



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

**“SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE
ÓXIDO DE CROMO, PARTIENDO DE AGUAS RESIDUALES DE
CURTIEMBRE”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

QUÍMICO/A

AUTORES:

JULIO ADRIÁN GALLEGOS VALVERDE

KERLYN LISBETH VICUÑA MATUTE

Riobamba – Ecuador

2023



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA QUÍMICA

**“SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE
ÓXIDO DE CROMO, PARTIENDO DE AGUAS RESIDUALES DE
CURTIEMBRE”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

QUÍMICO/A

AUTORES: JULIO ADRIÁN GALLEGOS VALVERDE

KERLYN LISBETH VICUÑA MATUTE

DIRECTOR: ING. CARLOS ALCÍBAR MEDINA SERRANO.

Riobamba – Ecuador

2023

©2023, Julio Adrián Gallegos Valverde & Kerlyn Lisbeth Vicuña Matute

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

Nosotros, Julio Adrián Gallegos Valverde y Kerlyn Lisbeth Vicuña Matute, declaramos que el presente trabajo de integración curricular es de muestra autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autores asumimos la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de integración curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 23 de marzo de 2023



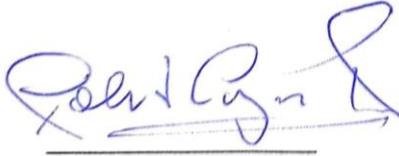
Julio Adrián Gallegos Valverde
060407393-2



Kerlyn Lisbeth Vicuña Matute
060473115-8

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

El tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: el Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Proyecto de Investigación, **SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE CROMO PARTIENDO DE AGUAS RESIDUALES DE CURTIEMBRE**, realizado por el señor: **JULIO ADRIÁN GALLEGOS VALVERDE** y la señorita: **KERLYN LISBETH VICUÑA MATUTE**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Dr. Jorge Efrén Silva Yumi PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		23-02-23
Ing. Carlos Alcívar Medina Serrano. DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		23-02-23
Dr. Robert Alcides Cazar Ramírez MIEMBRO DEL TRIBUNAL		23-02-23

DEDICATORIA

Dedico este trabajo de titulación a mi familia, los cuales con gran esfuerzo me han sacado adelante para culminar mi carrera, a mi madre la cual ha sido un pilar fundamental en mi vida y me ha enseñado a ser la persona que hoy en día soy, a mi padre por el apoyo que siempre me brindo y a mi hermana la cual siempre me acompañado en todo momento sea alegre o triste y por ayudarme siempre cuando lo necesite.

Kerlyn

Quiero dedicar este trabajo principalmente a Dios por darme la fuerza necesaria para culminar esta meta que me he planteado desde el comienzo de mi carrera universitaria, a mis padres María y Julio por ser mi apoyo incondicional, por brindarme todo su amor y acompañarme en cada paso que doy en la búsqueda de ser mejor persona y profesional. A mis hermanas Doménica y Gabriela quienes me han motivado a seguir adelante en esas noches que me tocaba investigar. Y a Camila quien me ha acompañado en este proceso brindándome su amor y apoyo en todo momento.

Julio

AGRADECIMIENTO

Agradecemos a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo por abrirnos sus puertas y permitirnos cumplir nuestras metas, las oportunidades que nos han brindado han sido muchas e incomparables. A nuestros docentes que han sido parte de nuestra formación académica transmitiéndonos día a día los conocimientos, sin los cuales no estarían las bases ni las condiciones para aprender conocimientos. A nuestro tutor por su dedicación y paciencia, sin sus palabras y correcciones precisas no hubiésemos podido lograr llegar a esta instancia tan anhelada. Y a todas las personas que han llegado a nuestra vida en el transcurso de la carrera universitaria, a nuestras compañeras Katherine, Nereyda y Carolina las cuales han sido un apoyo durante todo nuestro camino, compartiendo momentos de alegría y tristeza, pero siempre apoyándonos unos a otros. Hoy nos toca cerrar un capítulo maravilloso en esta historia de vida y no podemos dejar de agradecerles por su apoyo y constancia, al estar en las horas más difíciles, por compartir horas de estudio. Gracias por estar siempre allí.

.

Julio & Kerlyn

INDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	ix
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	x
ÍNDICE DE ECUACIONES	xi
ÍNDICE DE ANEXOS	xii
ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....	xii
RESUMEN.....	xiii
SUMMARY	xiv
INTRODUCCIÓN	1

CAPITULO I

1.1 Planteamiento del problema	2
1.2 Limitaciones y delimitaciones	2
1.3 Problema general de investigación	3
1.4 Problemas específicos de investigación	3
1.5 Objetivos	3
1.5.1 <i>Objetivo general</i>	3
1.5.2 <i>Objetivos específicos</i>	3
1.6 Justificación.....	4
1.7 Hipótesis.....	5
1.7.1 <i>Hipótesis general</i>	5
1.7.2 <i>Hipótesis específica</i>	5

CAPITULO II

2.1 Antecedentes.....	6
2.2 Bases teóricas.....	7
2.2.1 <i>El cromo</i>	7
2.2.2 <i>Curtiembre</i>	8
2.2.3 <i>Óxido de cromo (III)</i>	9
2.2.4 <i>Propiedades físicas y químicas</i>	9
2.2.5 <i>Factores que determinan el tamaño de las partículas</i>	12
2.3 Bases conceptuales	12
2.3.1 <i>Técnicas de precipitación</i>	12

2.3.2	<i>Filtración</i>	13
2.3.3	<i>Secado</i>	13
2.3.4	<i>Calcinación</i>	13
2.3.5	<i>Tinturado de vidrios</i>	13
2.3.6	<i>Pruebas de calidad</i>	14
2.3.7	<i>Hidróxido de cromo</i>	15
2.3.8	<i>Hidróxido de amonio</i>	15
2.3.9	<i>Técnicas de caracterización</i>	15

CAPITULO III

3.1	Enfoque de investigación	17
3.2	Nivel de investigación	17
3.3	Diseño de investigación	17
3.3.1	<i>Según la manipulación o no de la variable independiente</i>	17
3.3.2	<i>Según las intervenciones en el trabajo de campo</i>	19
3.4	Tipo de estudio	19
3.5	Población, planificación, selección y cálculo del tamaño de la muestra	21
3.6	Proceso de síntesis de nanopartículas de óxido de cromo.	21
3.6.1	<i>Concentración de cromo en el agua residual</i>	22
3.6.2	<i>Concentración de cromo en el agua residual con agente precipitante</i>	22
3.7	Concentración de sodio	22
3.8	Concentración de calcio	23
3.9	Preparación de agua sintética	24

CAPITULO IV

4.1	Reacciones químicas del proceso	25
4.2	Caracterizaciones del óxido de cromo sintetizado	25
4.2.1	<i>Microscopía electrónica de barrido (MEB)</i>	25
4.2.2	<i>Difracción de rayos X</i>	28
4.2.3	<i>Espectroscopia de rayos X de energía dispersiva</i>	37
4.3	Análisis de diseño factorial	40
4.3.1	<i>Datos del experimento</i>	40
4.3.2	<i>Diseño factorial 3²</i>	41
4.3.3	<i>Modelo estadístico</i>	41
4.3.4	<i>Realización del ANOVA</i>	42

4.3.5	<i>Tamaño del efecto</i>	44
4.3.6	<i>Gráfica de los efectos</i>	44
4.4	Prueba de tinción	48
4.4.1	<i>Vidrio</i>	48
4.4.2	<i>Porcelana y madera</i>	49
	CONCLUSIONES	50
	RECOMENDACIONES	51
	GLOSARIO	
	BIBLIOGRAFÍA	
	ANEXOS	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-2:	Propiedades físicas y químicas del óxido de cromo (III)	10
Tabla 1-3:	Ensayos y concentraciones de sodio en agua residual.....	23
Tabla 2-3:	Valores de concentración de cromo en agua, temperatura y masa final obtenida	24
Tabla 1-4:	Elementos encontrados en muestra patrón	38
Tabla 2-4:	Elementos encontrados en muestras con pH 9, 10 y 11 a Temperatura de calcinación 400°C	39
Tabla 3-4:	Elementos encontrados en muestras con pH 9, 10 y 11 a Temperatura de calcinación 600°C	39
Tabla 4-4:	Elementos encontrados en muestras con pH 9, 10 y 11 a Temperatura de calcinación 800 °C.....	40
Tabla 5-4:	Niveles de cada factor	41
Tabla 6-4:	Aplicación de diseño factorial 32	41
Tabla 7-4:	Datos para cálculos de decisión.....	43
Tabla 8-4:	ANOVA para el diseño 32	43
Tabla 9-4:	Efectos principales de factor pH y Temperatura	44
Tabla 10-4:	Gráfica del efecto principal pH	46

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1-3:	Curva de calibración con datos estándares	23
Ilustración 1-4:	Imagen de microscopia electrónica de barrido de partículas de Cr ₂ O ₃ (0,05 M; 10 pH; 800°C)	25
Ilustración 2-4:	Imagen de microscopia electrónica de barrido de partículas de Cr ₂ O ₃ (9 pH)	26
Ilustración 3-4:	Imagen de microscopia electrónica de barrido de partículas de Cr ₂ O ₃ (10 pH)	27
Ilustración 4-4:	Imagen de microscopia electrónica de barrido de partículas de Cr ₂ O ₃ (11 pH)	27
Ilustración 5-4:	Difractograma de rayos X de muestra patrón (Agua sintética-Sal Pura)	29
Ilustración 6-4:	Difractograma de rayos X de carta de difracción (Kantor, 2012)	30
Ilustración 7-4:	Difractograma de rayos X de carta de difracción (Zachariasen, 1928)	30
Ilustración 8-4:	Difractograma de rayos X de nanoestructuras de Óxido de Cromo	31
Ilustración 9-4:	Comparativa entre difractogramas de muestras (9 pH; 400°C) (10 pH; 400°C) (11 pH ; 400°C)	32
Ilustración 10-4:	Comparativa entre difractogramas de muestras (9 pH; 600°C) (10 pH; 600°C) (11 pH; 600°C)	33
Ilustración 11-4:	Comparativa entre difractogramas de muestras a (9 pH; 800°C) (10 pH; 800°C) (11pH; 800°C)	34
Ilustración 12-4:	Comparativa entre difractogramas de muestras a temperatura (400 °C; 9pH) (600 °C; 9pH) (800 °C; 9 pH)	35
Ilustración 13-4:	Comparativa entre difractogramas de muestras a temperatura de (400 °C; 10 pH) (600 °C; 10 pH) (800°C; 10 pH)	36
Ilustración 14-4:	Comparativa entre difractogramas de muestras a temperatura de (400 °C; 11pH) (600 °C; 11 pH) (800 °C; 11 pH)	37
Ilustración 15-4:	Espectro EDS de muestra patrón de agua sintética	38
Ilustración 16-4:	Tamaño del efecto A, B Y AB	44
Ilustración 17-4:	Efecto principal pH	45
Ilustración 18-4:	Efecto principal temperatura de calcinación	45
Ilustración 19-4:	Efecto de interacción pH y temperatura de calcinación	46
Ilustración 20-4:	Efecto de interacción temperatura de calcinacion y pH	47
Ilustración 21-4:	Prueba de tinción en vidrio	48
Ilustración 22-4:	Prueba de coloración en fondo y ojos de pintura	49

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1-3: Nivel de Significancia.....	18
Ecuación 1-4: Síntesis de hidróxido de cromo.....	25
Ecuación 2-4: Síntesis de óxido de cromo	25
Ecuación 3-4: Ecuación de modelo estadístico	41
Ecuación 4-4: Fórmula para determinar estadísticos de prueba.....	42
Ecuación 5-4: Ecuación de tamaño del efecto	44

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: RECOLECCIÓN DE LAS MUESTRAS

ANEXO B: PREPARACIÓN DE MUESTRAS SINTÉTICAS

ANEXO C: SÍNTESIS DE ÓXIDO DE CROMO

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

MEB	Microscopia Electrónica de Barrido
EDS	Espectroscopia de Rayos X de energía dispersiva
DRX	Difracción de rayos X
NPs	Nanopartículas
%	Porcentaje

RESUMEN

Las aguas residuales industriales comprenden uno de los factores importantes en la contaminación de efluentes y diferentes ecosistemas en nuestro planeta. Las aguas residuales originadas en la industria curtiembre contienen grandes cantidades de sales no disueltas, las cuales, son compuestas por metales pesados como el cromo en forma de sal básica y son desechadas sin tratarlas previamente. El objetivo principal de nuestro trabajo fue la recuperación del cromo presente en las aguas residuales de la curtiembre “TUNGURAHUA” para sintetizar y caracterizar las nanopartículas de óxido de cromo. La técnica empleada para este proceso fue la precipitación directa con hidróxido de amonio al sulfato básico de cromo, realizando un total de 27 ensayos. Las variables usadas en el proceso fueron el cambio del pH con valores de 9, 10 y 11 y sometiénolas a temperaturas de calcinación de 400 °C, 600 °C y 800 °C. Las caracterizaciones empleadas fueron: Microscopia electrónica de barrido (MEB), Difracción de rayos X (DRX) y espectroscopia de rayos x de energía dispersiva (EDS). Por medio de la caracterización MEB se visualizaron partículas de 36,540 μm y 42, 651 μm . Gracias a EDS se comprobó que hubo un porcentaje en masa y átomo de: oxígenos (36,5503%; 51,7605%) y cromo (4,3348%; 1,8889%). En cuanto a DXR se obtuvieron planos de 104 y 202, con esto se obtiene una estructura cristalina romboédrica. En este contexto, se concluye que la sal recuperada a raíz del tratamiento con una base precipitante juntamente con técnicas termodinámicas, puede ser tratada para sintetizar nanopartículas de óxido de cromo trivalente, el cual, fue empleado en algunos usos industriales como pigmento.

Palabras clave: <ÓXIDO DE CROMO>, <AGUA RESIDUAL>, <CURTIEMBRE>, <PRECIPITACIÓN>, <NANOPARTICULAS>.

0667-DBRA-UPT-2023



SUMMARY

Industrial wastewater is an important factor in the pollution of effluents and different ecosystems on our planet. The wastewater originating in the tannery industry contains large amounts of undissolved salts, composed of heavy metals such as chromium in the form of a basic salt, and discarded without previously treating them. This work's main objective was to recover chromium present in the wastewater of the tannery "TUNGURAHUA" to synthesize and characterize chromium oxide nanoparticles. The technique used for this process was direct precipitation with ammonium hydroxide to basic chromium sulfate, performing a total of 27 tests. The variables used in the process were the change of pH with values of 9, 10, and 11, subjecting them to calcination temperatures of 400 °C, 600 °C, and 800 °C. The characterizations used were: Scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Through MEB characterization, particles of 36,540 µm and 42,651 µm were visualized. Thanks to EDS it was found that there was a percentage by mass and atom of oxygens (36.5503%; 51.7605%) and chromium (4.3348%; 1.8889%). As for DXR, planes 04 and 202 were obtained, and a rhombohedral crystal structure is found. In this context, it is concluded that the salt recovered as a result of treatment with a precipitating base together with thermodynamic techniques, can be treated to synthesize nanoparticles of trivalent chromium oxide, which was used in some industrial uses as a pigment.

Keywords: <CHROMIUM OXIDE>, <WASTEWATER>, <TANNERY>, <PRECIPITATION>, <NANOPARTICLES>.



.....
Lic. Edison Renato Ruiz López

C.I:060395704/4

INTRODUCCIÓN

En los últimos años, el desarrollo industrial ha incrementado de manera favorable gracias a la innovación en cuanto a técnicas e instrumentos. Estos instrumentos son utilizados en los diferentes procesos destinados a ofrecer materia prima para la fabricación de productos con diferentes usos, esto conlleva un avance proporcional con la generación de agentes contaminantes para el ambiente. Prueba de ello son las aguas residuales con sales de cromo, en el caso de la industria del cuero. De manera general se sabe que el cromo en sus diferentes estados se encuentra entre los primeros 20 elementos más abundantes en la corteza terrestre, usualmente se presenta en su forma mineral como es la cromita. Durante el procesamiento de este mineral se generan compuestos de cromo hexavalente en forma de cromato y dicromato y cromo trivalente en forma de óxidos y sulfatos básicos. Este último ha sido destinado a varios usos dirigidos a las industrias metalúrgicas, de aislantes y en la industria química y de laboratorio, así como en el curtido de pieles, catalizadores y conservadores de madera.

En la curtiembre el cromo puede ingresar al medio ambiente a través del desecho erróneo de sus residuos, pero de manera principal mediante sus aguas residuales. La producción masiva de cuero da como resultado grandes cantidades de aguas residuales que contienen sales de cromo que no han reaccionado por completo en el proceso y que requieren tratamiento para minimizar el efecto contaminante al medio. Por tanto, surge la necesidad de emplear diferentes métodos de eliminación para lograr recuperar el cromo presente en estas aguas (Alvites, 2020, p. 7). Estos últimos son de los más utilizados debido a su bajo costo, disponibilidad, facilidad de uso y alta eficiencia en comparación con otros métodos que requieren inclusive maquinaria especializada.

El proceso consiste en aplicar una sal básica en forma de solución que pueda ser utilizada al momento de precipitar el cromo que no ha reaccionado en el proceso de curtido, para posteriormente, tratar el agua residual a temperaturas determinadas y obtener óxido de cromo trivalente. En seguida se procede a utilizar este óxido de cromo someténdolo a procesos físicos con el fin de obtener un tamaño de partícula nanométrico aproximado a los 1×10^{-7} metros para así darle propiedades que se puedan utilizar en diferentes industrias, ya que, son de gran interés en el campo de la investigación de materiales (Gómez, 2018, p. 76). Las nanopartículas son aplicadas ampliamente en diferentes ramas de la ciencia, y usadas en las industrias textiles, médicas, alimenticias, entre otras.

CAPÍTULO I

1 PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1 Planteamiento del problema

El incremento de las industrias es algo inevitable, a su vez, conlleva un aumento en la contaminación de agua, aire y suelos, esto se debe al mal manejo de los residuos que afectan de manera directa e indirecta. La industria de cuero es una de las más demandadas en algunos sectores de nuestro país, produciendo diferentes prendas y accesorios como, carteras, correas, zapatos, chaquetas, entre otros.

