

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



**Obtencion de un Intercambiador
de Iones a partir de el Poso de Café,
Para Remover Calcio y Magnesio
en Aguas Duras**

Trabajo de Graduación presentado por

ELIEL GIL CASTRO

Para Optar al Grado de

LICENCIADO EN QUIMICA

ASESORADO POR:

LIC. MARIO ALBERTO MUÑOZ V.

LIC. JOAQUIN ROBERTO MENDEZ M.



Agosto de 1987

T
541.3723
E463

UES BIBLIOTECA CENTRAL

INVENTARIO: 10118053

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

R E C T O R

LIC. LUIS ARGUETA ANTILLON

SECRETARIO GENERAL

ING. RENE MAURICIO MEJIA MENDEZ

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

DECANO EN FUNCIONES

LIC. LUIS ARGUETA ANTILLON

SECRETARIO

DRA. AMINTA ACEITUNO DE KAFIE

A S E S O R E S

LICENCIADO MARIO ALBERTO MUÑOZ V.

LICENCIADO JOAQUIN ROBERTO MENDEZ

JURADO CALIFICADOR

DOCTORA AMINTA ACEITUNO DE KAFIE

DOCTOR GUILLERMO NAVARRETE

LICENCIADO JULIO ERNESTO BOLAÑOS

LUGAR DE PRACTICA

LABORATORIO DE SUELOS Y QUIMICA AGRICOLA DE
INSTITUTO SALVADOREÑO DE INVESTIGACIONES DEL CAFE

SANTA TECLA

D E D I C A T O R I A

CON IMBORRABLES RECUERDOS

A MIS AMADOS PADRES : FRANCISCO GIL (EN EL ORIENTE
ETERNO).

JOSEFINA CASTRO DE GIL (EN EL
ORIENTE ETERNO).

A MI QUERIDO HIJO : CARLOS JOSE

CON AMOR FRATERNAL A : MARTHA DALILA DE VILLALTA
RENE ADALBERTO
ELIAS MISRRAIN

CON MUCHO CARIÑO A : RAUL CASTRO
MANUEL CASTRO Y
A MIS DEMAS TIOS

CON GRATITUD Y RESPETO : A TODOS MIS MAESTROS , COMPAÑE
ROS Y AMIGOS.

SINCERAMENTE

ELIEL GIL CASTRO

A G R A D E C I M I E N T O S

A DIOS TODO PODEROSO (G.: A.: D.: U). Que me ayudó a la consecución de mi objetivo.

A MIS ASESORES, LICENCIADOS, MARIO ALBERTO MUÑOZ VELA Y JOAQUIN ROBERTO MENDEZ MOLINA. Quienes aportaron desinteresadamente sus conocimientos y me brindaron en todo momento su valiosa colaboración para llevar a feliz término el presente trabajo.

AL JURADO EXAMINADOR. Por su dedicación en la revisión del texto y examen final.

AL DOCTOR GUILLERMO NAVARRETE. Por sus atinadas recomendaciones para la redacción final del texto.

A LA LICENCIADA ANA ILMA MARTINEZ MARTIR. Por su alto espíritu de colaboración espontáneo que demostró, desde el inicio de la investigación hasta la redacción final del texto.

A TODOS MIS MAESTROS. Que me nutrieron con sus conocimientos a lo largo de mi carrera.

A las siguientes personas que colaboraron en este trabajo:

DOCTORA ALICIA PINEDA

INGENIERO GERARDO LARDE

INGENIERO EDUARDO BADIA SERRA

SEÑORA MARIA TERESA DE MENJIVAR

SEÑOR FILEMON BALDIZON

Sinceramente agradecido

ELIEL GIL CASTRO

I N D I C E

	Página
I N T R O D U C C I O N _	i
O B J E T I V O S	iv

C A P I T U L O I

-	CARACTERISTICAS ESTRUCTURALES Y REACCIO <u>N</u> NES QUIMICAS DE LOS COMPONENTES DEL PO- SO DE CAFE.	1
1:1	COMPONENTES DEL POSO DE CAFE.	2
1:2	ESTRUCTURA DE LOS COMPONENTES DEL POSO DE CAFE.	2
1:3	REACCIONES DE LOS COMPONENTES DEL POSO DE CAFE.	8

C A P I T U L O II

-	PARTE EXPERIMENTAL	14
2:1	DETERMINACION DE HUMEDAD, GRASAS Y SO- LIDOS VOLATILES EN EL POSO DE CAFE.	15
2:1:1	CONTENIDO DE HUMEDAD	15
2:1:2	CONTENIDO DE GRASAS	16

	Página
2:1:3 DETERMINACION DE SOLIDOS VOLATILES	17
2:2 PROCEDIMIENTO DE SULFONACION PARA OBTENER EL INTERCAMBIADOR IONICO - Y SU TRANSFORMACION A LA FORMA SO- DICA.	19
2:2:1 PROCEDIMIENTO DE SULFONACION (I)	20
2:2:2 PROCEDIMIENTO DE SULFONACION (II)	22

