

## **CAPÍTULO 7**

### **METODOLOGÍA**

#### **7.1 Suelo tratado**

El suelo empleado en este trabajo de investigación, fue obtenido del almacén de muestras del laboratorio de mecánica de suelos de la Universidad de las Américas Puebla (UDLAP), dichas muestras de suelo fueron obtenidas de diferentes puntos de la periferia donde la Universidad de las Américas está ubicada. Se tomaron 4 kilogramos de muestra inalterada de suelo, los cuales fueron tamizados debido a que, para la ejecución del proceso de lavado de suelos, es recomendable utilizar suelo con una granulometría específica y así mismo para su posterior contaminación controlada con herbicida 2,4-D.

##### **7.1.1 Generación de suelo contaminado con plaguicida 2,4-D**

- Se eligieron 4 kg. de suelo tamizado (aquél retenido en la malla número 60).
- Ésta fracción de suelo se puso en contacto con una solución de 2,4-D en acetona, la concentración de dicha solución fue estimada para generar una concentración de 2,4-D final de 20 mg/kg.
- Una vez agregada la solución de 2,4-D, el suelo y la solución se mezclaron mecánicamente.

- Después la mezcla se dejó evaporar en una campada de extracción durante 48 horas, mientras que con una varilla de vidrio se fue moviendo el suelo para permitir una evaporación más rápida del disolvente.
- Una vez seco el suelo, se guardó en el refrigerador por una semana para permitir un equilibrio.
- Finalmente, el suelo contaminado se guardó a 4°C y en oscuridad hasta que se usó en los experimentos.

## **7.2 Caracterización del suelo**

Para realizar la caracterización del suelo se tomó una pequeña muestra de los 4 kilogramos de muestra inalterada de suelo. Para determinar las características del suelo en condiciones originales, tales como la granulometría, el contenido de humedad y; en caso de requerirlo, sus correspondientes límites líquido y plástico.

### 7.2.1 Contenido de Humedad

Se realizaron pruebas correspondientes para la determinación del contenido de humedad presente en el suelo utilizado en esta investigación.

1. Para determinar el contenido de humedad se toma una muestra de suelo inalterado y se pesa, así también es pesada la cápsula en la cual será depositada.

$$W_{ws} = W_{caps} + W_{suelo} \quad (1)$$

2. Se coloca la cápsula que contiene la muestra de suelo en el horno a una temperatura constante de 100°C por un lapso de tiempo de 24 horas.
3. Transcurrido el tiempo, se retira del horno y se deja enfriar para no provocar accidentes por quemaduras.
4. Se pesa nuevamente la cápsula con el material.

$$W_{ds} = W_{caps} + W_{sueloSeco} \quad (2)$$

5. La diferencia de pesos nos dará el contenido de humedad en el suelo en gramos.

$$\text{Peso del agua en gramos} = W_{water} = W_{ws} - W_{ds} \quad (3)$$

6. Para determinar el porcentaje de humedad, el peso del agua en gramos es dividido por el peso del suelo seco.

$$\text{Contenido agua\%} = \frac{W_{water}}{W_{sueloSeco}} \quad (4)$$

De donde:

$W_{ws} =$	Peso del suelo húmedo + peso de cápsula de porcelana
$W_{ds} =$	Peso del suelo seco + peso de cápsula de porcelana
$W_{caps} =$	Peso de la capsula de porcelana
$W_{suelo} =$	Peso suelo húmedo
$W_{sueloSeco} =$	Peso suelo seco
$W_{water} =$	Peso del agua en gramos

### 7.2.2 Granulometría

La intención de elaborar esta prueba es la de determinar los elementos naturales que componen al material térreo mediante una diferencia en tamaños de partículas del mismo material, esto se logra haciendo pasar el suelo a través de una serie de tamices con diferentes tamaños de abertura, los cuales son ensamblados en una columna. Así en la parte superior de dicha columna se encuentra el tamiz de mayor diámetro, disminuyendo el diámetro a medida que los tamices van posicionándose en la parte inferior. El material se vierte en la parte superior de la columna y esta es sometida a una vibración mecánica por un tiempo determinado de 20 min.