Para el tratamiento del cuero se debe realizar diferentes procesos por los cuales la piel del animal pasa por la aplicación de diferentes taninos de origen vegetal y sustancias químicas (Ortiz & Carmona, 2015, p. 117) que pueden ser perjudiciales para la salud. La sal de cromo permite que el cuero se vuelva más resistente y flexible, disminuyendo la porosidad de las pieles, sin embargo, el mismo puede causar daños al medio ambiente y a la vida

Las aguas residuales que se originan en el proceso de curtido contienen sustancias químicas como el cromo en forma de sulfato, que afectan de manera significativa al medio ambiente. El cromo disuelto puede ser recuperado y empleado para la síntesis de micropartículas de óxido de cromo, las cuales, son muy útiles en diferentes campos de la industria. En la recuperación del cromo se debe controlar las condiciones de pH, sustancias agregadas para la precipitación de las partículas, y las temperaturas de secado y calcinado. Las sustancias desechadas son nocivas para el medio ambiente, debido a que las sales de cromo empleadas son difícilmente biodegradables, por su persistencia, acumulación en el tiempo y efectos impredecibles sobre la vida acuática, de la misma forma, se ha comprobado que el cromo (VI) es una sustancia carcinogénica y es por ello que actualmente ya no se usa en el proceso de curtido.

1.2 Limitaciones y delimitaciones

El proyecto de investigación tiene como limitante la sal de cromo que no ha reaccionado en el proceso de curtido y que está presente en el agua residual, esta se puede recuperar después de someterla a un proceso de precipitación mediante el uso de una solución básica. La finalidad del presente trabajo de investigación es sintetizar nanopartículas de óxido de cromo recuperadas de dichas aguas para su posterior caracterización, tomando en cuenta que, la delimitación es la

obtención de las nanopartículas que posteriormente y mediante indagación pueden ser utilizadas en diferentes industrias.

1.3 Problema general de investigación

¿Es factible la síntesis y caracterización de nanopartículas de óxido de cromo, de las aguas residuales de curtiembre?

1.4 Problemas específicos de investigación

Este trabajo de investigación busca sintetizar nanopartículas de óxido de cromo, a partir del cromo residual que fue utilizado en el proceso de curtiembre, y el cual se lo caracterizará por medio de Difracción de rayos X (DRX), espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS) y microscopía electrónica de barrido (MEB).

1.5 Objetivos

1.5.1 Objetivo general

Recuperar el cromo presente en las aguas residuales de la curtiembre “Tungurahua”, por medio de técnicas de precipitación, para la síntesis y caracterización de nanopartículas de óxido de cromo.

1.5.2 Objetivos específicos

- Determinar las condiciones previas a la recuperación del cromo presente en el agua residual, tales como el pH, agregados de base para la precipitación, y la concentración de Cromo, para su posterior aplicación en la síntesis de las nanopartículas de óxido de cromo.
- Sintetizar nanopartículas de cromo por medio de aguas residuales de curtiembre, por medio de técnicas de precipitación.
- Establecer las características de las muestras obtenidas por medio de Difracción de rayos X (DRX), Espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS) y microscopía electrónica de barrido (MEB).

1.6 Justificación

En la actualidad, la producción y comercio del cuero, implica una buena actividad económica en ciertas regiones de nuestro país. El proceso de curtiembre al utilizar sustancias químicas y taninos ayuda a brindar color, elasticidad y resistencia al cuero (Zapata, 2008, p. 7). Tales sustancias evitarán el deterioro en diferentes condiciones ambientales y la acción degradante que tienen los microorganismos como: hongos, insectos y otras formas de vida microscópicas.

Debido a esta problemática, nuestro proyecto de investigación tiene como finalidad la recuperación de estos desechos que no son utilizados en la industria curtiembre para poder tratarlos mediante la aplicación de técnicas de precipitación, y así reutilizarlos en diferentes industrias. Se pretende utilizar hidróxido de amonio cuyo uso como agente precipitante, se da porque presenta solubilidad elevada e implica condiciones de alcalinidad ($\text{pH} > 11$) por la formación de OH^- (Picasso et al., 2012, p. 173), sin embargo, no se descarta el posible uso de sales como el hidróxido de sodio y el hidróxido de calcio.

La recuperación de las sales de cromo empleadas en el proceso resulta viable porque se minimiza los desperdicios, así como la contaminación directa e indirecta de los efluentes. El hidróxido de cromo (III) recuperado será tratado a altas temperaturas para ayudar a la fragmentación de las partículas y así obtener un tamaño nanométrico.

Las nanopartículas de óxido de cromo serán reutilizadas como tinte en la industria del vidrio, en la industria de pinturas, en joyería y como componente para evitar corrosión. El tamaño de partícula a escala nanométrica ayudara de manera significativa en la mejora de estos procesos ya que existe una mejor impregnación en materiales. Estas nanopartículas serán caracterizadas mediante técnicas analíticas como: Difracción de rayos X (DRX), espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (DLS) y microscopía electrónica de barrido (MEB), las cuales serán realizadas con fondos propios, además, del apoyo del grupo de investigación en materiales avanzados (GIMA). En cuanto a materiales, equipos y sustancias, existe la colaboración de la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, quien a más de esto nos ha facilitado la utilización de sus laboratorios con los equipos específicos para el desarrollo de este proceso.

1.7 Hipótesis

1.7.1 Hipótesis general

La recuperación del cromo de las aguas residuales de la Curtiduría “Tungurahua” es factible por técnicas de precipitación, para poder sintetizarlas en nanopartículas.

1.7.2 Hipótesis específica

H_0 : Las Temperaturas de calcinación y el pH de la muestra precipitada afectan de manera significativa en el tamaño de partícula del óxido de cromo.

H_1 : Las Temperaturas de calcinación y el pH de la muestra precipitada no afectan de manera significativa en el tamaño de partícula del óxido de cromo.

CAPÍTULO II

2 MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes

Según Buitrago, las pieles de los animales han estado presentes en la vida de los seres humanos desde épocas muy remotas, ya que, se sabe que fueron utilizadas como vestimenta y protección frente a las condiciones hostiles de la época. Por ello, se fue notando la necesidad de encontrar una manera de mantener estas pieles para prolongar su utilidad (Buitrago y Coca, 2018, p. 114). Hoy en día, se ha perfeccionado múltiples formas de conservar pieles, y a nivel industrial se ha mantenido el uso de sales de cromo en el proceso de curtido, ya que evita la acción de microorganismos que descomponen al cuero (Duque, 2019, p. 3).

Se han realizado diversos estudios para la obtención de partículas de óxido de cromo a partir de aguas de curtiembre. Según Pilco & Miranda (2020), se puede conseguir óxido de cromo por medio de precipitación del sulfato básico de cromo a concentraciones (0,05; 0,1; 0,2) M sometiendo a temperaturas de calcinación (400, 600, 700) °C utilizando hidróxido de amonio como agente precipitante a pH a 10.

Las industrias de curtiembre ocasionan grandes cantidades de contaminación y esto se debe a múltiples factores, por ejemplo, en una tonelada de cuero crudo se llegan a usar aproximadamente quinientos kilogramos de diversas sustancias de origen químico que son precursores de dicha contaminación. En ocasiones las pieles de animales llegan a no absorber por completo los químicos administrados, provocando un residuo que se denomina contaminante. En la elaboración del proceso es necesario eliminar de la piel componentes extras como los restos de pelos, grasa o carne, llegando a ser descartados y convirtiéndose en residuos. A su vez, son desechados como materia sólida y líquida por medio de efluentes mezclados como materia inorgánica y orgánica, haciendo que estos residuos sean contaminantes para el medio ambiente, es así como, la materia orgánica en grandes cantidades provoca condiciones anaerobias, debido al consumo del oxígeno disuelto (Sierra, 2018, p. 4).

Al utilizar las sales de cromo en el proceso de curtido, se pretende removerlo de las aguas residuales debido a su impacto ambiental, por lo tanto, se busca promover técnicas de recuperación en la industria del cuero, las cuales, deben ser de menor costo y con gran eficiencia, para así poder tener un beneficio. En el caso de remoción de cromo se debe reducir de Cr^{6+} a Cr^{3+} para su posterior uso en diferentes industrias. (Porrás, 2010, p. 46).

Actualmente, las nanopartículas son un tema de estudio importante debido a sus propiedades y aplicaciones en las industrias. Las nanopartículas de óxido de cromo (Cr_2O_3) se pueden emplear en diversas industrias, ya sea en tecnología o en diferentes ramas de la ciencia, para su fabricación se han tomado diferentes métodos de producción, uno de ellos se da por materia vegetal debido a sus innumerables beneficios a la salud, ya que, son empleadas para la fabricación de productos como antibacterianos, antifúngicos, antioxidantes, anticancerígenos, antivirales y antidiabéticos (Suresh et al., 2021, p. 1).

Las aplicaciones de las nanopartículas varían según la necesidad que posean las industrias, otra de sus aplicaciones puede ser en colorantes y como catalizadores. Y esto es debido a que se descompone a altas temperaturas el glicerolato de cromo con el fin de obtener nanopartículas de óxido de cromo (Jankovský et al., 2015).

Otro de los métodos para la obtención del Cr_2O_3 es por medio de un complejo sometido a microondas donde se obtiene agua y trietanolamina. Según Farzaneh & Najafi (2011), la actividad de estas partículas preparadas de esta manera fue más activas que en la preparación por epoxidación de norborneno y que además el tamaño de partícula obtenido variaba de manera significativa dependiendo de la temperatura en la que se realizaba el proceso. Concluyendo que entre 500 y 800 grados centígrados se obtenía un tamaño de partícula óptimo.

2.2 Bases teóricas

2.2.1 El cromo

El cromo es uno de los elementos principales del grupo VI en la tabla periódica, debido a que los demás elementos poseen comportamientos similares al mismo. El mismo es considerado un metal de transición de color blanco agrisado y brillante, resistente a la corrosión, pues, posee estados de oxidación de +6, +3 y +2. El Cr (VI) que se encuentra en el agua y suelo puede ser reducido a Cr (III), sin embargo, si el Cr (VI) se encuentra en altas concentraciones, este no podrá ser eliminado de manera adecuada causando daños de manera irreparable (Severiche & González, 2013, p. 23).

El Cr se lo encuentra generalmente en estado sólido presente en la naturaleza en suelos, agua, seres vivos, y rocas con diferentes concentraciones en cada uno. El cromo promueve la labor de la insulina en los seres vivos, por ello, es uno de los elementos esenciales para los humanos, siempre y cuando se encuentre en su estado trivalente, debido a que en estado hexavalente puede ser perjudicial debido a su tardía eliminación.

2.2.1.1 Cromo como componente de curtiembre

El cromo es un elemento que posee la facilidad de formar enlaces, en el caso del proceso de curtiembre deben formar enlaces con el colágeno presente en la piel de los animales que será sometida al proceso de curtición. Además, el cromo brinda una gran protección hidrotérmica a las pieles, las cuales, con estas características, pueden ser utilizadas en la confección de prendas de vestir, accesorios de cuero, etc (Córdova et al., 2013, p. 389).

2.2.1.2 Cromo como contaminante

El cromo al ser un elemento muy importante está presente en varios medios y en diferentes industrias por sus propiedades, al aplicarlo en diferentes procesos no se degrada por completo dejando partículas en los residuos. La contaminación que presenta el cromo puede provocar distintas consecuencias en la flora, fauna y en los humanos, esta contaminación puede ser provocada en diferentes medios como el aire y agua, los cuales son provocados por actividades industriales. La causa más general es por la eliminación errónea de desechos que contienen cromo en la producción de teñido y curtido de las pieles.

El cromo (III) al ser expuesto en un periodo corto de tiempo puede causar irritación en la vista y en el sistema respiratorio, del mismo modo, el cromo (VI) es capaz de causar reacciones alérgicas, irritaciones en las vías respiratorias y sangrado en las mismas (Montoya et al., 2010, p. 82,83).

2.2.2 Curtiembre

La curtiembre es un proceso industrial, en la cual se elabora el curtido de pieles, el mismo que, permite transformar los diversos tipos de dermis de ganado, sea vacuno u animales que posean cuero. En el curtido de estas pieles se aplican sales de cromo trivalente, las cuales son un compuesto contaminante y su concentración máxima permitida en las industrias es de 1 mg/L (Ortiz & Carmona, 2015, p. 117).

2.2.2.1 Etapas de producción

El proceso de curtiembre comprende tres fases en las cuales se prepara la materia prima, que puede ser de animales, caprinos y vacunos, juntamente con sustancias curtientes destinadas a modificar la estructura orgánica del cuero y otorgarle características como resistencia y dureza. Entre las fases tenemos: la fase de ribera, la fase de curtido y la fase del acabado. Por ello:

La producción del cuero empieza desde el sacrificio del animal, teniendo un pretratamiento en cuanto a la piel del animal. El pretratamiento consiste en el almacenamiento y preparación de la

piel para el uso en la industria del cuero. El almacenamiento de las pieles se da debido a que muchas pieles son guardadas por un tiempo prolongado, por ello se debe hacer un tratamiento para evitar que se pudra la piel. Para el pretratamiento se pone las pieles en una solución salina hasta que las utilicen para proceso de obtención del cuero (Ruíz, 2018, p. 16).

2.2.2.1.1. Ribera

En esta etapa del proceso de curtiembre se producen desechos como grasa, residuos de carne y lodo, debido a la purificación del cuero. Los residuos producidos en esta etapa pueden ser reutilizados en diferentes sectores industriales, debido a que al ser desechados pueden ser peligrosos para la flora y fauna de los alrededores (Pantoja, 2019, p. 87). Esta etapa ayuda a que la piel de los animales sea lavada y desinfectada para así posteriormente pasar al proceso de pelambre, para esta parte del proceso se utiliza sulfuro de sodio y cal, lo cual se utiliza para eliminar la epidermis y el pelo que lo recubre. Antes de iniciar con la segunda etapa del proceso de curtido, la piel debe procederse al descarnar, en donde se deben separar las grasas y carnazas que estén presentes aún en la piel.

2.2.2.1.2. Curtido

Luego de las etapas de ribera, las pieles salen completamente lavadas y libres de pelambres y otro tipo de material orgánico, es entonces que se procede a la siguiente etapa del proceso que es el curtido. En la etapa de curtido esta capa se somete a químicos que ayudarán a darle mejores condiciones de elasticidad y resistencia, usualmente se emplean sales de tipo sulfato de cromo, ya que estas ayudan a mantener las características estructurales del cuero, pero su uso desmedido puede conllevar a contaminación (Baca, 2018, p.18).

2.2.3 *Óxido de cromo (III)*

El óxido crómico es una sal de coloración verdosa altamente soluble en agua, su elemento principal se ubica en la familia de los metales de transición de la tabla periódica. Esta sal es la precursora de otros compuestos de cromo como los crómicos que son empleados en diferentes industrias como en fabricación de vidrio, porcelanas y tintes. El óxido de cromo se presenta en polvo verde, el cual tiene poca solubilidad en el agua, sin embargo, es insoluble en medios ácidos y alcalinos (Soto, 2006, p. 62)

2.2.4 *Propiedades físicas y químicas*

Tabla 1-2: Propiedades físicas y químicas del óxido de cromo (III)

Estado Físico	Sólido
Forma	Polvo Cristalino
Color	Verde
Olor	Inodoro
Punto de Fusión	2.435 °C
Punto de Ebullición	4.000 °C
Inflamabilidad	No combustible
Densidad	5,22 g/cm ³
Índice de Refracción	2,551
Ph	6
Dureza Mohs	9 (Cristales con dureza representativa)
Solubilidad	Al someterse a temperaturas elevadas, la solubilidad en agua se reduce considerablemente
Comburencia	No presenta
Reactividad en condiciones ambientales	No reacciona
Estabilidad Química	Higroscopia
Toxicología	No se clasifica como toxicidad aguda

Fuente: Rozas, 2021.

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

2.2.4.1 Obtención del óxido de cromo

El óxido de cromo es un compuesto inorgánico, el cual se lo puede encontrar en la naturaleza de forma mineral, está formado por dos átomos de cromo y tres de oxígeno, este óxido es usado generalmente como un pigmento en diferentes industrias. Este compuesto se da por la descomposición de sales de cromo, como el nitrato de cromo o por descomposición de dicromato de amonio (Hernández, 2014, p. 34).

2.2.4.2 Aplicaciones

El óxido de cromo trivalente es una sal que tiene muchas y diferentes aplicaciones a nivel industrial. Por la naturaleza soluble y sus bajos niveles de toxicidad de esta sal frente a la hexavalente, esta se puede utilizar en el campo de la catálisis, en la fabricación de vidrios, en joyería, en petroquímica, y como variedad de tintes.

2.2.4.3 *En la industria de la cerámica, vidrio y joyería*

El óxido de cromo es un sólido de color verde, conocido también como verde de cromo. Este compuesto es un tinte que se usa como pintura esmeralda en la tinción de vidrios y cerámicas. El color verde esmeralda en el vidrio se consigue con la mezcla de óxido de estaño y arsénico, con la presencia del óxido de cromo y la mezcla de los anteriores elementos en una fase de fundición se consigue esta tonalidad con un color uniforme. En la cerámica se aplica el colorante en forma de polvo directamente a la cantidad de material que se desee poner tintura, mezclando y así obteniendo un color verde esmeralda.

2.2.4.4 *Como pigmento y revestimientos variados*

El Cr_2O_3 calcinado puede utilizarse en varias industrias como pigmento y en revestimientos de todo tipo de materiales, ya que este además de ser soluble en agua, presenta cromóforos, los cuales son los responsables de dar el color verde a las diferentes pinturas que se encuentran en la industria. La concentración aplicada de óxido de cromo influye mucho en el matiz de las superficies, siendo de 5% o menos la más óptima (Galindo, 2017, p.1).

2.2.4.5 *En catálisis*

Los catalizadores son sustancias que ayudan a que una reacción se dé de manera rápida y sin afectar el proceso de la reacción requerida, obteniendo así, resultados sin cambiar la composición de los elementos que reaccionan en la misma. Como un ejemplo representativo cabe mencionar a los óxidos metálicos de cromo y hierro que se utilizan para la reacción de cambio de gas de agua y para el procesamiento de hidrocarburos (Lunk, 2015, p. 14).

