



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“UTILIZACIÓN DE HIDRÓXIDOS LAMINARES DOBLES (HLDS)  
PARA EL TRATAMIENTO DE SOSA GASTADA RESULTANTE DEL  
PROCESO DE DESULFURACIÓN DE LOS COMBUSTIBLES EN  
REFINERÍAS”**

Trabajo de Titulación

TIPO: Proyecto de Investigación

Presentado para optar por al grado académico de:

**INGENIERA QUÍMICA**

**AUTORA: YAJAIRA ELIZABETH PILAMUNGA VIÑAN**

**DIRECTOR: ING. MARCO RAÚL CHUIZA ROJAS**

Riobamba-Ecuador

2019

**©2019, Yajaira Elizabeth Pilamunga Viñán**

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

## DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD

Yo, Yajaira Elizabeth Pilamunga Viñan, declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y que los resultados del mismo son auténticos y originales. Los textos constantes en el documento que provienen de otra fuente están debidamente citados y referenciados.

Como autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de titulación

Riobamba, 11 de diciembre del 2019



Yajaira Elizabeth Pilamunga Viñan

Cédula de identidad; 060402467-9

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS**  
**CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

El Tribunal de Trabajo de titulación certifica que: El trabajo de investigación: **“UTILIZACIÓN DE HIDRÓXIDOS LAMINARES DOBLES (HLDS) PARA EL TRATAMIENTO DE SOSA GASTADA RESULTANTE DEL PROCESO DE DESULFURACIÓN DE LOS COMBUSTIBLES EN REFINERÍAS”** de responsabilidad de la señorita Yajaira Elizabeth Pilamunga Viñan, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del trabajo de titulación, quedando autorizada su presentación.

	FIRMA	FECHA
Dr. Bolivar Edmundo Flores Humanante <b>PRESIDENTE DEL TRIBUNAL</b>	.....	2019/12/11
Ing. Marco Raúl Chuiza Rojas <b>DIRECTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN</b>	.....	2019/12/11
Dra. Mayra Espinoza <b>MIEMBRO DEL TRIBUNAL</b>	.....	2019/12/11

## **DEDICATORIA**

Mi trabajo de titulación se lo dedico a mis hermanas Patricia y Magaly Pilamunga quienes han sido mi apoyo y fortaleza en todo momento a lo largo de mi carrera universitaria y de mi vida personal, han sido la razón por la que me esfuerzo cada día y el motivo de toda mi felicidad.

A mi padre Virgilio Pilamunga por apoyarme incondicionalmente, por sacrificarse cada día para que pueda cumplir mis metas y sueños, por implantar valores humanos en mí para formar a la persona y profesional que soy.

A mi mejor amigo Cristian que desde el cielo me acompaña en todo momento.

Yajaira Elizabeth

## **AGRADECIMIENTO**

Agradezco a Dios por permitirme llegar al lugar en el que estoy y por mantener con vida a todas las personas que amo, a mis maravillosas hermanas por todo su amor y su apoyo incondicional, por cuidarme, amarme, aconsejarme, por darme todos los días una razón para ser mejor.

A mi padre por apoyarme en todo y estar siempre pendiente de mi en todo momento por darme un gran ejemplo de lucha y esfuerzo, a mi madre por darme la vida.

Agradezco a la familia Mendoza Rocha por todo el cariño que nos brindan, por el apoyo y respaldo, por ser nuestra familia y llenarnos de amor a mis hermanas y a mí.

A la Empresa Pública PETROECUADOR por toda la colaboración, a la Subgerencia de Salud y Seguridad Ambiental por todas las facilidades brindadas en la búsqueda y recopilación de información para el desarrollo de la investigación, al Dr. Luis Villacrés por guiarme en el proceso de la elaboración de mi trabajo de titulación, agradezco sobre todo al personal que conforma LABSSA a Sonia P., Alfonso C., Francisco A., Javier A, Jofre A, Francisco R, Marcia M, Diego Ch. Katherine G., Ramiro LI, Carmen M, Carmen P, Edwin, Alberto y Neysi, por ayudarme, enseñarme y brindarme sus conocimientos sin ningún tipo de egoísmo, por hacer de esta experiencia una de las mejores que he podido tener, al estar rodeada de grandes profesionales y personas de gran calidad humana, por ayudarme a crecer como persona y como profesional; por demostrarme que con humildad y respeto se puede llegar muy lejos, por todo ello muchas gracias.

## TABLA DE CONTENIDO

DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD .....	iii
DEDICATORIA .....	v
AGRADECIMIENTO .....	vi
RESUMEN.....	xiv
ABSTRACT.....	xv

### CAPÍTULO I

1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1. Identificación del problema.....	1
1.2. Justificación de la Investigación.....	2
1.3. Objetivos de la Investigación.....	3
1.3.1. Objetivo General.....	3
1.3.2. Objetivos Específicos .....	3

### CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO.....	4
2.1. Antecedentes de la investigación .....	4
2.2. Marco Conceptual.....	6
2.2.1. Sosa Gastada.....	6
2.2.2. Endulzamiento .....	6
2.2.3. Hidróxidos laminares dobles (HLDs).....	7
2.2.4. Hidróxido laminar doble (HLDs) tipo Hidrotalcita .....	7
2.2.5. Hidróxido de Sodio.....	8
2.2.6. Mercaptanos.....	8
2.2.7. Sulfuro de Hidrógeno H <sub>2</sub> S .....	9
2.2.8. Fenoles.....	9
2.2.9. Hidrocarburos totales de petróleo (TPH).....	10
2.2.10. Aireación .....	10
2.2.11. Proceso de neutralización ácida.....	10
2.2.12. Reglamento ambiental de operaciones hidrocarburíferas RAOHE .....	11
2.2.13. Adsorción.....	11

2.2.14.	Tipos de adsorción.....	12
2.2.15.	Proceso de adsorción. ....	13
2.2.16.	Coprecipitación.....	13
2.2.17.	Destilación atmosférica .....	14
2.2.18.	Destilación al Vacío.....	14
2.2.19.	Unidad de F.C.C .....	14

### CAPÍTULO III

3.	METODOLOGÍA.....	20
3.1.	Hipótesis y especificación de variables .....	20
3.1.1.	Hipótesis General .....	20
3.1.2	Hipótesis Específicas .....	20
3.1.3.	Identificación de las variables .....	20
3.1.3.1.	Variables independientes .....	20
3.1.3.2.	Variables dependientes .....	20
3.1.4.	Operacionalización de variables .....	21
3.1.5.	Matriz de Consistencia .....	22
3.2.	Tipo y diseño de la investigación.....	23
3.2.1.	Tipo de investigación.....	23
3.2.2.	Diseño de la investigación .....	23
3.3.	Unidad de análisis.....	25
3.4.	Población de estudio.....	25
3.5.	Tamaño de la muestra.....	25
3.6.	Selección de la muestra.....	25
3.7.	Desarrollo experimental.....	26
3.7.1	Localización del experimento.....	26
3.7.2.	Materiales, equipos y productos químicos.....	27
3.7.3.	Procedimiento Experimental .....	30
3.7.3.4.	Caracterización de la sosa gastada.....	42
3.7.3.5.	Neutralización y Aireación.....	51
3.7.3.6.	Caracterización de la muestra aireada .....	52
3.7.3.7.	Tratamiento con el HLDs que presento mejores características.....	52
3.8.	Recolección de datos.....	53



## CAPÍTULO IV

4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	56
4.1.	Resultados .....	56
4.2	Análisis de resultados.....	59
4.3	Prueba de Hipótesis.....	82
4.4	Discusión de resultados.....	83

## CAPÍTULO V

CONCLUSIONES.....	86
RECOMENDACIONES.....	87

ABREVIATURAS

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-3: Operacionalización de variables .....	21
Tabla 2-3: Matriz de consistencia .....	22
Tabla 3-3: Reactivos para la síntesis de HLDs .....	31
Tabla 4-3: Cantidades de reactivos para síntesis del HLDs 1 .....	31
Tabla 5-3: Cantidades de reactivos para síntesis del HLDs 2 .....	33
Tabla 6-3: Cantidades de reactivos para síntesis del HLDs 3 .....	35
Tabla 7-3. Porcentaje de elementos químicos presentes .....	39
Tabla 8-3. Porcentaje de elementos químicos presentes .....	40
Tabla 9-3. Cuadro de cumplimiento de características requeridas de HLDS .....	41
Tabla 10-3. Determinación de Potencial Hidrógeno .....	42
Tabla 11-3. Determinación de Conductividad Eléctrica .....	42
Tabla 12-3. Determinación de Hidrocarburos Totales de Petróleo .....	43
Tabla 13-3. Determinación de Fenoles .....	45
Tabla 14-3. Determinación de la Demanda Química de Oxígeno .....	46
Tabla 15-3. Determinación de la Turbiedad.....	47
Tabla 16-3. Determinación de Sulfatos en Aguas por el método de espectrofotometría UV/VIS....	48
Tabla 17-3. Determinación de Sulfuros en Agua método Yodométrico .....	49
Tabla 18-3. Determinación de metales por ICP .....	50
Tabla 19-3. Tratamiento de la sosa gastada con le HLDs 1 .....	52
Tabla 20-3. Esquema del Experimento .....	54
Tabla 21-3. Esquema Adeva para el efecto de aireación .....	54
Tabla 22-3. Esquema del Experimento .....	55
Tabla 23-3. Esquema Adeva para el efecto del tiempo de contacto.....	55
Tabla 1-4. Resultados de la caracterización sosa gastada.....	56
Tabla 2-4. Resultados de los análisis químicos del tratamiento de la sosa gastada sin aireación ...	57
Tabla 3-4. Resultados de análisis químicos del tratamiento con aireación y HLDs .....	58
Tabla 4-4. Evaluación de los análisis químicos por efecto de la aireación previo al uso de HLDs.	61
Tabla 5-4. Análisis estadístico de la variación del pH por efecto de la aireación.....	62
Tabla 6-4. Análisis estadístico de la variación de la conductividad por efecto de la aireación. ....	63
Tabla 7-4. Análisis estadístico de la variación de TPH por efecto de la aireación. ....	63
Tabla 8-4. Análisis estadístico de la variación de fenoles por efecto de la aireación. ....	64
Tabla 9-4. Análisis estadístico de la variación de DQO por efecto de la aireación.....	65

Tabla 10-4. Análisis estadístico de la variación de sulfatos por efecto de la aireación. ....	66
Tabla 11-4. Análisis estadístico de la variación de sulfuros por efecto de la aireación. ....	66
Tabla 12-4. Análisis estadístico de la variación de la turbiedad por efecto de la aireación. ....	67
Tabla 13-4. Evaluación de los parámetros químicos de las muestras con respecto a la variación del tiempo de contacto con el HLDs. ....	68
Tabla 14-4. Evaluación del pH de las muestras por el efecto de contacto del HLDs a diferentes tiempos. ....	69
Tabla 15-4. Evaluación de la conductividad eléctrica de las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs. ....	71
Tabla 16-4. Evaluación de la concentración de hidrocarburos totales de las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs. ....	72
Tabla 17-4. Evaluación de la concentración de fenoles por el efecto del tiempo de contacto con HLDs. ....	74
Tabla 18-4. Evaluación de la concentración de DQO por el efecto del tiempo de contacto con HLDs. ....	75
Tabla 19-4. Evaluación de la concentración de sulfatos de las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs. ....	77
Tabla 20-4. Evaluación de la concentración de sulfuros por el efecto del tiempo de contacto con HLDs. ....	79
Tabla 21-4. Evaluación de la concentración de turbiedad por el efecto del tiempo de contacto con HLDs. ....	81
Tabla 22-4. Variación de los parámetros después del uso de HLDs .....	82
Tabla 23-4. Costo de reactivos para obtener 1 Kg de HLDs 1. ....	82

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura: 1-2. Parámetros técnicos permisibles de descarga tabla 4 a (RAOHE).....	11
Figura: 2-2. Las moléculas de oxígeno (rojo), superficie de platino (púrpura) y cobalto (verde).....	13
Figura: 3-2. Diagrama del Proceso Merox Gasolina.....	15
Figura: 4-2. Diagrama del proceso Merox GLP.....	17
Figura: 1-3. Esquema del diseño de la investigación .....	24
Figura: 2-3. Localización geográfica de LABSSA.....	28
Figura: 2-3. Esquema de síntesis de HLDs por el método de coprecipitación.....	29
Figura: 3-3. Incremento del área superficial y reducción de tamaño .....	36
Figura: 4-3. Microscopía de HLDS 1 y HLDS 2 a diferentes escalas .....	37
Figura: 5-3. Radios de cationes divalentes.....	38
Figura: 6-3. Radios de cationes trivalentes.....	38
Figura: 7-3. Determinación de la concentración de elementos químicos del HLDS 1 mediante SEM.....	41
Figura: 8-3. Determinación de la concentración de elementos químicos del HLDS 2 mediante SEM.....	42

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1-4:pH de las muestras por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.....	70
Gráfico 2-4:Regresión de pH de las muestras por efecto de la variación del tiempo de contacto.....	71
Gráfico 3-4:Conductividad eléctrica por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs 2...	69
Gráfico 4-4:Regresión de la conductividad eléctrica por efecto de la variación del tiempo de contacto.....	73
Gráfico 5-4:Variación de TPH por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.....	74
Gráfico 6-4:Ecuación de regresión de hidrocarburos totales por efecto de la variación del tiempo de contacto.....	74
Gráfico 7-4: Variación de fenoles en las muestras por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.....	75
Gráfico 8-4: Ecuación de regresión de fenoles de las muestras por efecto de la variación del tiempo de contacto.....	76
Gráfico 9-4:Variación del DQO por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.....	77
Gráfico 10-4 Ecuación de regresión del DQO de las muestras por efecto de la variación del tiempo de contacto.....	78
Gráfico 11-4:Variación de sulfatos por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.....	79
Gráfico 12-4: Ecuación de regresión de la concentración de sulfatos por efecto de la variación del tiempo de contacto.....	79
Gráfico 13-4:Variación de sulfuros por efecto de la variación del tiempo de contacto con el HLDs.....	80
Gráfico 14-4: Ecuación de regresión de la concentración de sulfuros por efecto de la variación del tiempo de contacto.....	81
Gráfico 15-4:Variación de la turbiedad por efecto de la variación del tiempo de contacto con el HLDs.....	82
Gráfico 16-4: Ecuación de regresión de la turbiedad por efecto de la variación del tiempo de contacto.....	82

## ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: Síntesis de HLDs

ANEXO B : Muestras de HLDs sintetizado

ANEXO C: Tratamiento de la sosa gastada

ANEXO D: Datos de la concentración de sulfatos

ANEXO E: Datos de la concentración de TPH

ANEXO F: Datos de la concentración de fenoles

## RESUMEN

El presente trabajo de titulación tuvo como finalidad tratar la sosa gastada que resulta del proceso de desulfuración en refinería de Esmeraldas, utilizando hidróxidos laminares dobles (HLDs). Se obtiene el HLDs Mg-Al y con el carbonato como anión precursor mediante el método de coprecipitación y se utiliza el HLDs que presenta mejores características. Al realizar la caracterización se determina que es sosa sulfúrica debido a que tiene mayor concentración de compuestos sulfhídricos a comparación de la concentración que compuestos fenólicos. Se realiza la neutralización utilizando ácido nítrico al 0.05 N hasta tener un pH de 7-8. Se realizó un tratamiento físico que es la aireación y se caracteriza para determinar la influencia que tiene en la reducción de los contaminantes, se realizaron 4 repeticiones por parámetro químico para determinar el valor de la media de cada uno. Los mejores resultados se obtienen cuando se somete las muestras a la aireación previo al contacto de los HLDs. También se analizó la influencia que tiene el tiempo de contacto en la variación de los parámetros y determinar el tiempo óptimo de contacto. Con los datos obtenidos se realizó un análisis estadístico mediante la utilización del programa Minitab, para el análisis de varianza (ANOVA) en el cual se tiene que el tratamiento que mejores resultados brinda es el que se somete a la aireación previa la utilización de HLDs y el tiempo óptimo de contacto es de 80 minutos. al determinar los análisis químicos del mejor tratamiento se tiene que se disminuye los fenoles (0.074%), TPH (100%), sulfatos (57.45%) y sulfuros (99.8%). Solo los parámetros como el pH y TPH cumplen con la normativa y los otros parámetros que son conductividad eléctrica, fenoles, sulfatos, demanda química de oxígeno, sulfuros se encuentran fuera del límite permisible que se encuentra en la normativa. Por tanto, no se recomienda el uso de HLDs para el tratamiento de sosa gastada.

**Palabras Clave:** <INGENIERÍA Y TECNOLOGÍA QUÍMICA>, <SOSA GASTADA>  
<HIDRÓXIDOS LAMINARES DOBLES> <AIREACIÓN> <NEUTRALIZACIÓN ÁCIDA>  
<TIEMPO DE CONTACTO> <AGITACIÓN> <ANÁLISIS QUÍMICOS>

## ABSTRACT

The purpose of this research was to treat the spent caustic that the results from the desulphurization process in the Esmeraldas refinery layered double hydroxides (LDHs). The LDHs Mg-Al is obtained with carbonate as a precursor anion using the Coprecipitation Method and the LDHs with the best characteristics are used. When performing the characterization, it is determined that it is sulfuric soda because of its high concentration of sulfuric compounds compared to the concentration of phenolic compounds. Neutralization is performed using 0.05 N of nitric acid until a pH of 7-8 is reached. A physical treatment known as aeration was performed, to determine its effect in lowering the concentration of pollutants, 4 repetitions by chemical parameter were performed to determine the average value of each. The best results are obtained when the samples are subjected to aeration prior to contact of the LDHs. Also, the effect that the contact time has on the variation of the parameters was analysed, as well as the optimal contact time. With the data obtained, a statistical analysis was carried out using the Minitab program, for the analysis of variance (ANOVA) in which the treatment with best results is one that is subjected to aeration the use of LDHs and the optimal contact time is 80 minutes, when determining the chemical analysis of the best treatment it presents a decrease in phenols (0.074%), TPH (100%), sulphates (57.45%) and sulphur (99.8%). Only parameters such as pH and TPH comply with the regulations and other parameters such as electrical conductivity, phenols, sulphates, chemical oxygen demand, sulphides are outside the permissible limit. Therefore, the use of LDHs for the treatment of spent soda is not recommended.

Keywords: <CHEMICAL ENGINEERING AND TECHNOLOGY>, < SPENT CAUSTIC >  
<DOUBLE LAMINARY HYDROXIDES> <ALTERATION> ACID NEUTRALIZATION>  
<CONTACT TIME> <AGITATION> <CHEMICAL ANALYSIS>





# CAPÍTULO I

## 1. INTRODUCCIÓN

### 1.1. Identificación del problema

La industria petroquímica en el Ecuador es uno de los ejes fundamentales para la economía, en el país se realiza la extracción de crudo, producción y distribución de derivados. En el proceso de refinación de derivados se producen diferentes contaminantes atmosféricos que afectan al aire, suelo y agua.

El hidróxido de sodio en solución es usado en la refinación de gas o de petróleo, se encarga de remover los sulfuros, carbonatos, fenoles, mercaptanos, entre otros. Al tener una mezcla de todos los componentes y principalmente de los compuestos sulfurados las características de la sosa cambian. Posteriormente de su uso, en el Ecuador, no se realiza ningún tratamiento debido a que la planta de tratamiento se encuentra fuera de funcionamiento por lo que se busca nuevos métodos para su tratamiento para reducir la concentración de contaminantes.

El Ecuador explota crudo de aproximadamente una densidad de 28 °API por ello contiene mayor cantidad de compuestos sulfurados principalmente mercaptanos los cuales son los mayores contaminantes; por ello en la refinación se cuenta con procesos de endulzamiento con el objetivo de evitar el envenenamiento de los catalizadores a lo largo del proceso de refinación y la reducción del contenido de azufre en las fracciones ligeras. Las fracciones que son sometidas a estos procesos son productos de la destilación primaria como son GLP-queroseno o productos de la unidad de F.C.C (Craqueo Catalítico Fluidizado) (Waquier, 1994).

Después del tratamiento de endulzamiento, el hidróxido de sodio toma el nombre de sosa gastada debido a que es la que capta compuestos sulfurados, fenólicos y nafténicos. Actualmente en refinería no se cuenta con una planta de tratamiento de sosa gastada.

Debido a la alta contaminación que representa la sosa gastada no puede ser almacenada por largos periodos de tiempo ya que al producirse un derrame representaría un gran impacto ambiental.

En la sosa gastada se encuentran niveles altos de parámetros como: DQO (demanda química de oxígeno), pH (potencial hidrógeno), fenoles, TPH (hidrocarburos totales de petróleo), sulfuros,

sulfatos por lo que para su tratamiento es necesario trasladarlos a otros países, lo que ocasiona una mayor inversión económica para el estado.

El almacenamiento de la sosa gastada debe cumplir con las leyes y medidas ambientales vigentes del país lo que implica un gasto adicional para la empresa. Esto hace que se busquen nuevas técnicas para su tratamiento y que sea representativamente rentable para la empresa.

Al utilizar los hidróxidos laminares dobles HLDs (Hidróxidos Laminares Dobles) se tiene una opción para el tratamiento de sustancias contaminantes y que a su vez no sean agresivas con el medio ambiente, sean económicas y fácil de utilizar.

## **1.2. Justificación de la Investigación**

En la refinería, en los últimos años, se han producido grandes cantidades de desechos peligrosos que son resultados de la refinación del petróleo; la sosa gastada es uno de los desechos que se genera en mayor cantidad, todas las empresas que generan desechos peligrosos tienen la responsabilidad de la gestión de los mismos desde el momento en lo que se lo genera hasta su disposición final.

En el país toda empresa está sujeta a un estricto control sobre las maneras del correcto almacenamiento temporal, transporte y destino de los desechos peligrosos. La refinería, al no contar al momento con una planta de tratamiento de sosa gastada, realiza contratos con empresas internacionales para su transporte y tratamiento. (MAE, 2008)

La Refinería de Esmeraldas tiene implementado un Plan de Eliminación de Pasivos Ambientales y Gestión de Residuos Peligrosos para poder cumplir con la Legislación Ambiental Vigente, la empresa pública en el año 2018 realizó gestiones pertinentes para culminar con el contrato existente en el que se debía cumplir la exportación de 2.100 toneladas de sosa y dietanolamina gastadas ,cantidad que posteriormente se incrementó a 5.300 toneladas, las mismas que fueron transportadas a Sandouville (Francia) para su disposición final de acuerdo como consta en los certificados entregados al Ministerio del Ambiente, debido a problemas administrativos de orden legal se dio por terminado unilateralmente el contrato por ello permanece almacenado temporalmente. (EP-Petroecuador, 2018)

Una de estas alternativas es el tratamiento mediante la utilización de HLDs, ya que presentan la propiedad de adsorción por la estructura que posee, sus capas laminares están formadas por

hidróxidos metálicos con carga positiva y para su estabilización consta de aniones interlaminares los cuales pueden ser intercambiables. Existe una variedad de HLDs debido a que presentan diferente capacidad de adsorción, estabilidad química y térmica entre ellos; esto depende de los aniones que contengan en su estructura interlaminar.

El beneficiario principal del proyecto de investigación es la industria de refinería, al lograr disminuir la concentración de contaminantes mediante el tratamiento propuesto, la sosa gastada podría ser tratada como efluente para poder compararlas con las normas ambientales y que sean aceptables a los rangos establecidos.

Los hidróxidos laminares dobles pueden ser utilizados en cualquier industria para realizar la remoción de contaminantes mediante adsorción de los mismos. También poseen un gran campo de aplicación como en medicina su utilización como antiácidos, en la rama ambiental en muy favorable ya que por el efecto memoria que presenta la estructura de los HLDs al ser calcinados regresan a su estructura original.

### **1.3. Objetivos de la Investigación**

#### ***1.3.1. Objetivo General***

- Utilizar Hidróxidos Laminares Dobles (HLDs) para el tratamiento de sosa gastada resultante del proceso de desulfuración de los combustibles en refinación.

#### ***1.3.2. Objetivos Específicos***

- Caracterizar la sosa gastada para ser comparados con el Reglamento Ambiental para las Operaciones Hidrocarburíferas en el Ecuador (RAOHE).
- Realizar pruebas de tratabilidad a la sosa gastada con Hidróxidos Laminares Dobles (HLDs).
- Determinar el mejor tratamiento obtenido en las pruebas de tratabilidad.
- Comparar los resultados de la sosa antes y después del tratamiento con los (HLDs) para determinar el grado de eliminación de los contaminantes.

## CAPÍTULO II

### 2. MARCO TEÓRICO

#### 2.1. Antecedentes de la investigación

Los estudios que se han realizado anteriormente sobre la utilización de hidróxidos laminares dobles para utilizarlo como material de adsorción y en otros casos como catalizadores, presentan muchas ventajas ya que se pueden aplicar en muchos campos.

Según Jaimes (2016) en su investigación “Remoción de fenol utilizando catalizadores tipo hidrotalcita de Mg-Al, modificados con Co, Cu y Zn”, una de las fuentes industriales que presentan mayor contaminación por fenoles es la industria petroquímica, los Hidróxidos Laminares Dobles pueden comportarse como catalizadores para la degradación de fenoles para ello se realizaron pruebas con la utilización de HLDs tipo MgAlCu con 36.70% de remoción debido a que contiene trazas de Zn por la manipulación de  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  la misma que puede presentar una reducción en el efecto para la degradación del fenol.

Las hidrotalcitas son buenos catalizadores al ser combinadas con metales que posean las propiedades redox, las actividades catalíticas mejoran al mejorar también el agente oxidante.

El mejor agente catalizador tipo hidrotalcita para la degradación del fenol es el catalizador de AlMgCo que tiene una remoción de un 53.27%, ya que no contiene trazas de Zn de manera que incrementa la actividad catalítica. Para la investigación la concentración inicial de fenol es de 94.01 mg/L de igual manera se utilizó otro agente oxidante que es el peróxido de hidrógeno que se obtiene una remoción del 16.65% de fenol.

Según Theiss (2012) en su investigación “Synthesis and Characterization of Layered Double Hydroxides and their Application for Water Purification” en la síntesis de HLDs de Mg/Al para la remoción de sulfato, nitrato y fluoruro se realizó mediante el método de co-precipitación al mezclar una solución metalizada preparada con cloruro de aluminio hexahidratado y cloruro de magnesio hexahidratado con agua desionizada y una solución de hidróxido de sodio y carbonato de sodio en agua desionizada; que al mezclar las dos soluciones se forma la hidrotalcita formando un precipitado que posteriormente puede ser filtrado y da como resultado la hidrotalcita con una fórmula de  $Mg_6Al(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$  y para la preparación de la solución patrón se diluyen sulfato de sodio,

nitrate de sodio y fluoruro de sodio en agua destilada; al realizar la caracterización de la hidrotalcita formada se determinó que el espacio interlaminar de la hidrotalcita original ( $D_{003}$  en el anión carbonato es igual  $7.81\text{Å}$ ) y las que se presentan luego de haber tratado con soluciones diferentes sulfato de sodio ( $D_{003}$  del ion sulfato es  $7.83\text{Å}$ ), fluoruro de sodio ( $D_{003}$  del ión fluoruro es igual a  $7.81\text{Å}$ ) que son diluidas en agua destilada, son similares entre sí por lo cual indica que probablemente cualquier anión de las soluciones ha sido absorbido en la superficie de la hidrotalcita. Mas no así el nitrate de sodio ya que presenta una marcada diferencia con el tamaño del espacio del ion nitrate de sodio con  $D_{003}$  de  $8.31\text{Å}$  por lo cual como resultado se tiene el déficit de espacio interlaminar y no puede proceder a un intercambio entre el ion carbonato por el ion nitrate. Los HDLs tienen una gran afinidad con aniones que poseen varias cargas, los sulfatos tienen una mayor afinidad mientras que los fluoruros tienen menor afinidad iónicos tiene debido al tamaño de cada ion.

