



4 MATERIALES Y METODOS

4.1 Preparación de muestras sintéticas de agua residual

4.1.1 Análisis de concentraciones características

De acuerdo a la información recopilada en la sección 3.2.3 del presente trabajo titulada Principales Metales Contaminantes por Giro Industrial, se realizó un análisis cuyo objetivo fue la determinación de concentraciones características de los de los metales en aguas residuales industriales. Haciendo uso del programa Microsoft® Excel 2002 se realizo un análisis para obtener los rangos característicos para concentraciones bajas, medias y altas de cada metal; una vez obtenidos estos rangos, se obtuvo el promedio aritmético de los datos, promedio geométrico del rango y los datos y la mediana de los datos; con ellos se obtuvo la concentración característica de cada rango. A continuación se presentan este análisis.

Tabla 4-1 Análisis de Concentración Característica de Cadmio (ppm).

Rangos Característicos		Promedio Aritmético Datos	Promedio Geométrico Rango	Promedio Geométrico Datos	Mediana Datos	Concentración Característica
0.00	15.00	4.21	7.50	0.84	1.02	3.39
15.00	22.00	15.83	18.50	15.55	15.00	16.22
0.40	158.00	57.40	79.20	23.41	44.00	51.00

Tabla 4-2 Análisis de Concentración Característica de Plomo (ppm).

Rangos Característicos		Promedio Aritmético Datos	Promedio Geométrico Rango	Promedio Geométrico Datos	Mediana Datos	Concentración Característica
0.02	10.00	3.73	5.01	1.54	2.30	3.14
11.70	48.00	22.19	29.85	13.40	15.00	20.11
0.40	200.00	78.66	100.20	28.45	86.00	73.33

Tabla 4-3 Análisis de Concentración Característica de Cobre (ppm).

Rangos Característicos		Promedio Aritmético Datos	Promedio Geométrico Rango	Promedio Geométrico Datos	Mediana Datos	Concentración Característica
0.00	70.00	11.81	35.00	3.61	4.20	4.20
0.00	128.00	61.37	64.00	39.97	62.80	39.97
0.00	334.00	218.17	167.00	212.17	202.00	167.00



Con las concentraciones características resultado del análisis anterior, se formularon aguas residuales sintéticas para este estudio

4.1.2 Formulación de aguas residuales sintéticas

Con los resultados obtenidos en la sección 4.1.1 se realizó la formulación de cada agua residual con los nitratos respectivos de cada metal tomado en cuenta la pureza y el estado de hidratación de cada uno de los nitratos. Todos los nitratos utilizados se obtuvieron del almacén de reactivos para garantizar la pureza de los mismos. A continuación se presenta la lista de reactivos y material utilizados.

Material.

- Balanza analítica
- 3 Matraces aforados a 2 litros

Reactivos.

- Agua destilada
- 5 gramos de Nitrato de Cadmio $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ con 99.89% de pureza
- 5 gramos de Nitrato de Plomo $Pb(NO_3)_2$ anhidro con 99.89% de pureza
- 5 gramos de Nitrato de Cadmio $Cu(NO_3)_2 \cdot 2.5 \cdot H_2O$ con 98.60% de pureza

Tomando en cuenta el estado de hidratación y la pureza se calculo la fracción metálica de las sales para calcular la cantidad de nitrato de cada metal necesario par a alcanzar las partes por millón necesarias para realizar el agua residual sintética de cada metal. A continuación se muestran un resumen de los gramos necesarios de cada nitrato para la elaboración de dos litros de agua residual sintética.

Tabla 4-4 Formulación de Aguas Residuales de Cadmio.

Cadmio		
Concentración característica mg/l	Fracción del metal	Gramos de Nitrato de Cadmio requeridos
3.393	0.369	0.018
16.221	0.369	0.088
51.004	0.369	0.277



Tabla 4-5 Formulación de Aguas Residuales de Plomo.