2.2.4.6 *En electrónica*

En la actualidad, el óxido crómico, a más de tener aplicaciones como pigmento en pinturas, revestimientos y como catalizadores, se lo emplea en la síntesis de materiales a escala nanométrica como son nanotubos de óxido de cromo, los cuales se utilizan en la industria de componentes electrónicos mejorados que son destinados a diferentes fines como componentes en la fabricación de sensores biomédicos, celdas solares y celdas de combustible, baterías, etc., debido a que estas estructuras son semiconductoras. Tiene varias aplicaciones, entre ellas está la de catalizador,

sensores biométricos entre otras que permiten distintas funciones, dando así varias aplicaciones en distintas industrias (Hernández, 2014, p. 20 - 42).

2.2.4.7 En bioquímica

El óxido de cromo interactúa con diferentes bacterias y microorganismos perjudiciales a la salud, los cuales no son fácilmente perceptibles por el ser humano. El Cr_3O_4 en nanopartículas tiene una actividad bactericida contra cepas bacterianas que son resistentes a los antibióticos (Raza, 2016, p. 6).

2.2.5 Factores que determinan el tamaño de las partículas

Sin considerar el tipo de óxido metálico, el tamaño de partícula viene influenciado por algunos factores que han sido corroborados por experimentación. Bajo condiciones, el tamaño de partícula disminuye proporcionalmente con la temperatura del procedimiento al que se someta. Esto es tal que el hecho de alcanzar temperaturas grandes permite obtener partículas cristalinas debido a que los átomos poseen suficiente energía para ordenarse dentro de la partícula. El incremento de tamaño y distribución de las partículas se mejoran bajo condiciones de precipitación determinadas como: el pH específico de la sustancia, el tipo y velocidad de agitación que se someta. Las partículas dependen de las condiciones a las que se sometieron, el tamaño de estas se da en cuanto a la naturaleza del precipitado y de las condiciones experimentales en las que se producen, igualmente, está relacionado con una propiedad del sistema llamada sobresaturación relativa (Vargas & Camargo, 2012, p. 12-13).

2.3 Bases conceptuales

2.3.1 Técnicas de precipitación

La precipitación comprende la separación de una solución en dos fases, una sólida y otra líquida. La fase inferior se la denomina precipitado, el cual es producto de la deposición de las partículas en suspensión (Alvarado & Salvador, 2021, p. 45). Este precipitado se puede encontrar en estado sólido o acuoso que puede llevar impurezas, por lo cual, se lleva a diferentes procesos en los cuales se purifica las muestras, para llegar a un resultado excelente.

2.3.2 Filtración

La filtración comprende la remoción de partículas suspendidas y coloidales que están presentes en una solución acuosa, o a su vez una solución precipitada, la cual fluye a través de un medio poroso que puede ser papel filtro o una membrana porosa. El líquido que pasa por el medio poroso se lo llama filtrado, el cual ya no posee ninguna materia sólida. La filtración puede darse por gravedad o al vacío y depende mucho del tamaño de partícula de la muestra a filtrar para así aplicar un medio con el tamaño de poro idóneo (Gunatilake, 2015, p. 14).

2.3.2.1 Filtración al vacío

La filtración al vacío consta de la utilización de una bomba al vacío conectada por medio de una manguera a un kitasato, tapado con un embudo de Büchner en donde la bomba ejercerá presión para que las partículas sólidas queden en la superficie del embudo y el líquido baje de manera rápida.

2.3.3 Secado

El secado de las muestras por lo general se da en las estufas, las cuales ayudan por medio de diferentes temperaturas a secar el agua presente en muestras. La ventaja que tiene una estufa es que se le puede colocar una muestra a una temperatura determinada y en un tiempo determinado para poder obtener mejores resultados. Las estufas garantizan la eliminación de agua y eliminación de microorganismos de naturaleza patógena o no que estén presentes en las muestras sometidas, ha secado dependiendo del tiempo y temperatura (Quirós et al., 2015, p. 61).

2.3.4 Calcinación

La calcinación consta en someter a una muestra ya sea orgánica o inorgánica a temperaturas extremas en hornos especiales, también conocidos como muflas, donde se perderá su contenido total de agua, cambiando así sus propiedades iniciales. Estas temperaturas extremas causan transformaciones en sus propiedades físicas y químicas (Aguilar, 2019, p. 13).

2.3.5 Tinturado de vidrios

El tinturado de vidrios es un término que se le da a cualquier proceso que altera el vidrio para reducir el paso de la luz, además de proporcionarle características estéticas. El teñido del vidrio

se puede hacer agregando un producto químico que sea solvente en una superficie vítrea, así como también de un solvente que ayude a la penetración del tinte, el más usado es el metiletil cetona o MEK (Macias, 2015, p. 91).

2.3.6 Pruebas de calidad

2.3.6.1 Concentración de cromo

En el análisis del cromo se utilizó un fotómetro HACH DR2800, en el caso de tener una muestra con Cr^{+6} se debe realizar una reducción con una mezcla ácida, la cual permitirá observar la concentración con Cr^{+3} . Luego de realizar la reducción se procede a colocar una muestra blanca, la cual nos mostrará la base del análisis, luego se colocarán un indicador en una muestra diluida debido a que la coloración del cromo influye en la lectura del fotómetro. Al colocar la muestra en la celda del fotómetro, procede a calcular la concentración de Cr^{+3} presente en la muestra analizada.

2.3.6.2 Concentración de sodio

Para el análisis de Sodio en la muestra de agua residual se procedió a pesar 0,098 g de NaCl y a diluirlo en agua destilada. Después se aforó esta disolución en un balón de 250 mL y a partir de esta solución se extrajo 1 mL y se aforó con agua destilada en un balón de 100 mL. Luego se extrajo 4 diferentes muestras de esta solución (balón de 100 mL) de 2 mL, 4 mL, 8 mL y 10 mL para aforarlas en balones de 50 mL cada una, estos sirvieron como estándares para poder medir el agua residual y poder obtener un valor exacto de la cantidad de sodio presente en ella.

2.3.6.3 Concentración de calcio

Para determinar la concentración de calcio presente en la muestra de agua residual se tomaron 25 mL de agua, en la cual se colocó 1 mL de cianuro de potasio (KCN), con 1 mL de hidróxido de sodio, el cual estará a una concentración de 1N. En la muestra se coloca el indicador Murexida en poca cantidad, la cual le aportará un color rosado a la muestra. Para determinar la concentración se debe realizar además una titulación con ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) con una concentración de 0,2 M. Al darse un viraje de color rosa a lila se puede calcular con la cantidad de EDTA colocado en la muestra cuál es la concentración de calcio presente en la muestra.

2.3.7 Hidróxido de cromo

El hidróxido de cromo está presente en el agua residual de curtiembre como un residuo el cual debe ser tratado para su recuperación. Este compuesto varía en su fórmula según el estado de oxidación en el cual esté el cromo, pero de manera cotidiana, esta sal se obtiene como producto de reaccionar una sal de cromo juntamente con una base. El hidróxido de cromo es una sal con múltiples características como su insolubilidad en agua y su fácil formación de precipitado (Bolívar, 2021).

2.3.8 Hidróxido de amonio

El hidróxido de amonio es un compuesto de fórmula molecular NH_4OH o H_5NO que se produce por la disolución del gas amoníaco (NH_3) en agua. Por esta razón, recibe los nombres de agua de amoníaco o amoníaco líquido. Se trata de un líquido incoloro y de un olor muy intenso y agudo, no aislable. Estas características tienen una relación directa con la concentración de NH_3 disuelto en el agua, concentración que puede abarcar enormes cantidades de amoníaco disueltas en poco volumen de agua, pues se trata de un gas. El hidróxido de amonio es una solución química alcalina, incolora con olor asfixiante, además, es una solución irritante e inflamable. Generalmente, se la comercializa en concentraciones de 30 y 35 %, esta solución crea vapores que son perjudiciales al contacto (Minayo, 2014, p.8).

2.3.9 Técnicas de caracterización

2.3.9.1 Microscopio electrónico de Barrido (MEB)

La microscopía electrónica de barrido se da gracias a la producción de ases de gran energía, donde, se utilizan lentes que hagan coincidir los mismos, que permiten ver imágenes de las muestras sometidas al equipo. En la caracterización es usado un equipo específico y de alta gama con el cual se puede caracterizar detalladamente un material específico, donde nos brinda resultados en los que se distingue si morfología, estructura cristalina, porosidad e incluso su composición química (Penagos, 2013, p. 137-138).

2.3.9.2 *Espectroscopia de Rayos X de energía Dispersiva*

La espectroscopia de rayos x de energía dispersiva es una técnica de caracterización que se fundamenta en el análisis elemental de materiales. La muestra para analizar es sometida a una fuente de energía que disipa parte de la energía absorbida al expulsar electrones de núcleo-capa. Entonces, un electrón de la capa exterior de mayor energía comienza a ocupar su lugar, liberando la diferencia de energía en forma de rayos X con un espectro característico basado en el átomo del que se originaron. Esto permite el análisis de la composición del volumen de la muestra, siempre que haya sido excitado por la fuente de alimentación. La posición del pico en el espectro identifica el elemento, mientras que la intensidad de la señal corresponde a la concentración del elemento. La caracterización de espectroscopia de rayos X de energía Dispersiva ayuda a realizar un análisis químico elemental por un haz de rayos X para así sobreexcitar los átomos de la muestra para así ver cuáles están presentes en la misma (Rodríguez et al., 2015, p. 175).

2.3.9.3 *Difracción de rayos X (DRX)*

La difracción de rayos X es una de las técnicas de caracterización más representativas en el análisis estructural de cristales. El fundamento de esta técnica resulta del uso de una sonda electromagnética de materia con una amplitud de longitud de onda determinada, que debe ser muy similar a la distancia entre los de materia sólida. Dado que los fotones son partículas con masa en reposo y sin carga, se dice que interactúan con la materia de una manera apacible, haciendo que esta sea una técnica de caracterización no destructiva. Además, esta técnica ofrece una caracterización muy precisa gracias a que los resultados de difracción son únicos para cada mineral (Benavente et al., 2012, p. 280).

CAPÍTULO III

3 MARCO METODOLÓGICO

3.1 Enfoque de investigación

El presente proyecto de investigación, según la manipulación de variables, es de tipo experimental. Se analizan y se manipulan las variables con los debidos controles, el agua residual de curtiembre debido a la baja producción y no contar con las mismas, se realiza un experimento al crear agua sintética de curtiembre con la debida solución a estudiar.

3.2 Nivel de investigación

El tipo de investigación por la profundización en el objetivo de estudio sería descriptivo, ya que se busca caracterizar las muestras obtenidas de las aguas de curtiembre que son desechadas, con el fin de sintetizar nanopartículas de óxido de cromo.

3.3 Diseño de investigación

El primer paso es utilizar las medidas necesarias para determinar el porcentaje residual que se encuentra en las aguas de curtiembre, teniendo en cuenta que se obtiene un 7% de sales de cromo por cada 100 L, se prepararon soluciones al 1, 1.5 y 2% en 100 mL de agua. Como primera prueba se utilizaron diferentes agentes precipitantes, como el hidróxido de amonio, y el hidróxido de potasio. Con estas pruebas se eligió al hidróxido de amonio debido a su rendimiento. Posteriormente, con el hidróxido de cromo ya precipitado, se lo filtra y se lo somete altas temperaturas para que así se transforme a óxido de cromo, para transformarlo en nanopartículas. Las muestras serán caracterizadas por medio de Difracción de rayos X (DRX), dispersión de luz dinámica (DLS) y microscopía electrónica de barrido (MEB), para comprobar los resultados obtenidos.

3.3.1 *Según la manipulación o no de la variable independiente*

3.3.1.1 *Variable dependiente:*

- Tamaño de partícula

3.3.1.2 Variable independiente:

- El pH de la muestra
- Temperatura de calcinación.

3.3.1.3 Hipótesis general

La recuperación del cromo de las aguas residuales de la Curtiduría “Tungurahua” es factible por técnicas de precipitación, para poder sintetizarlas en nanopartículas.

3.3.1.3.1. Hipótesis del diseño bifactorial

H_0 : El pH de la muestra de agua residual con el agente precipitante influye directamente en la síntesis de las nanopartículas de Óxido de Cromo.

H_1 : El pH de la muestra de agua residual con el agente precipitante no influye directamente en la síntesis de las nanopartículas de Óxido de Cromo.

H_0 : La temperatura de Calcinación influye directamente en la síntesis de las nanopartículas de Óxido de Cromo.

H_1 : La temperatura de Calcinación no influye directamente en la síntesis de las nanopartículas de Óxido de Cromo.

H_0 : El pH de la muestra de agua residual con el agente precipitante y la Temperatura de Calcinación influyen directamente en la síntesis de las nanopartículas de Óxido de Cromo.

H_1 : El pH de la muestra de agua residual con el agente precipitante y la Temperatura de Calcinación no influyen directamente en la síntesis de las nanopartículas de Óxido de Cromo.

Ecuación 1-3: Nivel de Significancia

$$\alpha = 0,05$$

3.3.2 Según las intervenciones en el trabajo de campo

El presente proyecto de investigación se enfoca primeramente en la selección de la empresa que nos proveerá de la materia prima para realizar el experimento. Después de analizar los lugares donde se podría adquirir el agua residual de curtiembre, escogimos a la Curtiduría “Tungurahua”, ya que, en esta empresa se curte cuero de manera continua. Luego continuamos preparando agua sintética para poder hacer una comparativa con el agua residual de curtiembre que contiene más trazas de material orgánico. Para tratar la muestra de agua residual empezamos añadiendo una cantidad considerable de agua residual en un vaso de precipitación junto con un hidróxido de amonio. El hidróxido de amonio servirá como precursor para que el cromo sin reaccionar pueda precipitar al fondo del recipiente. Este proceso debe controlar de manera rigurosa el pH de la solución, ya que es una de nuestras variables de estudio.

Después de 2 o 3 días dejando reposar esta mezcla procedemos a retirar el agua sobrenadante con una jeringuilla o pera de succión para así quedarnos solamente con el precipitado. Este lo pasamos a una cápsula de porcelana para someterla, ha secado por un tiempo determinado. Finalmente, recuperaremos unas escamas de color verdoso que procederemos a calcinar en la mufla por aproximadamente 5 horas. Después de este proceso obtendremos partículas de óxido de cromo que deberán ser sonicadas para poder fraccionar su tamaño de partícula previamente a las caracterizaciones. De igual manera procedemos con el agua sintética con el mismo método hasta poder hacer una comparativa de pureza, rendimiento y tamaño de partícula

3.4 Tipo de estudio

Nuestro proyecto de investigación tiene la modalidad cuantitativa, puesto que las pruebas se reflejan en la recolección de datos de pruebas químicas de la muestra. La utilización de un diseño experimental es necesario para obtener muestras válidas de nuestro proyecto, así mismo, para caracterizar a las muestras obtenidas por medio de Difracción de rayos X (DRX), espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (DLS) y microscopía electrónica de barrido (MEB) los datos obtenidos se interpretarán según los valores obtenidos como resultados.

Por su objetivo, nuestro proyecto de investigación es de tipo aplicada, debido a que se aplicarán los conocimientos adquiridos a lo largo de la carrera usando técnicas de precipitación y filtración del cromo presente en la muestra de agua. En la muestra se experimentará con las variables para obtener hidróxido de cromo, el cual, será calcinado y se convertirá en óxido de cromo. Posteriormente, esta sal será tratada para obtener nanopartículas de óxido de cromo. El tipo de

investigación por la profundización en el objetivo de estudio sería explicativo, ya que se busca caracterizar las muestras obtenidas de las aguas de curtiembre que son desechadas, con el fin de sintetizar nanopartículas de óxido de cromo, por medio de la experimentación.

Según la manipulación de variables, nuestro proyecto recae en el tipo de investigación experimental, ya que, este tipo de investigación manipula al menos una variable experimental que no es comprobada en condiciones rigurosamente controladas, describiendo el modo en que se produce un acontecimiento en particular. En este caso, nosotros partimos de variables que se deben controlar de manera especial, ya que nuestras muestras con sales de cromo deben ser sometidas a la adición de una sal de naturaleza hidróxido controlando un pH de 10, y se debe realizar pruebas para comprobar cuál sal puede ayudar a una mejor precipitación del compuesto de interés.

En el ámbito de la condición de estudio, nuestro proyecto recae en la categoría de investigación de laboratorio, ya que los experimentos se realizan en condiciones controladas en espacios idóneos y en diferentes ámbitos como son: pH, temperatura, concentración de reactivos, etc. Lo que es muy opuesto a una investigación de campo, en el cual se omite de manera particular el control de las condiciones de un proceso.

En esta categoría nuestro tema de investigación comprende la recopilación de muestras y datos en un momento único, es decir, es una investigación transversal. Y eso es porque nuestra materia prima (aguas residuales de curtiembre) es recolectada una sola vez en un contenedor el cual lleva lo suficiente para hacer los ensayos de precipitometría, posteriormente las muestras previamente secadas y calcinadas, se llevan a caracterizar en los diferentes equipos una sola vez para poder determinar su tamaño de partícula, longitud de onda, etc.

Según el tipo de inferencia, nuestro tema de investigación comprende el tipo deductivo, ya que, este tipo de investigación nos exige verificar un fenómeno en particular que se pueda presentar en el proceso. En nuestro caso, nosotros verificaremos algunos enunciados planteados en bibliografía que nos ayudaran a llegar a nuestro objetivo. En el aspecto de la síntesis de nanopartículas recae en la técnica a utilizar, ya que, con base en textos, concluimos que el tamaño de partícula puede verse influido por la actividad de ondas sónicas, o también por efectos de temperaturas altas de calcinación.

3.5 Población, planificación, selección y cálculo del tamaño de la muestra

La presente investigación cuenta como población de estudio a las aguas residuales resultantes del tratamiento de cueros de la Curtiembre “Tungurahua” ubicada en la ciudad de Ambato de la provincia de Tungurahua. Dichas muestras de agua cuentan con una concentración determinada, las cuales serán comparadas junto a muestras preparadas de manera artificial con variaciones de concentración, por lo cual el estudio se considera de ámbito finito.