Además según la investigación de (Liang Lv, 2005) titulada “Factors influencing the removal of fluoride from aqueous solution by calcined Mg-Al- $\text{CO}_3$  Layered double hydroxides” en donde se determina que para la remoción de compuestos fluorados con HDLs de Mg/Al con radios catiónicos de 2.0 y los espacios interlaminares contienen aniones carbonatos en donde se tiene como adsorción de compuestos fluorados es de 2.0 mg por cada 1.8 L de volumen de muestra con una concentración de 100 mL/L de concentración inicial en el cual se presentan un porcentaje de remoción del 88 % en un pH de 6.0. Al utilizar HDLs con un tratamiento térmico se presenta menos rendimiento en la adsorción de compuestos fluorados por ejemplo al trabajar a un pH de 7 presenta un rendimiento de 29.8% utilizando muestra de concentración inicial de 10 mg/L.

En la investigación realizada por Martínez y Carbajal. (2012) en “Hidróxidos dobles laminares: arcillas sintéticas con aplicaciones en nanotecnología” en donde se indica que los hidróxidos laminares dobles son arcillas sintéticas y son más llamativas por la alta capacidad de adsorción y presenta una gran gama de aplicaciones, la formula general de los HDLs es  $[\text{M}^{2+}_{1-x} \text{M}^{3+}_x (\text{OH})_2]^{x+} (\text{A}^{n-})_{x/n} \cdot m\text{H}_2\text{O}$  en donde  $\text{M}^{2+}$  y  $\text{M}^{3+}$  son cationes di y trivalentes pero pueden ser reemplazados por monovalentes,  $\text{A}^{n-}$  representa los aniones pero se obtienen estructuras laminares más delgadas debido a los radios catiónicos.

Una de las propiedades más importantes es la estabilidad y se hace en referencia a la solubilidad en agua, por ello incrementa en orden  $\text{Mg}^{2+} < \text{Mn}^{2+} < \text{Co}^{2+} \sim \text{Ni}^{2+} < \text{Zn}^{2+}$  para cationes divalentes por lo tanto una solución acuosa de Mg es más alcalina que una de Zn.

Debido a las altas cargas electroestáticas fuertes tienen una mayor afinidad al intercambio con aniones con mayor densidad de carga es decir que sea multivalente. Las aplicaciones más conocidas son la de catálisis en las cuales pueden actuar como catalizadores en donde se pueden presentar: reducción de aldehídos a alcoholes, alquilación de fenoles, hidrólisis de nitritos, etc.

En la aplicación ambiental se pueden utilizar para remediación para la remoción de bacterias, virus, carga biológica y metales pesados, en la rama de medicina y biología se pueden destacar en la utilización como antiácidos, tiene la capacidad de retener biomoléculas. Los hidróxidos laminares dobles son multifuncionales por la versatilidad en el intercambio de iones interlaminares.

## **2.2. Marco Conceptual**

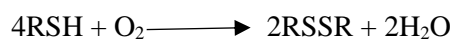
### **2.2.1. Sosa Gastada**

Para el endulzamiento de los derivados del petróleo como el gas licuado y las gasolinas que se producen en la Unidad de FCC, se utiliza la sosa cáustica con una concentración de 10 y 20 grados Baumé (°Be) que tiene como objetivo atrapar los componentes del azufre que tienen estos combustibles, de tal manera que los derivados obtenidos puedan estar enmarcados dentro de las especificaciones para salir al mercado. Una vez que la solución de hidróxido de sodio cumple la función de atrapar los compuestos de azufre disminuye las propiedades químicas de la solución, por lo cual toma el nombre de sosa gastada. (Waquier, 1994)

### **2.2.2. Endulzamiento**

Tanto el GLP como la nafta ligera y el corte de Keroseno de la destilación directa contienen mercaptanos y H<sub>2</sub>S disuelto, los dos compuestos son corrosivos y deben ser eliminados para evitar la corrosión en las estructuras metálicas de los equipos. El proceso de eliminación de denomina endulzamiento y se realiza mediante la transformación de mercaptanos a disulfuros.

Desde el punto de vista químico, la reacción global es la siguiente



La reacción debe conducirse en un medio básico y catalizada por un catalizador organometálico a temperatura y presión cercanas a las ambientales para favorecer a la disolución del oxígeno los

mercaptanos livianos son altamente solubles en la sosa del en medio cáustico y en esta fase acuosa se oxidan a sulfuros.

Posteriormente los sulfuros se oxidan a disulfuros insolubles en la fase acuosa, la sosa se regenera separándose por decantación los disulfuros. (Lluch, 2011, p. 248).

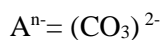
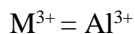
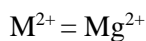
### **2.2.3. Hidróxidos laminares dobles (HLDs)**

Los HDLs son el resultado de la sustitución isomórfica de una fracción de los cationes magnesio por un catión trivalente ( $M^{3+}$ ), generando así un residuo de carga positiva en las láminas, la cual se compensa con la presencia adicional de aniones interlaminares. (Martínez & Carbajal, 2012)

Los HDLs pueden modificarse su estructura para que realicen la función de catálisis.



En donde:



La relación molar en relación a los metales ( $M^{2+}/M^{3+}$ ) es de 3/1. (Martínez & Carbajal, 2012, p. 91)

Al ser un producto adsorbente permite que, en la superficie interfacial entre las dos fases o capas los contaminantes se acumulen, realizando un intercambio entre los aniones presentes en la estructura con los aniones presentes en el medio, el efecto memoria le permite que al calcinarse este vuelva a su estructura original. (Ruiz Rodriguez , et al., 2016)

### **2.2.4. Hidróxido laminar doble (HLDs) tipo Hidrotalcita**

La hidrotalcita es un mineral que se encuentra dentro del grupo de arcillas aniónicas y es un hidroxicarbonato de magnesio y aluminio.

La estructura de la hidrotalcita deriva de la brucita por sustitución isomórfica de parte de los cationes divalentes por cationes de mayor carga, pero radio similar.

Esta sustitución parcial implica que las láminas quedan cargadas positivamente. Para mantener la electroneutralidad del compuesto, se introducen aniones en la interlámina que comparten este espacio con moléculas de agua. (Ortero, 2015, p. 24)

### **2.2.5. *Hidróxido de Sodio***

- ***Generalidades***

A temperatura ambiente es un sólido cristalino, blanco sin olor y que absorbe rápidamente el dióxido de carbono y humedad del aire. Es una sustancia muy corrosiva, cuando se disuelve en agua o cuando se neutraliza con algún ácido libera una gran cantidad de calor, el cual puede ser suficiente para hacer que el material combustible en contacto con el hidróxido haga ignición. Se usa generalmente como solución del 50 % en peso o como sólido que se comercializa como pellets, hojuelas, barras y tortas. (Anon., 2010)

- ***Propiedades Químicas***

El hidróxido de sodio es una base fuerte, se disuelve con facilidad en agua generando gran cantidad de calor y disociándose por completo en sus iones, es también muy soluble en etanol y metanol. La gran afinidad del hidróxido de sodio por el agua causa una reducción, en la presión de vapor de agua y por tal razón es muy buen agente secante. (Anon., 2010)

### **2.2.6. *Mercaptanos***

Los tioalcoholes o tioles más comúnmente conocidos como mercaptanos son una familia de compuestos orgánicos del azufre, frecuentemente presentes en un amplio rango de destilados no tratados del petróleo, tales como GLP, Nafta, Kerosene y Gas oil.

Específicamente los mercaptanos se hallan en el petróleo destilado originado en el crudo y podría presentarse en igual forma en los subsiguientes tratamientos de crudo. (Calderón, 2010, p. 27)

En nomenclatura química, todo mercaptano está representado por la fórmula genética RSH, donde “R” es un radical hidrocarburo, tal como un grupo ciclo alquil, alil o aril; y “SH” es un grupo mercapto



que consiste de un átomo de azufre y de un átomo de hidrógeno. Por situaciones que más tarde se aclaran, la concentración de mercaptano está representada en términos de moléculas de azufre mercaptánico. (Fernandez, 2017)

- ***Propiedades químicas y físicas***

Los mercaptanos de baja ebullición son moderadamente ácidos y caracterizados por un olor extremadamente ofensivo. Estas propiedades disminuyen conforme se incrementa el peso molecular del mercaptano.

Los mercaptanos son indeseables en productos terminados de petróleo. Su presencia está considerada por los efectos adversos al producto, como olor, estabilidad, contenido total de azufre, octano, susceptibilidad al plomo etc. (Fernandez, 2017)

### ***2.2.7. Sulfuro de Hidrógeno $H_2S$***

El sulfuro de hidrógeno es un químico extremadamente peligroso, puede ser manipulado con mucho cuidado en procesos químicos industriales y debe darse una atención rigurosa para obtener los procedimientos adecuados de manipuleo. Tiene doble acción peligrosa.

- 1) Como gas tóxico a baja concentración.
- 2) Como un gas altamente combustible.

De acuerdo con la Confederación Sudamericana de Higiene Industrial Gubernamental, el valor límite de umbral de la concentración de  $H_2S$  a lo cual los trabajadores pueden estar expuestos diariamente sin efectos adversos a los 10 ppm en volumen. (Linde Ecuador S.A, 2012)

### ***2.2.8. Fenoles***

Los fenoles o compuestos fenólicos son compuestos orgánicos, hidroxilados aromáticos, en los que el grupo hidroxilo está directamente unido al anillo aromático. Son compuestos de elevada toxicidad, especialmente cuando entran en contacto con cloro formando clorofenoles, compuestos muy solubles y citotóxicos por su facilidad para atravesar membranas celulares. Pueden aparecer en las aguas residuales domésticas e industriales, en las aguas naturales y en los suministros de agua potable. Su exposición por inhalación, ingestión, o contacto con la piel puede afectar a los sistemas nervioso,

cardiovascular, gastrointestinal, renal, ocular y dérmico; a los aparatos respiratorio y reproductor e incluso la muerte. (Carbajal, 2016)

### **2.2.9. Hidrocarburos totales de petróleo (TPH)**

Hidrocarburos totales de petróleo (TPH). Se hace referencia a un gran grupo de compuestos derivados de hidrocarburos. La exposición a los TPH puede provocar efectos dependiendo de algunos factores que son la composición del hidrocarburo el tiempo de exposición la concentración que posea. Los hidrocarburos causan graves problemas en el medio ambiente. (TSDR, 1999, pp. 4-5)

Por su elevada toxicidad puede causar efectos cancerígenos, mutagénicos, y teratogénicos (malformaciones en el feto) en especial los aromáticos policíclicos; así como afecciones al sistema nervioso, vías respiratorias, la piel, la sangre, ojos, sistema inmunitario, estómago, hígado, bazo, riñones, pulmones, sistema reproductivo. (Carbajal, 2016, p. 12)

### **2.2.10. Aireación**

La aireación es el proceso en el cual se agrega aire a las aguas a tratarse para que se produzca una degradación de los contaminantes, la transferencia de oxígeno al agua depende al tiempo de contacto, para que el contacto del oxígeno sea más eficaz se debe tener en cuenta el tamaño de las burbujas ya que si son de menor tamaño tienen una menor velocidad de ascenso y mayor efectividad. Es un proceso mecánico que ayuda a la reducción de consumo de químicos para producir la oxidación. (Oxicom Aeration, 2017)

### **2.2.11. Proceso de neutralización ácida**

En el proceso de tratamiento de neutralización ácida directa, el agua residual cáustica gastada se acidifica para liberar a los componentes que son capturados en la solución cáustica alcalina. El ácido sulfúrico (98%) y el ácido clorhídrico son adecuados.

Esto da lugar a la liberación de sulfuros y mercaptanos como gases ácidos y ácidos nafténicos que se esparcen como una capa de aceite o puede ser procesado o incinerado en una unidad de mejora de azufre.

Una gran diferenciación entre neutralización de ácidos es que los componentes ácidos en la cáustica gastada se eliminan, pero no se destruyen. En algunos casos, esto resulta en tratamiento adicional a ser requerido. En otros, permite la captura y reutilización de algunos de los componentes de la sosa gastada. (Seyedin & Hassanzadeganroudsari, 2018, pp. 4-6)

### 2.2.12. Reglamiento ambiental de operaciones hidrocarburíferas RAOHE

Es una normativa implantada para mejorar la regulación de las actividades Hidrocarburíferas que se realizan en el país desde la extracción del crudo hasta la comercialización de los productos finales. Se enfoca en el ámbito ambiental para mantener la conservación del medio ambiente en donde se encargan de implantar parámetros de calidad ambiental normas para efluentes, emisiones y evaluaciones del impacto ambiental. (MAE, 2010)

En la tabla 4 (a) del RAOHE se establecen los límites permisibles para aguas en puntos de descarga de efluentes resultantes de la explotación producción, transporte, almacenamiento y comercialización de hidrocarburos y sus derivados. (MAE, 2010)

a) EFLUENTE (punto de descarga)					
Parámetro	Expresado en	Unidad	Valor limite permisible	Promedio Anual	Destino de Descarga
Potencial hidrógeno	pH	--	5<pH<9	5.0<pH<9.0	Todos
Conductividad eléctrica	CE	μS/cm	<2500	<2000	Continente
Hidrocarburos totales	TPH	mg/l	<20	<15	Continente
Hidrocarburos totales	TPH	mg/l	<30	<20	Mar abierto
Demanda química de oxígeno	DQO	mg/l	<120	<80	Continente
Demanda química de oxígeno	DQO	mg/l	<350	<300	Mar abierto
Sólidos totales	ST	mg/l	<1700	<1500	Todos
Bario	Ba	mg/l	<5	<3	Todos
Cromo (total)	Cr	mg/l	<0.5	<0.4	Todos
Plomo	Pb	mg/l	<0.5	<0.4	Todos
Vanadio	V	mg/l	<1	<0.8	Todos
Nitrógeno global (incluye N orgánico, amoniacal y óxidos)	NH4-N	mg/l	<20	<15	Todos
Fenoles		mg/l	<0.15	<0.10	Todos

**Figura: 1-2.** Parámetros técnicos permisibles de descarga Tabla 4 a (RAOHE)

Fuente: (ISA, 2018)

### 2.2.13. Adsorción

*Def.1.* Es adhesión de cualquier especie química sean iones, átomos o moléculas en una superficie sea líquida o sólida en donde se forma una película por la acumulación de las especies químicas. (Helmenstin, 2018)

*Def.2.* Es el aumento en la concentración de una sustancia en la interfaz de una capa condensada a una capa líquida o gaseosa debido a la operación de las fuerzas de la superficie. (IUPAC, 2014)

#### **2.2.14. Tipos de adsorción**

Las fuerzas de atracción existen entre adsorbato y adsorbente. Estas fuerzas de atracción pueden deberse a las fuerzas de atracción de Vander Waals que son fuerzas débiles. Sobre la base del tipo de fuerzas de atracción existentes entre el adsorbato y el adsorbente, la adsorción se puede clasificar en dos tipos: adsorción física o adsorción química. (Chemistry Learning , 2009)

##### **2.2.14.1 Adsorción Química**

La adsorción química o quimisorción es en la que se involucran fuerzas de valencia del mismo tipo que las que intervienen en la formación de compuestos químicos.

Para hacer una distinción entre adsorción química y física radica en la interacción química o física en general (Everett, 1998, pp. 9-10)

La quimisorción presenta ciertas características para su distinción:

- Presenta especificidad química
- Presenta cambios en el estado electrónico que pueden ser detectados por métodos como la espectroscopía infrarroja o de microondas
- La quimisorción puede ser no reversible
- La superficie del adsorbente puede alterar la naturaleza química del adsorbato
- Para la quimisorción es elemental el requerimiento de energía de activación
- Forma una capa unimolecular dado que las moléculas adsorbidas están unidas por enlaces de valencia. (Magallane, 2016)

##### **2.2.14.2. Adsorción Física**

Cuando la fuerza de atracción existente entre el adsorbato y el adsorbente son fuerzas de atracción de Vander Waals débiles, el proceso se denomina Adsorción física o fisorción.

La adsorción física tiene lugar con la formación de multicapa de adsorbato sobre el adsorbente. (Everett, 1998, p. 11)

En la fisorción al igual que en la quimisorción se presentan características que son:

- La perturbación de los estados electrónicos del adsorbato y adsorbente son mínimas
- No implica energía de activación; sin embargo, para llegar al equilibrio es un proceso lento
- La adsorción física incrementa con el aumento de presión y generalmente disminuye con el incremento de temperatura
- En condiciones apropiadas las especies químicas pueden adsorberse en exceso; nos da como resultado una adsorción multicapa o llenado de microporos
- No es de naturaleza específica (Magallane, 2016)

### 2.2.15. *Proceso de adsorción.*

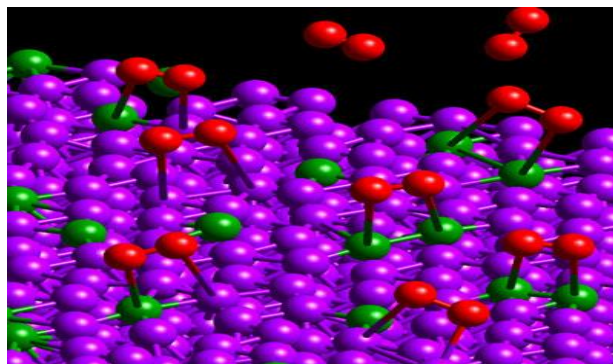
El proceso de adsorción surge debido a la presencia de fuerzas desequilibradas o residuales en la superficie de la fase líquida o sólida.

Estas fuerzas residuales desequilibradas tienen tendencia a atraer y retener las especies moleculares con las que entran en contacto con la superficie. La adsorción es esencialmente un fenómeno de superficie.

El proceso de adsorción involucra dos componentes Adsorbente y Adsorbido.

El adsorbente es la sustancia en cuya superficie tiene lugar la adsorción.

El adsorbato es la sustancia que está siendo adsorbida en la superficie del adsorbente. (Chemistry Learning , 2009)



**Figura: 2-2.** Las moléculas de oxígeno (rojo), superficie de platino (púrpura) y cobalto (verde).

Fuente: (Baluena & Jeremias, 2011)

### 2.2.16. *Coprecipitación*

En la coprecipitación se producen reacciones que se producen por analitos en el seno de la solución para que se formen un sólido generalmente insoluble en agua, en donde se implican algunos procesos como la nucleación, crecimiento y aglomeración.

En la coprecipitación pueden producirse ciertas características que son:

- Los productos son generados en condiciones de alta sobresaturación
- En la nucleación es un paso importante ya que debido a que se formaran una gran cantidad de partículas pequeñas.
- Los procesos como la maduración de Oswald afectan la estructura homogénea al pasar el tiempo en el cual los cristales incrementan de tamaño, la morfología y las propiedades de los productos. (Krishnan & Ajay, 2018)

## **DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE REFINACIÓN DE PETRÓLEO EN LA REFINERÍA DE ESMERALDAS**

### ***2.2.17. Destilación atmosférica***

El crudo es transportado desde el oriente por el SOTE que luego ingresa a un intercambiador de calor donde se realiza un precalentamiento antes de ingresar a los desaladores los cuales operan con electricidad que son encargados de remover metales pesados y sales de cloruros para evitar la corrosión de los equipos y también el envenenamiento de los catalizadores ; el crudo después del procesos de desalado pasa nuevamente por intercambiadores de calor y posteriormente pasa a un horno para ser calentado a 360 °C; ingresa a la torre de destilación obteniéndose como productos gas combustible, gasolina de destilación, nafta, combustibles destilados y crudo reducido. (EP-Petroecuador, 2018)

### ***2.2.18. Destilación al Vacío***

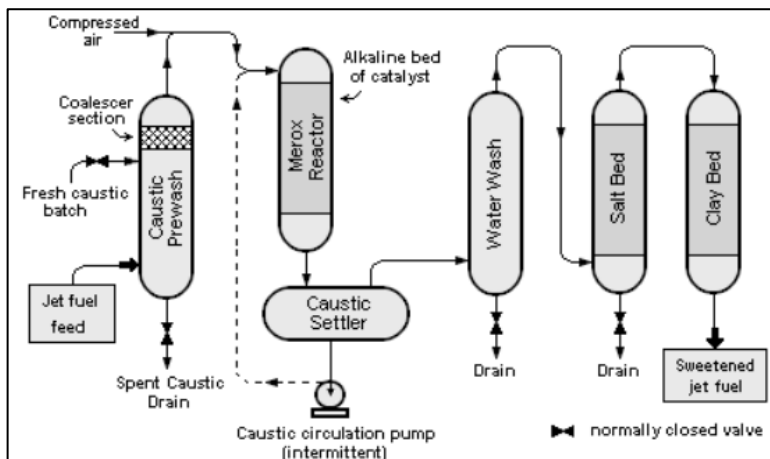
La alimentación de este proceso es el crudo reducido de la destilación atmosférica para separar más las fracciones mediante la disminución de presión y temperatura después de este proceso se obtiene gasóleos ligero y pesado, aceites lubricantes, asfalto, combustóleo pesado y la alimentación del coquizador.

### ***2.2.19. Unidad de F.C.C***

El gasóleo que se obtiene de la destilación al vacío entra a esta unidad con el uso de catalizadores y vapor con lo que se logra una mayor eficiencia térmica y es convertida a productos más livianos como la gasolina de alto octanaje y GLP los residuos de este proceso de dirigen hacia la unidad Mercox.

### 2.2.19.1 Descripción de la unidad MEROX Gasolina

Para la alimentación del reactor MEROX la carga de la unidad de F.C.C. va directamente.



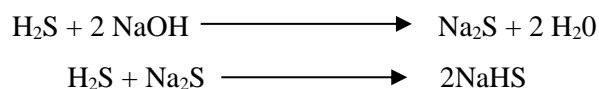
**Figura: 3-2.** Diagrama del Proceso Merox Gasolina

Fuente: OUP (2017).

- *Prelavador Cáustico - Gasolina*

En el prelavador cáustico ingresa la gasolina para remover el H<sub>2</sub>S, se utiliza un prelavador por batch en el cual contiene una solución de NaOH de 20° Be. La solución debe ser cambiada cuando contiene entre 6 o 8° Be.

El H<sub>2</sub>S reacciona con la solución de la siguiente manera:



En el prelavador cáustico ingresa gasolina por el fondo del recipiente en el que se encuentra solución cáustica y se realiza el ingreso de la gasolina mediante un distribuidor de agujeros orientados hacia la parte de abajo con el fin de tener un mayor contacto y completar la remoción de H<sub>2</sub>S en la gasolina luego por la diferencia de densidad el hidrocarburo fluye hacia arriba.

- *Reactor MEROX - Gasolina*

Al reactor MEROX ingresa la gasolina de F.C.C. y la gasolina proveniente del prelavador cáustico, en esta sección se combina la gasolina con aire que se inyecta por difusión; esta mezcla se dirige a un reactor en donde se distribuye en un flujo uniforme sobre la sección transversal del reactor.

La reacción de endulzamiento se da lugar en el lecho catalítico alcalinizado en el reactor la presión es suficiente para mantener el aire disuelto en la gasolina, en el reactor se encuentra impregnando de carbón vegetal granular con reactivo Merox, y es circulada agua amoniacal usando la bomba de circulación del reactor a través del bote de disolución de catalizador.

- *Sedimentador Cáustico- Gasolina*

Después del reactor se va hacia el sedimentador en donde se realiza la separación por gravedad de la solución cáustica acuosa del producto de hidrocarburo. En esta sección la solución cáustica es recirculada mediante una bomba hacia el reactor y retorna al sedimentador cáustico.

La solución cáustica que ya ha sido circulada se llega a contaminar con impurezas depositadas en el catalizador y atrapadas por la solución cáustica, la sosa contaminada toma una coloración ámbar profundo o un café rojizo. (Calderón, 2010, p. 42)

- *Filtro de arena - Gasolina*

El producto después de pasar por el sedimentador cáustico pasa al filtro de arena en el que se capta gotas remanentes de la solución cáustica que entran mezcladas con el hidrocarburo desde el sedimentador cáustico.

Después de algún periodo de tiempo el filtro de arena puede perder la eficiencia, debido al engrasamiento de la solución cáustica o al taponamiento físico por las escamas este fenómeno se puede controlar mediante la caída de presión o un producto con turbiedad se debe realizar un retrolavado usando agua. (Calderón, 2010, p. 43)



### 2.2.19.2. Descripción de la unidad MEROX - GLP

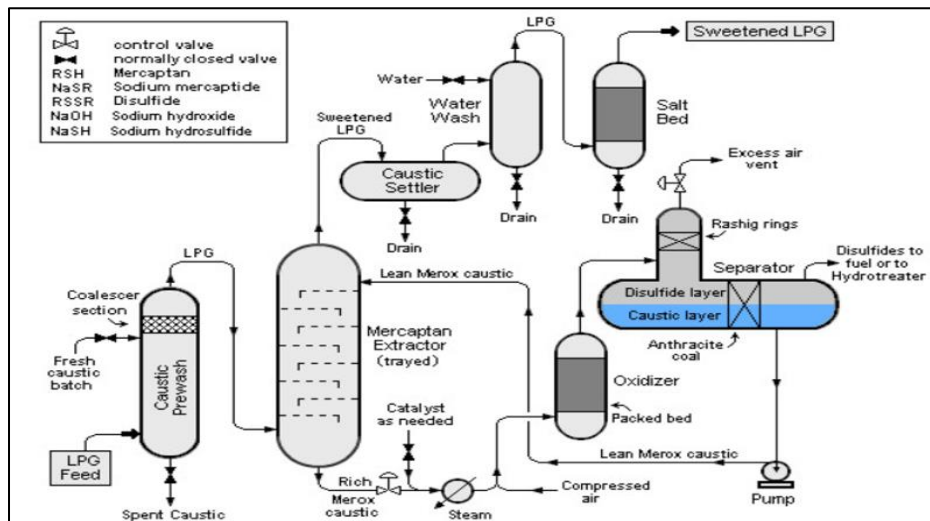


Figura: 4-2. Diagrama del proceso Merox GLP

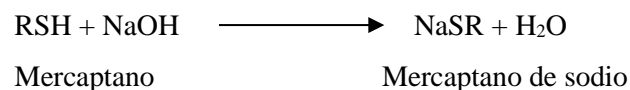
Fuente: OUP (2003).