En la tabla 7.1 se muestra el orden en el cual deberán ser colocados los tamices para el cribado de material:

*Tabla 7.1*

*Mallas empleadas para la prueba granulométrica del suelo.*

Abertura (mm)	Número de malla
12.7	1/2
9.51	3/8
4.76	4
1.651	10
0.833	20
0.425	40
0.246	60
0.177	80
0.147	100
0.074	200

1. Se toman los tamices correspondientes al número de malla mostrados en la tabla anterior y se colocan en el mismo orden quedando la abertura más grande en la parte superior.
2. La muestra de suelo a tamizar, es pesada y vertida en su totalidad en la parte superior de la columna de tamices.
3. La columna se tapa y asegura al agitador de tamices.
4. Se procede a agitar la columna por un tiempo determinado de 20 minutos.
5. Pasado el tiempo de cribado, cada una de las mallas son pesadas para determinar el suelo retenido en cada una de ellas.

6. Con los datos obtenidos se realiza la curva de distribución granulométrica, de acuerdo al porcentaje correspondiente de suelo retenido en cada una de las mallas.
7. Se calculan los coeficientes de curvatura ( $C_c$ ) y de uniformidad ( $C_u$ ).

### **7.3 Procedimiento general del proceso de mejoramiento de suelos contaminados mediante lavado con surfactantes y el uso de impulsores en un tanque de agitación.**

1. En el tanque de mezclado limpio y seco se vertieron 450 ml de la solución agua surfactante y los gramos de suelo correspondientes a la prueba.
2. Se calibró el sistema de mezclado antes de cada prueba para garantizar una mejor exactitud.
3. El sistema de mezclado se montó teniendo en cuenta que la flecha debe de estar en posición vertical a  $90^\circ$ , en el centro del tanque y a la altura correspondiente, la altura correspondiente de la base al impulsor de tipo axial está dada por el diámetro del impulsor; en este caso el diámetro del impulsor mide 5cm por lo tanto el espacio existente de la base del tanque de agitación al impulsor deberá medir 5cm.
4. El equipo es configurado en modo de encendido a la velocidad deseada y se deja funcionar el tiempo necesario para el lavado.
5. Mientras el equipo estaba en funcionamiento, fueron tomados datos de potencia, torque y capacidad de bombeo a cada 15min.

6. Al finalizar este tiempo, se tomaron muestras del líquido resultante del proceso de mezclado con la ayuda de una pipeta.
7. El líquido tomado fue depositado en tubos de centrifugado y expuestos a centrifugación a fuerzas de 10 000G por 10 min.
8. Obteniendo una sedimentación deseada se procede a tomar la fase líquida de cada una de las muestras.
9. Dichas muestras fueron filtradas con la ayuda de membranas de filtrado (0.45 $\mu$ m), el líquido filtrado fue almacenado en viales para su posterior análisis de determinación de concentración de 2,4-Diclorofenoxiacético.

#### **7.4 Dosificaciones en el proceso de lavado con la ayuda mecánica de impulsores.**

Las dosificaciones empleadas para el método de lavado de suelos contaminados con plaguicida 2,4-D son de suma importancia, ya que dependiendo de la implementación de estos factores es que la investigación y sus resultados serán un parte aguas para la ejecución de este método pero con volúmenes de suelo mucho mayores. La velocidad con la cual será ejecutado el proceso de lavado de suelos contaminados en un tanque de agitación será de 1200, 1400, 1550 y 1700 rpm. Particularmente se empleará la velocidad de 1400 rpm para la determinación de tiempo óptimo debido a que ésta velocidad en particular ha sido de gran ayuda y de mucha eficiencia para el buen desempeño del método en trabajos anteriores (Castillo, 2008).