Plomo		
Concentración característica mg/l	Fracción del metal	Gramos de Nitrato de Plomo requeridos
3.144	0.625	0.010
20.111	0.625	0.064
73.328	0.625	0.235

Tabla 4-6 Formulación de Aguas Residuales de Cobre.

Cobre		
Concentración característica mg/l	Fracción del metal	Gramos de Nitrato de Cobre requeridos
4.200	0.269	0.031
39.972	0.269	0.297
167.000	0.269	1.240

Una vez que se pesaron las cantidades necesarias en una balanza analítica, se introducen en un matraz y se aforan a dos litros.

4.2 Elaboración de reactores de producción de ácido sulfhídrico

Material.

- Tubo de ensaye
- Pipeta de 5 mililitros
- Propipeta de 10 ml.
- Tapón horadado
- Tubo de vidrio
- Mechero Fisher
- Espátula
- Mortero con pistilo

Reactivos

- Sulfuro de hierro (pirita) con 99.98% de pureza
- Ácido clorhídrico concentrado

Tomar el tubo de vidrio por un extremo y calentar en el mechero Fisher hasta alcanzar la temperatura adecuada para poder doblar el tubo hasta un ángulo aproximado de 60 grados. Una vez que se doblado, tomar el otro extremo y se calentar hasta poder estirar el tubo y formar un capilar. El tubo capilar formado con anterioridad se introduce en el tapón horadado.



Con ayuda de la propipeta y de la pipeta tomar tres mililitros de ácido clorhídrico con y colocarlos en el tubo de ensaye. Tomar pirita previa mente pulverizada en un mortero con pistilo e introducirla en el tubo de ensaye con ácido clorhídrico; inmediatamente tapar el tubo con el tapón horadado con el tubo capilar

4.3 Elaboración de reactores de producción de sulfuros metálicos

Material.

- Parrilla con agitación
- Agitador magnético
- Matraz Erlenmayer
- Reactor productor de ácido clorhídrico
- Embudos
- Filtros de papel

Reactivos

- Pirita
- Ácido clorhídrico concentrado
- Aguas residuales sintéticas de Cadmio, Plomo y Cobre a 3 distintas concentraciones

En un matraz Erlenmeyer colocar 100 mililitros de agua residual sintética con la concentración mas baja de uno de los metales; introducir un agitador magnético en el matraz. Montar la parrilla con agitación en una campana con extractor, encender la parrilla en agitación suave y permitir que se agite por 30 segundos. Montar el reactor de producción de ácido sulfhídrico en un soporte universal con ayuda de unas pinzas para soporte universal de acuerdo a la sección 3.2. Una vez que el reactor de producción de ácido sulfhídrico fue cargado y se observa un burbujeo en el mismo, introducir la punta del capilar en el agua residual sintética y dejar reaccionar hasta que no exista burbujeo en el reactor de producción de ácido sulfhídrico.



MATERIALES Y METODOS.

Una vez que ya no exista burbujeo en el reactor de producción de ácido sulfhídrico retirar el reactor y filtrar el agua residual con los filtros de papel y los embudos y almacenarla en una botella de plástico. Este procedimiento debe de hacerse por triplicado

Cuando se haya terminado con la concentración inicial, continuar con la concentración intermedia del mismo metal y repetir el proceso por triplicado.

Cuando se haya terminado con la concentración intermedia, continuar con la concentración más alta del mismo metal y repetir el proceso por triplicado.

Cuando se haya terminado con todas las concentraciones de un metal continuar con otro metal hasta terminara con todas las muestras de agua residual sintética.

A continuación se mostraran figuras de cada una de las concentraciones de las aguas residuales en el momento que fueron tratadas.



Figura 4-1 Tratamiento de Agua Residual con Cadmio con Concentración de 3.393 ppm



Figura 4-2 Tratamiento de Agua Residual con Cadmio con Concentración de 16. 221 ppm.