- Tratamiento Merox y amina - GLP

El gas licuado de petróleo (C<sub>3</sub>/C<sub>4</sub>) proveniente del domo de la debutanizadora de la unidad de concentración de gases de F.C.C. puede contener cantidad grande de mercaptanos y así sulfuro de hidrógeno.

Los mercaptanos presentes en el rango de ebullición de hidrocarburos (C<sub>3</sub>/C<sub>4</sub>) son solubles en solución de hidróxido de sodio aproximadamente en un 98%.

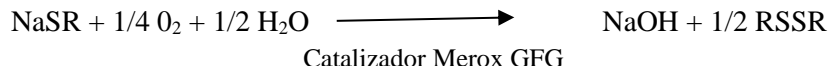
Cuando son extraídos los mercaptanos usando extractores de alta eficiencia en contra corriente cambian químicamente cuando la sosa y los hidrocarburos están íntimamente relacionados.



Es una reacción reversible que tiene lugar en el extractor, la reversibilidad de la reacción indicada es efectiva en la solución cáustica, el mercaptano de sodio debe ser removido de la solución cáustica. Así una solución cáustica rica del extractor es transferida a un oxidador en donde el mercaptano de sodio es rápidamente oxidado por el oxígeno del aire.

La relación es catalizada por el catalizador de Merox UOP, el cual está disperso en la solución cáustica. (Calderón, 2010, p. 48)

La reacción como sigue:



El disulfuro es esencialmente insoluble en la solución cáustica, y puede ser separado por gravedad. La solución cáustica regenerada relativamente libre de mercaptanos de sodio puede ser recirculada al extractor para una posterior remoción de mercaptanos.

La reacción total es:

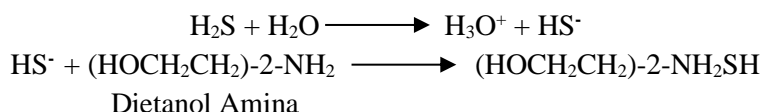


Eventualmente el CO<sub>2</sub> contenido en el aire neutralizará la solución cáustica, sin embargo, el gas licuado de petróleo (C<sub>3</sub>/C<sub>4</sub>) usualmente contiene gran cantidad de H<sub>2</sub>S que neutralizará la solución cáustica.

Para prevenir el agotamiento de la solución cáustica extractora, una sección de pretratamiento es incorporada para asegurar que el H<sub>2</sub>S en el gas licuado de petróleo sea completamente removido.

El absorbedor de amina es un contactor en contracorriente de alta eficiencia que provee contacto íntimo entre el gas licuado de petróleo y la solución de amina circulante para remover el H<sub>2</sub>S.

La reacción es como sigue:



La solución de amina es contaminada con el H<sub>2</sub>S después de estar en contacto con el gas licuado de petróleo y esta amina requiere regeneración.

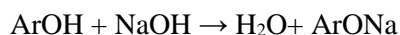
- *Prelavador Cáustico - GLP*

El gas sale por el tope de absorbedor de amina y va al prelavador cáustico.

El gas se eleva a través de un lecho de sosa cáustica de 10°Be para la remoción de las últimas tazas de H<sub>2</sub>S que no han sido eliminadas en el absorbedor de amina.

Cuando la sosa cáustica comienza a agotarse, esta debe ser drenada, mientras esto sucede se deberá usar el distribuidor superior, este distribuidor tiene orificios orientados hacia arriba para crear una fase cáustica inmóvil y minimizar al arrastre de hidrocarburos que saldría con la sosa cáustica gastada.

La sosa cáustica gastada es enviada hacia el tambor desgasificador de sosa cáustica gastada localizada en la unidad existente.



- *Extractor - GLP*

El gas libre de H<sub>2</sub>S proveniente del prelavador cáustico, entra al extractor por el fondo a través del distribuidor de entrada.

El extractor es de platos perforados para una alta eficiencia de contacto en contracorriente. Cada plato consiste en un reservorio de entrada para la sosa cáustica con el canal que separa el reservorio de la sección central.

La sosa cáustica se mezcla en el hidrocarburo, del cual se separa y así continua hacia arriba. La sosa cáustica rebosa hacia el canal de salida y es recibida en el reservorio de salida para sosa, una bajante transfiere la sosa cáustica hacia el reservorio del plato siguiente por gravedad, por el contacto del gas y la sosa cáustica se enriquece con mercaptanos. Esta sosa rica se acumula en el fondo del extractor y es presurizada hacia el oxidador de la sección existente para su regeneración.

- *Sedimentador Cáustico – GLP*

El gas licuado de petróleo sale por la cima del extractor, entra al sedimentado cáustico a través de las aberturas del distribuidor.

Cualquier arrastre de sosa en el gas se sedimenta por gravedad. El gas sale del sedimentado hacia el filtro de arena para remover la sosa. Cualquier solución cáustica acumulada en el sedimentador cáustico puede ser presurizado en la base del colector hacia el oxidador en la sección existente para su regeneración.

- *Filtro de Arena - GLP*

El gas entra en el filtro de arena cerca de la cima a través de un distribuidor y fluye a través del lecho de arena. Las trazas de solución cáustica serán retenidas por el filtro de arena.

Está provisto de un indicador de presión diferencial entre la entrada y la salida del filtro de arena. (Calderón, 2010, p. 10)

## CAPÍTULO III

### 3. METODOLOGÍA

#### 3.1. Hipótesis y especificación de variables

##### 3.1.1. *Hipótesis General*

- El tratamiento de la sosa gastada con hidróxidos laminares dobles HLDs disminuye la concentración de contaminantes.

##### 3.1.2 *Hipótesis Específicas*

- El pretratamiento de la sosa gastada mediante aireación ayudara para la obtención de mejores resultados en el tratamiento con Hidróxidos Laminares Dobles.
- Al comparar las concentraciones al inicio y al final del tratamiento se determinará el grado de reducción de contaminantes.

##### 3.1.3. *Identificación de las variables*

###### 3.1.3.1. *Variables independientes*

- Aireación
- Tiempo de contacto con el HLDs

###### 3.1.3.2. *Variables dependientes*

- Potencial Hidrógeno (pH)
- Conductividad Eléctrica (C.E)
- Concentración de fenoles
- Concentración de hidrocarburos totales de petróleo (TPH)
- Demanda Química de Oxígeno (DQO)
- Concentración de sulfatos.
- Concentración de sulfuros
- Turbiedad

### 3.1.4. Operacionalización de variables

**Tabla 1-3: Operacionalización de variables**

VARIABLES	CONCEPTO	INDICADORES	RANGO	INSTRUMENTO DE MEDICIÓN
<b>TIEMPO DE CONTACTO</b>	Longitud de tiempo que permanece en contacto un líquido con alguna sustancia	min	0 - 90	Cronómetro
<b>pH</b>	Concentración de iones hidrogeno en la solución	pH	5-9	Medidor de pH
<b>CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA</b>	Capacidad de una sustancia para permitir el paso de la corriente eléctrica	us/cm	<2500	Medidor de conductividad
<b>FENOLES</b>	Compuestos hidroxilados aromáticos	mg/L	<0.15	Espectrofotómetro UV
<b>TPH</b>	Compuestos derivados de hidrocarburos	mg/L	<20	Espectrofotómetro IR
<b>DQO</b>	Mide la cantidad que materias susceptibles a la oxidación	mg/L	<120	Espectrofotómetro UV
<b>SULFATOS</b>	Compuestos sulfurados	mg/L	<1000	Espectrofotómetro UV
<b>SULFUROS</b>	Compuestos sulfurados	mg/L	<1	Espectrofotómetro UV
<b>TURBIEDAD</b>	<b>Grado de transparencia que posee un líquido, al presentar la ausencia de partículas suspendidas</b>	NTU	-----	Turbidímetro

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

### 3.1.5. Matriz de Consistencia

**Tabla 2-3: Matriz de consistencia**

<b>PROBLEMA GENERAL</b>	<b>OBEJTIVO GENERAL</b>	<b>HIPÓTESIS GENERAL</b>		
¿Al realizar el tratamiento de sosa gastada con Hidróxidos Laminare Dobles HLDs disminuían las concentraciones de contaminantes?	Utilizar Hidróxidos Laminare Dobles (HLDs) para el tratamiento de sosa gastada resultante del proceso de desulfuración de los combustibles en refinación	El tratamiento de la sosa gastada con Hidróxidos Laminare Dobles HLDs disminuye la concentración de contaminantes		
<b>PROBLEMAS ESPECÍFICOS</b>	<b>OBJETIVOS ESPECÍFICOS</b>	<b>HIPÓTESIS ESPECÍFICA</b>	<b>VARIABLES ESPECÍFICAS</b>	<b>MÉTODOS DE ANÁLISIS</b>
1. ¿De qué manera tiene importancia la caracterización de sosa?	1.Caracterizar la sosa gastada para ser comparados con el Reglamento Ambiental para las Operaciones Hidrocarburíferas en el Ecuador (RAOHE).	1. El pretratamiento de la sosa gastada mediante aireación ayudara para la obtención de mejores resultados en el tratamiento con Hidróxidos Laminare Dobles	ph	SM 4500-H <sup>+</sup> B.
			Conductividad eléctrica, (us/cm)	SM – 2510B
			Hidrocarburos totales de Petróleo, (ppm)	TRNCC-1005
			Demanda Química de Oxígeno, (ppm)	SM 5220
2. ¿De qué manera los resultados de los análisis químicos se relacionan con el tratamiento de la sosa con HLDS y su tiempo de contacto	2.Realizar pruebas de tratabilidad a la sosa gastada con Hidróxidos Laminare Dobles (HLDs).	2. Al comparar las concentraciones al inicio y al final del tratamiento se determinará el grado de reducción de contaminantes	Fenoles, (ppm)	SM 5530-C
			Turbiedad, (NTU)	SM 2130-B
3. ¿De qué sirve comparar los resultados obtenidos con el RAOHE?	3.Determinar el mejor tratamiento obtenido en las pruebas de tratabilidad con Hidróxidos Laminare Dobles (HLDs).		Sulfuros, (ppm)	SM 4500 S <sup>2-</sup> F
			Sulfatos, (ppm)	SM 4500-SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> E

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

## 3.2. Tipo y diseño de la investigación

### 3.2.1. Tipo de investigación

- **Método Investigativo**

En el diseño investigativo del presente trabajo se va a realizar el tratamiento de sosa gastada mediante diferentes experimentos en el laboratorio utilizando el HLDs y variando el tiempo de contacto, posteriormente se verificará la variación de las concentraciones de los compuestos contaminantes mediante pruebas químicas.

- **Método Deductivo**

En el método deductivo se va a partir desde teorías generales para luego ser enfocadas en casos específicos. Se sigue una serie de reglas y procesos de forma adecuada y ordenada.

El principal problema es la sosa gastada es el alto contenido de compuestos fenólicos y compuestos sulfurados lo cual es perjudicial para su disposición final, para lo cual se investigara el tratamiento adecuado para utilizar los hidróxidos laminares dobles y el tiempo adecuado de contacto donde se recopilará información de bibliografía referente a la generación de sosa gastada en los procesos de endulzamiento en la refinación , los métodos de análisis químicos para determinar las concentraciones de contaminantes y de los procesos adicionales aplicables que permita reducir los contaminantes para de esta manera adquirir nuevos conocimientos a partir de premisas establecidas y que le permitirán al investigador generar conclusiones sobre la experimentación y de los resultados que se obtengan en la investigación.

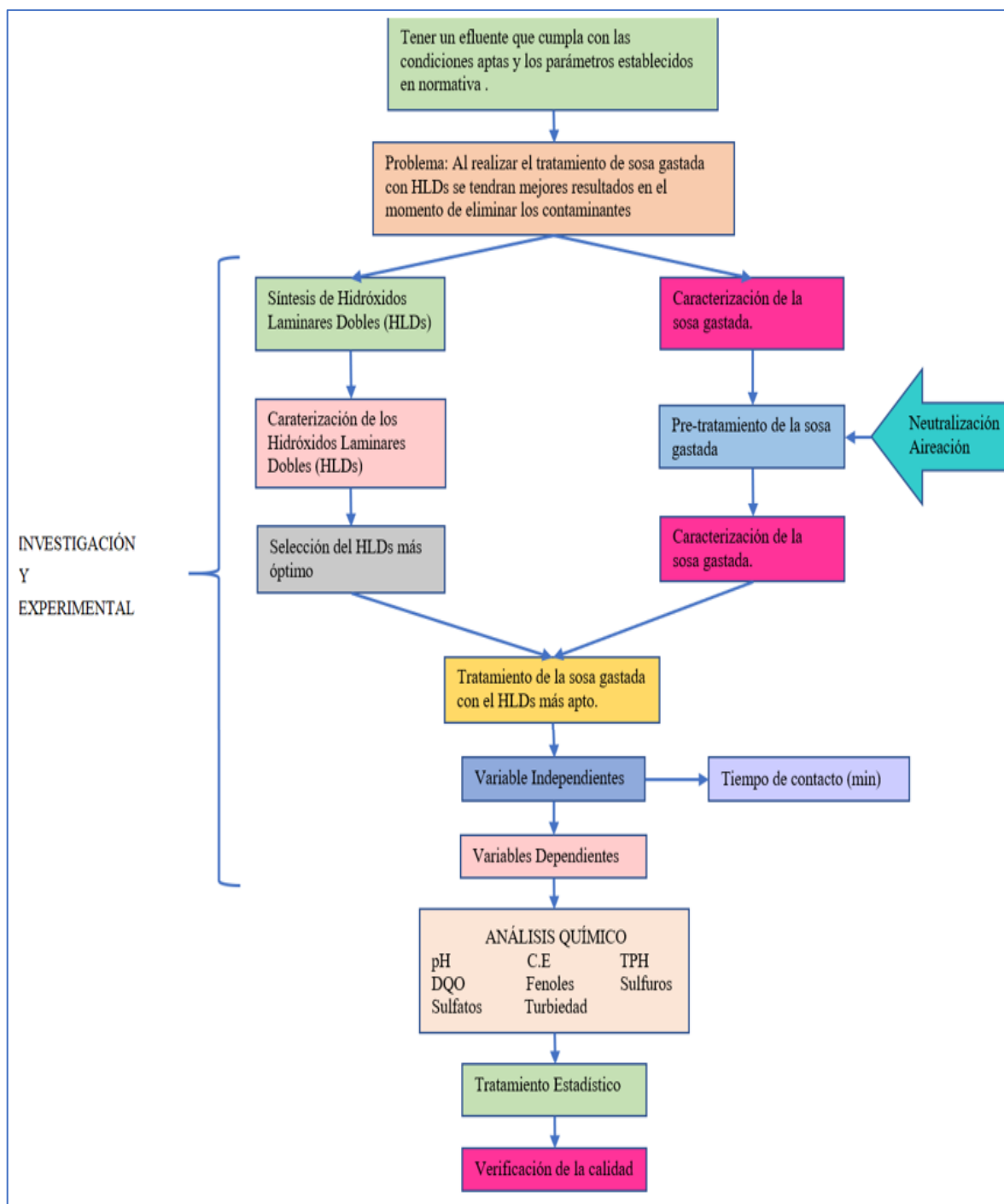
- **Método Inductivo**

Se analizará los problemas ocasionados por la sosa gastada en la refinería, determinando soluciones y alternativas acorde a lo que los investigadores y autores de literatura han propuesto.

### 3.2.2. Diseño de la investigación

La presente investigación que es de tipo bibliográfica ya que los métodos de análisis y conceptos para sintetizar el HLDs fueron consultados y estudiados previamente y experimental debido a que se va a realizar diferentes experimentos para tener mejores condiciones para realizar las pruebas con HLDs

variando el tiempo y la cantidad para tener una mejor eliminación de los contaminantes. Basados en los resultados que se obtengan se pueden tomar la decisión sobre las hipótesis.



**Figura: 1-3:** Esquema del diseño de la investigación



### **3.3. Unidad de análisis**

Para la presente investigación la unidad de análisis será la sosa gastada recolectada de la unidad de almacenamiento, a la cual se le realizarán los procesos de tratamiento previos como la aireación y neutralización ácida para posteriormente tratarlos con HLDs y variando el tiempo de contacto para realizar pruebas químicas y determinar el grado de contaminantes.

### **3.4. Población de estudio**

La población de estudio constituirá muestras de sosa gastada provenientes de Refinería de Esmeraldas, diariamente en refinería se producen alrededor de 3m<sup>3</sup> de sosa gastada. La sosa gastada se produce solo en Refinería de Esmeraldas ya que posee unidad de FCC a diferencia de las Refinerías de La Libertad y de Shushufindi.

### **3.5. Tamaño de muestra**

Se realizará la recolección de datos de todo el proceso para verificar la variabilidad de los parámetros establecidos, para la utilización de los HLDs se realizarán 4 repeticiones que consiste en variar el tiempo de contacto para determinar la disminución de contaminantes y el tiempo al llegar la estabilidad.

Número de tratamientos: 7 (Intervalos de tiempo)

Número de repeticiones por tratamiento: 4

### **3.6. Selección de muestra**

Para la selección de la muestra se debe realizar los siguientes pasos:

- Visita a la Refinería Estatal de Esmeraldas para determinar en los procesos en donde se genera la sosa gastada y realizar la toma de muestra para la investigación.

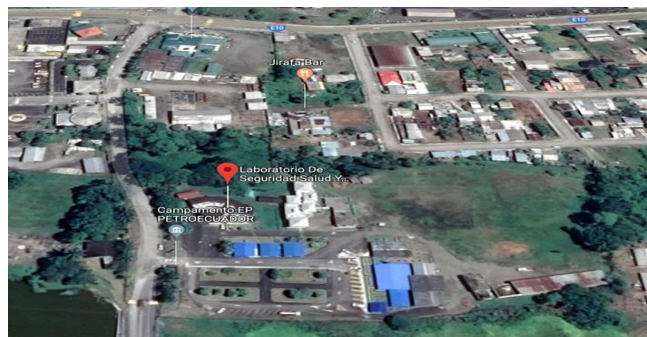
- La toma de muestra se realizó en la unidad de F.C.C. en una botella ámbar esterilizada a temperatura ambiente (29 °C) y transportar en frío.
- Para la recolección y manipulación de la muestra se debe utilizar en todo momento equipo de protección personal
- Para realizar las pruebas de laboratorio debida a la alta concentración de contaminantes es necesario realizar diluciones debido al fuerte olor que emana por los compuestos de sulfurados nos pueden dar resultados erróneos y siguiendo los métodos y ensayos ya establecidos en el laboratorio.

### 3.7. Desarrollo experimental

Para el desarrollo experimental de la investigación se requiere mencionar la localización del desarrollo del experimento, los materiales, equipos, reactivos, el procedimiento y metodología necesaria para utilizarla en la investigación y para la caracterización del mejor tratamiento.

#### 3.7.1 Localización del experimento

El trabajo de investigación se realizó en el Laboratorio de Seguridad, Salud y Ambiental de EP-Petroecuador ubicado en el cantón Lago Agrio, Km 1 vía al Coca provincia de Sucumbíos en la región amazónica del Ecuador. A una altitud de 300 m.s.n.m.



**Figura: 2-3:** Localización geográfica de LABSSA.

FUENTE: Google Maps,(2019)

### **3.7.2. Materiales, equipos y productos químicos**

#### **3.7.2.1. Materiales**

- Balones aforados de 10 mL, 25 mL, 100mL, 1000mL.
- Botellas ámbar
- Buretas 25, 50 mL
- Celdas de sílice y cuarzo
- Celdas de vidrio para espectrofotómetro UV
- Celdas HACH para turbidímetro
- Crisoles
- Cronómetro
- Embudos de separación
- Embudos simples
- Enlermeyers de 100 mL
- Espátula
- Guantes
- Mandil
- Manguera
- Mascarilla
- Micropipetas
- Papel absorbente
- Papel aluminio
- Papel filtro cualitativo Whatman 40
- Papel libre de pelusas
- Papel tornasol para pH
- Peras de succión
- Pinza
- Pipetas graduadas
- Pipetas volumétricas
- Pissetas
- Pistilo y mortero
- Probeta calibrada de 10, 25, 100 y 1000 mL

- Soporte universal
- Tubos de ensayo
- Tubos de vidrio con tapa rosca
- Tubos de vidrio para digestión de metales
- Varilla de agitación
- Vasos de precipitación de 1000 mL, 500 mL, 100 mL.
- Viales para digestión de DQO

#### 3.7.2.2. Equipos

- Agitador magnético
- Balanza analítica
- Baño ultrasonido
- Bomba de vacío de 0.25 Hp
- Electrodo para conductividad
- Electrodo para pH
- Espectrofotómetro Infrarrojo JASCO FT/IR 6600
- Espectrofotómetro UV Genesis
- Espectrómetro HACH/DR-2000
- Espectrómetro ICP
- Estufa
- Medidor de conductividad
- Microscopio electrónico de barrido
- Potenciómetro
- Purificador de agua ELIX
- Purificador Thermo Scientific
- Sistema de digestión en bloque caliente
- Termocupla
- Termoreactor HACH/CDO REACTOR
- Turbidímetro HACH

### 3.7.2.3. *Productos Químicos*

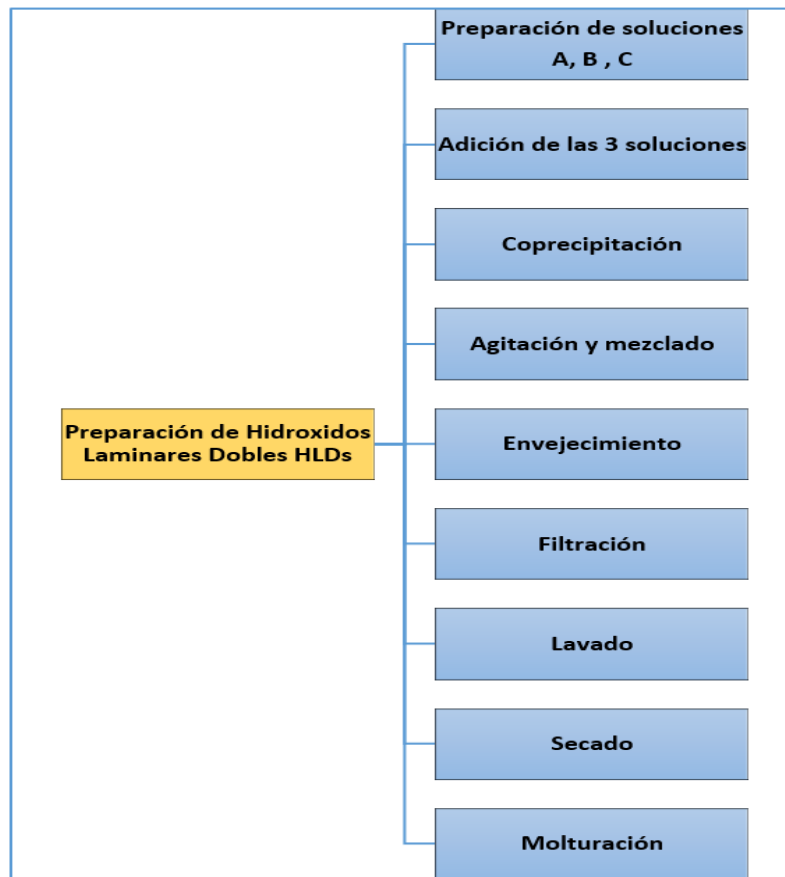
- 4-Amino antipiridina
- Aceite de referencia para TPH
- Ácido clorhídrico
- Ácido fosfórico
- Ácido nítrico
- Ácido sulfúrico
- Agua destilada tipo I y II
- Alcohol etílico
- Almidón
- Buffer certificado de pH 4, 7 y 10
- Carbonato de sodio
- Cilindro de Gas de Argón
- Cloroformo
- Cloruro de bario
- Cloruro de potasio
- Estándares certificados para conductividad.
- Ferrocianuro de potasio
- Gel de sílice activada
- Glicerina
- Hexametilentetra amino
- Hidróxido de amonio
- Hidróxido de potasio
- Hidróxido de sodio
- Nitrato de potasio
- Sulfato de aluminio
- Sulfato de Hidracina
- Sulfato de magnesio
- Sulfato de sodio anhidro
- Tetracloroetileno
- Tiosulfato de sodio
- Yodo

- Yoduro de potasio

### 3.7.3. Procedimiento Experimental

#### *Síntesis y caracterización de HLDs*

##### 3.7.3.1 Síntesis de Hidróxidos Laminares Dobles por el método de coprecipitación



**Figura: 1-3:** Esquema de síntesis de HLDs por el método de coprecipitación

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019.

#### *Reactivos para la preparación de Hidróxidos Laminares dobles tipo Hidrotalcita*

Se va a obtener hidróxidos laminares dobles Mg/Al, con variaciones del anión precursor y la solución básica para regular el pH, se tiene las siguientes denominaciones para cada una de las preparaciones.

**Tabla 3-3: Reactivos para la síntesis de HLDs**

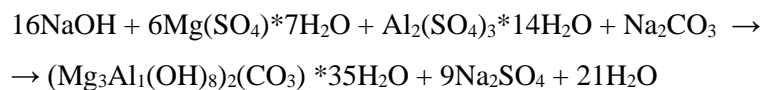
Denominación	M <sup>2+</sup>	M <sup>3+</sup>	Anión Precursor	Solución básica
HLDs 1	Mg(SO <sub>4</sub> )*7H <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> *14H <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	NaOH
HLDs 2	Mg(SO <sub>4</sub> )*7H <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> *14H <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	KOH
HLDs 3	Mg(SO <sub>4</sub> )*7H <sub>2</sub> O	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> *14H <sub>2</sub> O	KNO <sub>3</sub>	KOH

Realizado por: Yajaira Pilamunga,2019

➤ *Síntesis del HLDs 1.*

Para el HLDs 1 tipo hidrotalcita se utiliza una relación molar de Mg/Al de 3:1 y mediante el método de coprecipitación manteniendo el pH constante con anión carbonato para compensar la carga de los metales.

*Reacción estequiométrica:*



*Reactivos para preparar las soluciones*

**Tabla 4-3: Cantidades de reactivos para síntesis del HLDs 1**

REACTIVOS	FÓRMULA	CANTIDAD (mol)
Sulfato de magnesio	Mg(SO <sub>4</sub> )*7H <sub>2</sub> O	0.03
Sulfato de aluminio	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> *14H <sub>2</sub> O	0.01
Carbonato de sódico	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0.06
Hidróxido de sodio	NaOH	0.05

Realizado por: Yajaira Pilamunga,2019

## **Preparación del HLDs 1**

### **Solución A**

Formada con sales de sulfato de magnesio 9.83 g y sulfato de aluminio granulado 7.34 g se afora con agua destilada grado II en un balón de 100 mL la solución presenta un pH de 2.26.

### **Solución B**

Se disuelve carbonato sódico 5.14 g en un balón aforado hasta llevarlo a 100 mL utilizando agua destilada grado II con un pH de 10.35.

### **Solución C**

Se prepara la solución básica con hidróxido de sodio de 2g que se afora con agua destilada grado II en un balón aforado de 100 mL que tiene un pH final de 12 esta solución es simplemente para controlar el pH.