C A P I T U L O III

- DESARROLLO DE LAS PRUEBAS DE INTER- CAMBIO IONICO. Y DETERMINACION DEL PROCESO DE INTERCAMBIO IONICO EN - EL POSO DE CAFE SULFONADO.	26
3:1 METODO DE INTERCAMBIO IONICO.	27
3:2 PARTE EXPERIMENTAL.	28
3:3 METODO DE OPERACION EN COLUMNA	31
3:4 DESCRIPCION DE LA COLUMNA UTILIZADA.	34
3:5 OPERACION EN COLUMNA	35
3:6 ESTABLECIMIENTO DEL CONTROL DE FLUJO	37

3:7	DETERMINACION DE LA VELOCIDAD DE FLUJO.	38
3:8	AGOTAMIENTO DEL POSO DE CAFE SULFONADO Y DE UNA RESINA COMERCIAL.	39

C A P I T U L O · IV

-	RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LA PRUEBA DE INTERCAMBIO IONICO Y DETERMINACION DE LA CAPACIDAD DE OPERACION Y DEL POR CENTAJE DE AUMENTO DE VOLUMEN DE LAS - PARTICULAS DEL POSO SULFONADO.	47
4:1	PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DEL POSO DE CAFE SULFONADO.	57
4:1:1	CAPACIDAD DE OPERACION.	57
4:1:2	DETERMINACION DE LA CAPACIDAD DE OPERA CION.	58
4:1:3	DETERMINACION ANALITICA DE LA CAPACI- DAD DE OPERACION.	61
4:1:2:1	DETERMINACION DEL PORCENTAJE DEL PO SO SULFONADO.	66

4:1:2:2	CALCULO DEL VOLUMEN APARENTE Y DE EL PORCENTAJE DE INFLAMIENTO DE - LAS PARTICULAS.	67
---------	---	----

C A P I T U L O V

-	OBSERVACIONES Y CONCLUSIONES	73
	OBSERVACIONES	74
	CONCLUSIONES	77
	APENDICE	80
	BIBLIOGRAFIA	83

INDICE DE CUADROS

	Página
- Componentes de el poso de café.	1
- Sólidos volátiles.	18
- Contenido de humedad.	16
- Contenido de grasa.	17
- Resumen de los procedimientos de sulfonación y características de los productos obtenidos.	25
- Cuadro de resultados de la prueba de intercambio iónico por el método de inmersión.	48 - 51
- Cuadros de resultados de la prueba de intercambio iónico por el método de operación en columna.	52 - 55
- Cuadro de resultados del agotamiento total de la resina comercial REXYN - 101 (H).	56
- Cuadro resumen de las propiedades físico químicas determinadas al poso de café sulfonado y a la resina comercial.	72

INDICE DE GRAFICOS

	PAGINA
- CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL DE LA RESINA COMERCIAL, REXYN 101 (H)	87
- CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL DE EL POSO DE CAFE SULFONADO CON EL PROCEDIMIENTO (2:2:2)	88
- CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL DE EL POSO DE CAFE SULFONADO CON EL PROCEDIMIENTO (2:2:2) REGENERADO	89
-CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL DE EL POSO DE CAFE SULFONADO CON EL PROCEDIMIENTO (2:2:1)	90
- CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL DE EL POSO DE CAFE SULFONADO CON EL PROCEDIMIENTO (2:2:1) REGENERADO	91
- FAMILIA DE CURVAS DE AGOTAMIENTO TOTAL DE LAS MUESTRAS DE POSO SULFONADO Y DE LA RESINA COMERCIAL REXYN 101 (H)	92

INDICE DE FIGURAS

		Página
- FIGURA No. 1	Estructura propuesta para el poso de café. .	81
- FIGURA No. 2	Esquema de el intercambia <u>d</u> or iónico obtenido a par <u>t</u> ir del poso de café.	82
- FIGURA No. 3	Columna utilizada en el - proceso de agotamiento.	84
- FIGURA No. 4	Diseños experimentales -	
Y	utilizados para el agota <u>m</u>	
No. 5	miento de el poso de café y la resina comercial.	85 - 86

INTRODUCCION

El objetivo de este trabajo es proporcionar información documentada sobre la utilización del poso de café como materia prima para obtener un intercambiador iónico, para remover -- calcio y magnesio.

En esta investigación se pone en relieve la importancia que se le ha encontrado en la literatura consultada al poso de café como materia prima, para ser utilizado con fines distintos a los que tradicionalmente se le ha dado en nuestro medio; la obtención de un intercambiador iónico, es solo uno de los tantos productos en que se puede convertir éste abundante sub-producto de la industria del café soluble.

Se escogió este tema como trabajo de graduación, porque a la fecha no se ha realizado en el país, ningún trabajo con el propósito en mención; con la investigación se pretende establecer un marco de referencia experimental, del cual se puedan extraer elementos de juicio para poner en marcha una investigación sistemática y continúa, encaminada a encontrar una utilidad económica viable al alto volumen de poso de café que por hoy se desecha o se destina a procesos de poca envergadura.