En la parte experimental de nuestra investigación se considera los efectos de nuestras variables a manipular (Temperatura de calcinación y Concentración de Cromo en el agua sintética) frente a la necesidad de obtener partículas de óxido de cromo trivalente a escala nanométrica. Se toman muestras de 100 mL, los cuales servirán para realizar 8 pruebas previas, obteniendo un total de 800 mL y así obtener resultados satisfactorios en cuanto a la investigación posterior.

Para el posterior estudio se considera tres temperaturas diferentes de calcinación y 3 diferentes tipos de concentración de sal de cromo, las cuales, son consideradas muestras artificiales. De cada muestra se toma un volumen de 500 mL. Al realizar las primeras 9 muestras se obtendrá un volumen total de 4,500 Litros. Para las muestras obtenidas del agua residual de la curtiembre “Tungurahua” se tomaron 20 Litros de agua residual, que serán divididas en muestras de 500 mL con 27 repeticiones, obteniendo así un consumo total de 14,500 litros.

3.6 Proceso de síntesis de nanopartículas de óxido de cromo.

Se pone la muestra del agua residual de curtiembre en vasos de precipitación de 500 mL, para posteriormente colocar con la ayuda de una pipeta graduada el agente precipitante (hidróxido de amonio al 96%), controlando el pH con el pH metro. Al mezclar la muestra con la varilla de agitación se pretende homogeneizar todos los reactivos. Posteriormente, se deja reposar la muestra por 24 horas en una cabina de extracción de gases para así obtener una mejor precipitación del flog. Se retira el exceso de agua con jeringas y se coloca la muestra de flog en bandejas pequeñas de aluminio. Las bandejas de aluminio ayudan a que la muestra seque de manera rápida y efectiva, por lo cual, se colocan las bandejas en la estufa por 24 horas a 70°C. Al retirar las muestras ya secas se raspa con la varilla de agitación toda la muestra presente en las bandejas, para posteriormente colocarlas en cápsulas de porcelana. Se colocan las cápsulas en diferentes muflas con temperaturas de 400°C, 600 °C y 800 °C.

Para finalizar el proceso se debe retirar la muestra con guantes y pinzas para cápsulas, donde, se retira el óxido de cromo y se tritura para colocarlo en tubos de ensayo con tapa rosca para enviarlos a caracterizar.

3.6.1 Concentración de cromo en el agua residual

La concentración de cromo en el agua residual de curtiembre sin agregar ningún agente reactivo, obtenida de la curtiembre Tungurahua se realizó con el fotómetro HACH DR2800, donde primero se colocó una muestra con agua destilada (blanco), para después colocar una pequeña cantidad de la muestra y ser analizada.

La muestra llevada al análisis fue previamente oxidada, debido a que el cromo presente en el agua residual es Cr^{3+} y el cromo que analiza el fotómetro HACH DR2800 solo permite analizar Cr^{6+} . Para este proceso se utilizan: 7 mL de ácido sulfúrico, 10 mL de ácido perclórico, 5 mL de ácido nítrico y 10 mL del agua residual, esto se lleva a ebullición hasta un viraje de verde intenso a naranja.

Luego de conseguir este tono, se diluye la muestra en 100 mL de agua destilada, para poder obtener por segunda vez un mililitro y diluir en 100 mL, obteniendo así un valor de 0,310 mg/L. siendo así un total de 310 mg/L debido a las disoluciones realizadas en el proceso.

3.6.2 Concentración de cromo en el agua residual con agente precipitante

Al momento de medir el cromo que está presente en el agua residual de la curtiembre, se colocó el agente precipitante hasta llegar a un pH de 10. Al transcurrir las 24 horas, toda la muestra precipitó y se procedió a retirar el excedente de agua para poder analizar el precipitado. Utilizando el mismo proceso, se obtiene un resultado de 246 ppm.

3.7 Concentración de sodio

La concentración de sodio en la muestra de agua residual de la Curtiembre “Tungurahua” fue determinada mediante un análisis en un espectrómetro de absorción atómica iCE 3300. Para el análisis de Sodio en la muestra de agua residual se procedió a pesar 0,098 g de NaCl y luego se a diluirlo en agua destilada. Después se aforó esta disolución en un balón de 250 mL para obtener una concentración de 1000 ppm y a partir de esta solución se extrajo 1 mL y se aforó con agua destilada en un balón de 100 mL con la finalidad de obtener una solución a 10 ppm.

Luego se extrajeron 5 diferentes muestras de esta solución (balón de 100 mL) para aforarlas en balones de 50 mL cada una y obtener muestras de 0, 0.5, 1, 2 y 3 mg/L, estos sirvieron como estándares para poder medir el agua residual y poder obtener un valor exacto de concentración realizando 3 ensayos

Tabla 1-3: Ensayos y concentraciones de sodio en agua residual

Ensayo	Concentración de sodio (mg/L)
1°	6662.247
2°	6805.970
3°	6821.478
Promedio	6763.231

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

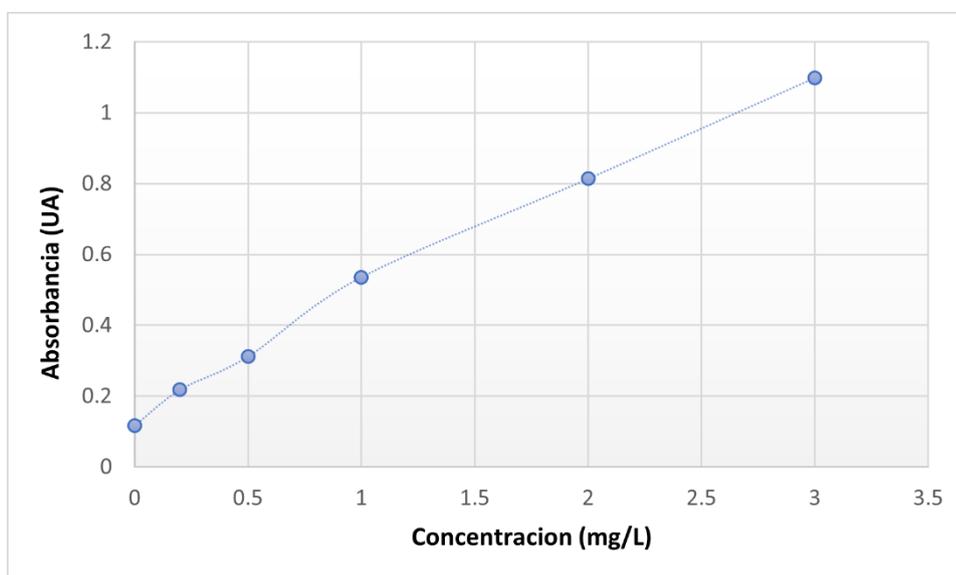


Ilustración 1-3: Curva de calibración con datos estándares

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

3.8 Concentración de calcio

Para determinar la concentración de calcio presente en la muestra de agua residual se tomaron 25 mL de agua, en la cual se colocó 1 mL de cianuro de potasio KCN), con 1 mL de hidróxido de sodio, el cual estará a una concentración de 1N.

En la muestra se coloca el indicador Murexida en poca cantidad, la cual le aportará un color rosa intenso a la muestra. Para determinar la concentración se debe realizar además una titulación con EDTA con una concentración de 0,02 M. Al darse un viraje de color rosa a lila se puede calcular

con la cantidad de EDTA colocado en la muestra, el cual a su vez representa la concentración de calcio presente en la muestra. Obteniendo una concentración de calcio de 11.5 mg/L.

3.9 Preparación de agua sintética

Para la parte experimental de nuestro trabajo integral de titulación se realizaron muestras de agua sintética para verificar la eficiencia del agente precipitante, filtración, y secado de muestras, donde se tomó la concentración del cromo, el pH y las temperaturas como variables de las muestras.

Tabla 2-3: Valores de concentración de cromo en agua, temperatura y masa final obtenida

Concentración de Cr (M)	Temperatura (°C)	Masa obtenida (g)
0,0256	400	2,4765
0,0256	600	1,9899
0,0256	800	2,1460
0,0383	400	1,8798
0,0383	600	1,9778
0,0383	800	2,7895
0,05	400	2,0986
0,05	600	2,5373
0,05	800	1,9853

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Con antecedentes de la concentración del cromo presente en el agua de curtiembre se realizaron 3 muestras con una molaridad de 0,0256; 0,0383; y 0,05. Para estas muestras de agua sintética realizada con agua destilada y sal de cromo usada en el proceso de curtiembre se utilizó agentes precipitantes como hidróxido de amonio e hidróxido de potasio, teniendo resultados más favorables con el hidróxido de amonio, obteniendo un pH de 10 con poca cantidad y resultados más precisos.

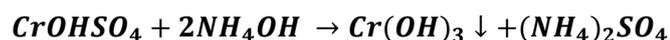
En cuanto las muestras precipitaban se formaba una capa de agua y otra del precipitado, primero se filtró las muestras con una bomba al vacío, con la ayuda de papel filtro, en donde por la cantidad de precipitado se decidió sacar el excedente de agua por medio de jeringas y el precipitado colocar en bandejas de aluminio para dejar secar las muestras por 24 horas a 70 °C, obteniendo así un mejor resultado sin pérdidas de precipitado y sin contaminación de las muestras a causa del papel filtro. El secado de las muestras se realizó en bandejas de aluminio, las cuales al transcurrir 24 horas se solidificaba el precipitado para luego colocar la muestra en cápsulas y colocarlas en la mufla con variantes de temperatura de 400 °C, 600 °C y 800 °C. al salir las cápsulas se pesaba el contenido de la muestra la cual ya está transformada a óxido de cromo.

CAPÍTULO IV

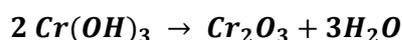
4 ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

4.1 Reacciones químicas del proceso

Ecuación 1-4: Síntesis de hidróxido de cromo



Ecuación 2-4: Síntesis de óxido de cromo



4.2 Caracterizaciones del óxido de cromo sintetizado

4.2.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Para las caracterizaciones establecidas en nuestro trabajo de investigación (Difracción de rayos X (DRX), dispersión de luz dinámica (DLS) y microscopía electrónica de barrido (MEB) se tomó primero una muestra patrón la cual fue realizada como agua sintética, puesto que esta agua solo contiene la sal de cromo utilizada en la curtiembre, tiene un pH de 10, precipitada con hidróxido, y calcinada a 800°C.

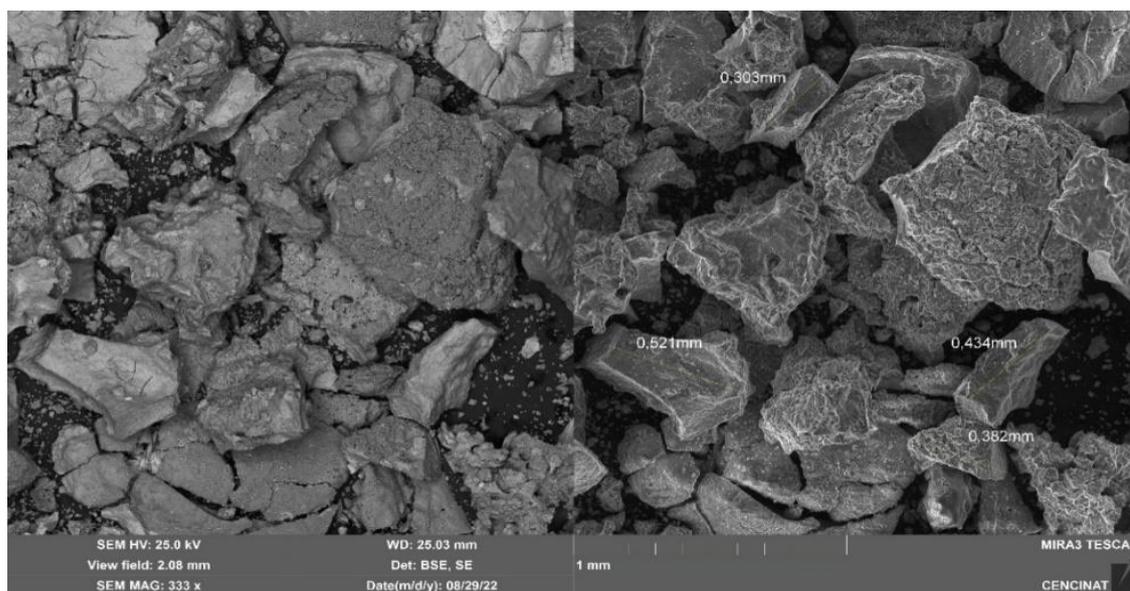


Ilustración 1-4: Imagen de microscopía electrónica de barrido de partículas de Cr₂O₃ (0,05 M; 10 pH; 800°C)

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

4.2.1.1. Muestras con pH 9

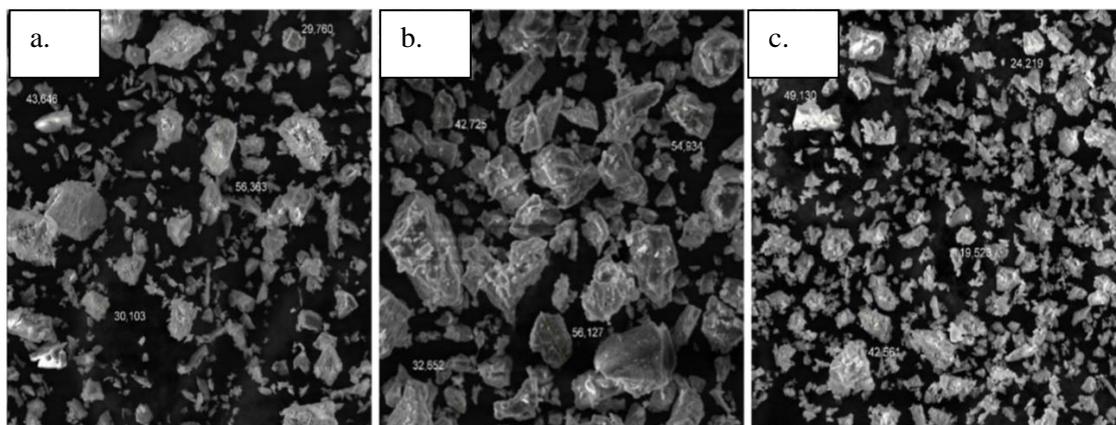


Ilustración 2-4: Imagen de microscopia electrónica de barrido de partículas de Cr_2O_3 pH 9

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración 2-4 se observan las muestras con pH 9 sometidas a 400°C, 600°C y 800°C. En la imagen (a) de la ilustración 2-4 se observa la caracterización MEB de la segunda repetición, donde, se obtuvieron micropartículas de tamaño entre 20 a 70 micrómetros en promedio a todas las repeticiones realizadas. Las muestras sometidas a 600°C dieron resultados entre 28 a 61 micrómetros como promedio entre todas las muestras caracterizadas, por lo cual, se escogió la imagen (b) de la ilustración 2-4 de la tercera repetición con un pH de 9,11 sometidas a 600°C debido a su distribución y tamaño. Las muestras calcinadas a 800°C dieron un rango de medidas entre 18 y 102 micrómetros con una mejor dispersión. La imagen (c) de la ilustración 2-4 muestra las micropartículas medidas gracias al programa imageJ donde se obtuvieron partículas más dispersas y de mayor tamaño, donde 4 de ellas han sido medidas.

4.2.1.2. Muestras con pH 10

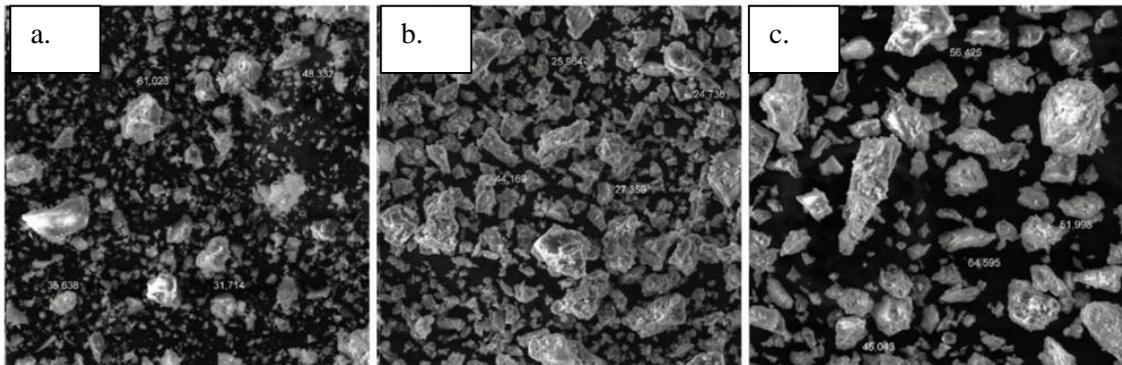


Ilustración 3-4: Imagen de microscopía electrónica de barrido de partículas de Cr_2O_3 a pH 10

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Las muestras obtenidas brindan micropartículas de mayor tamaño con temperaturas de 600°C , sin embargo, se encontraron valores entre 6 a 180 micrómetros con un pH de 10, de esta manera, con el programa imagej se observó la micropartícula más pequeña con un valor de $7,138\ \mu\text{m}$. Las micropartículas observadas fueron obtenidas de muestras con un pH de 10 con diferentes temperaturas de calcinación. Las muestras calcinadas a 400°C obtuvieron micropartículas con un rango de 28 a 69 micrómetros, las cuales a comparación con las demás imágenes la mejor fue la imagen (a) de la Ilustración 3-4 con una mejor dispersión y claridad. Ente las muestras expuestas en la Ilustración 3-4 la que tiene más condensación son las muestras calcinadas a 600°C .