### **Co-Precipitación**

Se colocaron tres buretas con soluciones A, B, C y se van añadiendo simultáneamente gota a gota de las tres soluciones

### **Agitación y mezclado**

Se mantiene la agitación constante de 300 rpm para tener un mezclado correcto y tener la uniformidad que se requiere.

### **Envejecimiento**

Para mantener el pH constante de 10 se agrega la solución C de acuerdo a la necesidad, manteniendo la agitación constante y sin incremento de temperatura, en el seno de la solución se va formando el HLDs, el goteo para la formación es muy lenta por lo que se demora alrededor de 2 horas hasta que finalice su adicción, se mantiene la agitación constante durante 5 horas y a 300 rpm.

### **Maduración de la solución**

Se deja la solución en maduración o en reposo durante 15 horas el pH final de la solución final es de 9.9

### **Filtración**

Después de la maduración se procede a filtrar utilizando papel filtro Walkman 40



### **Lavado**

Se realiza lavados hasta que la solución tenga un pH de 7 aproximadamente.

### **Secado**

El filtrado obtenido se coloca en la estufa a 105 centígrados durante 4 horas.

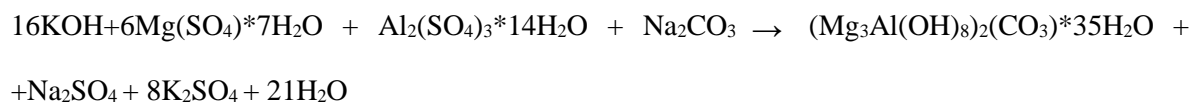
### **Molturación**

Se procede a moler en un mortero para tener un tamaño de partícula pequeño ya que de esa manera se tendrá una mayor área superficial.

### **➤ Síntesis del HLDs 2.**

El HLDs 2 tipo hidrotalcita con una relación de Mg/Al es de 3:1 y se realiza mediante el método de coprecipitación y a pH constante con anión carbonato para compensar la carga de los metales se utiliza la solución básica de KOH.

### ***Reacción estequiométrica:***



### ***Reactivos para preparación de soluciones***

**Tabla 5-3: Cantidades de reactivos para síntesis del HLDs 2**

REACTIVOS	FÓRMULA	CANTIDAD (mol)
Sulfato de magnesio	$\text{Mg}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0.03
Sulfato de aluminio	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$	0.01
Carbonato de sodico	$\text{Na}_2\text{CO}_3$	0.04
Hidróxido de potasio	$\text{KOH}$	0.06

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

## **Preparación del HLDs 2**

### **Solución A**

Para la síntesis de los tres HLDs la preparación de la solución A va a ser la misma composición y los mismos pesos que en la síntesis del HDLs 1.

### **Solución B**

Se prepara la solución B de igual manera como se realizó en el HDLs 1.

### **Solución C**

Se prepara la solución básica con hidróxido de potasio con 6 g que se afora con agua destilada grado II en un balón aforado de 100 mL que tiene un pH final de 11 para controlar el pH de la solución de formación.

Para la coprecipitación, agitado, mezclado, envejecimiento, maduración, filtración, lavado y molturación se realizan de la misma manera y se mantienen las mismas condiciones que en la preparación del HDLs 1

### **➤ Síntesis HLDs 3.**

El HLDs 3 tipo hidrotalcita igual que las anteriores se prepara mediante el método de coprecipitación y a pH constante con anión nitrato para compensar la carga de los metales se utiliza la solución básica de KOH.

### ***Reacción estequiométrica:***



### ***Reactivos para la preparación de las soluciones***

**Tabla 6-3: Cantidades de reactivos para síntesis del HLDs (3)**

REACTIVOS	FÓRMULA	CANTIDAD (mol)
Sulfato de magnesio	$Mg(SO_4) \cdot 7H_2O$	0.03
Sulfato de aluminio	$Al_2(SO_4)_3 \cdot 14H_2O$	0.01
Nitrato de potasio	$KNO_3$	0.08
Hidróxido de potasio	$KOH$	0.08

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

### Preparación del HLDs 3

#### Solución A

Formada con sales de sulfato de magnesio y aluminio en una relación estequiométrica de Mg/Al de 3:1 se afora con agua destilada grado II en un balón de 100 mL la solución presenta un pH de 2.26.

#### Solución B

Se disuelve nitrato de potasio 8.26 g en un balón aforado hasta llevarlo a 100 mL utilizando agua destilada grado II y tiene un pH de 5.54

#### Solución C

Se prepara la solución básica con Hidróxido de potasio con 3g que se afora con agua destilada grado II en un balón aforado de 100 mL que tiene un pH final de 13.39 para controlar el pH de la solución de formación.

Para la coprecipitación, agitado, mezclado, envejecimiento, maduración, filtración, lavado y molturación se realizan de la misma manera y se mantienen las mismas condiciones que en la preparación del HLDs 1 y 2.

#### 3.7.3.2 Caracterización de los HLDs

En la presente investigación en primer lugar se va a sintetizar los Hidróxidos Laminares Dobles para posteriormente seleccionar el que presente características más adecuadas y requeridas.

Las características que se requieren son: resistencia a medio ácido y básico, el tamaño de partícula, relación de Mg/Al.

➤ **Resistencia a medio ácido y básico**

*Medio ácido.* - se somete a los 3 HLDs a un medio acuoso compuesto por ácido nítrico a 98 % de concentración.

*Medio básico.* - se realiza una solución 1 M de hidróxido de sodio y se someten a los 3 HLDs.

Se mantienen a las mismas condiciones y se verifica el tiempo de descomposición y se descarta el que presente menos resistencia.

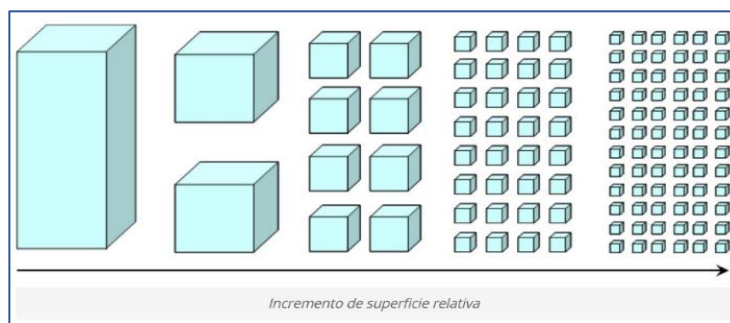
Se comparan los 3 HLDs sometiendo a las mismas condiciones para descartar en el menos apto.

➤ **Determinación de tamaño de partícula mediante microscopia SEM**

**Tamaño de Partícula**

Es muy importante el tamaño de partícula del HLDs ya que luego de secar el precipitado obtenido el resultado que se tiene material en forma de escamas y posteriormente se procede a moler para la obtención de partículas de tamaños similares y uniformes con esto se demuestra una correcta formación interlaminar del compuesto en el momento de formación de HLDs.

Al reducir el tamaño de partícula se incrementa el área de superficie de contacto.

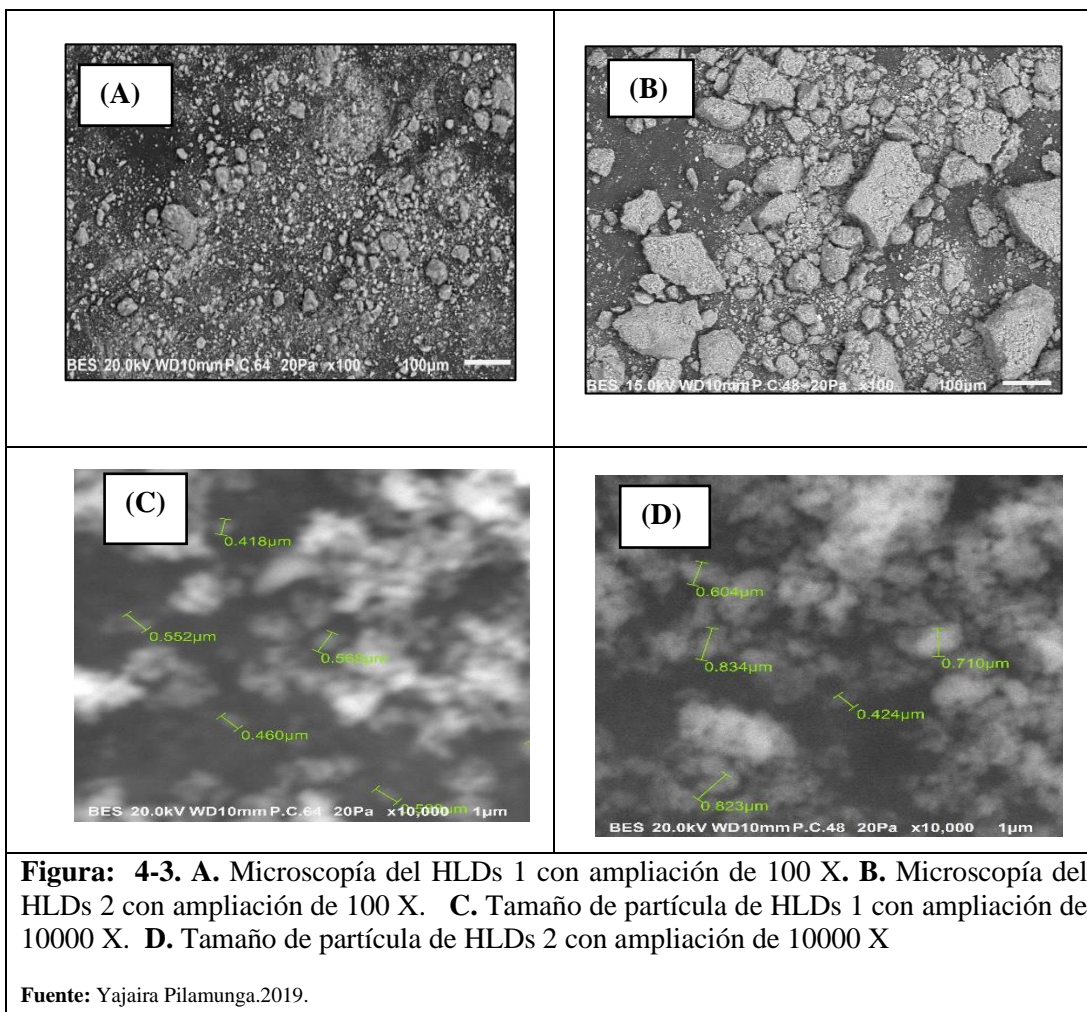


**Figura: 3-3:** Incremento de área superficial y reducción de tamaño

**Fuente:** Laureano Cornejo,2015

El área superficial en los hidróxidos laminares dobles se incrementa aún más gracias a la estructura que presenta por sus laminas y espacios interlaminares.

El tamaño de partícula se va a determinar mediante el análisis con el microscopio electrónico de barrido comparando entre los dos HLDs que tienen mejor resistencia a medios ácidos y básicos.



### Microscopía SEM de los HLDs 1 y HLDs 2

La imagen **A** que es el HLDs 1 tiene formas y tamaños más homogéneos, se observa que las partículas son tamaño muy pequeño y esto indica a que la unión de los átomos y su estructura molecular es uniforme.

La imagen **B** que es el HLDs 2 a comparación a la imagen se observa que las partículas son de mayor tamaño a comparación a la imagen A, las formas son distintas entre ellas esto indica que su composición molecular no es uniforme por ello se tiene los diferentes tamaños.

La imagen **C** determina que el tamaño de partícula del HLDs 1 se mantiene en un rango de 0.42µm a 0.56µm con tamaños muy similares con un promedio de tamaño de 0.51 µm

En la imagen **D** se determina el tamaño de partículas del HLDs 2 en el cual se encuentra entre 0.424µm y 0.834 µm en el cual los tamaños son más heterogéneos que los de la imagen anterior.

Para el HLDs 3 no se realizó el análisis de microscopía SEM debido a que su resistencia a medios ácidos y básicos es limitada y de menor rendimiento.

➤ *Relación de Mg/Al*

### Determinación de elementos presentes en el HLDs

La relación de los metales di y trivalentes es importante ya que de esta manera se formará una estructura más estable y de esta manera tener láminas cargadas positivamente para ser compensada con los aniones. La estructura presenta láminas estables por los radios iónicos de los metales utilizados.

### Radios iónicos de cationes metálicos divalentes

<b>IÓN</b>	<b>Radio Iónico (Å)</b>
Mg <sup>2+</sup>	0.72
Zn <sup>2+</sup>	0.74
Fe <sup>2+</sup>	0.78
Co <sup>2+</sup>	0.75
Ni <sup>2+</sup>	0.69
Cu <sup>2+</sup>	0.73
Be <sup>2+</sup>	0.45

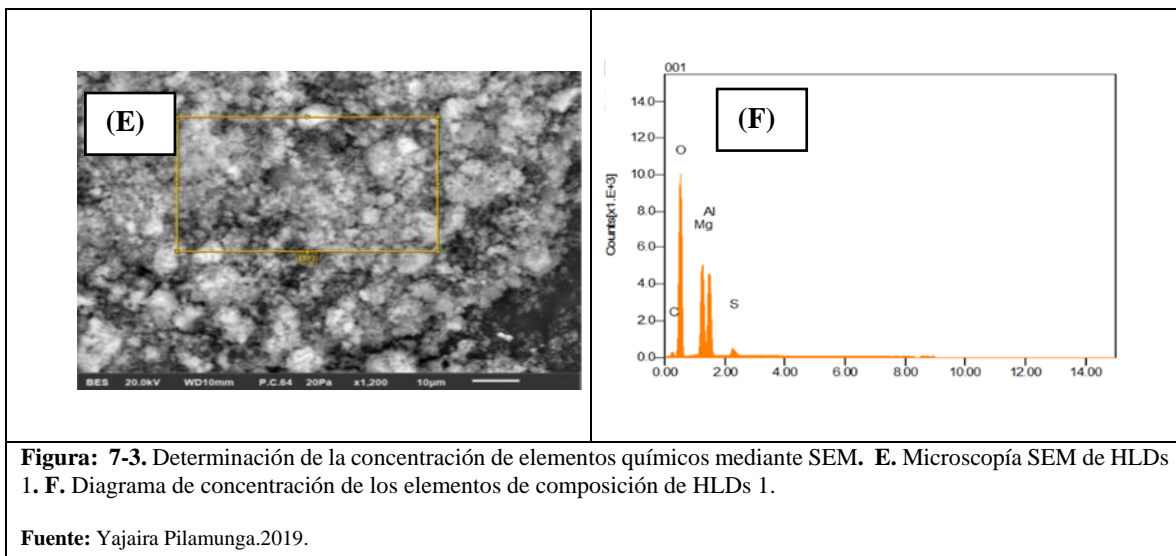
**Figura: 5-3.** Radios de cationes divalentes.  
**Fuente:** Shannon D. 1976

### Radios iónicos de cationes metálicos trivalentes

<b>IÓN</b>	<b>Radio Iónico (Å)</b>
Cr <sup>3+</sup>	0.62
Fe <sup>3+</sup>	0.65
Al <sup>3+</sup>	0.54

**Figura: 6-3.** Radios de cationes trivalentes.  
**Fuente:** Shannon D. 1976

Mediante la utilización del microscopio electrónico de barrio se puede determinar los elementos presentes en su estructura.



En la imagen **E** se realiza una mayor ampliación de 1200 X para que el equipo identifique de mejor manera los elementos presentes en el compuesto.

La imagen **F** en el diagrama de concentración de elementos presentes en el HLDs (1) se determina la presencia de 4 elementos que son el Carbono, Oxígeno, Magnesio, Aluminio, Azufre cabe recalcar que mediante esta técnica no se puede determinar la concentración o presencia de Hidrógeno.

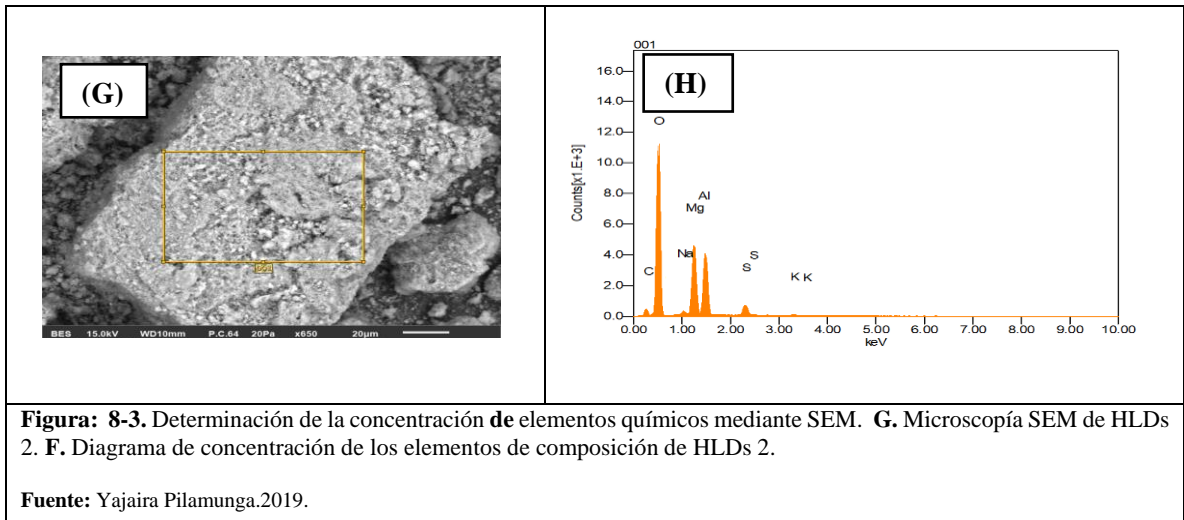
**Tabla 7-3. Porcentaje de elementos químicos presentes**

FÓRMULA	Masa	Átomos %
C	15.71	10.84
O	97.19	67.07
Mg	20.02	13.82
Al	11.58	7.98
S	0.42	0.29
Total	144.92	100

Realizado por: Yajaira Pilamunga,2019

El Carbono se debe a la presencia del ión carbonato y se encuentra presente en un 10.84 % de este elemento en la constitución del HLDs (1) , el Oxígeno está presente en el agua , ion hidróxilo , ion carbonato y se encuentra en un 67.07 % , el Magnesio presente en un 13.82 % de átomos que están presentes en la conformación en la estructura laminar y de igual manera el Aluminio se tiene la presencia 7.98 % , el azufre es parte de iones sulfatos de los que provienen las sales de magnesio y aluminio y tiene una presencia de 0.29% de átomos.

Determinación de la composición química del HLDs con microscopía SEM



En la imagen **G.** se tiene una ampliación de 650 X para identificar los elementos presentes en el HLDs (2)

La imagen **H** es la representación del diagrama de concentraciones de los elementos de la composición del HLDs (2) en donde se detecta la presencia de 7 elementos que son Carbono, Oxígeno, Sodio, Magnesio, Aluminio, Azufre y Potasio.

**Tabla 8-3. Porcentaje de elementos químicos presentes**

Fórmula	Masa	Átomo %
C	20.96	13.09
O	99.43	62.13
Na	2.85	1.78
Mg	20.34	12.74
Al	13.12	8.19
S	3.21	1.89
K	0.29	0.18
Total	160.20	100

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga,2019

El HLDs (2) se encuentran elementos como el Carbono y se debe a la presencia de iones carbonato y se encuentra presente en un 13.09% , el Oxígeno se encuentra presente en un 62.13% el cual se encuentra en compuestos de iones carbonato, moléculas de agua, iones hidroxilo, iones sulfatos, el elemento sodio se encuentra en el carbonato sódico utilizado en la síntesis y está en un 1.78 % el



átomo de Magnesio se encuentra presente en un 12.74 % de átomos y el aluminio en 8.19 % y son parte de la estructura de la parte laminar , el azufre se encuentra en un 1.89 % que se encuentran en los iones de sulfatos y potasio en un 0.18% pueden ser parte de trazas del hidróxido de potasio.

### 3.7.3.3 Selección del HLDs con mejores características

**Tabla 9-3. Cuadro de cumplimiento de características requeridas de HLDS**

Tipo de HLDs		HLDs 1	HLDs 2	HLDs 3
Característica				
<b>MEDIO ÁCIDO</b>	APLICADO	SI	SI	SI
	TIEMPO (h)	58	27	1
<b>MEDIO BÁSICO</b>	APLICADO	SI	SI	SI
	TIEMPO	Indefinido	Indefinido	2 días
<b>TAMAÑO (um)</b>	HOMOGENEIDAD	SI	NO	NA
	TAMAÑO	0.42-0.54	0.42-0.83	NA
<b>COMPOSICIÓN</b>	RELACION Mg/Al	1.73	1.55	NA

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

\*NA= No aplicado

El HLDs que tiene las características requeridas es el HLDs 1 que esta formulado con sulfato de magnesio y aluminio, con anión precursor el carbonato, solución básica para regular el pH es hidróxido de sodio.

Los HDLs 2 y HLDs 3 no cumplen con las características requeridas como se puede observar en la Tabla 9-3.

### 3.7.3.4. Caracterización de la sosa gastada

**Tabla 10-3. Determinación de Potencial Hidrógeno**

pH	4500-H <sup>+</sup> B.
FUNDAMENTO TEÓRICO	<ul style="list-style-type: none"> <li>•El potencial hidrógeno matemáticamente se define como el logaritmo negativo de la concentración molar de los iones hidrógeno como: <math>pH = -\log[H^+]</math></li> <li>•Mide la introducción de un electrodo de vidrio en la muestra y comparando la fuerza electromotriz que genera diferentes tampones para luego extrapolarla a la de la muestra</li> </ul>
MATERIALES	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Potenciómetro</li> <li>•Electrodo para pH</li> <li>•Vasos de precipitación</li> <li>•Piseta</li> <li>•Papel absorbente</li> </ul>
REACTIVOS	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Agua destilada tipo II</li> <li>•Buffer certificado pH 4</li> <li>•Buffer certificado pH 7</li> <li>•Buffer certificado pH 10</li> <li>•Cloruro de potasio</li> </ul>
PROCEDIMIENTO	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Verificación del pHmetro con las soluciones buffer 4,7 y 10 pH</li> <li>•Homogeniza la muestra</li> <li>•Muestras con fase oleosa se filtra previamente</li> </ul>
MEDICIÓN	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Tomar alícuotas en la muestra</li> <li>•Sumergir el electrodo dentro de la muestra</li> <li>•Anotar la lectura cuando se estabilice el valor que se muestra en la pantalla</li> <li>•Lavar el electrodo con agua destilada tipo II</li> <li>•Ponerle en la solución de cloruro de potasio</li> </ul>
INTERFERENCIAS	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Temperatura</li> <li>•Presencia de fase oleosa</li> <li>•Muestras mayores a 10 pH</li> </ul>

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

Fuente: (APHA; AWWA; WEF, 2017, pp. 95-99)

**Tabla 11-3. Determinación de Conductividad Eléctrica**

CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA	2510 B
----------------------------	--------

<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Es una expresión numérica de la capacidad del agua para transmitir la corriente eléctrica.</li> <li>•En soluciones acuosas la conductividad eléctrica es directamente proporcional a la concentración de los sólidos disueltos.</li> </ul>
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Medidor de conductividad Eléctrica: Thermo Orion 5 Star</li> <li>•Electrodo para conductividad</li> <li>•Vasos de precipitación 100 mL</li> <li>•Piseta</li> <li>•Papel filtro cualitativo</li> <li>•Papel absorbente</li> </ul>
<b>REACTIVOS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Agua destilada tipo II</li> <li>•Estándares certificados de conductividad</li> </ul>
<b>PROCEDIMIENTO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Homogeneizar la muestra</li> <li>•Muestras con fase oleosa se filtra previamente</li> </ul>
<b>MEDICIÓN</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Tomar una alícuota</li> <li>•Introducir el electrodo en la muestra</li> <li>•Agitar manualmente</li> <li>•Anotar la lectura cuando se estabilice el valor de la muestra en la pantalla</li> <li>•Lavar el electrodo y secar con papel absorbente</li> </ul>

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

Fuente: (APHA; AWWA; WEF, 2017, pp. 58-59)

**Tabla 12-3. Determinación de Hidrocarburos Totales de Petróleo**

<b>HIDROCARBUROS TOTALES DE PETRÓLEO</b>	<p>ASTM D 3921 INEN 2 169;98 -5520 F</p>
<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Mide la concentración de mezcla de Hidrocarburos de petróleo</li> <li>•Para la extracción utilizar solvente orgánico para extraer y que no interfiera en la lectura</li> <li>•La lectura se basa en la absorción de los enlaces C-H</li> <li>•Realizar un background para eliminar interferencias presentes en el tetracloroetileno</li> <li>•Realizar mediciones de muestras de concentraciones conocidas para tratarlas como estándares</li> </ul>
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Baño ultrasonido</li> <li>•Espectrofotómetro infrarrojo JASCO FT/IR 6600</li> <li>•Balanza analítica</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Celdas de 10 mm de sílice y cuarzo para fotometría</li> <li>•Balones aforados y calibrados</li> <li>•Embudo de separación de 1000 mL con llave de paso de tetrafluoroetileno.</li> <li>•Embudos simples de vidrio</li> <li>•Papel filtro tipo Whatman 40</li> <li>•Papel toalla</li> <li>•Papel libre de pelusas</li> <li>•Tubos de vidrio tapa rosca</li> <li>•Pipetas calibradas de 10,5 y 1 mL</li> <li>•Probetas calibradas de 10 y 1000 mL</li> </ul>
REACTIVOS	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Sulfato de sodio anhidro grado reactivo</li> <li>•Gel sílice 20-200 mesh activada</li> <li>•Tetracloroetileno grado reactivo con pureza del 98 %</li> <li>•EPA-MIX Aceite de referencia para calibración</li> </ul>
PROCEDIMIENTO	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Verter 1000 mL de la muestra en una probeta luego verter en el tubo de separación</li> <li>•Colocar 10 mL de tetracloroetileno</li> <li>•Agitar fuertemente el embudo por 2 min</li> <li>•Colocar el embudo en el ultrasonido por 10 min</li> <li>•Deja en reposo 5 min</li> <li>•Al romperse la emulsión se formarán 3 fases</li> <li>•Proceder a filtrar con sílica gel y sulfato de sodio</li> </ul>
MEDICIÓN	<p>•Una vez realizada la extracción se procede a la medición en el espectrofotómetro JASCO FT/6600</p> <p>Se aplicará la siguiente fórmula</p> $TPH \left( \frac{ml}{L} \right) = \frac{A \left( \frac{mg}{L} \right) * B \left( \frac{mg}{L} \right)}{Vm(ml)}$ <p>Donde</p> <p>A=lectura de la concentración del equipo</p> <p>B=Volumen extractante</p> <p>D= factor de dilución</p> <p>Vm=Volumen de la muestra</p>

<b>INTERFERENCIAS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•El gel de sílice puede absorber los Hidrocarburos más polares, así como aromáticos complejos, pero pueden existir algunos compuestos que no son retenidos por la sílica gel y lo cual interfiere la medición</li> <li>•Contaminación del solvente para extraer</li> </ul>
-----------------------	---

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

Fuente: (APHA; AWWA; WEF, 2017, pp. 46-47)

