m <sup>3</sup>	0.08-1.0	0.3-2.6	0.5-11.7	4.9-21.8
Área/placa	m <sup>2</sup>	0.98	2.1	3.4	6.3
<b>Volumen/Placa (N.º placa)</b>					
25 mm	litro/placa (N.º placa)	13.6 (6-60)	24.3 (12-70)	38.8 (12-142)	81.7 (60-158)
40 mm	litro/placa (N.º placa)	17.8 (6-52)	38.6 (8-58)	61.9 (10-142)	112.7 (46-154)
50 mm	litro/placa (N.º placa)	25.5 (6-46)	48 (8-52)	77.4 (10-138)	142.1 (40-138)
60 mm	litro/placa (N.º placa)	-	55.7 (8-46)	91.1 (8-126)	172.7 (38-126)
<b>Dimensiones principales</b>					
Longitud del módulo	mm	2 000-5 000	3 000-6 000	3 000-14 000	7 000-16 000
Longitud	mm	3 900-6 900	5 200-8 200	5 200-16 200	8 300-18 300
Ancho	mm	1 900	2 300	2 600	2 750
Altura	mm	1 400	1 800 (3 500*)	2 100 (3 800*)	3 100 (5 400)
Peso	t	7.5-15	15-22	18-57	44-90
Potencia instalada	kW	5.5	7.5 (9.0*)	11 (12.5*)	15 (17.2*)

Tomado del Catálogo Larox, Filtro Prensa de membrana Hoesch, pagina 14

**HORNO**



### Precision Economy Gravity Convection Ovens

Reliable performance at an affordable price!

- Temperatures up to 210°C with  $\pm 0.5^\circ\text{C}$  sensitivity
- Easy-to-clean, rugged stainless steel construction
- 0 to 250°C glass thermometer included

These precision economy ovens offer reliable performance and value—suitable for most general-purpose heating and drying needs while conserving precious bench space. Ovens come equipped with everything you need to begin operating immediately. Ovens offer analog control with either hydraulic or electronic thermostat.

**What's Included:** 0 to 250°C glass thermometer, power cord, and vent cap. Model 05012-02 includes one non-tip shelf, all other models include two shelves.

**Specifications**

Control type: analog  
 Temperature display: 0 to 250°C glass thermometer (included)  
 Construction: stainless steel chamber, steel exterior

Capacity (cu ft)	Temp. range	Sensitivity	Shelf positions	Dimensions (W x H x D)		Shpg wt. lb (kg)	115 VAC, 60 Hz		230 VAC, 50/60 Hz	
				Chamber	Overall		Catalog number	Price	Catalog number	Price
1.4	65 to 250°C	$\pm 0.5^\circ\text{C}$	5	12 1/2" x 13 1/4" x 14"	18" x 28" x 19 1/2"	75 (35.8)	RZ-05012-03		—	
2.5	65 to 200°C	$\pm 0.5^\circ\text{C}$	6	18 1/2" x 15" x 15 1/2"	24" x 28" x 21 1/2"	145 (65.7)	RZ-05012-02		—	
2.5	65 to 250°C	$\pm 0.3^\circ\text{C}$	6	18 1/2" x 15" x 15 1/2"	24" x 28" x 21 1/2"	117 (53.0)	—		RZ-05012-07	
4.5	50 to 210°C	$\pm 0.3^\circ\text{C}$	10	18 1/2" x 27" x 15 1/2"	24" x 40" x 21 1/2"	145 (65.8)	RZ-05012-08		RZ-05012-09	

**950** Cole-Parmer U.S. Fax: 847-549-1700 E-mail: [export@coleparmer.com](mailto:export@coleparmer.com) [www.coleparmer.com/dealers](http://www.coleparmer.com/dealers)