Figura 4-3 Tratamiento de Agua Residual con Cadmio con Concentración de 51.004 ppm.



Figura 4-4 Tratamiento de Agua Residual con Cobre con Concentración de 4.2 ppm.



Figura 4-5 Tratamiento de Agua Residual con Cobre con Concentración de 39.972 ppm.



Figura 4-6 Tratamiento de Agua Residual con Cobre con Concentración de 167 ppm.

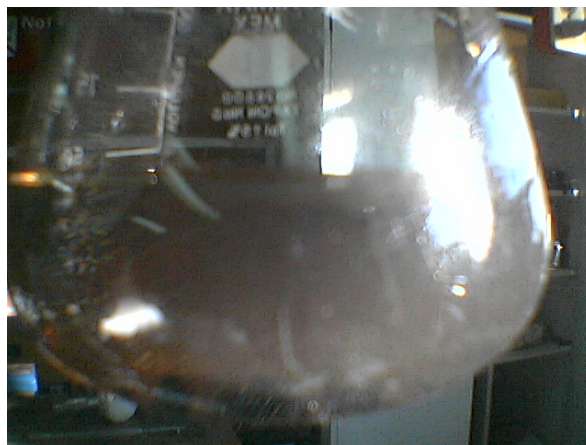


Figura 4-7 Tratamiento de Agua Residual con Plomo con Concentración de 3.877 ppm.



Figura 4-8 Tratamiento de Agua Residual con Plomo con Concentración de 20. 548 ppm.

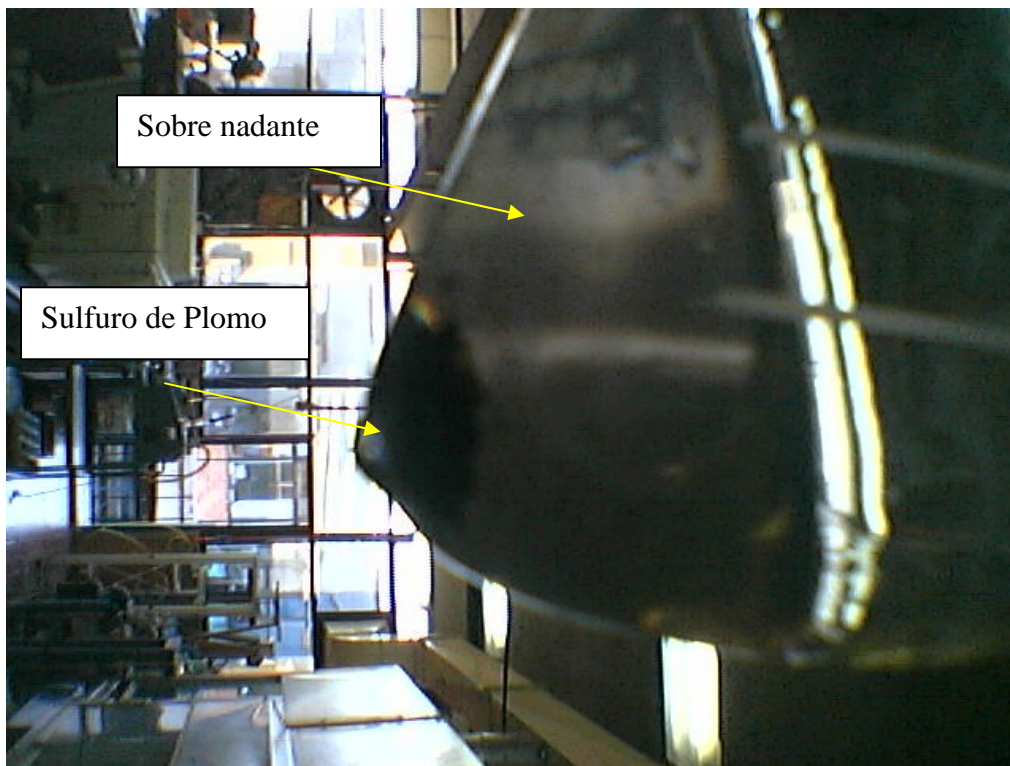


Figura 4-9 Tratamiento de Agua Residual con Plomo con Concentración de 76.048 ppm.