**Tabla 13-3. Determinación de Fenoles**

<b>FENOLES</b>	5530 C y D
<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Método colorimétrico en el cual la 4-aminoantipirina que determina la presencia del fenol</li> </ul>
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Espectrofotómetro UV Genesis 10S UV-Visible</li> <li>•Balones calibrados embudos de separación de 1000, 500, 250mL</li> <li>•Vaso de precipitación</li> <li>•Celdas para espectrómetro UV</li> <li>•Piseta</li> <li>•Pipetas calibradas volumétricas y graduadas de 1, 2, 5, 10, 25, 50 mL</li> <li>•Papel filtro Walkman 40</li> <li>•Probetas de diferentes capacidades</li> <li>•Balanza analítica</li> <li>•Espátula</li> </ul>
<b>REACTIVOS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Agua destilada tipo II</li> <li>•4-aminoantipirina grado reactivo</li> <li>•Sulfato de sodio anhidro</li> <li>•Cloroformo</li> <li>•Ferrocianuro de potasio</li> </ul>
<b>PROCEDIMIENTO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Tomar una alícuota de 100 mL colocar en un embudo de separación</li> <li>•Añadir 4-aminoantipiridina y mezclar bien</li> <li>•Añadir el ferrocianuro de potasio mezclar bien</li> <li>•Realizar la extracción con el cloroformo utilizando 10 mL</li> <li>•Agitar el embudo de separación vigorosamente y dejar reposar hasta que se sedimente</li> <li>•Filtrase el extracto de cloroformo a través del papel filtro que contengan sulfato de sodio anhidro</li> </ul>

<b>MEDICIÓN</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Realizar las lecturas en el espectrofotómetro se las muestras del blanco y las soluciones estándares</li> <li>•Colocar las muestras que se van a analizar en la celda que se encuentre limpia.</li> </ul>
<b>INTERFERENCIAS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Compuestos de azufre como sulfuro de hidrogeno y dióxido de azufre por ello corregir la muestra con ácido fosfórico</li> <li>•Los aceites y alquitranes se corrigen alcalinizando la muestra</li> <li>•Agentes oxidantes como el cloro y los detectados por la liberación del yodo</li> </ul>

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

Fuente: (APHA; AWWA; WEF, 2017, pp. 46-47)

**Tabla 14-3. Determinación de la Demanda Química de Oxígeno**

<b>DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO</b>	5220 B
<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	<p>La Demanda Química de Oxígeno es la cantidad de oxidante que reacciona con una muestra bajo condiciones controladas</p> <p>El consumo del dicromato puede ser determinado por colorimetría a través de medición directa ejecutada con material de referencia.</p> <p>Sustancias orgánicas como inorgánicas pueden ser susceptibles a la oxidación</p> <p>Es un indicativo de el nivel de contaminación de la muestra.</p>
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Espectrofotómetro HACH/DR-2000</li> <li>•Termo-reactor HACH/CDO REACTOR</li> <li>•Balanza analítica</li> <li>•Termo-cupla</li> </ul>
<b>REACTIVOS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Agua destilada tipo II</li> <li>•Viales para digestión DQO en un rango de 0-150 mgO<sub>2</sub>/L</li> </ul>
<b>PROCEDIMIENTO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Preservar la muestra a un pH menor a 2 utilizando ácido sulfúrico</li> <li>•Colocar los viales en las redes de la termocupla ubicado en el plato del Termoreactor</li> <li>•Proceder a la lectura introduciendo en el espectrofotómetro HACH en el cual brinda una lectura directa y en números enteros</li> </ul>

<b>MEDICIÓN</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Verificación de estándares</li> <li>•Colocar 2 mL de la muestra o estándar en los viales con reactivo</li> <li>•Colocar la tapa y homogenizar la muestra</li> <li>•Para preparar el blanco se utiliza agua destilada tipo II</li> <li>•Digestar la muestra en el termo reactor por aproximadamente 2 horas</li> </ul>
<b>INTERFERENCIAS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Componentes alifáticos de cadena lineal pueden ser catalizados con la oxidación</li> <li>•Presencia de haluros de puede ser superada, mediante la formación de un complejo con el sulfato de mercurio</li> </ul>

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

Fuente: (APHA; AWWA; WEF, 2017, pp. 50-51)

**Tabla 15-3. Determinación de la Turbiedad**

<b>TURBIEDAD</b>	2130 B
<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	<p>Este método está basado en la comparación de la intensidad de la luz dispersada por la muestra en condiciones definidas</p> <p>Cuando mayor sea la intensidad de la luz dispersada mayor será la turbiedad</p>
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Turbidímetro HACH 2100P</li> <li>•Celdas HACH para muestras</li> <li>•Balones aforados y calibrados de 100 mL</li> <li>•Pipetas aforadas y calibradas de 1,5 y 10 mL</li> <li>•Balanza analítica</li> <li>•Pisetas</li> </ul>
<b>REACTIVOS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Agua destilada tipo I</li> <li>•Sulfato de hidracina grado reactivo</li> <li>•Hexametilentetra amino, grado reactivo</li> <li>•Soluciones estándares certificados</li> </ul>
<b>PROCEDIMIENTO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Preparar las soluciones estándares de 0.65 - 400 mg/L</li> <li>•Medir inmediatamente para evitar la floculación y sedimentación de las partículas suspendidas</li> <li>•Evitar las diluciones siempre que sea necesario</li> <li>•No remover las partículas de aire.</li> </ul>
<b>MEDICIÓN</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Verificación de estándares</li> <li>•Voltar la botella de la muestra</li> <li>•Colocar la muestra sin agitar en la celda</li> <li>•Muestras muy turbias debe diluir con agua destilada tipo I</li> </ul>
<b>INTERFERENCIAS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Cristalería sucia</li> </ul>

	•Presencia de burbujas de aire
--	--------------------------------

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

Fuente: (APHA; AWWA; WEF, 2017)

**Tabla 16-3. Determinación de Sulfatos en Aguas por el método de espectrofotometría UV/VIS**

<b>SULFATOS</b>	4500- SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> E
<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	Este método está basado en la comparación de la intensidad de la luz dispersada Cuanto mayor sea la intensidad de luz dispersada mayor será la concentración de sulfatos El ion sulfato precipita en medio ácido con cloruro de bario formando cristales de sulfato de bario Se determina la concentración de sulfatos espectrofotométricamente a 420 nm
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Espectrofotómetro Thermo UV/VIS</li> <li>•Balanza analítica</li> <li>•Purificador de agua Elix</li> <li>•Thermo Scientific</li> <li>•Neveras</li> <li>•Tubos de vidrio para muestra</li> <li>•Balones aforados y calibrados</li> <li>•Pipetas graduadas calibradas</li> <li>•Micropipetas</li> <li>•Piseta</li> </ul>
<b>REACTIVOS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Agua destilada tipo I</li> <li>•Sulfato de sodio grado analítico</li> <li>•Ácido clorhídrico</li> <li>•Alcohol etílico</li> <li>•Cloruro de bario</li> <li>•Glicerina</li> <li>•Material de referencia certificado</li> </ul>
<b>PROCEDIMIENTO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Preparar las soluciones acondicionadoras</li> <li>•Preparar solución madre de 5000 ppm y soluciones patrón de 1000 ppm</li> <li>•Medir los sulfatos en un rango de 5 a 45 min</li> <li>•Si la muestra presenta se vuelve lechosa al momento de colocarle el cloruro de bario y si supera 0.5 µA esa muestra debe diluirse</li> </ul>
<b>MEDICIÓN</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Medir 25 mL de muestra y poner la solución acondicionadora y finalmente colocar el cloruro de bario</li> <li>•Agitar constantemente</li> <li>•Medir la muestra en el equipo de los 5 a 45 min de haberse colocado el cloruro de bario</li> </ul>
<b>INTERFERENCIAS</b>	•Cristalería sucia



	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Cristalería con residuos de detergente</li> <li>•Aguas con alto contenido de sílice, sólidos en suspensión, materia orgánica y aguas coloreadas</li> </ul>
--	--

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

Fuente: (APHA; AWWA; WEF, 2017)

**Tabla 17-3. Determinación de Sulfuros en Agua método Yodométrico**

<b>SULFUROS</b>	4500 S <sup>2-</sup> F
<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	<p>Este método se basa en la oxidación de los sulfuros, sulfitos y diversos elementos orgánicos</p> <p>Este método preciso para determinación de sulfuros en una concentración mayor a 1 ppm</p>
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Bureta graduada y calibrada</li> <li>•Vasos de precipitación</li> <li>•Erlenmeyer</li> <li>•Pipeta volumétrica</li> <li>•Pipeta graduada</li> <li>•Balanza analítica</li> <li>•Pera de succión</li> </ul>
<b>REACTIVOS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Agua destilada tipo II</li> <li>•Ácido clorhídrico</li> <li>•Solución estándar de yodo</li> <li>•Solución estándar de tiosulfato de sodio</li> <li>•Solución de almidón</li> </ul>
<b>PROCEDIMIENTO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Preparar las soluciones estándar antes mencionadas</li> <li>•Colocar en la bureta la solución de tiosulfato de sodio</li> <li>•Colocar 25 mL de muestra en el Erlenmeyer</li> <li>•Colocar 2 mL de ácido clorhídrico en el erlenmeyer</li> <li>•Colocar 4 gotas de la solución de almidón como indicador junto con la muestra</li> <li>•Se adiciona el tiosulfato en el erlenmeyer con la muestra y la agitamos suavemente hasta que cambie al color original de la muestra</li> </ul>
<b>MEDICIÓN</b>	<p>•La titulación por retroceso termina al cambiar de color la muestra definitivamente</p> <p>Un mililitro de solución de yodo de 0.0250N reacciona con 0.4 mg de S<sup>2-</sup></p> $\frac{mgS^{2-}}{l} = \left[ \frac{(A * B) - (C * D) * 16000}{mL \text{ de la muestra}} \right]$ <p>Para la determinación de la concentración de sulfuros se utiliza la siguiente fórmula</p> <p>Dónde</p> <p>A= mL solución de yodo</p> <p>B=Normalidad solución de yodo</p> <p>C= mL solución tiosulfato sódico</p>

	D= Normalidad de la solución de tiosulfato sódico
--	---

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

Fuente: (APHA; AWWA; WEF, 2017, pp. 187-188)

**Tabla 18-3. Determinación de metales por ICP**

<b>METALES</b>	EPA / SW-846 Métodos 3015 / 3050B / 6010B
<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Se utiliza para determinación simultanea de elementos de múltiples metales en solución</li> <li>•Mide la luz emitida por un elemento la cual es específica</li> <li>•La solución se nebuliza y el aerosol se transporta hasta la antorcha de plasma</li> <li>•Se producen emisiones específicas de la línea atómica</li> <li>•Las líneas atómicas de emisión son analizadas por tubos foto multiplicadores</li> </ul>
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Espectrofotómetro de plasma acoplado inductivamente ICP</li> <li>•Sistema de digestión en bloque caliente o placa caliente con temperatura controlada</li> <li>•Matraces volumétricos clase A</li> <li>•Tubos de digestión para muestras 500 mL</li> <li>•Balones de vidrio</li> <li>•Papel filtro Walkman 40</li> <li>•Embudo simple de vidrio</li> </ul>
<b>REACTIVOS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Agua destilada tipo I para preparación de reactivos y soluciones patrones</li> <li>•Ácido nítrico concentrado grado metalúrgico</li> <li>•Gas Argón</li> <li>•Estándares certificados</li> </ul>
<b>PROCEDIMIENTO</b>	<p>Digestión en muestras de agua</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>•Se toma 100 mL de muestra y se coloca junto a 5 mL de ácido nítrico en el tubo para digestión</li> <li>•De acuerdo a la unidad de digestión se programa la temperatura y el tiempo para que se realice la digestión completa.</li> <li>•Se tapa el bloque de digestión con el dispositivo de extracción de la unidad de digestión</li> <li>•Al terminar la digestión permitir que los vasos de digestión de enfríen</li> <li>•Si la muestra contiene partículas se filtra previo a su lectura</li> <li>•El porcentaje de recuperación de los estándares debe estar entre el 75-125 %</li> </ul>
<b>MEDICIÓN</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Calibración del I.C.P con el blanco y los estándares preparados</li> <li>•Realizar la lectura de las muestras</li> <li>•Realizar una lectura del MIX cada batch</li> <li>•Si la lectura es mayor al rango analítico lineal se realiza una dilución con ácido nítrico</li> <li>•Se debe tomar en cuenta el factor de dilución para los cálculos.</li> </ul>
<b>INTERFERENCIAS</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Efectos de la superposición de una línea de emisión de otro elemento o luz dispersa de la emisión de línea de elementos de alta concentración,</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Interferencias físicas se presentan en el momento de la nebulización o transporte de la muestra</li> </ul>
--	--

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga., 2019

**Fuente:** (SERA , 2006, pp. 1-45)

### 3.7.3.5. Neutralización y Aireación

#### A. Neutralización

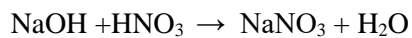
La neutralización ácida se realiza en la muestra que se encuentre en dilución para de esta manera tener mejores resultados. Durante la investigación se trabajó con dilución 500 debido al alto contenido de contaminantes que son perjudiciales para la salud.

Se adiciona ácido nítrico al 0.05 N hasta llegar a un pH de 7 aproximadamente, la adición de ácido nítrico ayuda a que se libere los componentes como mercaptanos y sulfuros de y que no se destruyan.

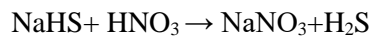
Al mantener el pH entre 7.0 y 8.0 los compuestos liberados se mantienen contenidos en la solución y no se conviertan en compuestos volátiles.

En la neutralización ácida se generan reacciones que son las siguientes:

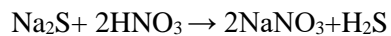
Cáustico



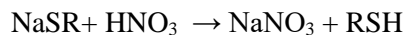
Sulfhidrato de sodio



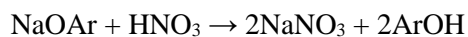
Sulfuro de sodio



Mercaptano de sodio



Fenolato de sodio



## **B. Aireación**

Para la aireación de la muestra se utiliza una bomba al vacío que cumple con la función de que el aire ingrese por el tubo de succión y salga por el tubo de descarga, se coloca una manguera que presentan pequeños orificios los mismo por donde salen las microburbujas.

Con la inyección del aire los compuestos presentes en la solución se oxidan, la bomba tiene una potencia de 0.25 Hp el cual genera un flujo de aire de aproximadamente de 0.0003 m<sup>3</sup>/s el flujo de aire en contacto con el efluente, el efluente al estar en contacto con el aire se vuelve turbio y toma una tonalidad lechosa se mantiene un flujo laminar para que el aire tenga mayor tiempo de contacto con la solución.

Este procedimiento se realizó cuatro veces se trabajó a temperatura ambiente, y un tiempo máximo de aireación de 6h.

Al finalizar esta parte del proceso se realizó la caracterización se la solución para determinar la concentración de los contaminantes para luego de la utilización

### *3.7.3.6. Caracterización de la muestra aireada*

Para la caracterización de la muestra después de someterle a la aireación se sigue con el mismo procedimiento descrito en la sección 3.7.3.4.; la determinación de los metales no se realiza debido a que su concentración es despreciable.

### *3.7.3.7. Tratamiento con el HLDs que presento mejores características*

**Tabla 19-3. Tratamiento de la sosa gastada con le HLDs 1**

<b>FUNDAMENTO TEÓRICO</b>	Al incrementar el tiempo de contacto incrementa la adsorción de los contaminantes presentes en la muestra y varían los parámetros en general.
<b>MATERIALES</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>•Agitador magnético</li><li>•Vasos de precipitación</li><li>•Espátula</li><li>•Vidrio reloj</li><li>•Balanza analítica</li><li>•Probeta</li><li>•Cronómetro</li><li>•Papel filtro Walkman 40</li><li>•Embudo de vidrio</li></ul>

REACTIVOS	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Muestras previamente neutralizadas y aireadas</li> <li>•HLDs 1</li> </ul>
PROCEDIMIENTO	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Se coloca en un vaso de precipitación 1000 mL de muestra con dilución 500.</li> <li>• Se pesa 0.8 g de HLDs por litro de muestra con dilución 500</li> <li>• Se coloca en HLDs 1 en el vaso de precipitación con la muestra</li> <li>• El vaso de precipitación se coloca en el agitador magnético</li> <li>• Se mantiene una agitación constante a 300 r.p.m.</li> <li>• En cada intervalo de tiempo se va tomando muestra y se filtra para analizarla.</li> <li>• No se somete a variaciones de presión y temperatura</li> </ul>
MEDICIÓN	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Se realizan análisis químicos en cada intervalo de tiempo en el que el HLDs llega a la capacidad máxima de adsorción de los contaminantes</li> <li>• Para los análisis químicos se sigue el mismo procedimiento descrito en la sección 3.7.3.4</li> </ul>

Realizado por: Yajaira Pilamunga., 2019

### 3.8. Recolección de datos

La recolección de datos se realizó en bitácoras de investigación, se anotaron los datos de la parte experimental como las diferentes formulaciones para los HLDs, se anota los datos de las variables que se analizan en la investigación, todos los datos se tratan estadísticamente se realizan por medio de la utilización del programa Minitab.

### MODELO ESTADÍSTICO PARA LA EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA AIREACIÓN.

Para la interpretación de los resultados obtenidos se utiliza el Diseño Experimental al Azar simple se evalúa la disminución de la concentración de los contaminantes con respecto al efecto de aireación. El modelo estadístico que se utilizó en el diseño es el siguiente.

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \epsilon_{ij}$$

Donde:

$Y_{ij}$  = Valor de los parámetros en determinación

$\mu$  = Efecto de la media por observación

$\alpha_i$  = Efecto de aireación (SAR, CAR)

$\epsilon_{ij}$  = Efecto del error experimental

Los análisis estadísticos que se realizaron son:

Análisis de varianza ADEVA para establecer la diferencia en las variables en los análisis químicos  
 Separación de medias por Tukey con  $P < 0.05$

Regresión y determinación, para variables que reporten significancia

**Tabla 20-3 Esquema del Experimento**

Efecto de aireación	Código	Número de observaciones
Con aireación	CAR	28
Sin aireación	SAR	28
Total de experimentos		56

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

La campana de Gauss permitirá medir la normalidad de los datos para poder ajustar el error experimental hasta un margen de aceptación de 95% que se requiere para la aceptación de hipótesis.

**Tabla 21-3 Esquema Adeva para el efecto de aireación**

Fuente de variación	Grados de libertad
AR-CAR	1
Total	55
Tiempos	6
Interacción entre grupos	6
Error	42

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

## MODELO ESTADÍSTICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA VARIACIÓN DEL TIEMPO DE CONTACTO

Para la interpretación de los resultados obtenidos se utiliza el Diseño Experimental al Azar simple se evalúa la disminución de la concentración de los contaminantes con respecto al tiempo. El modelo estadístico que se utilizó en el diseño es el siguiente.

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \epsilon_{ij}$$

Donde:

$Y_{ij}$  = Valor de los parámetros en determinación

$\mu$  = Efecto de la media por observación

$\alpha_i$  = Efecto de la variación del tiempo (0,20,40,60,70,80,90, min)

$\epsilon_{ij}$  = Efecto del error experimental

Los análisis estadísticos que se realizaron son:

Análisis de varianza ADEVA para establecer la diferencia en las variables en los análisis químicos

Separación de medias por Tukey con  $P < 0.05$

Regresión y determinación, para variables que reporten significancia

**Tabla 22-3 Esquema del Experimento**

Tiempo de contacto	Código	Repetición	T.U. E	Total de experimentos
Muestra aireada utilizando HLDs 1	T0	4	1	4
Muestra con HLDs 1 a 20 minutos de contacto	T1	4	1	4
Muestra con HLDs 1 a 40 minutos de contacto	T2	4	1	4
Muestra con HLDs 1 a 60 minutos de contacto	T3	4	1	4
Muestra con HLDs 1 a 70 minutos de contacto	T4	4	1	4
Muestra con HLDs 1 a 80 minutos de contacto	T5	4	1	4
Muestra con HLDs 1 a 90 minutos de contacto	T6	4	1	4
Total de experimentos				28

T.U.E: Tamaño de muestra experimental

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

La campana de Gauss permitirá medir la normalidad de los datos para poder ajustar el error experimental hasta un margen de aceptación de 95% que se requiere para la aceptación de hipótesis.

**Tabla 23-3 Esquema Adeva para el efecto del tiempo de contacto**

Fuente de variación	Grados de libertad
Total	27
Tratamiento	21
Error	6

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

## CAPÍTULO IV

### 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 4.1. Resultados

Los resultados de la caracterización inicial de la sosa gastada se muestran en la Tabla 1-4.

**Tabla 1-4. Resultados de la caracterización sosa gastada**

<b>Parámetro</b>	<b>Unidad</b>	<b>Limite permisible</b>	<b>Valor</b>
<b>pH</b>	pH	5-9	10.35
<b>*C.E</b>	us/cm	<2500	298200
<b>Hidrocarburos Totales</b>	mg/L	<20	3357.91
<b>Fenoles</b>	mg/L	<0.15	1014.95
<b>DQO</b>	mg/L	<120	170000
<b>Sulfatos</b>	mg/L	<1000	54380
<b>Sulfuros</b>	mg/L	<1	116902.5
<b>Turbiedad</b>	NTU	-----	53500
<b>As</b>	mg/L	0.1	0.004927
<b>Cd</b>	mg/L	0.02	-0.49388
<b>Mn</b>	mg/L	10.0	0.008366
<b>Ni</b>	mg/L	2.0	0.008086
<b>Se</b>	mg/L	0.5	0.003614
<b>V</b>	mg/L	<1	0.004085
<b>Cu</b>	mg/L	2.0	0.008493
<b>Hg</b>	mg/L	0.006	-0.000969
<b>Cr</b>	mg/L	0.5	0.057585

Realizado por: Yajaira Pilamunga ,2019



**Tabla 2-4 Resultados de los análisis químicos del tratamiento de la sosa gastada sin aireación y utilizando HDLs**

N°	Detalle	pH	C.E us/cm	TPH ppm	Fenoles ppm	DQO ppm	SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> ppm	S <sup>-2</sup> ppm	Turbiedad NTU
1	T0	7.81	256000	376.41	1015.5	177500	54384	117620	54500
2	T0	7.65	257000	390.45	1016.5	181000	53512	108435	51500
3	T0	7.83	256500	373.65	1014	183000	57096	122975	53000
4	T0	7.84	256500	336.42	1015	180500	53908	118580	55000
5	T1	7.92	256000	366.75	1015.5	179000	54372	117460	54500
6	T1	7.84	257000	382.92	1016.5	181000	52308	108240	51500
7	T1	7.87	256000	366.09	1014	183500	56842	122600	52500
8	T1	7.91	256500	327.63	1015	182500	53478	118320	52500
9	T2	7.95	255500	363.18	1015	181500	54210	117260	54000
10	T2	7.89	256500	379.74	1016.5	183000	50308	107970	51500
11	T2	7.91	256000	371.76	1014	185000	56402	122390	52000
12	T2	7.93	256000	324.87	1014.5	184000	52970	118010	55000
13	T3	8.01	255500	358.62	1015	183500	53852	116890	54000
14	T3	7.97	256500	377.52	1016	183500	49912	107640	51000
15	T3	7.99	256000	367.86	1014	186500	55936	122120	52000
16	T3	8.02	256000	322.86	1014.5	185000	52050	117250	54000
17	T4	8.02	255500	356.91	1015	183500	53702	116785	52500
18	T4	7.97	256500	372.36	1016	184000	48216	107480	50000
19	T4	8.02	256000	365.91	1013.5	187500	54618	121980	52000
20	T4	8.03	256000	318.78	1014.5	186500	51314	117020	54000
21	T5	8.02	255500	356.25	1015	184500	52516	116740	52500
22	T5	7.97	256500	371.85	1016	185000	47916	107330	50000
23	T5	8.02	256000	364.53	1013.5	189500	53904	121810	52000
24	T5	80.3	256000	318.33	1014.5	187500	50434	116930	53500
25	T6	8.02	255500	355.89	1015	186000	52414	116670	52500
26	T6	7.97	256500	371.466	1016	186000	47728	107240	50000
27	T6	8.02	256000	364.47	1013.5	189500	53162	122935	52000
28	T6	8.03	256000	318.15	1014	188000	50268	116730	53500

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

**Tabla 3-4 Resultados de análisis químicos del tratamiento con aireación y HLDs**

N°	Detalle	pH	C.E	TPH	Fenoles	DQO	SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	S <sup>-2</sup>	Turbiedad
		pH	us/cm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	NTU
1	T0	7.81	254500	0.0942	1013	159000	63389	63600	202500
2	T0	7.65	255000	0.1725	1014	156500	62993.5	62150	203000
3	T0	7.83	255000	0.0771	1013.5	160000	63992.5	65850	203000
4	T0	7.84	255000	0.0624	1013	157500	62889	64200	202500
5	T1	7.92	253000	0.0375	1013	161500	54577	38200	111500
6	T1	7.84	254500	0.0783	1014	159000	56308	36400	128500
7	T1	7.87	254000	0.0285	1013.5	162500	57682	38100	123500
8	T1	7.91	254500	0.0252	1013	161000	50677	39150	108500
9	T2	7.95	252500	0.0045	1013	161500	31274	12800	86500
10	T2	7.89	253500	0.0009	1013.5	164000	37960.5	19200	97500
11	T2	7.91	253500	0.0069	1013.5	163500	34217.5	23200	102500
12	T2	7.93	253500	0.0039	1012.5	164000	35741.5	16050	70500
13	T3	8.01	252500	0.0015	1012.5	162500	31773.5	2650	600
14	T3	7.97	252500	0.0003	1013.5	165000	31773.5	3100	850
15	T3	7.99	253000	0.0006	1013	165000	28467	3700	1050
16	T3	8.02	253000	0.0012	1012.5	164000	32129	3400	550
17	T4	8.02	252500	-0.016	1012.5	164000	27340.5	400	500
18	T4	7.97	252500	-0.021	1013	165000	27344	2100	400
19	T4	8.02	253000	-0.019	1012.5	165000	27937	1700	650
20	T4	8.03	252500	-0.013	1012.5	165000	27808.5	300	100
21	T5	8.02	252000	-0.024	1012.5	165000	26977	0	0
22	T5	7.97	252500	-0.031	1013	165000	26987.5	550	150
23	T5	8.02	252500	-0.024	1012.5	165000	27422.5	1050	500
24	T5	80.3	252500	-0.024	1012.5	165000	17163.5	0	0
25	T6	8.02	252000	-0.026	1012.5	165000	26907.5	0	0
26	T6	7.97	252500	-0.035	1013	165000	26583	0	0
27	T6	8.02	252500	-0.025	1012.5	165500	17134	400	500
28	T6	8.03	252500	-0.026	1012.5	165000	27144	0	0

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

## 4.2 Análisis de resultados

En esta sección se va a detallar e interpretar los resultados obtenidos en cada una de las etapas.