#### **7.4.1 Dosificaciones utilizadas por corrida de lavado en la fase de determinación de tiempo óptimo**

El tiempo de lavado para cada una de las pruebas dependerá de los resultados de análisis realizados a las muestras líquidas correspondientes a las pruebas de determinación de tiempo óptimo. Las dosificaciones utilizadas por corrida de lavado en la fase de determinación de tiempo óptimo son las siguientes:

1. Dependiendo de la cantidad de suelo a contaminar, el 2,4-D estará presente en el suelo a una concentración de 20 mg/kg; es decir, por cada Kg. de suelo a contaminar se le serán administrados 20mg de 2,4-D. Esta concentración será la misma en todas las pruebas.
2. La cantidad de suelo por cada corrida de lavado será de 150 gr.
3. Serán administrados 450 mL de agua destilada, una solución de surfactante al 0.5% (v/v). Será la misma proporción de solución a utilizar en todas las pruebas.
4. La velocidad utilizada en esta fase será de 1400 rpm.
5. El tiempo de ejecución será de 15, 30, 60, 90, 120 y 150 min respectivamente.

#### **7.4.2 Dosificaciones utilizadas por corrida de lavado en la fase de determinación de concentración óptima de suelo.**

Las dosificaciones utilizadas por corrida de lavado en la fase de determinación de concentración de suelo óptimo son las siguientes:

- 1.* La cantidad de suelo a lavar estará sujeto a una proporción líquido-sólido; es decir, se utilizarán 10, 20, 30 y 40% de suelo del total del líquido suministrado; es decir 45, 90, 135 y 180 gr de suelo, respectivamente
- 2.* Como antes se menciona, la cantidad de la solución agua destilada-surfactante será la misma en estas pruebas; 450 mL.
- 3.* La velocidad se mantendrá constante a 1400 rpm.

#### **7.4.3 Dosificaciones empleadas por corrida de lavado en la determinación de velocidad óptima de lavado.**

Las dosificaciones empleadas por corrida de lavado en la determinación de velocidad óptima de lavado son las siguientes:

- 1.* La cantidad de suelo contaminado con herbicida 2,4-D será de 150 gr, la misma para todas las pruebas en esta fase.
- 2.* El volumen de solución de agua destilada-surfactante será de 450 mL.
- 3.* Para la determinación de velocidad óptima de lavado, se eligieron de manera aleatoria velocidades de 1200, 1400, 1550 y 1700 rpm.

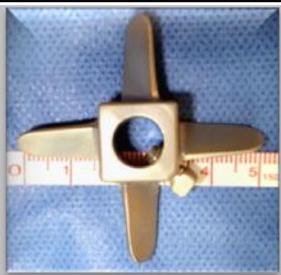
## 7.5 Análisis de las muestras

Después de haber filtrado el total de las muestras generadas en los procesos descritos, fueron analizadas para la determinación de la concentración de 2,4-Diclorofenoxiacético existente en cada una de ellas mediante cromatografía de líquidos.

El análisis fue llevado a cabo sin ningún procedimiento de extracción por HPLC-UV usando un cromatógrafo de líquidos equipado con un diodo detector de UV. El análisis se realizó a régimen isocrático usando una columna Hypersil-GreenEnv, con dimensiones de 5 µm x 250 mm x 4.6 mm (Thermo Hypersil-Keystone). Con una fase móvil de 75% (v/v) de 2% de ácido acético y 25% (v/v) acetonitrilo. Con un caudal de 1 mL/min y la longitud de onda del detector de UV-Vis fue establecido en 280nm.

## 7.6 Impulsor utilizado

Tabla 7.2. Impulsor Lightnin

Nombre	Tipo de Impulsor	Descripción	Nomenclatura	Especificaciones (m)		Esquema
Impulsor de 4 paletas inclinadas	Impulsor de Flujo Axial	Consta de 4 paletas inclinadas a 45°	A200	Diámetro	0.05	
				Altura	0.01	
				Largo de paletas	0.01	
				Ángulo de inclinación de paletas	45°	

## 7.7 Equipo de agitación

El equipo empleado para la realización del proceso de lavado de suelos contaminados con plaguicida 2,4-D con la ayuda de impulsores consiste en un motor Lightning LabMaster Mixer modelo BK223116, con una flecha de acero de 60cm de largo. Además se utilizó un vaso de agitación con deflectores elaborado por el Dr. Luis Torres, miembro de la Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología (UPIBI) del Instituto Politécnico Nacional.

*Figura 7.1. Equipo de Agitación*