4.4 *Elaboración de estándares de para absorción atómica*

La técnica de absorción atómica es empleada para la determinación correcta de concentraciones pequeñas cantidades. Para lo cual es necesario calibrar el equipo alimentando



soluciones estándares con concentraciones conocidas para la determinación de muestras problemas. Se utilizó el equipo de absorción atómica Espectronic AA marca Varian. Se cuentan con las lámparas necesarias de los diferentes metales en buen estado para poder hacer las mediciones y lecturas de absorbancia y concentración en cada una de las muestras. A continuación se mostrar la forma en la que dichos estándares fueron preparados

Material

- Matraz aforado a 1 litro
- Matraz aforado a 250 mil
- Espátula
- Balanza analítica
- Pipeta graduada de 1 mililitro
- Pipeta graduada de 5 mililitros
- Pipeta graduada de 10 mililitros

Reactivos

- Agua destilada
- 1 gramo de Nitrato de Cadmio $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ con 99.89% de pureza
- 1 gramo de Nitrato de Plomo $Pb(NO_3)_2$ con 99.89% de pureza
- 1 gramos de Nitrato de Cadmio $Cu(NO_3)_2 \cdot 2.5 \cdot H_2O$ con 98.60% de pureza

Tomando en cuenta el estado de hidratación y la pureza se calculo la fracción metálica de las sales para calcular la cantidad de nitrato de cada metal necesario par a alcanzar las partes por millón necesarias para realizar el agua residual sintética de cada metal. A continuación se muestran un resumen de los gramos necesarios de cada nitrato para la elaboración de 1 litro de estándar de cada metal a 100 ppm.

Tabla 4-7 Formulación de Estándares.

	Gramos de nitrato por litro	Fracción del metal	ppm del metal
Cobre	0.3712	0.269417907	100
Plomo	0.1600	0.624923176	100
Cadmio	0.2711	0.368832624	100



Con la solución de cada metal se preparan disoluciones con concentraciones de 1, 2, 3, 4 y 5 ppm con la ayuda de las pipetas. A continuación se presenta un resumen de los volúmenes de la solución de 100 ppm de cada metal para cada una de las concentraciones requeridas para los estándares respectivos. Estos deberán ser tomados y aforados a 250 mililitros.

Tabla 4-8 Dilución para Estándares de Cobre.

Cobre	
ppm del metal	volumen de dilución a 250 ml
1	2.5
2	5.0
3	7.5
4	10
5	12.5

Tabla 4-9 Dilución para Estándares de Plomo.

Plomo	
ppm del metal	volumen de dilución a 250 ml
1	2.5
2	5.0
3	7.5
4	10
5	12.5

Tabla 4-10 Dilución para Estándares de Cadmio.

Cadmio	
ppm del metal	volumen de dilución a 250 ml
1	2.5
2	5.0
3	7.5
4	10
5	12.5

Los estándares preparados son almacenados en botellas de plástico con capacidad de 250 mililitros. Dichos estándares serán empleados para la creación de la curva de calibración del equipo.



4.5 *Elaboración de curva de calibración*

Con los estándares preparados se cargan los estándares por metal para generar la curva de calibración. La curva de calibración se emplea para la determinación de concentraciones finales del tratamiento. A continuación se muestran los datos arrojados por el equipo de absorción atómica de las curvas de calibración empleadas para determinar las concentraciones de las muestras de agua residual sintéticas tratadas.