- ✓ Caracterización de la sosa gastada
- ✓ Neutralización
- ✓ Determinación de la influencia de la aireación previo al uso de HLDs en los análisis químicos
- ✓ Determinación la influencia del tiempo de contacto entre las muestras aireadas y el HLDs
- ✓ Remoción de contaminante con el uso del HLDs

### 4.2.1 Caracterización de la sosa gastada

En la tabla 4-1 se observan los resultados obtenidos de la caracterización de la sosa gastada, los resultados del análisis de los diferentes metales tienen valores muy por debajo de los límites establecidos, los parámetros que se encuentran por encima de los límites establecidos son los que se toman en cuenta como variables dependientes en la investigación.

La caracterización de la sosa gastada ayuda a determinar la naturaleza de la misma ya sea sulfhídrica o fenólica, dependiendo del nivel de la concentración de estos compuestos.

De acuerdo a los resultados obtenidos la sosa gastada posee un contenido de compuestos sulfhídricos expresados como sulfatos con 54380 ppm y sulfuros en una cantidad de 116902.5 ppm.

Presenta una concentración de fenoles de 1014.95 ppm al tener una gran cantidad de materia orgánica e inorgánica que pueden ser oxidadas y presenta un DQO de 170.000 ppm.

Al realizar una comparación de la concentración de los compuestos sulfhídricos con los compuestos fenólicos se determina que la sosa gastada es de naturaleza sulfhídrica.

La muestra de sosa contiene altas concentraciones tanto de compuestos fenólicos como sulfhídricos esto se debe a que después de ser usadas en el proceso de desulfuración las dos corrientes provenientes de las unidades Merox gasolina y Merox GLP son mezcladas para su almacenamiento y disposición final.

#### ***4.2.2 Neutralización***

Para las pruebas de tratabilidad de la sosa gastada se trabajó con diluciones debido a las altas concentraciones de compuestos sulfhídricos lo cual presentan un olor muy característico y que puede ser muy perceptible incluso a bajas concentración y puede causar intoxicación.

Se realiza la neutralización con ácido nítrico para evitar el incremento de compuestos sulfhídricos, se añade ácido hasta llegar a un pH aproximado de 7.84 pH con esto se evita que se formen compuestos volátiles.

#### ***4.2.3 Determinación de la influencia de la aireación previo al tratamiento con HLDs en los análisis químicos.***

Para la presente investigación y el análisis de datos se utilizó el programa Minitab, se realiza el análisis ANOVA entre los tratamientos en el que se sometió aireación (CAR) y con el que no se sometió a la aireación (SAR) antes de la utilización del HLDs en la Tabla 4-4 se muestra el resumen estadístico de los resultados

**Tabla 4-4: Evaluación de los análisis químicos por efecto de la aireación previo al uso de HLDs.**

VARIABLES	APLICACIÓN DE AIREACIÓN						Límite permisible	*EE
	SIN AIREACIÓN (SAR)			CON AIREACIÓN (CAR)				
	n°	Media	Agrupación	n°	Media	Agrupación		
<b>pH</b>	28	7.915	a	28	7.595	b	5 - 9	0.0104
<b>Conductividad eléctrica, us/cm</b>	28	256125	a	28	253179	b	<2500	54
<b>Hidrocarburos totales, ppm</b>	28	3357.91	a	28	0.01112	b	<20	2.24
<b>Demanda química de oxígeno, ppm</b>	28	184261	a	28	163071	b	<120	208
<b>Fenoles, ppm</b>	28	1014.95	a	28	1012.95	b	<0.15	86
<b>Sulfatos, ppm</b>	28	13194	b	28	37800.5	a	<1000	180
<b>Sulfuros, ppm</b>	28	116193	a	28	17795	b	<1	605
<b>Turbiedad, NTU</b>	28	52696.4	b	28	58780.4	a	-----	628

\* n°: Número de observaciones

\*EE: Error estadístico

Promedios con letras diferentes difieren estadísticamente de acuerdo a la prueba de Tukey  $P < 0.05$

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

#### 4.2.3.1 pH de las muestras con aireación y sin aireación

El análisis del pH en los tratamientos por efecto de la aireación y posteriormente tratarlo con HLDs, las medias de los valores del pH en el cual las muestras sin aireación (SAR) y las muestras con aireación (CAR) si reportaron diferencias significativas ( $P < 0.05$ ), el mejor resultado en el pH es cuando se realiza la aireación (CAR) previo al tratamiento con el HLDs donde se tiene una media de 7.595 pH cuando no se aplica la aireación (SAR) se tiene un valor de media de 7.915 pH.

El valor de la media de variación del pH de los dos tratamientos se encuentra dentro de los límites permisibles establecidos en la tabla 4A del RAHOE.

**Tabla 5-4. Análisis estadístico de la variación del pH por efecto de la aireación.**

<b>Fuente de Variación</b>	<b>Grados de libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Cuadrado medio</b>	<b>Fisher Calculado</b>	<b>Fisher Tabulado (0.05)</b>	<b>*SIG</b>
<b>SAR-CAR</b>	1	1.711	1.711	284.94	4.073	**
<b>Tiempos</b>	6	4.144	0.69062	114.98	2.324	**
<b>Interacción entre grupos</b>	6	2.1152	0.35253	58.69	2.324	**
<b>Error</b>	42	0.252	0.00601			
<b>Total</b>	55	8.223				

\*Sig: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

Entre los dos tratamientos (SAR) y (CAR) si existe diferencia significativa teniendo en cuenta que el valor fisher calculado 284.94 es mayor que el valor de fisher tabulado 4.073. Al tener una diferencia significativa se determina que la variación del pH depende si las muestras son sometidas al proceso de aireación.

#### 4.2.3.2. Conductividad eléctrica de las muestras por el efecto de aireación

Los valores de las medias entre los tratamientos (SAR) y (CAR) que se encuentran en la Tabla 4-4 reportan diferencias significativas entre sí; el tratamiento (SAR) presenta una media de 256125 us/cm y el tratamiento (CAR) tiene un valor de media de 253179 us/cm por lo tanto no se presentan diferencias significativas ( $P > 0.05$ ).

Los valores de las medias de conductividad eléctrica de los dos tratamientos no cumplen con los límites permisibles.

**Tabla 6-4. Análisis estadístico de la variación de la conductividad por efecto de la aireación.**

<b>Fuente de Variación</b>	<b>Grados de libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Cuadrado medio</b>	<b>Fisher calculado</b>	<b>Fisher Tabulado 0.05</b>	<b>*SIG</b>
<b>SAR-CAR</b>	1	121540176	121540176	735.81	4.073	**
<b>Tiempos</b>	6	15866071	2644345	16.01	2.324	**
<b>Interacción entre grupos</b>	6	6616071	1102679	6.68	2.324	**
<b>Error</b>	42	6937500	165179			
<b>Total</b>	55	150959821				

\*Sig: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

Existe diferencia significativa entre los tratamientos (SAR) y (CAR) debido a que el valor de fisher calculado 735.81 es mayor al fisher tabulado 4.073 por ello la variación de la conductividad si es afectada al someter al tratamiento de la aireación previo a la utilización del HLDs.

#### 4.2.3.3. Hidrocarburos totales de las muestras por el efecto de aireación

**Tabla 7-4. Análisis estadístico de la variación de TPH por efecto de la aireación.**

\*SIG: Significancia

<b>Fuente de Variación</b>	<b>Grados de libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Cuadrado medio</b>	<b>Fisher calculado</b>	<b>Fisher tabulado 0.05</b>	<b>*SIG</b>
<b>SAR-CAR</b>	1	1793333	1793333	6355.39	4.073	**
<b>Tiempos</b>	6	442	74	0.26	2.324	*
<b>Interacción entre grupos</b>	6	429	72	0.25	2.324	*
<b>Error</b>	42	11851	282			
<b>Total</b>	55	1806055				

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

Los valores de las medias tabulados en la Tabla 4-4 en la cual a los valores de TPH las letras asignadas son diferentes por ende difieren estadísticamente de acuerdo la prueba de Tukey ( $P < 0.05$ ) en el cual se tiene que en el tratamiento (SAR) un valor de media de 3357.91 ppm que de acuerdo a los límites establecidos se encuentra fuera del límite de aceptación en el que debe ser inferior a los 20 ppm; sin embargo en el tratamiento (CAR) se tiene una media de 0.01112 ppm por lo que se encuentra dentro del límite establecido.

De acuerdo a la tabla 7-4 existe diferencia entre los valores de fisher calculado 6355.39 mayor al valor de fisher tabulado 4.073, las diferencias son altamente significativas por ello la variación de la concentración de TPH depende directamente del efecto de la aireación, dando como mejores resultados al ser aireadas las muestras.

#### 4.2.3.4. Fenoles de las muestras por el efecto de aireación

Los valores tabulados en la Tabla 4-4 los valores de la media para la variable fenoles el valor de las medias no son estadísticamente diferente con un valor de media de 1014.95 ppm para (SAR) y de 1012.95 ppm para (CAR); los valores de las medias de los dos tratamientos se encuentran por encima del límite establecido.

**Tabla 8-4. Análisis estadístico de la variación de fenoles por efecto de la aireación.**

<b>Fuente de Variación</b>	<b>Grados de libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Cuadrado medio</b>	<b>Fisher calculado</b>	<b>Fisher 0.05</b>	<b>Significancia</b>
<b>SAR-CAR</b>	1	560000	56000	93.15	4.073	**
<b>Tiempos</b>	6	3.9018	0.6503	1.08	2.324	*
<b>Interacción entre grupos</b>	6	0.1875	0.0313	0.05	2.324	*
<b>Error</b>	42	25.2500	0.6012			
<b>Total</b>	55	85.3393				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

En la tabla 8-4 observando la fuente de variación (SAR-CAR) se tiene que el valor de fisher calculado 93.15 mayor al fisher tabulado 4.073, por ello existe una diferencia estadísticamente significativa, por lo tanto, la poca variación de la concentración de fenoles depende si las muestras son sometidas a la aireación previo a la utilización de HLDs.



#### 4.2.3.5. Demanda química de oxígeno de las muestras por el efecto de aireación

Los valores de las medias que se encuentran tabulados en la Tabla 4-4 son estadísticamente diferentes teniendo para (SAR) 184261 y un valor para (CAR) da como resultado 163071, los valores de las medias de los tratamientos están muy encima del límite establecido.

**Tabla 9-4. Análisis estadístico de la variación de DQO por efecto de la aireación.**

<b>Fuente de Variación</b>	<b>Grados de libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Cuadrado medio</b>	<b>Fisher calculado</b>	<b>Fisher tabulado (0.05)</b>	<b>*SIG</b>
<b>SAR-CAR</b>	1	6226611607	6226611607	2562.33	4.073	**
<b>Tiempos</b>	6	303464286	50577381	20.81	2.324	**
<b>Interacción entre grupos</b>	6	10357143	1726190	0.71	2.324	*
<b>Error</b>	42	102062500	2430060			
<b>Total</b>	55	6642495536				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

Los valores de (SAR)-(CAR) el fisher calculado 2562.33 es mayor al valor de fisher tabulado 4.073 y se presentan en la Tabla 9-4, la variación en las diferencias es altamente significativas por lo tanto la variación del DQO depende del efecto de la aireación.

#### 4.2.3.6. Sulfatos de las muestras por el efecto de aireación

De acuerdo los valores de media tabulados en la Tabla 4-4 en donde para (SAR) se tiene un valor medio de 13194 ppm y para (CAR) se tiene un valor de 37800.5 ppm; la diferencia de las medias es estadísticamente significativas y diferentes.

Los valores de las medias se encuentran fuera del límite establecido.

**Tabla 10-4. Análisis estadístico de la variación de sulfatos por efecto de la aireación.**

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Fisher calculado	Fisher 0.05	Sig
<b>SAR-CAR</b>	1	542208	542208	6610.81	4.073	**
<b>Tiempos</b>	6	30202	5034	61.37	2.324	**
<b>Interacción entre grupos</b>	6	28111	4685	57.12	2.324	**
<b>Error</b>	42	3445	82			
<b>Total</b>	55	603965				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

En la tabla 10-4 se observa en la fuente de variación (SAR-CAR) en la cual se tiene un valor de fisher calculado 6610.81 es mayor al valor del fisher tabulado 4.073, por lo tanto, la aireación previa a la utilización del HLDs si influye en la variación de concentración de sulfatos.

#### 4.2.3.7. Sulfuros de las muestras por el efecto de aireación

Los valores de las medias de los tratamientos para las muestras sin aireación (SAR) se tiene un valor de 116193 ppm y para las muestras aireadas (CAR) se tiene un valor de 17795 ppm; la diferencia de las medias es estadísticamente diferentes de acuerdo la prueba de Tukey  $P < 0.05$

Los valores de las medias no se encuentran dentro del rango de los límites permisibles que es menor a 1 ppm.

**Tabla 11-4. Análisis estadístico de la variación de sulfuros por efecto de la aireación.**

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Fisher calculado	Fisher 0.05	*SIG
<b>SAR-CAR</b>	1	$1.3555 \times 10^{11}$	$1.3555 \times 10^{11}$	6610.81	4.073	**
<b>Tiempos</b>	6	75048167	1258414028	61.37	2.324	**
<b>Interacción entre grupos</b>	6	7027644203	1171274034	57.12	2.324	**
<b>Error</b>	42	861193138	20504599			
<b>Total</b>	55	$1.50991 \times 10^{11}$				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

En la tabla 11-4 se observa en la fuente de variación (SAR-CAR) en la cual se tiene un valor de fisher calculado 6610.81 es mayor al valor del fisher tabulado 4.073, por lo tanto, la aireación previa a la utilización del HLDs si influye en la variación de concentración de sulfuros.

#### 4.2.3.8. Turbiedad de las muestras por el efecto de aireación

Los valores de las medias de la variable turbiedad se encuentra tabulado en la Tabla 4-4 en el cual se tiene un valor para las muestras sin airear (SAR) de 52696.4 NTU y para las muestras con aireación (CAR) de 17795 NTU los valores de las medias reportaron diferencias significativas ( $P < 0.05$ ).

**Tabla 12-4. Análisis estadístico de la variación de la turbiedad por efecto de la aireación.**

<b>Fuente de Variación</b>	<b>Grados de libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Cuadrado medio</b>	<b>Fisher calculado</b>	<b>Fisher 0.05</b>	<b>*SIG</b>
<b>SAR-CAR</b>	1	518198616	518198616	23.44	4.073	**
<b>Tiempos</b>	6	78752592143	13125432024	593.73	2.324	**
<b>Interacción entre grupos</b>	6	76505788571	12750964762	576.79	2.324	**
<b>Error</b>	42	928490625	22106920			
<b>Total</b>	55	1.56705X10 <sup>11</sup>				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

De acuerdo a la tabla 12-4 en los valores de fisher calculado 23.44 es mayor al valor de fisher 4.073 en la fuente de variación (SAR-CAR) por lo cual se determina que el efecto de aireación previo a la utilización del HLDs si afecta en la variación de la turbiedad.

#### 4.2.4. Determinación la influencia del tiempo de contacto entre las muestras aireadas y el HLDs

Se determinará la influencia que tiene el tiempo de contacto entre la variación de los parámetros con respecto para determinar el tiempo óptimo para la remoción de los contaminantes.

**Tabla 13-4: Evaluación de los parámetros químicos de las muestras con respecto a la variación del tiempo de contacto con el HLDs.**

VARIABLES	Variación del Tiempo														L.P
	(0 min) T0		(20 min) T1		(40 min) T2		(60 min) T3		(70 min) T4		(80 min) T5		(90 min) T6		
<b>pH</b>	6.66	c	7.12	b	7.77	a	7.87	a	7.89	a	7.91	a	7.91	a	5 - 9
<b>C.E.</b>	254875	a	254000	b	253250	b	252750	a	252625	a	252375	a	252375	a	<2500
<b>TPH</b>	0.10155	a	0.01413	b	0.004050	b	0.00090	b	-0.0172	c	-0.026	c	-0.028	c	<20
<b>Fenoles</b>	1013.37	a	1013.37	a	1013.12	a	1012.87	a	1012.62	a	1012.62	a	1012.62	a	<0.15
<b>DQO</b>	158250	a	161000	a	163250	a	164125	a	164750	b	165000	b	165125	c	<120
<b>Sulfatos</b>	63316	a	54811	b	34798.4	c	29989.3	d	27607.5	d	27137.6	d	26943.6	d	<1000
<b>Sulfuros</b>	63950	a	37962.5	b	17812.5	d	3212.5	d	1125	d	400	d	100	d	<1
<b>Turbiedad</b>	202750	a	118000	b	89250	c	763	d	412	d	162	d	125	d	-----

\*LP= Límite permisible

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

#### 4.2.4.1. Variación del pH con respecto al tiempo de contacto con el HLDs

En el análisis del pH se evaluó su variación con respecto al tiempo de contacto de las muestras con HLDs, para lo cual se reportan diferencias estadísticas ( $P < 0.05$ ) entre medias, el mejor resultado se reporta a los 70 min de contacto (T4) en cual reporto un valor de 7.89 pH.

Todas las medias de la variable pH de la tabla 13-4 se encuentran dentro del límite establecido por lo tanto se mantiene un pH ligeramente alcalino. El pH se mantiene constante desde el T4 de 70 min debido a que la diferencia es insignificante y los valores de T5 y T6 son constantes.

El valor de pH va cambiando con respecto a la variación del tiempo como se ilustran en la Figura: 1-4.

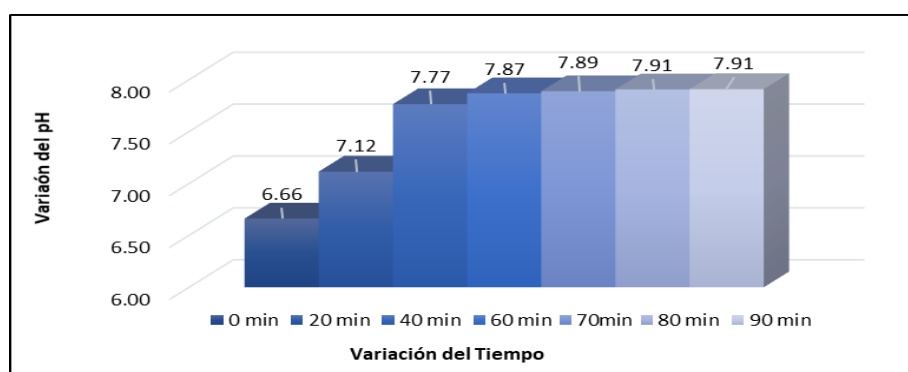
**Tabla 14-4. Evaluación del pH de las muestras por el efecto de contacto del HLDs a diferentes tiempos.**

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados ajustado	Cuadrado medio	Fisher calculado	Probabilidad	*SIG
<b>Tratamiento</b>	6	5.9524	0.99207	80.33	0.000	**
<b>Error</b>	21	0.2593	0.01253			
<b>Total</b>	27	9.2117				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.



**Gráfico 1-4:** pH de las muestras por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.

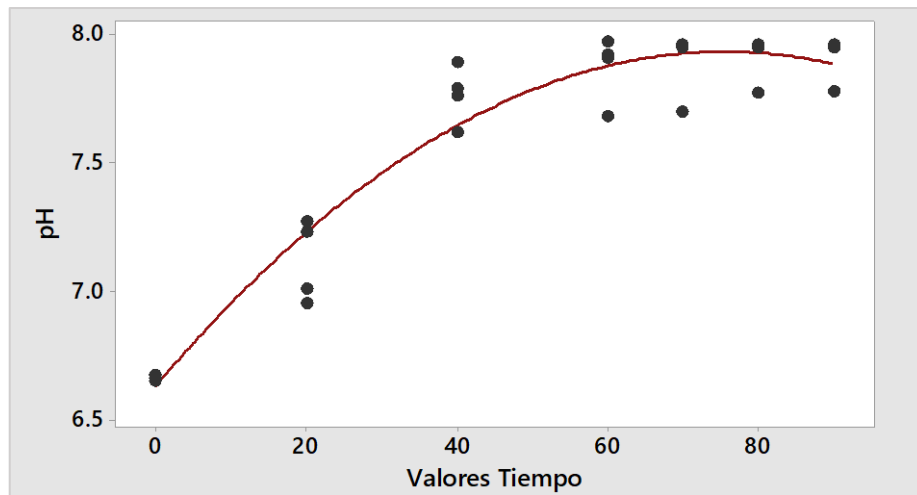
Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

Los datos son estadísticamente significativos ( $P < 0.05$ ) por lo que se realiza un análisis de regresión de pH que se reporta en el Figura: 2-4, en el cual se aprecia una tendencia cuadrática,

en el cual se parte de un intercepto de 6.62 los puntos las medias crecen en 0.03453 por cada intervalo de tiempo, luego decrecen en 0.000229 puntos por nivel cuadrático con los diferentes tiempos dando como punto máximo el T5 que es a 70 min ; la curva reporto un coeficiente de determinación de 94 %.

El modelo cuadrático se ajusta adecuadamente a los datos de tal manera que se pueden utilizar para predecir la variación del pH para un valor de tiempo determinado, la ecuación que se obtiene:

$$\Delta pH = 6.628 + 0.03455x - 0.000229x^2$$



**Gráfico 2-4:** Regresión de pH de las muestras por efecto de la variación del tiempo de contacto.

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

#### 4.2.4. Variación de la conductividad eléctrica con respecto al tiempo de contacto con el HLDs

En el análisis de la conductividad eléctrica y la variación con respecto al tiempo de contacto para la cual muestran diferencias estadísticas ( $P < 0.05$ ) entre los valores, el mejor resultado de acuerdo a los valores de las medias es T5 y T6 se tiene que los valores de las medias son constantes de 252375 us/cm.

Todas las medias de la variable de conductividad eléctrica de la Tabla 13-4 no se encuentran dentro del límite establecido.

El valor de la conductividad eléctrica va cambiando con respecto a la variación del tiempo de contacto como se ilustran en la Gráfica 3-4.

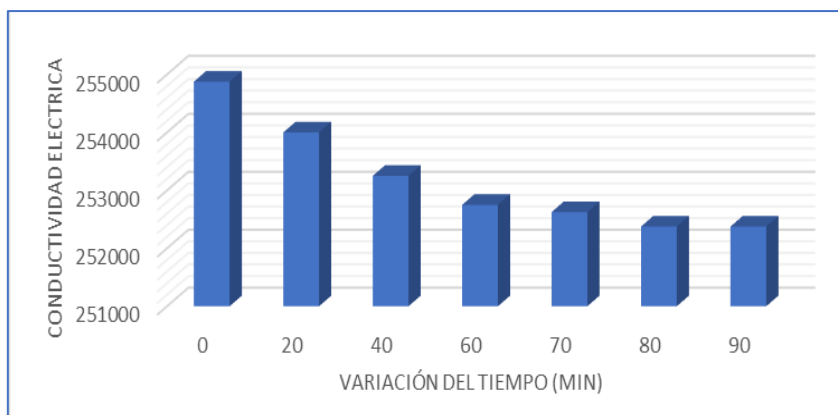
**Tabla 15-4. Evaluación de la conductividad eléctrica de las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs.**

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Fisher calculado	Probabilidad	*SIG
Tratamiento	6	21357143	10662225	81.2	0.0000	**
Error	21	3250000	131308			
Total	27	24607143				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019



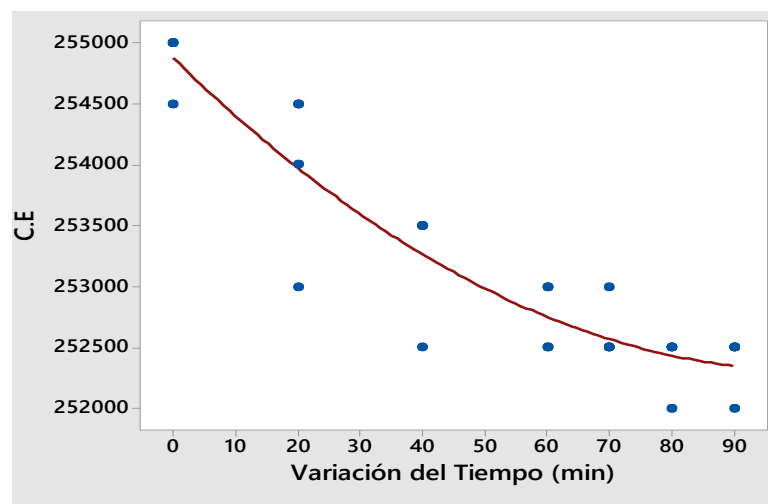
**Gráfico 2-4:** Conductividad eléctrica de las muestras por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

Los datos son estadísticamente significativos ( $P < 0.05$ ) por lo que se realiza un análisis de regresión para la conductividad eléctrica que se reporta en el gráfico 4-4, en el cual se aprecia una tendencia cuadrática, se parte de un intercepto 25883 los puntos de medias decrecen en 50.05 por cada nivel de tiempo establecido, luego crecen en 0.243 puntos por nivel cuadrático como punto máximo el T5 que es a 80 min ; la curva reporto un coeficiente de determinación de 86.7 %.

El modelo cuadrático se ajusta mejor a los datos de tal manera que se pueden utilizar para predecir la variación de la conductividad eléctrica para un valor de tiempo determinado, la ecuación que se obtiene es la siguiente:

$$\Delta CE = 254883 - 50.05x + 0.2436x^2$$



**Gráfico 3-4:** Ecuación de regresión de conductividad eléctrica de las muestras

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

4.2.4.3 Variación de concentración hidrocarburos totales con respecto al tiempo de contacto con el HLDs.

Para el análisis de la variación de la concentración de hidrocarburos totales con respecto al tiempo de contacto de las muestras con el HLDs, para lo cual se reportan diferencias estadísticas ( $P < 0.05$ ) entre medias, el mejor resultado se reporta a los 60 min de contacto (T3) en cual reporto un valor de 0.0009 ppm.

Todos los valores de las medias de TPH que se encuentran tabuladas en la Tabla 13-4 están dentro del límite permisible según el RAOHE.