4.2.1.3. Muestras con pH 11

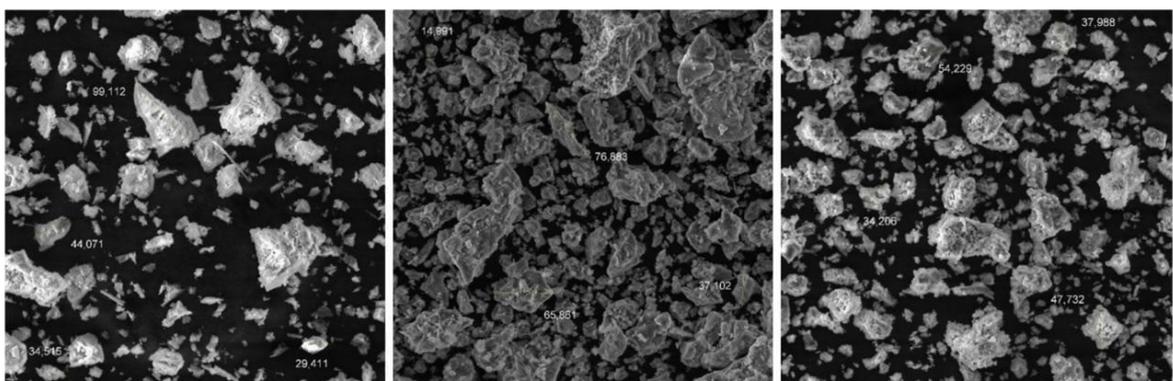


Ilustración 4-4: Imagen de microscopía electrónica de barrido de partículas de Cr_2O_3 con pH 11

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Las partículas de las muestras sometidas a 400°C, 600°C y 800°C se observaron que están más dispersas y con mayor claridad, donde, el programa imagej nos ayudó a observar de manera clara cada partícula medida. Las partículas se encuentran dispersas, sin embargo, en varias muestras se acumulan en diferentes lugares, encontrando así varias moléculas en un solo lugar, haciendo difícil la medición de cada una de las mismas. El pH de 11 tiene un rango de medidas entre 20 a 110 micrómetros. Las muestras sometidas a 600°C mostradas en la imagen (b) de la Ilustración 4-4 muestra el valor mayor de 201,91µm. La temperatura de 800°C de calcinación da paso a muestras más claras y dispersas en cuanto a las imágenes.

Las muestras observadas en las imágenes (a), (b) y (c) de la Ilustración 4-4 fueron seleccionadas por su claridad y dispersión de cada micropartícula observada en el microscopio electrónico de barrido.

Todas las partículas caracterizadas por el programa imagej del primer, segundo y tercer análisis se diferencian en pequeños micrómetros, sin embargo, a la vista las caracterizaciones de 600°C en el primer y segundo análisis se parecen mucho. Las demás muestras observadas por el microscopio electrónico de barrido tienen las partículas más dispersas e incluso se encuentran partículas muy pequeñas.

4.2.2 Difracción de rayos X

La técnica de difracción de rayos X nos permitió analizar las 27 muestras con partículas de óxido de cromo obteniendo los siguientes resultados:

4.2.2.1 Muestra Patrón

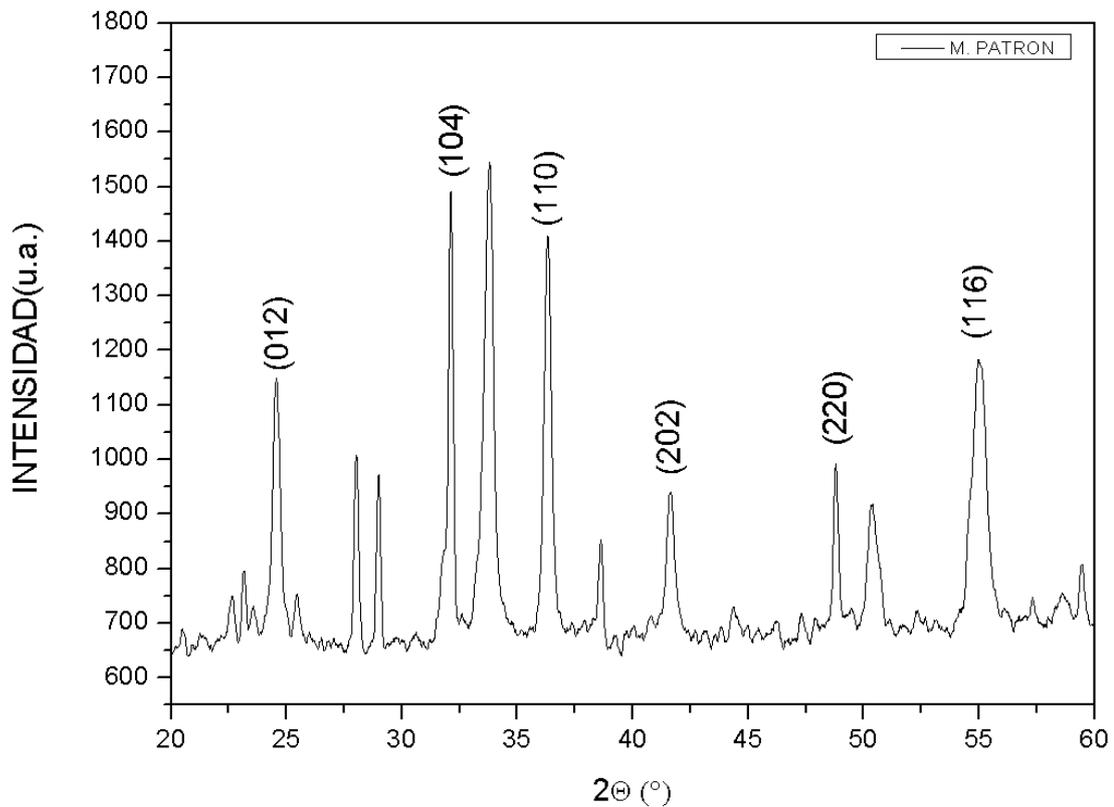


Ilustración 5-4: Difractograma de rayos X de muestra patrón (Agua sintética-Sal Pura)

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Como se observa en la ilustración 5-4 la muestra patrón sintetizada a partir de sal de cromo pura se visualiza picos pronunciados que, posterior a suavizar el difractograma en el software OriginPro, evidencian la dirección angular y la intensidad de cromo en la muestra, así como, los planos más representativos de dichos picos. Estos planos fueron comparados en relación con la carta de difracción de Kantor A, Kantor I, Merlini M, Glazyrin K, Prescher C, Hanfland M, Dubrovinsky. (2012), de Zachariassen, (1928). y del difractograma ya tratado por Abdullah, Rajab y Al-Abbas (2014) donde se comprueba que los valores son parecidos y existe un rango de desplazamiento mínimo.

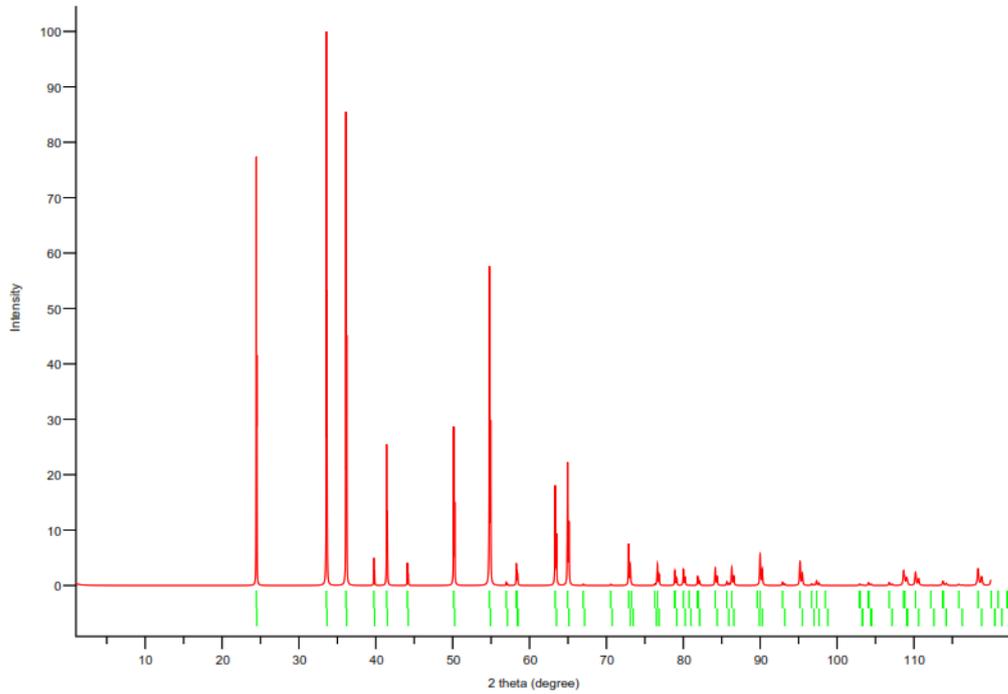


Ilustración 6-4: Difractograma de rayos X de carta de difracción (Kantor, 2012)

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

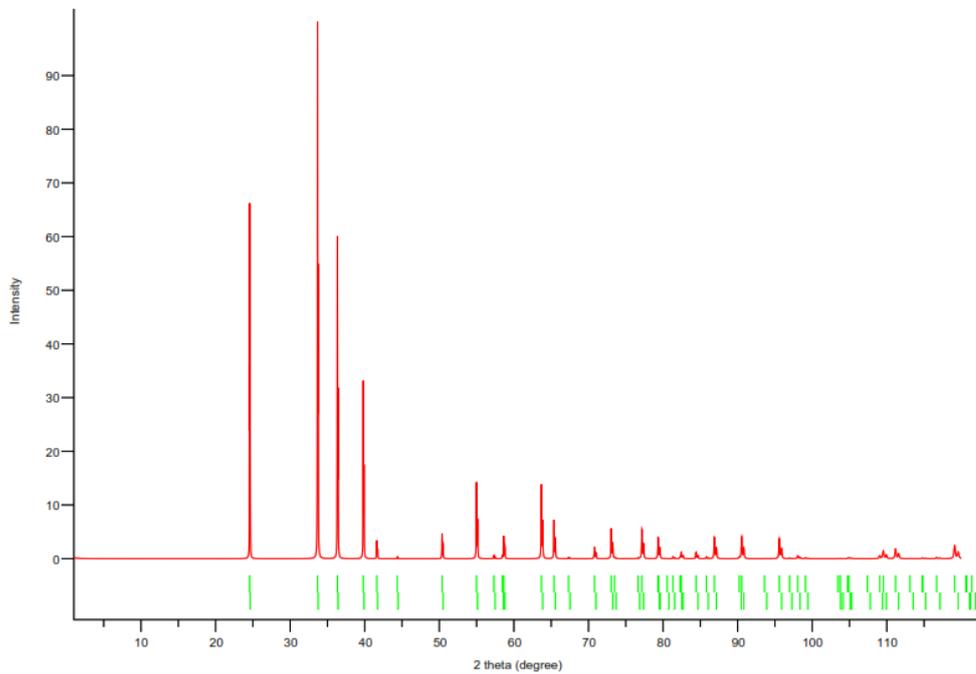


Ilustración 7-4: Difractograma de rayos X de carta de difracción (Zachariasen, 1928)

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

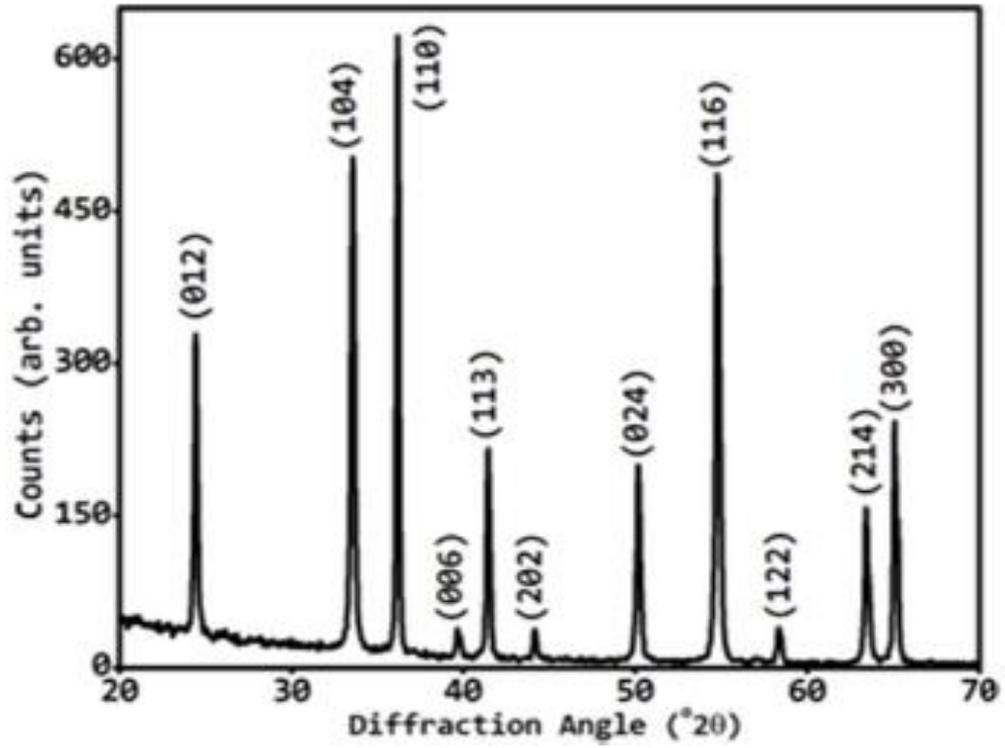


Ilustración 8-4: Difractograma de rayos X de nanoestructuras de Óxido de Cromo
Realizado por: Abdullah, Rajab & Al-Abbas, 2014

4.2.2.2 Comparación entre muestras a temperatura de calcinación 400°

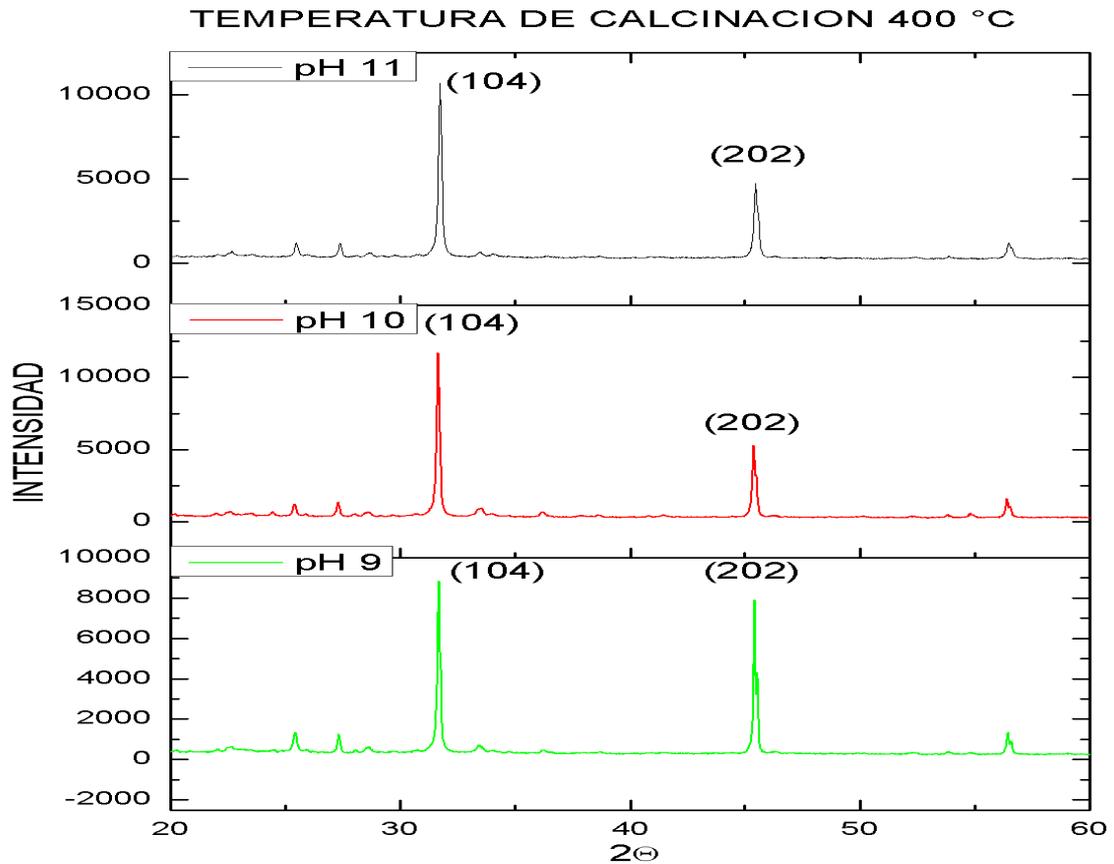


Ilustración 9-4: Comparativa entre difractogramas de muestras a pH 9, 10, 11 sometidas a temperatura de 400°C

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración 9-4 podemos encontrar una comparativa entre los 3 difractogramas de las muestras correspondientes a los valores de pH 9, 10 y 11. En esta gráfica se observa que existen dos picos notoriamente pronunciados que representan a los planos angulares 104 y 202 que concuerdan con los picos y planos observados en los difractogramas de Abdullah y Kantor.