4.6 *Coagulación y Floculación*

Material

- Parrilla con agitación
- Agitador magnético
- Matraz Erlenmeyer
- Embudos
- Filtros de papel
- Micro pipetas
- Medidor de pH

Reactivos

- Solución al 5% de sulfato de aluminio
- Solución al 1% de sulfato de aluminio
- Solución de NaOH concentrada
- Solución de NaOH 8N
- Agua destilada
- Muestras de agua residual sintética tratada de Cadmio y Cobre

Realizar una mezcla de por concentración de cada agua residual tratada por metal y almacenarla en recipientes de plástico para la determinación de pH y concentración óptima para la coagulación y floculación de manera secuencial de cada muestra en la siguiente escala hedónica.

- Turbidez
 - Alta : se establecerá como la imposibilidad de ver a través de la solución



- Media : se establecerá como la imposibilidad de ver a través de la solución a un 50 %
- Baja: se establecerá como la posibilidad de ver a través de la solución a un 80 %
- Cristalina: se establecerá como la posibilidad de ver a través de la solución a un 90 % o superior

- Color
 - Sin cambio
 - Cambio en bajo en porcentaje : se establecerá como el cambio apreciable en la solución sin ser considerable en color
 - Cambio en alto porcentaje : se establecerá como el cambio considerable

- Coagulación
 - No existente
 - Existente
 - Baja : presencia perceptible del fenómeno
 - Media: presencia considerable del fenómeno
 - Alta: presencia importante del fenómeno

- Flocculación
 - No existente
 - Existente
 - Baja : presencia perceptible del fenómeno
 - Media: presencia considerable del fenómeno
 - Alta: presencia importante del fenómeno

4.6.1 Determinación de pH óptimo

Primera concentración

Colocar un matraz con un agitador magnético en la parilla con agitación suave y agregar 150 µl de la solución de sulfato de aluminio a 50 ml de la mezcla de agua residual tratada de concentración inicial de 16.27 ppm. Agregar 10 µl de solución de NaOH 8N, determinar el pH de la solución y dejándola agitar por 10 minutos. Volver a agregar 10 µl de solución de NaOH 8N y



permitir la agitación suave por 10 minutos. Repetir el procedimiento hasta alcanzar un pH alcalino entre 10 y 11

Segunda concentración

Colocar un matraz con un agitador magnético en la parilla con agitación suave y agregar 100 μ l de la solución de sulfato de aluminio a 50 ml de la mezcla de agua residual tratada de concentración inicial de 51 ppm. Agregar 10 μ l de solución de NaOH saturada, determinar el pH de la solución y dejándola agitar por 10 minutos. Volver a agregar 10 μ l de solución de NaOH saturada y permitir la agitación suave por 10 minutos. Repetir el procedimiento hasta alcanzar un pH alcalino entre 13 y 14

4.6.2 Determinación de concentración óptima de Sulfato de Aluminio

Primera concentración

Colocar un matraz con un agitador magnético en la parilla con agitación suave y agregar 50 ml de la mezcla de agua residual tratada de concentración inicial de 16.27 ppm. Ajustar el pH al óptimo encontrado en la sección 4.6.1 para la primera concentración. Agregar 50 μ l de la solución de sulfato de aluminio al 5%, y permitir la agitación por 10 minutos. Repetir el procedimiento hasta haber alcanzado una dosis de 300 μ l.

Segunda concentración

Colocar un matraz con un agitador magnético en la parilla con agitación suave y agregar 50 ml de la mezcla de agua residual tratada de concentración inicial de 51 ppm. Ajustar el pH al óptimo encontrado en la sección 4.6.1 para la Segunda concentración. Agregar 50 μ l de la solución de sulfato de aluminio al 5%, y permitir la agitación por 10 minutos. Repetir el procedimiento hasta haber alcanzado una dosis de 300 μ l.



4.6.3 Concentración óptima y pH óptimo

Primera concentración

Dosificar los μl óptimos de NaOH y de Sulfato de Aluminio resultantes de las secciones 4.6.1 y 4.6.2 para la primera concentración para una alícuotas de 50 ml de agua residual sintética tratada de concentración inicial 38.216 y 16.738 para cobre y cadmio respectivamente. Dejar agitar por 10 minutos. Filtrar con papel filtro de paso rápido y almacenar en recipientes de plástico.