**Tabla 16-4. Evaluación de la concentración de hidrocarburos totales de las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs.**

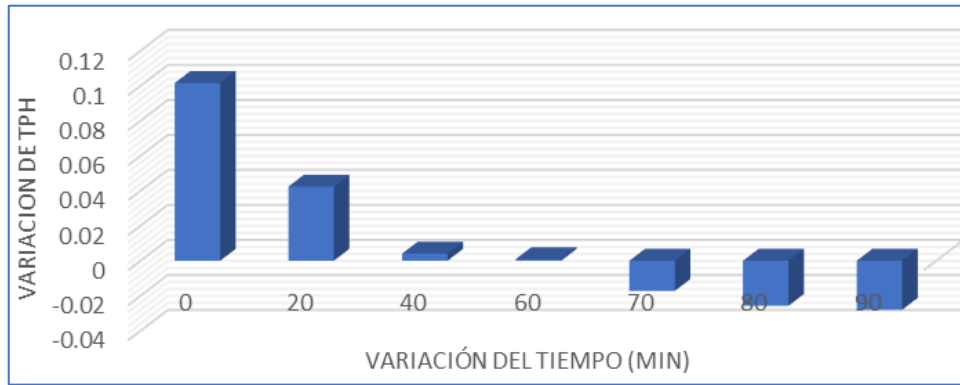
Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados ajustado	Cuadrado medio	Fisher calculado	Probabilidad	*SIG
<b>Tratamiento</b>	6	0.052014	0.008669	19.83	0.0000	**
<b>Error</b>	21	0.0091	0.0000437			
<b>Total</b>	27	0.0611				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019





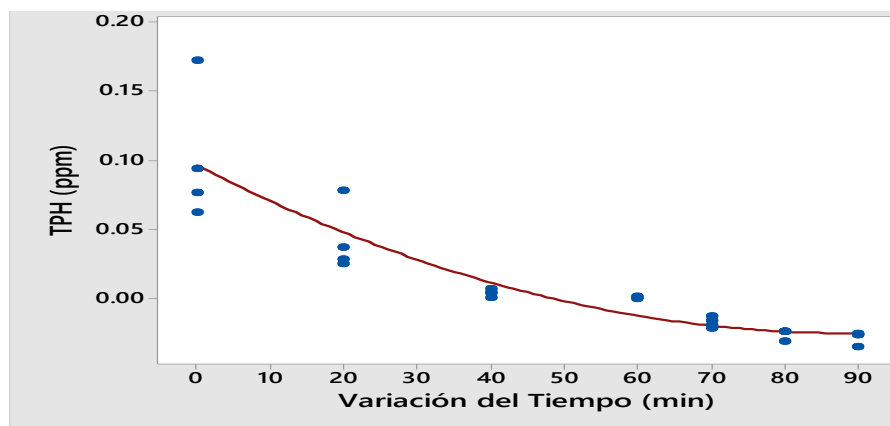
**Gráfico 5-4:** Variación de TPH en las muestras por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

Los datos son estadísticamente significativos ( $P < 0.05$ ) por lo que se realiza un análisis de regresión de la concentración de hidrocarburos totales que se reporta en el Gráfico 6-4, en el cual se aprecia una tendencia cuadrática, se parte de un intercepto 0.09701 los puntos de medias decrecen en 0.002744 por cada nivel de tiempo establecido, luego crecen en 0.000015 puntos por nivel cuadrático; dando como punto óptimo el T3 que es a 60 min; la curva reporto un coeficiente de determinación de 83.01%.

El modelo cuadrático se ajusta mejor a los datos obtenidos de tal manera que se pueden utilizar para predecir la variación de la concentración de TPH para un valor de tiempo determinado, la ecuación que se obtiene es la siguiente:

$$C_{TPH} = 0.09701 - 0.002744x + 0.000015x^2$$



**Gráfico 6-4:** Ecuación de regresión de hidrocarburos totales por efecto de la variación del tiempo de contacto.

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019.

4.2.4.4 Variación de la concentración de fenoles con respecto al tiempo de contacto con el HLDs.

El análisis de la variación de la concentración de fenoles con respecto al tiempo de contacto con el HLDs en donde se reportan diferencias estadísticas ( $P < 0.05$ ) entre medias, el mejor resultado se reporta a los 70 min de contacto (T4) en cual reporto un valor de 1012.62 ppm.

Todos los valores de las medias de la concentración de fenoles tabuladas en la Tabla 13-4 están fuera del límite permisible según el RAOHE.

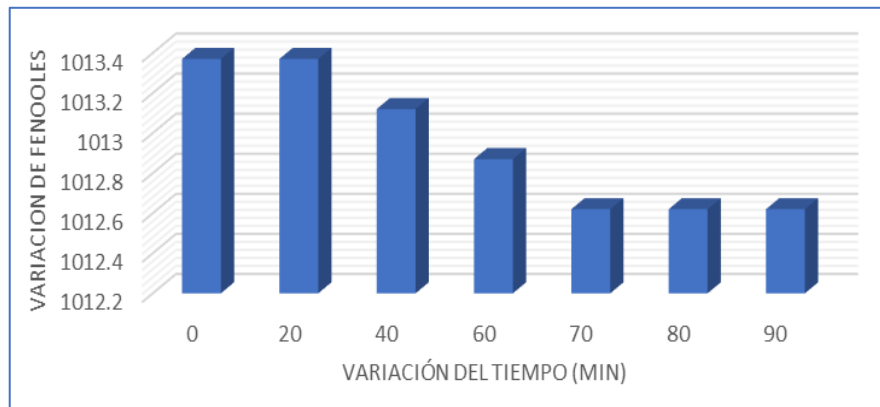
**Tabla 17-4.** Evaluación de la concentración de fenoles de las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs.

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados ajustado	Cuadrado medio	F calculado	Probabilidad	*SIG
Tratamiento	6	2.587	0.4762	3.02	0.027	**
Error	21	3.313	0.1577			
Total	27	6.17				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019



**Gráfico 7-4:** Variación de fenoles en las muestras por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

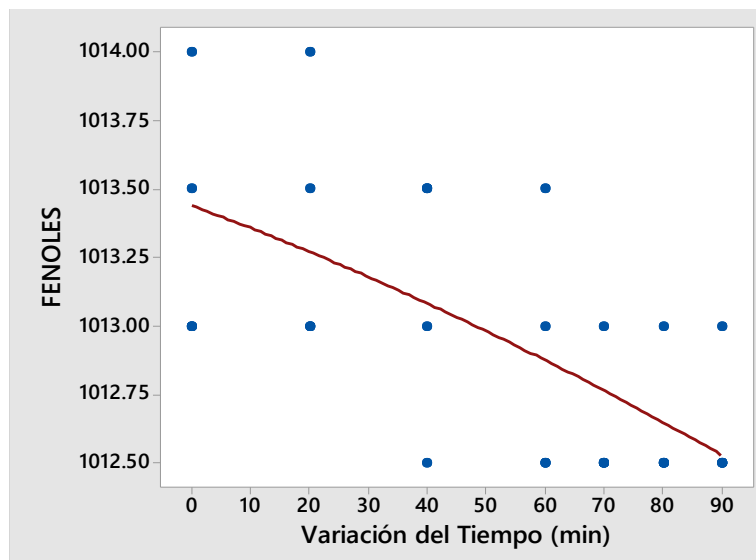
Los datos son estadísticamente significativos ( $P < 0.05$ ) por lo que se realiza un análisis de regresión de la concentración de fenoles que se reporta en el Gráfico 8-4 en el cual se aprecia una tendencia lineal, se parte de un intercepto 1013 los puntos de medias decrecen en 0.007964 por

cada nivel de tiempo establecido y decrecen 0.00002 por nivel cuadrático, dando como punto óptimo el T4 que es a 70 min por que muestran un valor constante; la curva reporto un coeficiente de determinación de 43.3%.

Si el modelo se ajusta adecuadamente a los datos esta ecuación se puede utilizar para predecir fenoles para un valor de tiempo determinado que corresponda a un valor o rango de valores deseados

La ecuación ajustada para el modelo cuadrático que describe la relación entre la concentración de fenoles y la variación de tiempo de contacto es la siguiente:

$$C_{fenol} = 1013 - 0.007964x - 0.00002x^2$$



**Gráfico 8-4:** Ecuación de regresión de fenoles de las muestras por efecto de la variación del tiempo de contacto.

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019.

#### 4.2.4.5 Variación de la demanda química de oxígeno con respecto al tiempo de contacto con el HLDs.

Para la variación del DQO con respecto al tiempo de contacto con el HLDs en donde se reportan diferencias estadísticas ( $P < 0.05$ ) entre medias, el mejor resultado se reporta a los 70 min de contacto (T4) en cual reporto un valor de 164750 ppm.

Todos los valores de las medias del DQO tabuladas en la Tabla 13-4 están fuera del límite permisible según el RAOHE debido a la presencia de compuestos orgánicos.

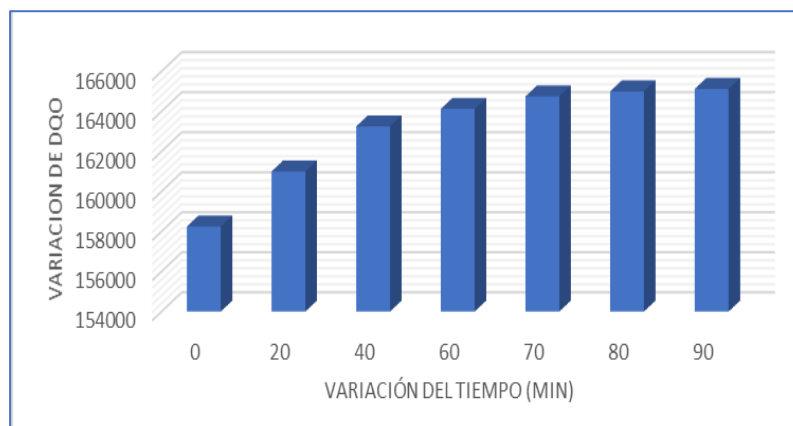
**Tabla 18-4.** Evaluación del DQO de las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs.

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados ajustado	Cuadrado medio	Fisher calculado	Probabilidad	*SIG
Tratamiento	6	517732143	26288690	23.87	0.0000	**
Error	21	23125000	1101190			
Total	27	180857143				

\*SIG: Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019



**Gráfico 9-4:** Variación del DQO por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.

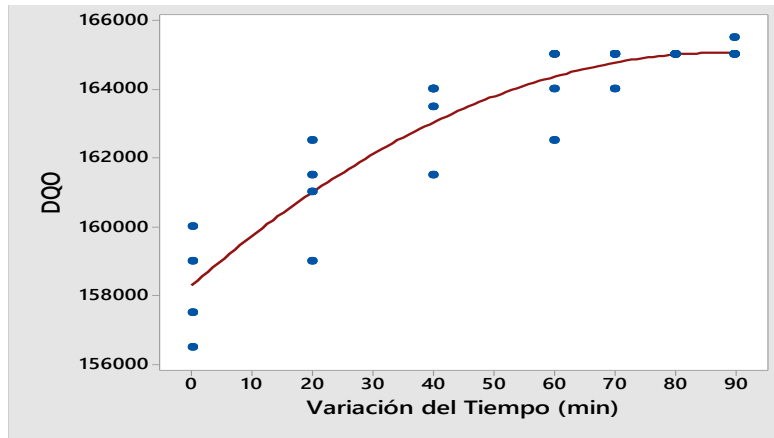
Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

Los datos son estadísticamente significativos ( $P < 0.05$ ) por lo que se realiza un análisis de regresión de variación del DQO que se reporta en el Gráfico 10-4 en el cual se aprecia una tendencia cuadrática, se parte de un intercepto 158289 los puntos de medias crecen en 153 por cada nivel de tiempo establecido y decrecen 0.8649 por cada nivel cuadrático, dando como punto óptimo el T4 que es a 70 min; la curva reporto un coeficiente de determinación de 86.97 %.

Si el modelo se ajusta adecuadamente a los datos esta ecuación se puede utilizar para predecir el DQO para un valor de tiempo determinado.

La ecuación ajustada para el modelo cuadrático que describe la relación entre la concentración de DQO y la variación de tiempo de contacto es la siguiente:

$$C_{DQO} = 158289 + 153x - 0.8649x^2$$



**Gráfico 10-4:** Ecuación de regresión del DQO de las muestras por efecto de la variación del tiempo de contacto.

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

#### 4.2.4.6 Variación de la concentración de sulfatos con respecto al tiempo de contacto con el HLDs.

Para la variación de la concentración de los sulfatos con respecto al tiempo de contacto con el HLDs en donde se reportan diferencias estadísticas ( $P < 0.05$ ) entre medias, el mejor resultado se reporta a los 70 min de contacto (T4) en cual reporto un valor de 27607.5 ppm.

Todos los valores de las medias de la concentración de sulfatos tabuladas en la Tabla 13-4 están fuera del límite permisible.

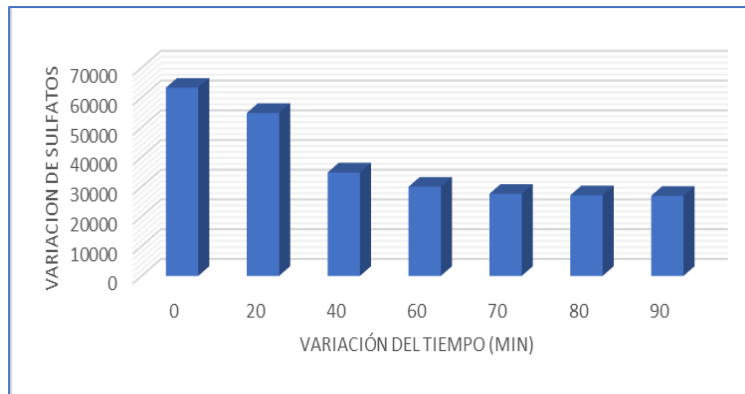
**Tabla 19-4.** Evaluación de la concentración de sulfatos en las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs.

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados ajustado	Cuadrado medio	Fisher calculado	Probabilidad	*SIG
Tratamiento	6	5383568474	897261412	275.09	0.0000	**
Error	21	68495869	3261708			
Total	27	5452064344				

\*SIG=Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019



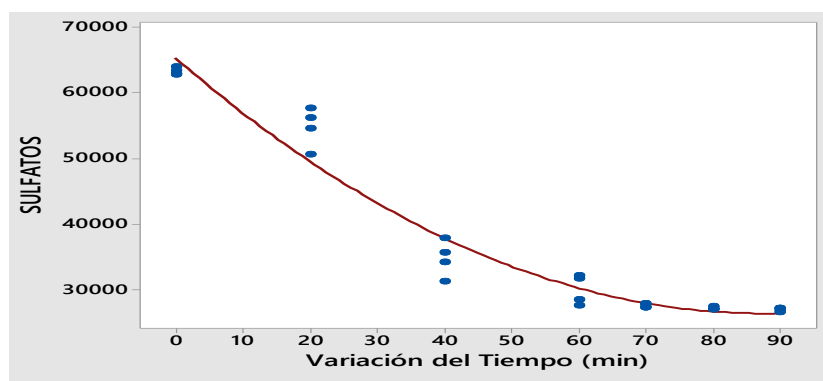
**Gráfico 11-4:** Variación de sulfatos por efecto de variación de tiempo de contacto con el HLDs.

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019.

Los datos son estadísticamente significativos ( $P < 0.05$ ) por lo que se realiza un análisis de regresión de variación de la concentración de sulfatos que se reporta en el Gráfico 12-4 en el cual se aprecia una tendencia cuadrática, se parte de un intercepto 65404 los puntos de medias decrecen en 888.8 por cada nivel de tiempo establecido y crecen 0.00005070 por cada nivel cuadrático, dando como punto óptimo el T4 que es a 70 min; la curva reporto un coeficiente de determinación de 95.7 %.

La ecuación ajustada para el modelo cuadrático que describe la relación entre la concentración de sulfatos y la variación de tiempo de contacto es la siguiente:

$$C_{SO_4^{2-}} = 65404 - 888.8x + 5.070x^2$$



**Gráfico 12-4:** Ecuación de regresión de la concentración de sulfatos por efecto de la variación del tiempo de contacto.

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

#### 4.2.4.7 Variación de la concentración de sulfuros con respecto al tiempo de contacto con el HLDs.

Para la variación de la concentración de los sulfuros con respecto al tiempo de contacto con el HLDs en donde se reportan diferencias estadísticas ( $P < 0.05$ ) entre medias, el mejor resultado se reporta a los 80 min de contacto (T5) en cual reporto un valor de 400 ppm.

Los valores de las medias de los sulfuros tabulados en la Tabla 13-4 se encuentran fuera del límite permisible.

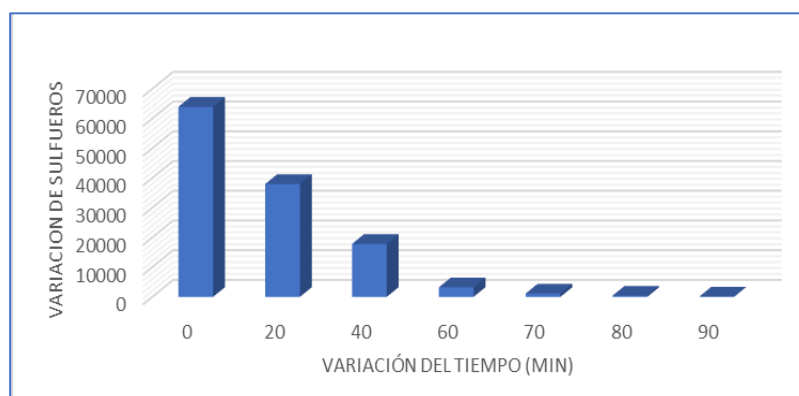
**Tabla 20-4.** Evaluación de la concentración de sulfuros en las muestras por el efecto del tiempo de contacto con HLDs.

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados ajustado	Cuadrado medio	F calculado	Probabilidad	*SIG
Tratamiento	6	14572998571	2428833095	688.16	0.0000	**
Error	21	74118125	3529435			
Total	27	14647116696				

\*SIG= Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas  $P < 0.05$

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019



**Gráfico 13-4:** Variación de sulfuros por efecto de la variación del tiempo de contacto con el HLDs.

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019.

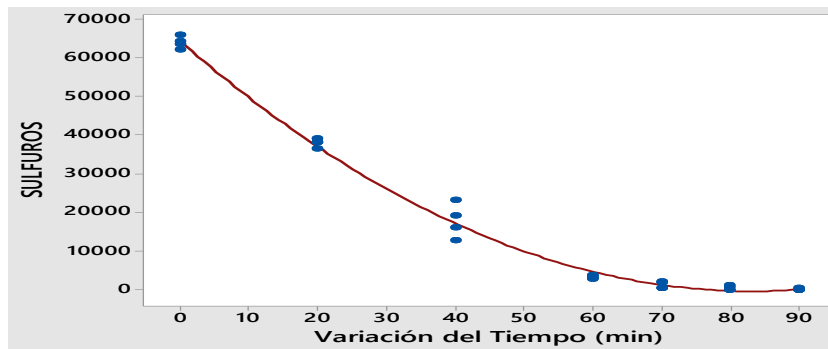
Los datos son estadísticamente significativos ( $P < 0.05$ ) por lo que se realiza un análisis de regresión de variación de la concentración de sulfatos que se reporta en el Gráfico 14-4 en el cual se aprecia una tendencia cuadrática, se parte de un intercepto 64487 los puntos de medias decrecen en 1555 por cada nivel de tiempo establecido y crecen 9.321 por cada nivel cuadrático, dando

como punto óptimo el T5 que es a 80 min; la curva reporto un coeficiente de determinación de 99.4 %.

Si el modelo se ajusta adecuadamente a los datos esta ecuación se puede utilizar para predecir la variación de la concentración de sulfuros para un valor de tiempo determinado.

La ecuación ajustada para el modelo cuadrático que describe la relación entre la concentración de sulfuros y la variación de tiempo de contacto es la siguiente:

$$C_{S-2} = 64487 - 1555x + 9.321x^2$$



**Gráfico 14-4:** Ecuación de regresión de la concentración de sulfuros por efecto de la variación del tiempo de contacto.

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

4.2.4.8 Variación de la turbiedad con respecto al tiempo de contacto con el HLDs.

Para la variación de la turbiedad con respecto al tiempo de contacto con el HLDs en donde no se reportan diferencias entre medias, el mejor resultado se reporta a los 60 min de contacto (T4) en cual reporto un valor de 412 NTU.

**Tabla 21-4.** Evaluación de la variación de turbiedad por el efecto del tiempo de contacto con HLDs.

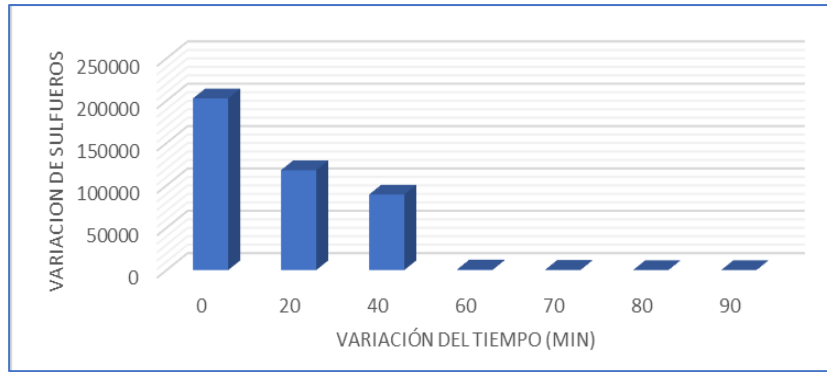
Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados ajustado	Cuadrado medio	Fisher calculado	Probabilidad	*SIG
Tratamiento	6	1.552X10 <sup>11</sup>	25874670595	619.8	0.0000	**
Error	21	876678				
Total	27	1.5612X10 <sup>11</sup>				

\*SIG= Significancia

\*\* Las diferencias son altamente significativas P < 0.05

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019





**Gráfico 15-4:** Variación de la turbiedad por efecto de la variación del tiempo de contacto con el HLDs.

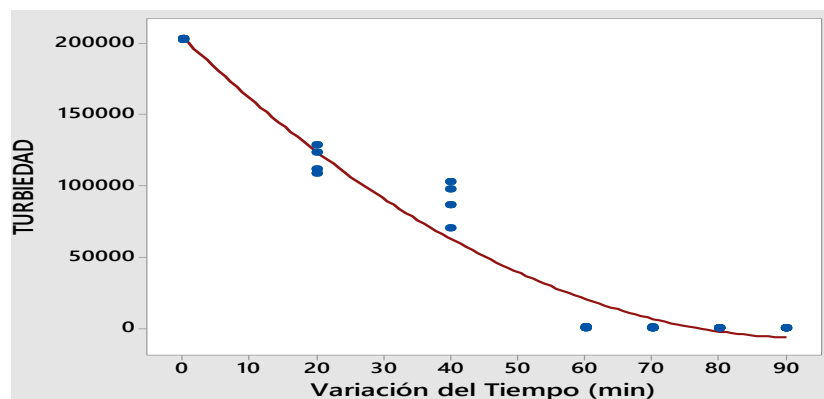
**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019.

Los datos son estadísticamente significativos ( $P < 0.05$ ) por lo que se realiza un análisis de regresión de la variación de la turbiedad que se reporta en el Figura: 16-4 en el cual se aprecia una tendencia cuadrática, se parte de un intercepto 204568 los puntos de medias decrecen en 4497 por cada nivel de tiempo establecido y crecen 23.94 por cada nivel cuadrático, dando como punto óptimo el T4 que es a 60 min; la curva reporto un coeficiente de determinación de 96.3%.

Si el modelo se ajusta adecuadamente a los datos esta ecuación se puede utilizar para predecir la variación de la turbiedad para un valor de tiempo determinado.

La ecuación ajustada para el modelo cuadrático que describe la relación entre la turbiedad y la variación de tiempo de contacto es la siguiente:

$$\Delta \text{Turbiedad} = 204568 - 4497x + 23.94x^2$$



**Gráfico.16-4:** Ecuación de regresión de la turbiedad por efecto de la variación del tiempo de contacto.

**Realizado por:** Yajaira Pilamunga, 2019

#### 4.2.5 Remoción de contaminante con el uso del HLDs

**Tabla 22-4.** Variación de los parámetros después del uso del HLDs

Variable	$C_{inicial}$ (ppm)	$C_{final}$ (ppm)	% Remoción
Fenoles	1013.37	1012.62	0.074
Hidrocarburos totales	0.10155	0.00	100
Sulfatos	63316	26943.6	57.45
C.E	254875	252375	0.98
Sulfuros	63950	125	99.8
Turbiedad	202750	125	99.8

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

**Tabla 23-4.** Costo de reactivos para obtener 1 Kg de HLDs 1.

REACTIVO	Precio USD/Kg	Cantidad requerida (g)	USD
Sulfato de Aluminio	0.59	1535.93	0.91
Sulfato de Magnesio	1.20	1146.88	1.38
Carbonato de sodio*	80.00	803.125	64.25
Hidróxido de sodio*	40.00	312.5	12.5
<b>ESTIMACIÓN DEL PRECIO</b>			79.04 (USD/Kg)

\*Grado analítico

Realizado por: Yajaira Pilamunga, 2019

### 4.3 Prueba de Hipótesis

Para responder a las hipótesis propuestas en la presente investigación con los datos obtenidos de las pruebas realizadas se realiza un análisis estadístico de cada una de las variables de la investigación y al finalizar las pruebas compararlas con los parámetros establecidos para determinar la calidad del efluente.

#### 4.3.1 Hipotesis 1

- ✓ El pretratamiento de la sosa gastada mediante aireación ayudara para la obtención de mejores resultados en el tratamiento con Hidróxidos Laminare Dobles.

Al obtener los datos de las pruebas químicas realizadas en el laboratorio en donde se evaluó la influencia de la aireación previo a la utilización del HLDs en el cual se tomó en cuenta los parámetros como pH, conductividad eléctrica, TPH ,fenoles, DQO, sulfatos ,sulfuros y turbiedad

en los cuales se tiene el respectivo límite de aceptación según la normativa RAOHE dando como resultados los valores tabulados en la Tabla 4-4; sin embargo todos los parámetros analizados no reportan diferencias estadísticas significativas  $P < 0.05$ , de esta manera se observa que al someter a las muestras a aireación previo a la utilización del HLDs se reportan mejores resultados tanto en pH 7.91 pH, TPH -0.0028 ppm que se encuentran dentro de los límites establecidos, C.E 252573 uc/m, sulfuros 100 ppm, los valores de las medias de sulfatos 265125 ppm, turbiedad 150 NTU, fenoles 1012.62 ppm y DQO 165125 ppm que son superiores a los límites establecidos.

#### **4.3.2 Hipótesis 2**

- ✓ Al comparar las concentraciones al inicio y al final del tratamiento se determinará el grado de reducción de contaminantes.

Una vez realizado el tratamiento de las muestras con aireación y posterior uso de HLDs a diferentes tiempos de contacto, se realizó el tratamiento estadístico de los datos obtenidos para establecer el mejor tiempo de acuerdo a valor mínimo de concentraciones que se obtiene de las medias de cada tratamiento. De acuerdo a la tabla 14-4 en el cual se tiene que los valores óptimos de contacto son de (70 min) T4 para pH, C.E, sulfatos, fenoles, para TPH, turbiedad un tiempo de (60 min) T3 y para sulfuros T5 de (80 min).

Posterior al análisis estadístico de los datos se determina el nivel de remoción de los contaminantes en el cual se toman en cuenta los parámetros de acuerdo a la tabla 23-4 en el cual se tiene que la remoción de fenoles es de 0.074 %, TPH 100 %, sulfatos 57.45 %, sulfuros 99.8 % y dejando como un tiempo óptimo de contacto de (80 min) T5 tomando como cuenta el tiempo máximo de todos los parámetros analizados.

#### **4.4 Discusión de resultados**

La presente investigación tiene como objetivo principal la utilización de HLDs para el tratamiento de sosa gastada para eliminar la mayor cantidad de contaminantes que se encuentran presentes, se realizan ciertos procedimientos previos a la utilización del HLDs por ello los mejores resultados se obtienen después de la recolección de datos y el tratamiento estadístico respectivo.