4.2.2.3 Comparación entre muestras a temperatura de Calcinación 600°

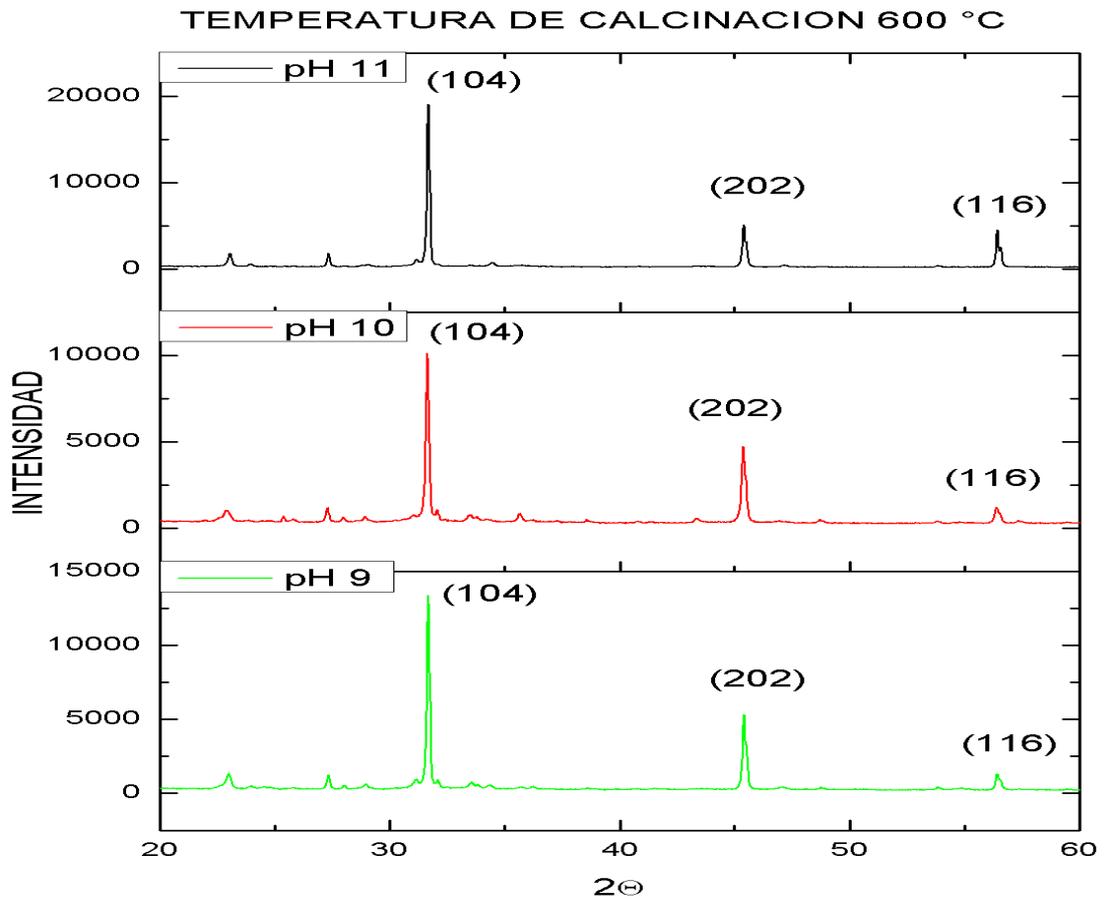


Ilustración 10-4: Comparativa entre difractogramas de muestras a pH 9, 10, 11 sometidas a temperatura de 600°C

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Tal como en la gráfica anterior, en la ilustración 10-4 también se puede observar la presencia de picos en los planos 104 y 202, además de un nuevo pico en el plano 116 que concuerda con los difractogramas consultados en bibliografía.

4.2.2.4 Comparación entre muestras a temperatura de Calcinación 800°

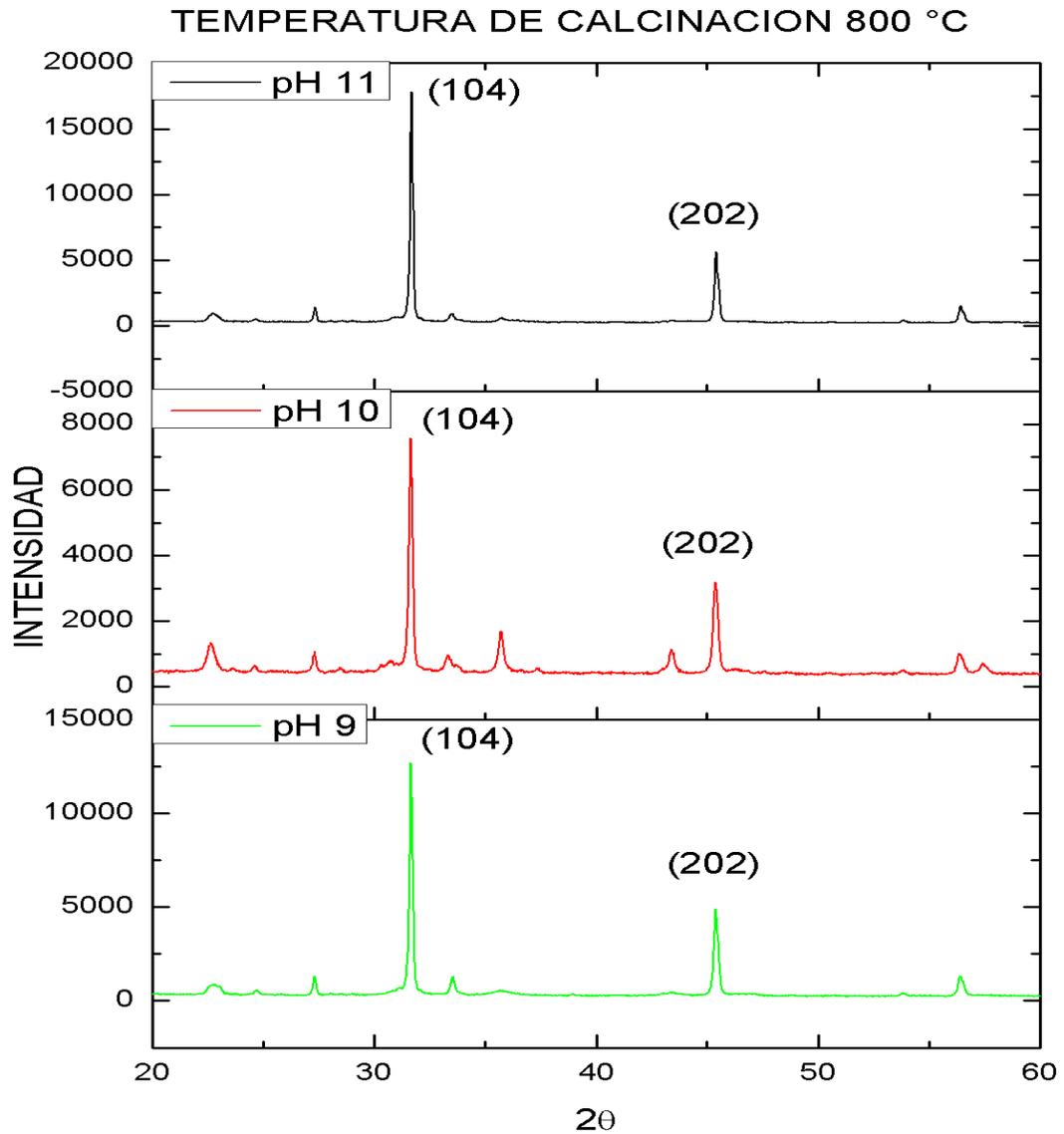


Ilustración 11-4: Comparativa entre difractogramas de muestras a pH 9, 10, 11 sometidas a temperatura de 800°C

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración 11-4 se observa que existe la presencia de picos con intensidad variable en los mismos planos angulares 202 y 104. La similitud entre las tres gráficas es que existe picos en los mismos planos angulares, pero difieren entre sí en la intensidad de estos.

4.2.2.5. Comparación entre muestras a pH 9

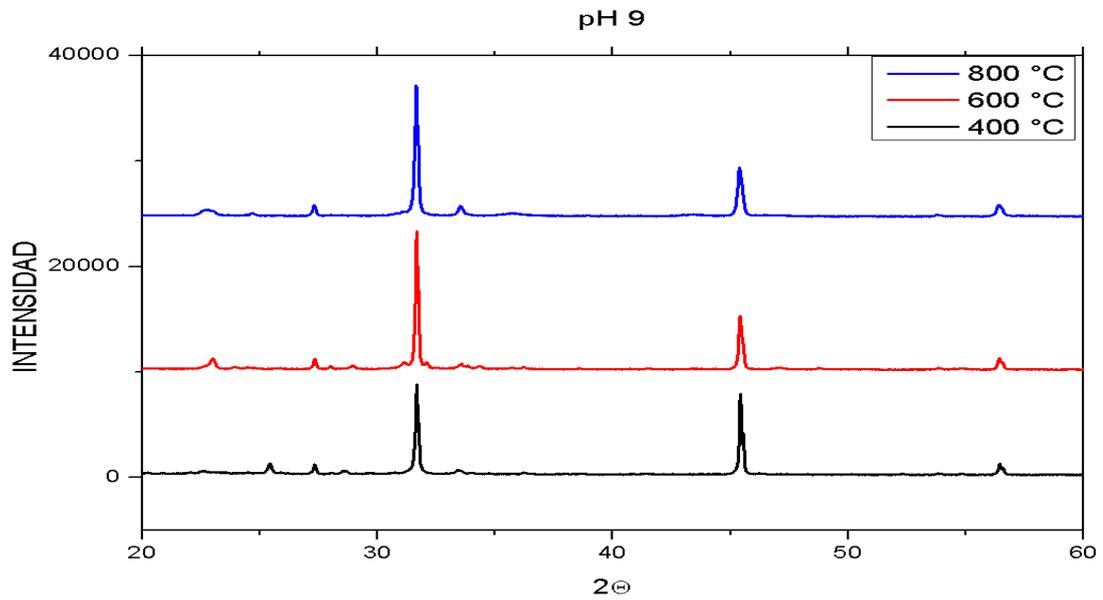


Ilustración 12-4: Comparativa entre difractogramas de muestras a temperatura de 400, 600 y 800°C sometidas a pH 9

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración 12-4 podemos observar que los picos se mantienen en la misma posición a pesar de que se varía la temperatura de calcinación. Sin embargo, la diferencia entre los tres es que existe una intensidad de señal mayor a 600°C.

4.2.2.6. Comparación entre muestras a pH 10

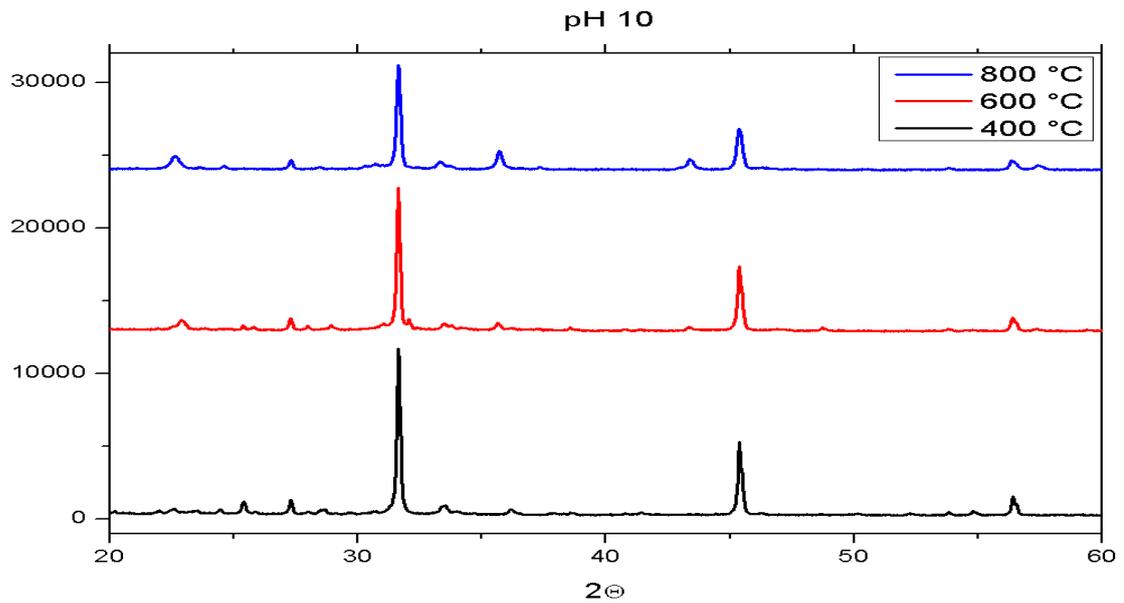


Ilustración 13-4: Comparativa entre difractogramas de muestras a temperatura de 400, 600 y 800°C sometidas a pH 10

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración 13-4 se puede observar unas ligeras diferencias en cuanto a la presencia de picos, ya que, entre las tres muestras, se existen picos muy pequeños. En este caso, a un pH de 10 existe una señal más fuerte a temperatura de calcinación de 400°C.

4.2.2.7. Comparación entre muestras a pH 11

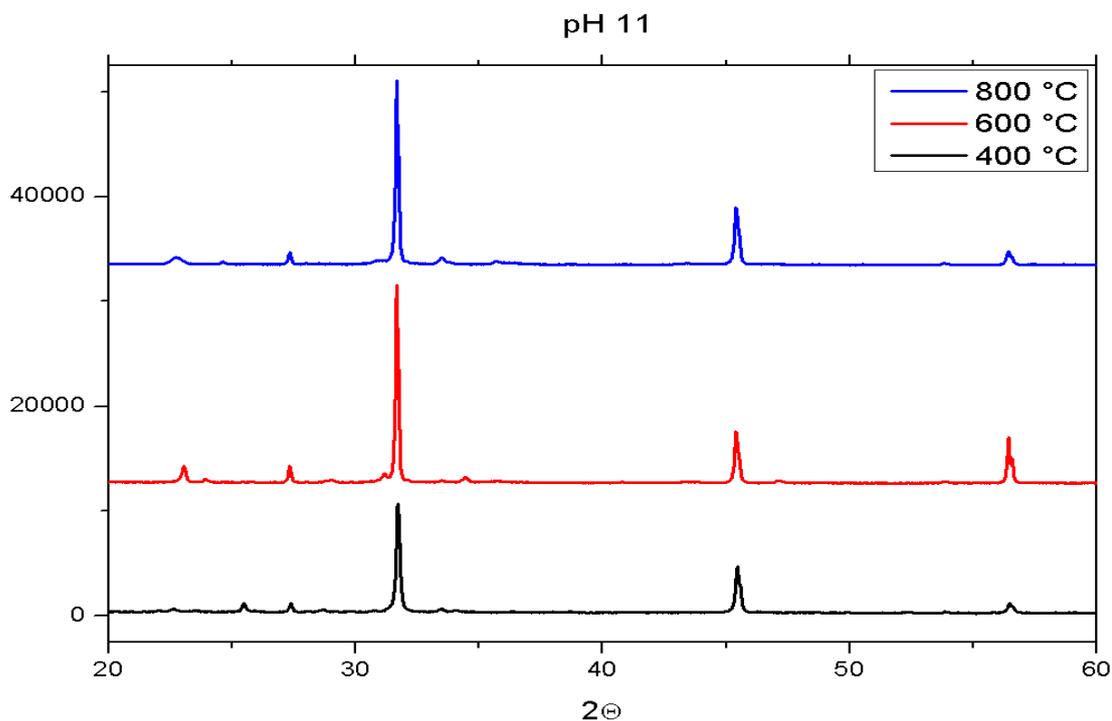


Ilustración 14-4: Comparativa entre difractogramas de muestras a temperatura de 400, 600 y 800°C sometidas a pH 11

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Finalmente, en la comparativa de la ilustración 14-4 se puede observar que existe una señal más fuerte en los picos de la muestra que fue sometida a una temperatura de calcinación de 600°C y a un pH de 11.

4.2.3 Espectroscopia de rayos X de energía dispersiva.

Las 27 muestras de Cr_2O_3 también fueron analizadas de manera individual mediante EDS (espectroscopia de rayos X de energía dispersiva) con el fin de determinar los elementos presentes en la muestra, así como el porcentaje de cada uno de ellos. Obteniendo los siguientes resultados:

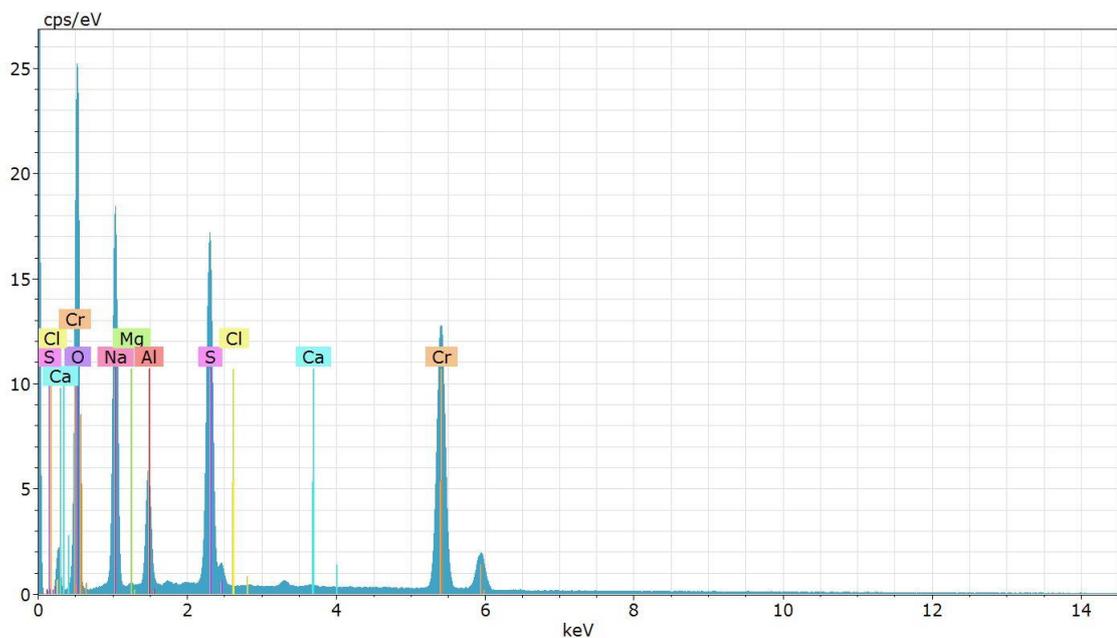


Ilustración 15-4: Espectro EDS de muestra patrón de agua sintética

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración 15-4 se logra observar que existen picos pronunciados que evidencian elementos como: calcio, cloro, azufre, aluminio, magnesio, sodio, oxígeno y cromo, siendo estos dos últimos los elementos principales, ya que la Sal contiene oxígeno y cromo.

Tabla 1-4: Elementos encontrados en muestra patrón

Elemento	% Masa	% Átomo
Oxígeno	42.893	61.109
Sodio	16.967	16.822
Magnesio	0.104	0.097
Aluminio	3.377	2.853
Azufre	11.133	7.914
Cloro	0	0
Calcio	0.115	0.065
Cromo	25.415	11.142

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Según la Tabla 1-4, se puede observar que los elementos que tienen más porcentaje de masa son precisamente los que nosotros ya conocemos, que están presentes en la sal y que son los principales en nuestro estudio.