## MOLINO DE BOLAS

Member Since 8 years



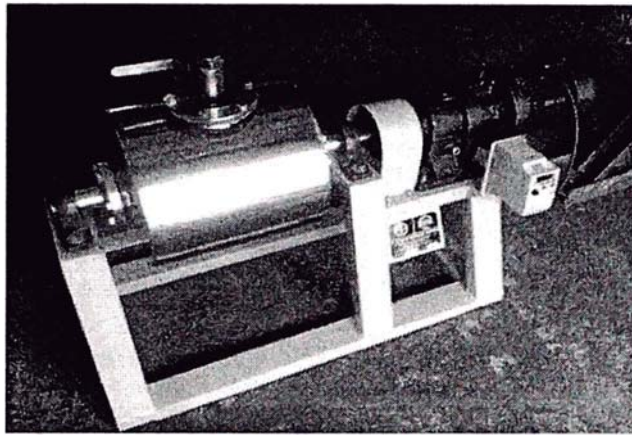
S. F. ENGINEERING WORKS



### LABORATORY BALL MILL

[Send E-mail](#)

[View Catalog](#)



#### Description/ Specification of LABORATORY BALL MILL

**BALL MILL:** Size From 500 Ml to 50 Ltrs. Material Of Construction Mild Steel or Stainless Steel Having Total Volume Capacity In Liters. Main Shell Will Be Fabricated In 12 Mm Thick Plate And Side Plate Will Be 15 Mm Thick And Further Supported And Stiffened With Mild Steel Heavy Duty Ribz And Backing Plates To Withstand Heavy Loads From Outside. Main Shaft Will Be 60 Mm Dia Located On Heavy-Duty Bosses And Rotate On Roller Bearings. Complete With Plumber Blocks And Sleeve Nuts. A Discharge Door Main Hole Of The Cylinder Will Be 10" X 10" For Liquid Or Solid Discharge Is Provided With The Mill Along With Manhole Cover If Required. Main Shaft Will Be Turned Through From One End To Another End. The Entire Mill Is Mounted On A Sturdy Frame Structure Made From ISMC Sections.

Hence Complete With Material As Per Our Standard Design.

**Drive:**

A 2 HP 3 Phase 50 Cycle 440-V Motor Coupled To A Gear Pention & Pulley, Is Mounted On A Separate Base Frame And Drives The Mill At 44 Rpm.

**Sample Availability**  Yes

**Supplier Product Code**  LAB BALL MILL

**Competitive Advantages of the product**

SUITABLE FOR WET & DRY GRINDING

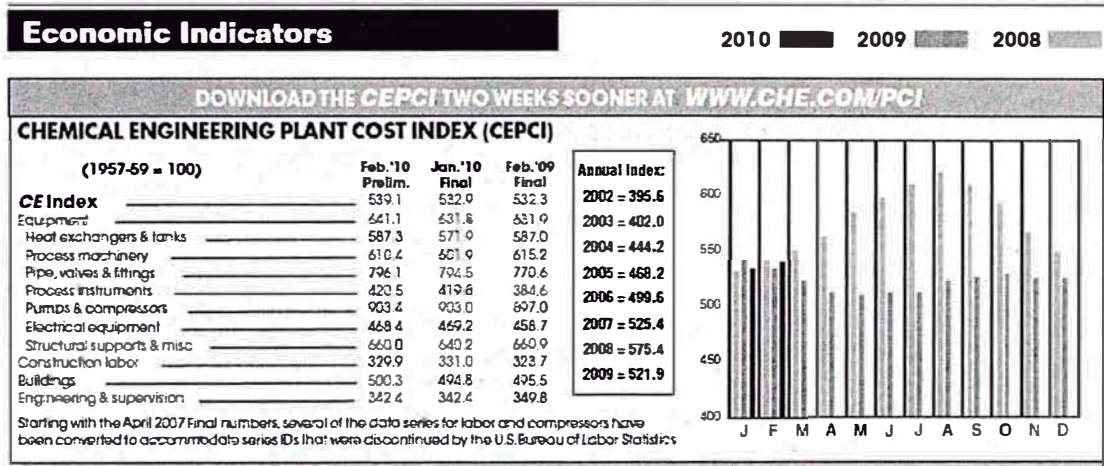
**Delivery Terms**  WITH IN 4 TO 6 WEEKS

**Delivery Lead Times**  4 TO 6 WEEKS

**Payment Terms**  50% ADVANCE BALANCE AGAINST DELIVERY

**Min Quantity**  1

## ANEXO 7: INFORMACION DE REFERENCIA PARA LA EVALUACIÓN ECONOMICA



Fuente: Revista Chemical Engineering, mayo 2010