La sosa gastada al ser producto de refinería no se tiene especificaciones para su comparación por ello se toma como referencia los valores de la tabla 4A del RAOHE.

Para determinar la influencia de la aireación de las muestras previa a la utilización del HLDs se analizó estadísticamente cada parámetro y dando como resultados favorables al proceso cuando se utiliza aireación previa a la utilización de HLDs

El parámetro de DQO después de la aireación se incrementa debido a que disminuyen las interferencias presentes, pese a que para el análisis se realizaron los procedimientos ya establecidos, el alto contenido de contaminantes hace que se den resultados erróneos debido a las interferencias este parámetro se mantiene por encima del límite establecido, al igual la concentración de fenoles se mantiene por encima del límite establecido pese a la aireación este parámetro no disminuye teniendo un resultado final de media de 1012.62 ppm, el pH de la solución después de la aireación disminuye a un valor de media de 6.66 pH.

El valor de media de la conductividad eléctrica antes y después de la aireación se encuentra por encima del límite establecido pese a los procedimientos utilizados.

Al someter las muestras a la aireación muestra mejores resultados para la utilización del HLDs.

El tiempo de contacto de las más muestras con el HLDs es muy importante debido que las partículas pueden adherirse de mejor manera, los resultados del análisis estadístico de los datos obtenidos en este proceso presentan que son estadísticamente significativos  $P < 0.05$  por lo que indica que los valores de medias de cada intervalo de tiempo difieren entre sí, dando como mejores resultados los tiempos de (70 min) T4 para los parámetros de pH, C.E, fenoles y sulfatos; para TPH y turbiedad 60 min (T3) y para la disminución de sulfuros a 80 min (T5).

Ciertos parámetros al tiempo de contacto de (90 min) T6 como C.E (252375) us/cm fenoles (1012.62 ppm) y DQO (165125 ppm) pese al someter las muestras a la aireación y posteriormente utilizar HLDs los valores de las medias se encuentran por encima del límite establecido en la tabla 4A del RAOHE.

Cada parámetro presenta su ecuación de regresión representativa para la variación del parámetro con respecto al tiempo para hacer un estimado o una predicción del mismo a un intervalo de tiempo determinado.

En la remoción de los contaminantes se puede determinar que el tiempo máximo de contacto es de (80 min) en cuanto los fenoles que tiene una remoción del 0.74% al finalizar el proceso, los valores de TPH al finalizar la aireación es de un valor muy bajo por ello al utilizar el HLDs se tiene una remoción del 100 %, la remoción de sulfatos es de un 57.45 % y la remoción de sulfuros es de 99.8 %, los parámetros como DQO es un indicativo de la presencia de materia orgánica, el pH es un parámetro que ayuda para que se mantenga las muestras en un medio adecuado para tener mejor adsorción, la turbiedad es un indicativo de la presencia de sulfuros a medida que los

sulfuros son removidos la turbiedad va disminuyendo, en este caso al tener una remoción del 99.8 % presenta una disminución de la turbiedad del 99.8 %.

## CAPÍTULO V

### CONCLUSIONES

- Mediante la caracterización de la sosa gastada se llega a determinar que esta es de tipo sulfhídrica debido a que la concentración de compuestos sulfurados es mayor a la concentración de compuestos fenólicos, y todos los parámetros descritos en la tabla 4A del RAOHE se encuentran fuera de norma.
- El uso del HLDs para el tratamiento de sosa gastada muestra su gran capacidad de adsorción de TPH, sulfatos y sulfuros; y esta capacidad es aumentada cuando se somete a un tratamiento previo de neutralización y de aireación. Sin embargo, los valores de fenoles, conductividad eléctrica y demanda química de oxígeno presentan una reducción ínfima.
- El grado de reducción de los contaminantes muestran los siguientes resultados la remoción de compuestos sulfhídricos siendo la eliminación del 99.98 % para sulfuros y 57.45 % para sulfatos y para la remoción de TPH a un 100% debido a la baja cantidad que se encuentra luego de la aireación. Los compuestos fenólicos presentan un 0.074% parámetros como el DQO incrementa debido a la reducción de interferencias y conductividad eléctrica disminuye 0.098% y es una reducción insignificante.
- La utilización del HLDs para el tratamiento de la sosa gastada no es factible al no obtenerse los resultados esperados, debido a que existen parámetros de contaminación que prácticamente no se reducen.

## **RECOMENDACIONES**

- Debido a la alta cantidad de compuestos sulfhídricos no se deben realizar la determinación de sólidos suspendidos, sólidos totales ya que para este procedimiento se utiliza calor y generan gases los mismo que son altamente tóxicos.
- Para tratar las muestras con HLDs no utilizar temperatura ya que inhibe la capacidad de adsorción.
- Para reducir la concentración de fenoles se puede utilizar posteriormente dióxido de titanio que funciona como un fotocatalizador.
- El HLDs puede ser utilizado para descontaminar efluentes que se producen en diferentes industrias.

## ABREVIATURAS

°Be	Grados baumé
°C	Grados centígrados
μS	Microsiemens
A <sup>n-</sup>	Anión
C.E	Conductividad eléctrica
DQO	Demanda química de oxígeno
F.C.C	Craqueo catalítico en lecho fluidizado
g	Gramos
GLP	Gas licuado de petróleo
HLDs	Hidróxidos Laminares Dobles
M <sup>2+</sup>	Metales divalentes
m <sup>3</sup>	Metro cúbico
M <sup>3+</sup>	Metales trivalentes
MEROX	Oxidación de mercaptanos
mL	Mililitro
NTU	Unidades nefelométricas
pH	Potencial hidrógeno
ppm	Partículas por millón
rpm	Revoluciones por minuto
S <sup>2-</sup>	Ión sulfuro
SO <sup>4-</sup>	Ión sulfato
TPH	Hidrocarburos totales de petróleo



## BIBLIOGRAFÍA

- ANÓN**, J 2016. *Guía 17*. [En línea]. 2018, [Consulta: 25 febrero 2019] Disponible en: <http://documentacion.ideam.gov.co/openbiblio/bvirtual/018903/Links/Guia17.pdf>
- APHA; AWWA; WEF**, 2017. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. 23 ed. Washintong, DC: s.n.
- BALUENA**, D. & Jeremias, A., 2011. Chemistry Learning. *J. Phys. Chem. B*, p. 3.
- CALDERÓN**, C., *Análisis descriptivo del procesos Merox para la obtención de gasolina desulfuradas en la Refinería Estatal de Esmeraldas*. [En línea] 2010. [Consulta: 5 marzo 2019] Disponible en: [http://repositorio.ute.edu.ec/bitstream/123456789/5963/1/42751\\_1.pdf](http://repositorio.ute.edu.ec/bitstream/123456789/5963/1/42751_1.pdf)
- CARBAJAL**, G., *Universidad Central del Ecuador*. [En línea] 2016. Disponible en: <http://revistasinvestigacion.unmsm.edu.pe/index.php/quim/article/viewFile/4551/3635>
- CHEMISTRY LEARNING**, 2009. *Chemistry Learning*. [En línea] Disponible en: <http://www.chemistrylearning.com/adsorption/>
- EVERETT**, D., *Manual of symbols and terminology for physicochemical quantities and units*. Washintong DC: s.n. 1998
- FERNANDEZ**, H. [En línea] 2017. Disponible en: <https://www.textoscientificos.com/quimica/mercaptanos> [Consulta: 15 02 2019].
- HELMENSTIN**, A., *Thought.com*. [En línea] 2018 Disponible en: <https://www.thoughtco.com/definition-of-adsorption-605820>
- ISA**, *Ingeniería y Servicios Amabinetales*. [En línea] 2018. Disponible en: <https://www.isa.ec/index.php/va-viene/entry/normativa-raoh-todo-lo-que-debes-saber> [Consulta: 19 07 2019].
- IUPAC**, *Adsorption*. 2da ed. 2014 s.l.:s.n.
- KRISHNAN**, K. & Ajay, R., *Synthesis of Inorganic Nanomaterials*. 2018. *ELSEVIER*, 17 05.p. 121.139.
- LIANG** Lv, J. H. ., M. W. ., D. E. ., X. D., *Factors influencing the removal of fluoride from aqueous solution by calcined Mg-Al-CO<sub>3</sub> Layered double hydroxides*. 2005 *ELSEVIER*, pp. 119-128 .
- LINDE ECUADOR S.A**, *Hoja de seguridad (SDS) sulfuro de Hidrógeno*. 2012. Quito: s.n.
- LLUCH**, J., *Tecnología y Margen del Refino del Petróleo*. 2011. Madrid: Diaz de Santos S.A..

- MAE**, *Decreto Ejecutivo 1215*. [En línea] 2010.  
Disponible en: <http://www.ambiente.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2012/09/RAOHE-DECRETO-EJECUTIVO-1215.pdf>
- MAGALLANE, A.**, *The bigger*. [En línea] 2016.  
Disponible en: <https://www.thebigger.com/chemistry/surface-chemistry/distinguish-between-physical-adsorption-and-chemisorption/>
- MARTÍNEZ, D. & Carbajal, G.**, 2012. Hidróxidos dobles laminares: arcillas sintéticas con aplicaciones en nanotecnología. *Avances en Química*, pp. 87-95.
- ORTERO, R.**, *Universidad de Cordoba*. [En línea] 2015.  
Disponible en:  
<https://helvia.uco.es/xmlui/bitstream/handle/10396/12811/2015000001143.pdf?sequence=1&isAllowed=y> [Consultada en 05 03 2019].
- OXICOM AERATION**, *Aireación Profunda*. 2017 s.l.:s.n.
- RUIZ, J., Pájaro Payares, A. & Meza Fuentes, E.**, 2016. Síntesis y caracterización estructural de hidrotalcitas de Cu-Zn-Al. *Scielo*, 20 09. pp. 33-35.
- SERA**, *Standard Operating Procedures*. [En línea] 2006.  
Disponible en: <https://clu-in.org/download/ert/1811-r30.pdf> [Consultada en: 22 04 2019].
- SEYEDIN, S. & HASSANZADEGANROUDSARI, M.**, 2018. Evaluation of the Different Methods of Spent Caustic Treatment. *International Journal of Advances Research in Science Engineering and Technology*, 02, Volumen 2, pp. 5275-5287.
- TSDR, A. p. s. T. y. r. d. e.**, 1999. *Resumen de educación pública de hidrocarburos totales*. Atlanta: s.n.
- WAQUIER, J.**, 1994. Procesos de endulzamiento. En: *El Refino del Petroleo*. Paris: Technip Paris France, p. 399.

## ANEXOS

### ANEXO A: SÍNTESIS DE HLDs

a)



b)



<b>NOTAS:</b>	<b>CATEGORIA DEL DIAGRAMA:</b>	<b>ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS</b>  <b>CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b>  <b>ELABORADO POR:</b> <b>YAJAIRA ELIZABETH PILAMUNGA VIÑAN</b>	<b>SÍNTESIS DE HLDs</b>		
a) Preparación de las soluciones	<input type="checkbox"/> Aprobado <input type="checkbox"/> Preliminar <input type="checkbox"/> Certificado <input type="checkbox"/> Por aprobar <input type="checkbox"/> Información <input checked="" type="checkbox"/> <b>Por calificar</b>		<b>LÁMINA</b>	<b>ESCALA</b>	<b>FECHA</b>
b) Método de coprecipitación			1	1:1	2019/11/15

**ANEXO B : MUESTRAS DE HLDs SINTETIZADO**

a)



b)



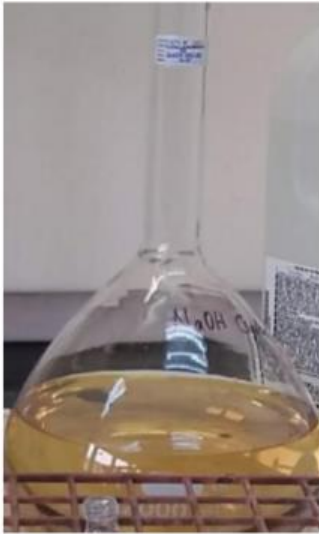
c)



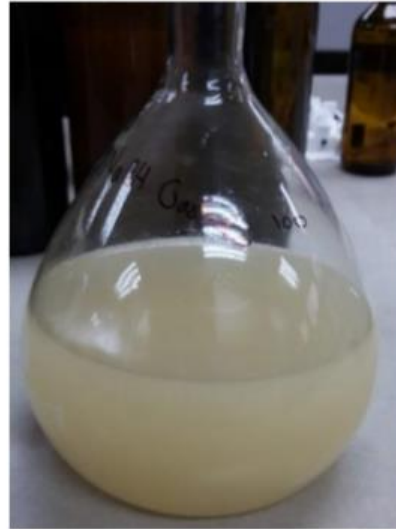
<b>NOTAS:</b>	<b>CATEGORIA DEL DIAGRAMA:</b>	<b>ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE CHIMBORAZO</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS</b>  <b>CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b>  <b>ELABORADO POR:</b> <b>YAJAIRA ELIZABETH PILAMUNGA VIÑAN</b>	<b>HLDs SINTETIZADO</b>		
a) HLDs 1	<input type="checkbox"/> Aprobado <input type="checkbox"/> Preliminar		LÁMINA	ESCALA	FECHA
b) HLDs 2	<input type="checkbox"/> Certificado <input type="checkbox"/> Por aprobar		1	1:1	2019/11/15
c) HLDs 3	<input type="checkbox"/> Información <input checked="" type="checkbox"/> Por calificar				

**ANEXO C: TRATAMIENTO DE LA SOSA GASTADA**

a)



b)



c)

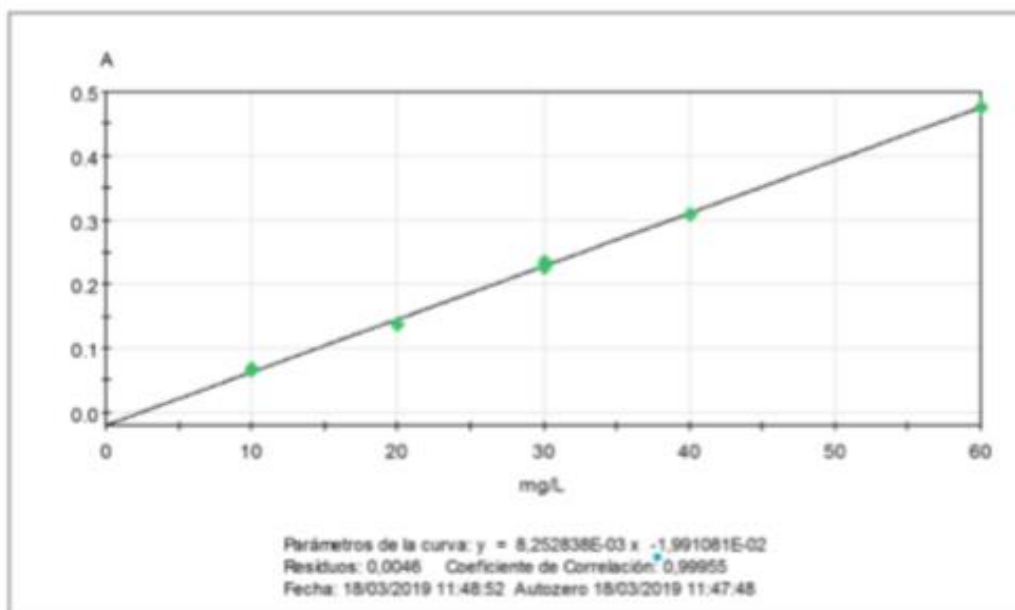


<b>NOTAS:</b>	<b>CATEGORIA DEL DIAGRAMA:</b>	<b>ESCUELA SUPERIOR POLITECNICA DE CHIMBORAZO</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS</b> <b>CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA</b> <b>ELABORADO POR:</b> YAJAIRA ELIZABETH PILAMUNGA VIÑAN	<b>TRATAMIENTO DE LA SOSA GASTADA</b>		
a. Sosa gastada en dilución 500 b. Sosa gastada dilución 500 después de la aireación c. Sosa gastada con dilución 500, con aireación y utilizando el HLDs 1	<input type="checkbox"/> Aprobado <input type="checkbox"/> Preliminar <input type="checkbox"/> Certificado <input type="checkbox"/> Por aprobar <input type="checkbox"/> Información <input checked="" type="checkbox"/> <b>Por calificar</b>		<b>LÁMINA</b>	<b>ESCALA</b>	<b>FECHA</b>
			1	1:1	2019/11/15

## ANEXO D: Datos de la concentración de sulfatos


Método: CC Sulfatos (2019-03-18)fa-ok.mga (420 nm)  
 Última modifio.: 18/03/2019 11:51:22 por LAGCAMPC01159\laboratorio 2  
 Espectrofotómetro: GENESYS 10S UV-Vis  
 Número de serie: 2LSU242219  
 Firmware: 4.006  
 Autozero: 22/06/2019 21:53:18  
 Medida: 22/06/2019 22:14:12 por LAGESNPC002491\Laboratorio  
 (Laboratorio UPA)  
 Archivo resultado: F1901-39@41fa.rqa

Activar Windows  
 Ve a Configuración



Muestra	Dilución Factor	Ordenadas [A]	Concentración [mg/L]
STD-10	1	0,076	11,597
STD-2000	40	0,443	2243,644
A1901-39	1	0,205	27,192
A1901-39a	1	0,204	27,180
A1901-40	2	0,499	125,778
A1901-41	1	0,428	54,298

**ANEXO E: Datos de la concentración de TPH**

		<b>CÁLCULO PARA DETERMINAR TPH EN MUESTRAS DE AGUAS</b>										Código: F-02-IE-02-PA-LABSSA-03 Fecha de vigencia: 2017-06-15 Revisión: 05			
<b>INSTRUCCIONES DE USO DE LA HOJA</b> 1. INGRESAR LOS DATOS EN LAS COLUMNAS QUE ESTAN DE COLOR AMARILLO 2. LEER EL MENSAJE QUE APARECE EN LA FILA 12. 3. GUARDAR EL ARCHIVO POR LOTE DE MUESTRAS LEÍDAS EN OTRO ARCHIVO EXCEL												<b>SUPERVISIÓN DEL LOTE DE MUESTRAS</b> Responsable Técnico Aguas y Suelos -----			
<b>EL LOTE DE MUESTRAS ES VÁLIDO. PROCEDA A IMPRIMIR</b>															
FECHA DE LECTURA DE MUESTRAS	No. MUESTRA	Estándar, STD	20			Muestra Fortificada MF o MRC			0,25			RESULTADO FINAL TPH (mg/l)	CONTROL DE CALIDAD: RECUPERACIONES(%)	CRITERIOS	Responsable de la medición en el IR
			Código Muestra LABSSA	Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Promedio (mg/L)	Factor de Dilución	Volumen Extracto (ml)	Volumen Muestra (ml)	T.P.H. (mg/l)				
2019-06-12	STD	STD-20	19,778	19,525	19,452	19,585	---	---	---	19,5850	19,585	98	SI CUMPLE	FA	
2019-06-12	MF/MRC	MF-0,25	23,174	23,103	22,965	23,081	1	10	1000	0,2308	<0,25	92	SI CUMPLE	FA	
2019-06-12	D1	A1906-142	13,677	13,761	13,667	13,702	1	10	1000	0,1370	<0,25	0,0323	SI CUMPLE	FA	
2019-06-12	D2	A1906-142c	17,246	16,921	16,638	16,935	1	10	1000	0,1694	<0,25	NO APLICA	SI CUMPLE	FA	
2019-06-12	M1	A1906-144	4,239	3,800	3,696	3,912	1	10	1000	0,0391	<0,25	0,0323	DIFERENCIA	FA	
2019-06-12	M2	A1906-146	1,814	1,630	1,597	1,680	5	10	1000	0,0840	<0,25	0,0672	CRITERIO	FA	
2019-06-12	M3	A1906-149	-0,517	-0,631	-0,700	-0,616	1	10	1000	-0,0062	<0,25			FA	
2019-06-12	M4	A1906-150	-0,532	-1,266	-1,239	-1,012	1	10	1000	-0,0101	<0,25			FA	
2019-06-12	M5	A1906-151	-2,480	-2,594	-2,621	-2,565	1	10	1000	-0,0257	<0,25			FA	
2019-06-12	M6	A1906-152	-1,854	-2,303	-2,403	-2,187	1	10	1000	-0,0219	<0,25			FA	
2019-06-12	M7	A1906-153	-2,439	-2,562	-2,607	-2,536	1	10	1000	-0,0254	<0,25			FA	
2019-06-12	M8	A1906-154	-2,219	-2,301	-2,260	-2,260	1	10	1000	-0,0226	<0,25			FA	
2019-06-12	M9	A1906-156	-1,880	-2,024	-2,191	-2,032	1	10	1000	-0,0203	<0,25			FA	
2019-06-12	M10	A1906-158	6,103	5,913	6,086	6,034	1	10	1000	0,0603	<0,25			FA	
2019-06-12	M11	A1906-160	24,062	23,750	23,300	23,704	1	10	1000	0,2370	<0,25			FA	
2019-06-12	M12	P1901-40	2,099	2,103	2,046	2,082	1	10	1000	0,0208	<0,25			FA	
2019-06-12	M13	P1901-41	-2,575	-2,606	-2,613	-2,598	1	10	1000	-0,0260	<0,25			FA	

NIVEL	Sr	Factor	Diferencia
<0,25	No Aplica	No Aplica	No Aplica
0,25 - 1	0,024	2,0	0,0672
>1 - 10	0,082	2,0	0,2296
>10 - 50	0,092	2,0	1,9276
>50 - 100	2,078	2,0	0,0584
>100	No Aplica	No Aplica	No Aplica

**CRITERIOS ACEPTACIÓN Y RECHAZO**

- 1. Recuperación Estándar 80 - 120 %.
- 2. Recuperación Fortificada 75 - 125 %.

Activar  
Ver a Config

**ANEXO F: Datos de la concentración de fenoles**

PETROBRAS		RESULTADO LECTURA DE FENOLES TOTALES						Código:	F-01-PA-LABSSA-45																
								Fecha de vigencia:	2017-07-19																
								Revisión:	04																
<p align="center"><b>INSTRUCCIONES DE USO DEL FORMATO:</b></p> <p>1. INGRESAR LOS DATOS EN LAS CELDAS QUE ESTÁN DE COLOR VERDE                  2. LEER EL MENSAJE QUE APARECE EN LA CELDA DE COLOR NEGRO, LUEGO DE REGISTRAR                  3. GUARDAR EL ARCHIVO POR LOTE DE MUESTRAS MEDIDAS EN OTRO ARCHIVO EXCEL</p>																									
<b>EL LOTE DE MUESTRAS ES VALIDO, PROCEDA A IMPRIMIR LA PLANTILLA</b>										Supervisa:															
Fecha	ITEMS	Codigo Muestra / STD	Volumen de Muestra	Volumen de Extraccion	Dilucion	Lectura del Equipo	RESULTADO		CONTROL DE CALIDAD		Observación	Resp.													
							Fenol (mg/l)		Recup (%) / DED	Cumplimiento															
2019-05-29	STD BAJO	0,05	100	10	1	0,050	0,0500		100	SI CUMPLE		FA													
	STD ALTO	1,2	100	10	1	1,143	1,1430		95	SI CUMPLE		FA													
	DUPLICADOS	A1905-342	100	10	1	0,012	PROMEDIO	0,0165		0,010	SI CUMPLE		FA												
		A1905-342	100	10	1	0,021							FA												
	M1	A1905-344	100	10	1	0,027	0,027	<0,05	0,010	0,009		FA													
	M2	A1905-346	100	10	1	0,079	0,079	0,08	<b>¡¡OJO!! IMPORTANTE:</b>				FA												
	M3	A1905-348	100	10	1	0,021	0,021	<0,05					FA												
	M4	A1905-350	100	10	1	0,012	0,012	<0,05	<b>CRITERIOS DE</b>				FA												
	M5	A1905-352	100	10	1	-0,004	-0,004	<0,05	<b>ACEPTACIÓN Y RECHAZO</b>				FA												
	M6	A1905-354	100	10	1	0,016	0,016	<0,05	1. PARA ESTÁNDARES ALTO, BAJO Y MATERIAL DE REFERENCIA				FA												
	M7	A1905-356	100	10	1	0,013	0,013	<0,05					FA												
	M8	A1905-358	100	10	1	-0,007	-0,007	<0,05	La recuperación (%) obtenida, debe estar entre <b>75 y 125</b>				FA												
	M9	A1905-360	100	10	1	0,012	0,012	<0,05					FA												
	M10	A1905-362	100	10	1	0,007	0,007	<0,05	2. PARA DUPLICADOS				FA												
	M11	A1905-364	100	10	1	0,020	0,020	<0,05					FA												
	M12	A1905-366	100	10	1	-0,002	-0,002	<0,05	<table border="1" style="font-size: small;"> <tr><td colspan="2" style="text-align: center;"><math>r = 2,8\sigma_r</math></td></tr> <tr><td style="text-align: center;">NIVEL</td><td style="text-align: center;">CRITERIO ACEPTACION DUPLICADO</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">0,05</td><td style="text-align: center;">0,01</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">0,2</td><td style="text-align: center;">0,03</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">0,5</td><td style="text-align: center;">0,03</td></tr> <tr><td style="text-align: center;">1,2</td><td style="text-align: center;">0,16</td></tr> </table>			$r = 2,8\sigma_r$		NIVEL	CRITERIO ACEPTACION DUPLICADO	0,05	0,01	0,2	0,03	0,5	0,03	1,2	0,16		FA
	$r = 2,8\sigma_r$																								
	NIVEL	CRITERIO ACEPTACION DUPLICADO																							
	0,05	0,01																							
	0,2	0,03																							
	0,5	0,03																							
1,2	0,16																								
M13	A1905-368	100	10	1	0,028	0,028	<0,05		FA																
M14	A1905-370	100	10	1	-0,004	-0,004	<0,05	3. RANGO DE TRABAJO				FA													
M15	A1905-372	100	10	1	0,012	0,012	<0,05					FA													
M16	A1905-374	100	10	1	0,015	0,015	<0,05	0,05 a 1,20 ppm				FA													
M17	A1905-376	100	10	1	-0,001	-0,001	<0,05					FA													
M18	A1905-382	100	10	1	0,385	0,385	0,39					FA													
M19	A1905-384	100	10	1	2,001	2,001	>1,2					FA													
M20	P1905-40	100	10	500	2,026	1013,000	>1,2					FA													
M21	P1905-41	100	10	500	2,025	1012,500	>1,2					FA													



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**DIRECCIÓN DE BIBLIOTECAS Y RECURSOS PARA**  
**EL APRENDIZAJE Y LA INVESTIGACIÓN**  
**UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS**

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

**Fecha de entrega:** 13/12/2019

<b>INFORMACIÓN DEL AUTOR:</b>
<b>Nombres- Apellidos:</b> Yajaira Elizabeth Pilamunga Viñan
<b>INFORMACIÓN INSTITUCIONAL:</b>
<b>Facultad:</b> Ciencias
<b>Carrera:</b> Ingeniería Química
<b>Título a optar:</b> Ingeniero Químico
<b>f. Documentalista responsable:</b>