4.2.3.1 Muestras a temperatura de calcinación 400 °C

Tabla 2-4: Elementos encontrados en muestras con pH 9, 10 y 11 a Temperatura de calcinación 400°C

Temperatura de Calcinación 400°C						
Elemento	pH=9		pH=10		pH=11	
	% Masa	% Átomo	% Masa	% Átomo	% Masa	% Átomo
Oxígeno	46.149	62.149	41.188	56.770	43.923	59.521
Sodio	16.621	15.578	21.201	20.337	17.899	16.880
Magnesio	1.677	1.487	1.791	1.625	1.629	1.455
Aluminio	0.633	0.5056	0.092	0.075	1.947	1.565
Azufre	8.229	5.529	5.878	4.043	5.483	3.707
Cloro	16.615	10.098	21.369	13.292	23.171	14.170
Calcio	3.888	2.0906	2.069	1.139	1.787	0.967
Cromo	6.187	2.564	6.409	2.718	4.157	1.733

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la tabla 2-4 se representan los porcentajes de masa y átomo de cada elemento presente en la sal, de cada una de las muestras tratadas a una temperatura de calcinación de 400°C y pH 9, 10 y 11. Entre las repeticiones de cada grupo se realizó una media para hacer una comparación y se puede observar que existe más porcentaje de oxígeno seguido de sodio, esto se justifica, ya que en el proceso de curtido el agua residual es tratada con ácido sulfúrico y sales como Cloruro de sodio, Cal e Hidróxido de sodio para evitar la descomposición temprana del cuero.

4.2.3.2 Muestras a temperatura de calcinación 600°C

Tabla 3-4: Elementos encontrados en muestras con pH 9, 10 y 11 a Temperatura de calcinación 600°C

Temperatura de Calcinación 600°C						
Elemento	pH=9		pH=10		pH=11	
	% Masa	% Átomo	% Masa	% Átomo	% Masa	% Átomo
Oxígeno	32.668	48.277	35.007	50.220	34.717	49.745
Sodio	20.144	20.717	24.169	24.129	23.679	23.612
Magnesio	0.762	0.741	1.485	1.402	1.715	1.618
Aluminio	0.045	0.0391	0.634	0.539	1.245	1.058
Azufre	8.829	6.5097	5.368	3.842	6.191	4.426
Cloro	29.624	19.757	23.695	15.340	24.071	15.565
Calcio	2.621	1.547	2.045	1.170	2.124	1.215
Cromo	5.308	2.414	7.599	3.354	6.255	2.757

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la Tabla 3-4 se recopilan los datos de las muestras de partículas de Óxido de Cromo que fueron sintetizadas a temperatura de calcinación 600°C y controlando pH de 9, 10 y 11 respectivamente con sus valores más representativos entre repeticiones. De la misma manera se visualiza un gran porcentaje de oxígeno, sodio y de cloro que justifican el tratamiento del agua residual en el proceso de curtiembre y la adición de diferentes sales.

4.2.3.3 Muestras a temperatura de calcinación 800°C

Tabla 4-4: Elementos encontrados en muestras con pH 9, 10 y 11 a Temperatura de calcinación 800 °C

Temperatura de Calcinación 800°C						
Elemento	pH=9		pH=10		pH=11	
	% Masa	% Átomo	% Masa	% Átomo	% Masa	% Átomo
Oxígeno	34.573	49.895	36.852	52.310	36.326	51.085
Sodio	22.844	22.943	23.922	23.631	25.490	24.947
Magnesio	1.123	1.067	1.278	1.193	1.626	1.505
Aluminio	0.086	0.074	0.357	0.299	0.916	0.764
Azufre	5.972	4.300	4.040	2.862	4.441	3.116
Cloro	27.672	18.022	23.545	15.082	23.919	15.18
Calcio	2.002	1.153	1.931	1.093	1.959	1.100
Cromo	5.726	2.542	8.076	3.527	5.318	2.301

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Finalmente, en la tabla 4-4 tenemos los datos tratados de las 3 muestras representativas entre repeticiones que fueron sintetizadas a una temperatura de calcinación de 800°C y controladas a pH de 9, 10 y 11 respectivamente. Así como en las anteriores gráficas, se repite el incremento significativo en Oxígeno y sodio debido a los compuestos usados propiamente en la industria del cuero.

4.3 Análisis de diseño factorial

4.3.1 Datos del experimento

Factor A: pH de la muestra de agua residual con el agente precipitante

Factor B: Temperatura de calcinación

Factor de interacción: Interacción entre el pH y la temperatura

Variable respuesta: Masa de óxido de cromo

Tabla 5-4: Niveles de cada factor

Niveles	A: pH	B: Temperatura
Bajo	9	400
Medio	10	600
Alto	11	800

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

4.3.2 Diseño factorial 3^2

Debido a que tenemos dos factores con tres niveles en cada uno, se procedió a realizar un diseño factorial 3^2 por ende, se dispone de 9 tratamientos. Para esta investigación se realizaron 3 réplicas por cada tratamiento.

Tabla 6-4: Aplicación de diseño factorial 3^2

Tratamiento	pH	Temperatura(°C)	Masa (g)		
1	9	400	3.98	4.43	4.57
2	9	600	4.18	3.96	4.59
3	9	800	3.41	3.7	4.56
4	10	400	2.7	4.96	4.92
5	10	600	3.87	4.79	4.22
6	10	800	3.13	2.0014	4.23
7	11	400	4.47	4.92	5.65
8	11	600	3.57	4.88	5.98
9	11	800	4.33	4.92	4.86

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

4.3.3 Modelo estadístico

El modelo se puede escribir considerando el efecto individual de cada factor y de la interacción entre ambos (Pulido & De la Vara, 2008) y se lo muestra a continuación en la ecuación 3-4:

Ecuación 3-4: Ecuación de modelo estadístico

$$Y_{ijk} = \mu + \gamma_i + \delta_j + (\gamma\delta)_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

con $i = 1,2,3; j = 1,2,3; k = 1, \dots, n$

Donde

μ : es la media general

γ_i : es el efecto del factor A en su nivel i.

δ_j : es el efecto del factor B en su nivel j.

$(\gamma\delta)_{ij}$: es el efecto de interacción de ambos en los niveles i j.

ε_{ijk} : es el error aleatorio que se supone sigue una distribución normal con media cero y varianza constante

n : es el número de réplicas de cada tratamiento.

4.3.4 Realización del ANOVA

Pasos:

1. Planteamiento de hipótesis:

Efecto A

$$H_0: \text{Efecto A} = 0$$

$$H_1: \text{Efecto A} \neq 0$$

Efecto B

$$H_0: \text{Efecto B} = 0$$

$$H_1: \text{Efecto B} \neq 0$$

Efecto AB

$$H_0: \text{Efecto AB} = 0$$

$$H_1: \text{Efecto AB} \neq 0$$

2. Nivel de significancia

$$\alpha = 0.05$$

3. Estadístico de Prueba

Ecuación 4-4: Fórmula para determinar estadísticos de prueba

$$F(\text{Factor}) = \frac{CM_{\text{Factor}}}{CM_{\text{Error}}}$$

4. Regla de decisión

Si $p - \text{value} < \alpha$ entonces se rechaza H_0

Si $p - \text{value} \geq \alpha$ entonces no se rechaza H_0

5. Cálculos y decisión

Tabla 7-4: Datos para cálculos de decisión

A: pH	B: Temperatura		
	400	600	800
9	3.98	4.18	3.41
	4.43	3.96	3.7
	4.57	4.59	4.56
10	2.7	3.87	3.13
	4.96	4.79	2.0014
	4.92	4.22	4.23
11	4.47	3.57	4.33
	4.92	4.88	4.92
	5.65	5.98	4.86

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

Tabla 8-4: ANOVA para el diseño 3^2

FV	SC	GL	CM	F0	p-value
A: Ph	4.507389182	2	2.253694591	3.62134138	0.047668662
B: Temperatura	2.003933182	2	1.001966591	1.61000656	0.227374477
AB	1.004014809	4	0.251003702	0.40332443	0.803749115
Error	11.20206531	18	0.622336961		
Total	18.71740248	26			

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

A un nivel de confianza del 95%, se observa que dado el factor A representado por el pH, debido a que el $p\text{-value} < \alpha$ rechazamos, H_0 por ende existe suficiente evidencia para decir que la hipótesis alternativa es cierta, concluyendo que el efecto de dicho factor es significativo sobre la variable de respuesta (volumen del óxido de cromo). En cuanto al factor B representado por la Temperatura y la interacción entre A y B (interacción entre el pH y la Temperatura), no rechazamos la hipótesis nula, concluyendo que dichos efectos no son significativos sobre la variable de respuesta.

En resumen, el ANOVA nos muestra que existe una influencia significativa sobre el volumen del óxido de cromo solo por parte del factor pH, el otro factor Temperatura y la interacción entre ambos factores no influyen significativamente sobre la variable de respuesta.

4.3.5 Tamaño del efecto

Ecuación 5-4: Ecuación de tamaño del efecto

$$\eta^2 = \frac{SC_{EFECTO}}{SC_T}$$

	η^2
A:pH	0.240812751
B:Temperatura	0.107062568
AB	0.053640713

Ilustración 16-4: Tamaño del efecto A, B Y AB

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

El tamaño del efecto η^2 es grande para el efecto del factor pH, mediano para el efecto del factor Temperatura y pequeño para el efecto de interacción entre ambos factores. Coincide con los resultados del ANOVA, en el cual se mostró que el único efecto significativo sobre la variable de respuesta es el efecto del pH.

4.3.6 Gráfica de los efectos

4.3.6.1 Efectos principales

Tabla 9-4: Efectos principales de factor pH y Temperatura

A: pH	Medias	B: Temperatura	Medias
9	4.153333333	400	4.511111111
10	3.869044444	600	4.448888889
11	4.842222222	800	3.9046

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

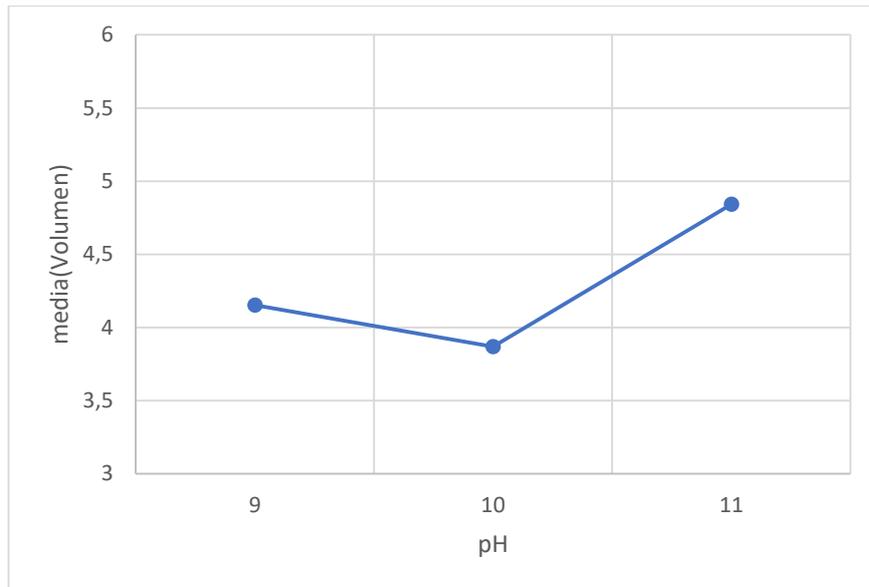


Ilustración 17-4: Efecto principal pH

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración del efecto principal pH predomina la componente cuadrática, ya que se observa una marcada diferencia entre la pendiente del segundo y la del primer segmento.

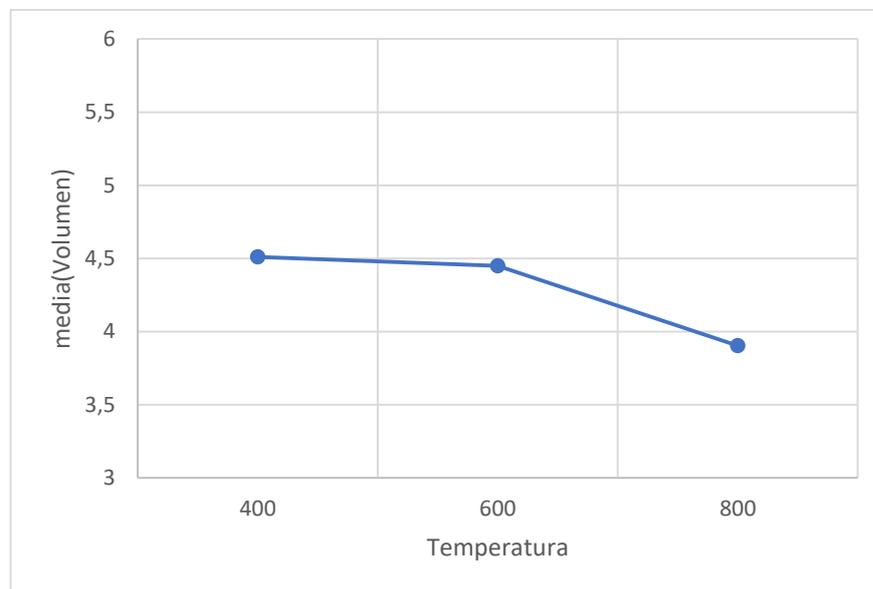


Ilustración 18-4: Efecto principal temperatura de calcinación

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración del efecto principal temperatura de calcinación predomina la componente lineal, ya que las líneas tienen una curvatura apenas perceptible, se observa que a mayor temperatura es menor en promedio el volumen del óxido de cromo.

4.3.6.2 Efecto de interacción

Tabla 10-4: Gráfica del efecto principal pH

	B: Temperatura		
A: pH	400	600	800
9	4.326666667	4.243333333	3.89
10	4.193333333	4.293333333	3.120466667
11	5.013333333	4.81	4.703333333

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

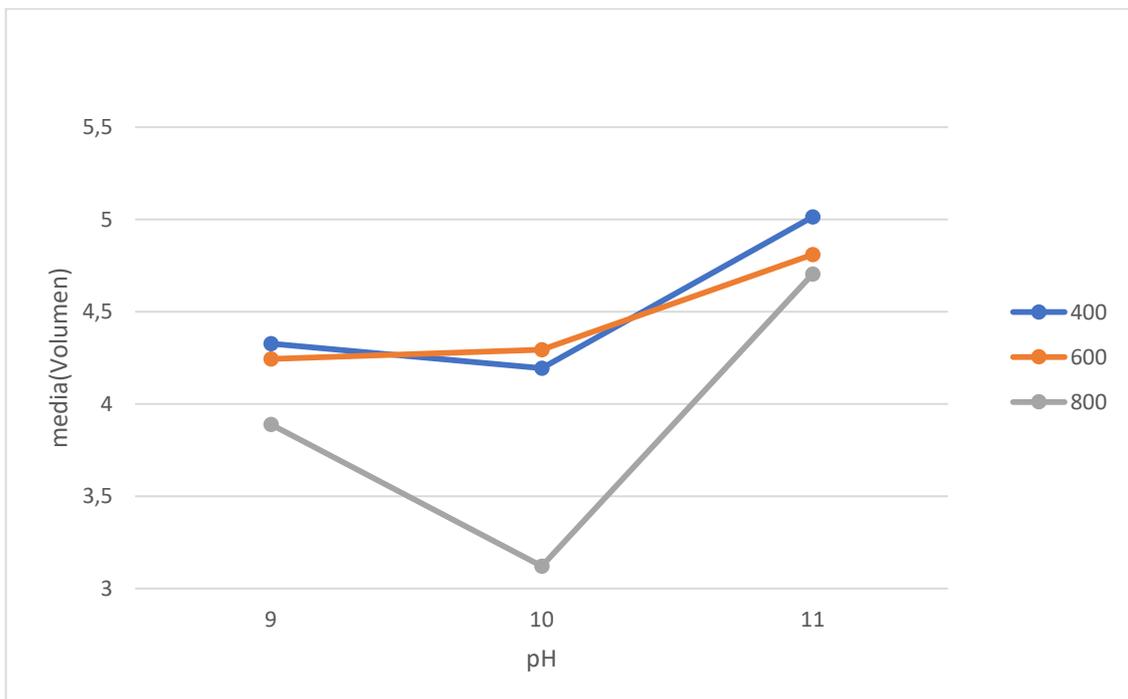


Ilustración 19-4: Efecto de interacción pH y temperatura de calcinación

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

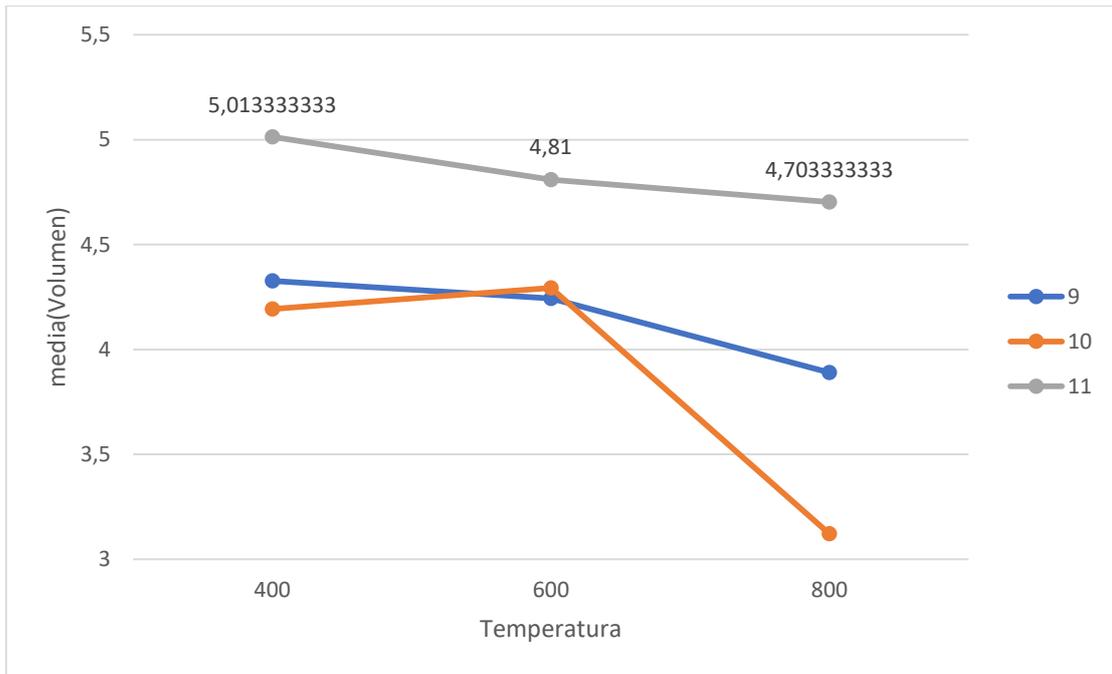


Ilustración 20-4: Efecto de interacción temperatura de calcinacion y pH

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

En la ilustración de interacción no se aprecia un efecto significativo, ya que las líneas tienen pendiente similar, se observa que a un nivel alto del pH y sin importar el nivel de temperatura, se obtiene mejores valores en promedio del volumen del óxido de cromo.