Segunda concentración

Dosificar los μl óptimos de NaOH y de Sulfato de Aluminio resultantes de las secciones 4.6.1 y 4.6.2 para la primera concentración para una alícuotas de 50 ml de agua residual sintética tratada de concentración inicial 170.804 y 49.815 para cobre y cadmio respectivamente. Dejar agitar por 10 minutos. Filtrar con papel filtro de paso rápido y almacenar en recipientes de plástico.

4.7 *Simulación de reactores de ácido sulfhídrico*

Se realizo la simulación de los reactores se realizo con ayuda del simulador de procesos SuperPro Designer® versión 5.1 con el modulo de incineración provisto por el mismo simulador. Se determino el uso de azufre elemental y aceite residual de automóviles para realizar el proceso de producción de ácido sulfhídrico. Este método de incineración cargado en el simulador de proceso considera que todo el material presente se trasformara en ceniza, CO_2 , SO_2 , y agua. El modulo cuenta de tres entradas y dos salidas; las entradas están destinadas para el material que se quiera incinerar, combustible en caso de ser necesario y aire que se encuentra aun 25% de exceso pudiéndose incrementar o disminuir; las salidas están destinadas para la salida de cenizas y los gases de combustión.



4.7.1 Determinación de mezcla de aceite

El aceite residual se debe simular con una proporción de 30 por ciento de componentes aromáticos y 70 por ciento de componentes no aromáticos. La mezcla de aromáticos esta compuesta por benceno, tolueno, y ortho, meta y para xileno; la mezcla de no aromáticos esta compuesta por heptacoisano y octacoisano. A continuación se presenta una tabla con la composición final del aceite en fracción masa.

Tabla 4-11 Simulación de Composición de Aceite Residual.

Componente	Fracción masa
BENZENE	0.06
TOLUENE	0.06
O-XYLENE	0.06
M-XYLENE	0.06
P-XYLENE	0.06
C27H56	0.35
C28H58	0.35

4.7.2 Obtención de parámetros

Con ayuda de la base de datos del simulador Aspen One®; se obtuvieron los parámetros necesarios para ser cargados en el simulador de procesos SuperPro Designer® versión 5.1 para la simulación del proceso de obtención de ácido sulfhídrico a partir de azufre elemental y aceite residual. De los datos obtenidos fueron cargados solo los datos del heptacoisano y octacoisano debido a que no encontraban en la base de datos del simulador de procesos SuperPro Designer® versión 5.1. A continuación se muestra la base de datos obtenida del simulador de procesos Aspen One®.



Tabla 4-12 Base de Datos del Simulador de Procesos Aspen One ®.

Data set	Units	Parameters	Component	Component
			C27H56	C28H58
API			43.5053	43.1168
CHARGE				
DGFORM	Btu/lbmol		7.38E+04	7.73E+04
DHFORM	Btu/lbmol		-2.59E+05	-2.68E+05
DHVLB	Btu/lbmol		28983.62	29256.1479
FREEZEPT	F		1.38E+02	1.42E+02
HCOM	Btu/lbmol		-7.14E+06	-7.40E+06
HCTYPE				
MUP	(Btu*cuft)**.5		0	0
MW			380.74164	394.76852
OMEGA			1.21357	1.23752
PC	psi		128.068322	123.282077
RKTZRA			0.22649	0.2256
S025E	Btu/lbmol-R			
SG			0.80855	0.81035
TB	F		791.779998	808.879998
TC	F		1027.13	1037.93
VB	cuft/lbmol		11.9864881	12.3856842
VC	cuft/lbmol		25.3091723	26.1100954
VLSTD	cuft/lbmol		7.81941293	8.11048443
ZC			0.203	0.2

Fuente: Simulador de procesos Aspen One®.