4.4 Prueba de tinción

4.4.1 Vidrio

Se realizó una prueba de tinción en un fragmento de vidrio, la cual resulto favorable, ya que las nanopartículas al poderse disolver en agua hicieron más fácil su uso en el proceso. La prueba fue realizada en una pieza de vidrio proporcionado por la fábrica de vidrio templado de Riobamba, ubicado en la Panamericana norte, salida a Quito. Aquí se nos mencionó que a más del tinte se necesita de otras sustancias que le ayuden a mantener la tinción, ya que existe una decoloración por si sola.



Ilustración 21-4: Prueba de tinción en vidrio

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

4.4.2 Porcelana y madera

Se aplicó las nanopartículas disueltas en agua a un cuadro realizado a base de porcelana fría y madera tríples, obteniendo una tinción óptima, sin embargo, se comprobó que el tinte necesita ser mezclado con un poco de pintura blanca para tener una mejor fijación en la madera y porcelana.



Ilustración 22-4: Prueba de coloración en fondo y ojos de pintura

Realizado por: Gallegos, J.; Vicuña, K. 2022.

CONCLUSIONES

La concentración de cromo en el agua residual fue de 0.315 ppm, de los cuales se recuperó 0.246 ppm de cromo que no reaccionó en el proceso de curtido gracias a la adición de hidróxido de amonio como precipitante. Posteriormente, esta sal recuperada se logró tratar con temperaturas altas para obtener 115.7614 gramos de óxido de cromo con un tamaño micrométrico.

Mediante experimentación se logró corroborar que las variables pH, concentración de agente precipitante, temperatura de calcinación y concentración de cromo influían entre sí en la síntesis de nanopartículas, ya que, a una temperatura de calcinación moderada de 600°C se logra convertir el hidróxido a óxido. Además, controlando el pH a 11 junto con el hidróxido de amonio se obtuvo una mejor precipitación de las partículas.

La aplicación del análisis por Microscopía electrónica de barrido permitió comprobar que la muestra analizada tenía un tamaño superior a los 500 nm, mientras que en el análisis por difracción de Rayos X nos permitió corroborar los datos juntamente con fuentes bibliográficas externas, confirmándonos la formación de óxido de cromo III en el proceso, ya que, precisamente los planos cristalográficos coinciden entre sí y nos reafirman que esta sal tiene una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo con un sistema cristalino hexagonal romboédrico. Finalmente, en la espectroscopia de rayos X de energía dispersiva se pudo confirmar la presencia de los elementos contenidos en nuestras muestras, así como sus porcentajes de masa y átomo. Se confirmó la presencia de oxígeno, cromo, sodio, azufre y aluminio.

RECOMENDACIONES

Se recomienda un posterior tratamiento a las partículas de óxido de cromo mediante el uso de técnicas de sonicación para así lograr que se fragmente la partícula y obtener un tamaño nanométrico.

Se considera manipular otras variables como el tiempo de acción del agente precipitante para determinar si existe una mejor captación de precipitados.

Se sugiere someter el agua residual de curtiembre a un previo tratamiento para poder eliminar los iones trazas que están presentes en el agua para así poder obtener una mayor pureza en la síntesis

GLOSARIO

Curtido. Según Villagran & Cuello (2018), es un conjunto de procesos industriales en cuero que tienen la finalidad de otorgarle características como flexibilidad, dureza, y resistencia a descomposición para la fabricación de prendas y accesorios.

Agua Residual Industrial. Se considera un agua residual de tipo industrial al agua que proviene de procesos realizados en establecimientos de grado industrial, según Espigares y Pérez (2005) generalmente estas aguas contienen una gran carga de contaminantes orgánicos e inorgánicos que alteran la composición del agua y por ello representa un potencial peligro ambiental.

Nanopartículas. Materia de naturaleza orgánica o inorgánica con un intervalo de medida de 1 a 100 nm aproximadamente, según Gorke (2016), estas partículas nano métricas se diferencian a sus tamaños macroscópicos presentando diferentes características que las hacen óptimas en algunos campos de la ciencia.

Calcinación. Es un proceso que permite la descomposición térmica de los materiales, según Ruíz & Becerra (2016) se transforma la materia de manera física y química mediante la aplicación de temperaturas elevadas.

Precipitación. Se refiere según Rojas et al., (2017) al proceso químico que se emplea para separación de compuestos, identificación de iones disueltos y análisis cuantitativo, aplicando los principios de solubilidad de sustancias.

BIBLIOGRAFÍA

ALVARADO, J., Y SALVADOR, M., 2021. *Precipitación de fierro y manganeso secuencial de efluentes de drenaje ácidos*. Revista del Instituto de investigación de la Facultad de minas, metalurgia y ciencias geográficas.

ALVITES, A., 2020. *Métodos fisicoquímicos usados en la remoción de Cromo (VI) en aguas residuales de la industria de curtiembre*: Revisión sistemática.

AGUILAR, S., 2019. *Validación del método de calcinación en la determinación del contenido de la materia orgánica del suelo*.

BACA, J., 2018. *Influencia del pH y granulometría de la cáscara de citrus sinensis (naranja) en la bioadsorción de cromo en efluente de etapa de curtido, curtiembre ecológica del norte*.

BENAVENTE, D., ET AL., 2012. *Identificación de minerales mediante difracción de rayos X utilizando bases de datos online de libre acceso. Enseñanza de las Ciencias de la Tierra*.

BOLÍVAR, G., 2021. *Hidróxido de cromo: estructura, propiedades, síntesis, usos*. Lifeder. Recuperado de: <https://www.lifeder.com/hidroxido-cromo/>

BUITRAGO, S., Y COCA, J., 2018. *Revisión del estado actual de la industria de las curtiembres en sus procesos y productos: un análisis de su competitividad*. Revista Facultad de Ciencias Económicas

CÓRDOVA, H., ET AL., 2013. *Influencia del uso de acomplejantes en el baño de curtido sobre la calidad final del cuero*. Revista de la sociedad química del Perú.

DUQUE, O. 2019. *Diseño de un sistema de recuperación de cromo en el proceso de curtido de cuero al cromo en Curtiembres Búfalo*. Trabajo de grado. Universidad de Antioquia.

Espigares, M. y Pérez, A. (2005). *Aguas Residuales Composición*. Vol. 5. Recuperado de: https://cidta.usal.es/cursos/edar/modulos/edar/unidades/LIBROS/logo/pdf/Aguas_Residuales_composicion.pdf.

FARZANEH, F., Y NAJAFI, M., 2011. *Synthesis And Characterization Of Cr₂O₃ Nanoparticles With Triethanolamine In Water Under Microwave Irradiation.* JournalofSciencesIslamicRepublicofIran.

GALINDO, R., 2017. *Esmaltes verdes de cromo.* Cerámica industrial de la Consejería de Educación.

GÓMEZ, M., 2018. *Nanomateriales, nanopartículas y síntesis verde.* Revista Repertorio de Medicina y Cirugía.

GORKA, H., 2016. *Introducción a las nanopartículas Breves apuntes sobre seguridad.* Instituto Madrileño de Estudios Avanzados. Recuperado de: https://www.comunidad.madrid/sites/default/files/contenidos_compuestos/imdea_nps_170316.pdf

GUNATILAKE, S., 2015. *Methods of removing heavy metals from industrial wastewater.* Methods.

HERNÁNDEZ, H., 2014. *Síntesis y Caracterización de Nanofibras de Óxido de Cromo (Doctoral dissertation),* Centro de Investigación en Materiales Avanzados.

JANKOVSKÝ, O., ET AL., 2015. *Simple synthesis of Cr₂O₃ nanoparticles with a tunable particle size.* Ceramics International. Recuperado de: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.12.009>

LUNK, H., 2015. *Discovery, properties and applications of chromium and its compounds.* ChemTexts. Recuperado de: <https://doi.org/10.1007/s40828-015-0007-z>

MACIAS, M., 2015. *Tintura digital de tejidos con colorantes dispersos y reactivos.*

MARBE DEPARTAMENTO QUIMICOS., 2022. *Potasio Cianuro Pro-análisis (ACS) x 1000 g | CICARELLI. MARBE S.A.* Recuperado 14 de diciembre de 2022, de: <https://www.marbequimica.com.ar/catalogo/productos-quimicos/sales/potasio-cianuro-pro-analisis-acx-1000-g-cicarelli>

MINAYO, D., 2014. *Diseño del proceso de obtención de Sulfato de Amonio (fertilizante) a partir de hidróxido de amonio y ácido sulfúrico existentes en las bodegas del Consejo Nacional de Control de Sustancias Estupefacientes y Psicotrópicas (CONSEP).*

MONTOYA, N., CASAS, P., Y WANDURRAGA, C., 2010. *Plomo, cromo III y cromo VI y sus efectos sobre la salud humana.* Ciencia y tecnología para la salud visual y ocular.

ORTIZ, N., Y CARMONA, C., 2015. *Aprovechamiento de cromo eliminado en aguas residuales de curtiembres (San Benito, Bogotá), mediante tratamiento con sulfato de sodio.* Revista Luna Azul.

PANTOJA, J., 2019. *Análisis comparativo de la contribución ambiental, económica y social, en los procesos de fabricación de cuero Wetblue (Ribera y Curtido) para tres estados productivos.*

PENAGOS, J., 2013. *Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (MEB).* Elementos.

PICASSO, G., VEGA, J., UZURIAGA, R., & RUIZ, G., 2012. *Preparación de nanopartículas de magnetita por los métodos sol-gel y precipitación: estudio de la composición química y estructura.* Revista de la Sociedad Química del Perú.

PILCO, J. Y MIRANDA, T., 2020. *Síntesis de Partículas de Óxido de Cromo (Cr_2O_3) a Partir de Aguas Residuales Provenientes de la Curtiembre Andaluz de la Ciudad de Ambato.* (Trabajo de grado) Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Ecuador.

PORRAS, Á., 2010. *Descripción de la nocividad del cromo proveniente de la industria curtiembre y de las posibles formas de removerlo.* Revista Ingenierías Universidad de Medellín. Colombia.

QUIROZ, B., GARCÍA, M., Y SÁNCHEZ, R., 2015. *Deshidratación de residuos sólidos orgánicos domésticos por el proceso de liofilización y por secado en estufa y su caracterización bromatológica como una alternativa para la gestión y aprovechamiento de estos.*

RAZA, M., KANWAL, Z., RIAZ, S., Y NASEEM, S., 2016. *Antibacterial performance of chromium nanoparticles against Escherichia coli, and Pseudomonas aeruginosa.* In Proceedings

of the World Congress on Advances in Civil, Environmental and Materials Research, Vol. 28. Korea.

RODRÍGUEZ ROCHA, A. C., HERNÁNDEZ PADRÓN, G., GARCÍA GARDUÑO, M. V., & GARCÍA ARANDA, R. L., 2015. *Análisis fisicoquímico del MTA Angelus® y Biodentine® mediante difracción de rayos X, espectrometría de energía dispersiva, fluorescencia de rayos X, microscopio electrónico de barrido y espectroscopía de rayos infrarrojos*. Revista Odontológica Mexicana, 19(3), 174-180.

ROJAS, L., VALDIVIA, S., VILCHEZ, C., 2017. *Remoción de IONES sulfatos de agua de rechazo de una planta de osmosis inversa mediante precipitación química y micro filtración*. (Trabajo de titulación). Universidad Nacional del Callao. Recuperado de: <http://repositorio.unac.edu.pe/handle/20.500.12952/3469>

ROZAS, L., 2021. *Información de seguridad voluntaria apoyándose en el formato de ficha de datos de seguridad conforme al Reglamento (REACH): Oxido de Cromo (III)*. Department Health, Safety and Environment.

RUÍZ, H. Y BECERRA, F., 2016. *Evaluación fisicoquímica del método de calcinación como alternativa ambiental de reducción del volumen de lodos de aguas residuales de una industria de curtido de San Benito*. (Trabajo de grado) Universidad de la Salle. Colombia.

RUÍZ, C., 2018. *Análisis de la sustitución de los reactivos químicos en las etapas húmedas de una industria de curtiembres en Bogotá con fines de producción más limpia*.

SEVERICHE, C. Y GONZÁLEZ, H., 2013. *Verificación analítica para las determinaciones de cromo hexavalente en aguas por espectrofotometría*. Revista de Ingeniería USBMed. Vol. 4, No. 1. Recuperado de: <https://revistas.usb.edu.co/index.php/IngUSBmed/article/view/279/196>

SIERRA, S., 2018. *Efectos ambientales generados por los vertimientos de las industrias de curtido de pieles: implicaciones en la cuenca alta del río Bogotá*.

SOTO, H., 2006. *Potencial contaminación por cromo en el proceso de refinación del petróleo* Capítulo 2. Cromo potencial contaminante de la industria petrolera. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Lima— Perú.

SURESH, G., SHREYAS, P., MUHAMMAD, B., SHIRISH, P., RAJESHWARI, O., 2021. *Environmentally friendly synthesis of Cr₂O₃ nanoparticles: Characterization, applications and future perspective — a review*. Case Studies in Chemical and Environmental Engineering. Recuperado de: <https://doi.org/10.1016/j.cscee.2021.100089>

VARGAS, L. Y CAMARGO, J., 2012. *Manual 4: Prácticas de Análisis Químicos I*

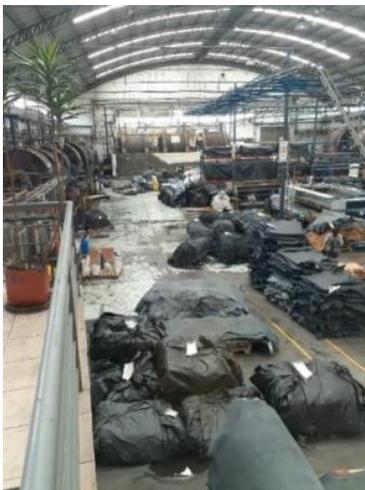
VILLAGRAN, E., Y CUELLO, S., 2018. *Curso de Curtido Ecológico y Artesanal de Cuero*. Área de Desarrollo Rural Proyecto Minifundio Caprino. La Rioja. Obtenido de: https://inta.gob.ar/sites/default/files/script-tmp-curtido_cueros.pdf

ZANELLA, R., 2012. *Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño*. Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología.

ZAPATA, L., 2008. *Manual Práctico de curtido natural de cueros y producción de artesanías*. Vol. 1. Remitido en el 2020.

ANEXOS

ANEXO A: RECOLECCIÓN DE LAS MUESTRAS



A



B



C

NOTAS:	ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS QUÍMICA CURTIEMBRE TUNGURAHUA: Gallegos Julio Vicuña Kerlyn	PROCESO EXPERIMENTAL		
<p>A. Instalaciones de la curtiembre Tungurahua.</p> <p>B. Contenedores de agua residual</p> <p>C. Recolección del agua residual en bidón.</p>		LÁMINA	ESCALA	FECHA
		1	1:1	

ANEXO B: PREPARACIÓN DE MUESTRAS SINTÉTICAS



A



B



C

NOTAS:	<p style="text-align: center;"> ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS QUÍMICA LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA Gallegos Julio Vicuña Kerlyn </p>	PROCESO EXPERIMENTAL		
<p>A. Balón de aforo con agua sintética de cromo. B. Muestra de agua sintética con hidróxido de amonio. C. Muestra precipitada.</p>		LÁMINA	ESCALA	FECHA
		1	1:1	



D



F



G

NOTAS:	ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO FACULTAD DE CIENCIAS ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS QUÍMICA LABORATORIO DE PRODUCTOS NATURALES: Gallegos Julio Vicuña Kerlyn	PROCESO EXPERIMENTAL		
D. Filtración de la muestra precipitada. E. Pesaje del precipitado. F. Calcinación de la muestra a 400°C.		LÁMINA	ESCALA	FECHA
		1	1:1	

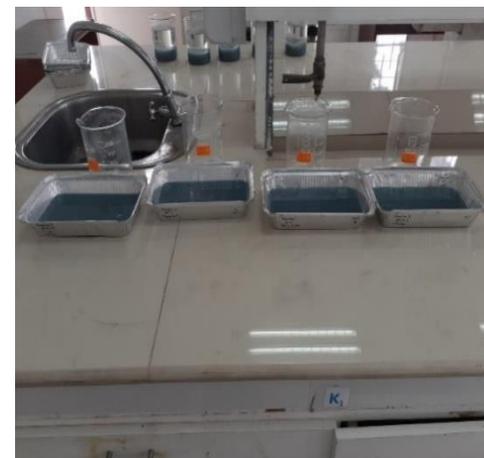
ANEXO C: SÍNTESIS DE ÓXIDO DE CROMO



A



B



C

NOTAS:

- A.** Medición de pH.
- B.** Precipitación de muestras del agua residual.
- C.** Bandejas con el precipitado de las muestras.

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA
 DE CHIMBORAZO
 FACULTAD DE CIENCIAS
 ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS
 QUÍMICA
 LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA
 Gallegos Julio
 Vicuña Kerlyn**

PROCESO EXPERIMENTAL

LÁMINA	ESCALA	FECHA
1	1:1	



D



E



F



G

NOTAS:

- D.** Secado de muestras en la estufa por 24 horas.
- E.** Calcinación de muestras.
- F.** Enfriamiento de muestras en el desecador.
- G.** Muestra final calcinada.

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA
 DE CHIMBORAZO**
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS
QUÍMICA
LABORATORIO DE PRODUCTOS
NATURALES
 Gallegos Julio
 Vicuña Kerlyn

PROCESO EXPERIMENTAL

LÁMINA	ESCALA	FECHA
1	1:1	



epoch

**Dirección de Bibliotecas y
Recursos del Aprendizaje**

**UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y
DOCUMENTAL**

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 31 / 05 / 2023

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: Julio Adrián Gallegos Valverde Kerlyn Lisbeth Vicuña Matute
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Ciencias
Carrera: Química
Título a optar: Químico/a
f. Analista de Biblioteca responsable: Ing. Rafael Inty Salto Hidalgo

0667-DBRA-UPT-2023