Uno de los problemas que incidieron notablemente en el desarrollo y finalización de la investigación fué, la escasa información en la literatura consultada respecto a las condiciones en que debería realizarse la sulfonación del poso de café, por lo que fué necesario realizar catorce procedimientos de sulfonación, en los que se modificaban las condiciones experimentales de la reacción; la evaluación de los procedimientos se hizo en base a las características físicas que los productos presentaban.

En este informe se reparten las etapas através de las cuáles se llevó a cabo la transformación de poso de café en el intercambiador iónico; se inició con un estudio de la estructura y reacciones de los componentes del poso de café y la determinación de algunas propiedades físico químicas del tejido, que son importantes para obtener el intercambiador; posteriormente se desarrollaron los procedimientos de desengrase y de sulfonación del poso de café, con lo que se establecieron los procedimientos propios de la investigación; con los productos obtenidos se hicieron pruebas de intercambio iónico y se determinó la capacidad de operación y el porcentaje de inchamiento de las partículas de los productos sulfonados, estos resultados se compararon con los de una resina comercial (Rebyn 101). La capacidad de operación de los productos obtenidos, resulto menor que la del intercambiador comercial, no

así el porcentaje de inflamamiento que resulto mayor.

Finalmente se incluyen las observaciones mas importantes llevadas a cabo a lo largo de la investigación y las conclusiones respectivas; se incluyen también diagramas y figuras que hacen mas objetivo el desarrollo de este trabajo.

Con los resultados obtenidos en esta etapa de la investigación se espera despertar el interés en las personas estudiosas para que continuen ampliando la investigación que se ha iniciado, ya sea con el objeto de mejorar las propiedades físico químicas del intercambiador iónico obtenido o bien para que se exploren otras áreas en las que se pueda aprovechar el valor industrial del poso de café.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL.

Transformar el poso de café mediante un proceso de sulfonación en un intercambiador de iones de calcio y de magnesio.

OBJETIVOS ESPECIFICOS

- 1.- Determinar algunas propiedades físico químicas del poso de café.
- 2.- Establecer las condiciones experimentales óptimas para desarrollar el mejor proceso de sulfonación.
- 3.- Determinar experimentalmente el proceso de intercambio iónico, entre el poso de café sulfonado y una solución electrolítica.
- 4.- Comparar la eficiencia del intercambiador iónico obtenido, con uno de tipo comercial (REXYN 101).
- 5.- Evaluar cuali-cuantitativamente las propiedades físico-químicas capacidad de intercambio iónico, y el aumento del volumen de las partículas del intercambiador iónico obtenido.
- 6.- Proporcionar información básica necesaria en este campo para futuros trabajos de investigación.

CAPITULO I

CARACTERISTICAS ESTRUCTURALES Y REACCIONES QUIMICAS DE
LOS COMPONENTES DEL POSO DE CAFE

1.- COMPONENTES DEL POSO DE CAFE

Recién salido del percolador (el poso de café) retiene una gran cantidad de agua, restos de cafeína, materias grasas y colorantes; excento de ellos, el poso de café es un material liviano, amargo, de aspecto poroso e insoluble en agua; está formado por un tejido de consistencia semi-liñoso-esponjoso de color café claro.

Los componentes principales del tejido son polisacáridos complejos de alto peso molecular, como se muestra en el cuadro 1:1

CUADRO 1:1

COMPONENTES DEL POSO DE CAFE

Componente	Porcentaje
Celulosa	50 - 60
Hemicelulosa	12 - 20
Pentosanas	5
Lignina	5
Almidones	2
Azúcares	5
Sales Minerales	2

El polisacárido más abundante es la celulosa y constituye la parte básica de la macro-estructura; el resto de los componentes forman microfibrillas de cadenas cortas y se unen por uno de los extremos a la lignina y por el otro lado a algunas cadenas de hemicelulósas; en conjunto forman el material de relleno entre las cadenas celulósicas y le confieren estabilidad tridimensional al tejido. Asociadas internamente a la celulosa, se encuentran las hemicelulosas que son un grupo de tres clases de polisacáridos con propiedades estructurales semejantes a las de la celulosa; entre estos grupos están: xilanas, manáns y galactáns, según sea la unidad monosa estructural. (13)

Las pentosanas se encuentran formando parte de cadenas terminales de algunas hemicelulosas y de la lignina y funcionan en la estructura del tejido, como puentes de unión entre las múltiples microfibrillas de los diferentes componentes del tejido; éste grupo de polisacáridos constituyen una familia de ocho homopolisacáridos de cadenas líneas cortas no ramificadas y son las siguientes: (+) xilosa, (+) Ribosa, (+) arabinosa, (-) apiosa y sus correspondientes isómeros.

1:2 ESTRUCTURA DE LOS COMPONENTES DEL POSO DE CAFE

La mayoría de los componentes del tejido son macro moléculas o polímeros naturales, formados de monómeros polihidroxila-

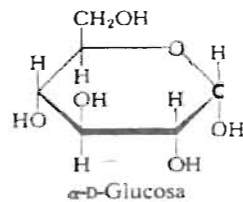
El polisacárido más abundante es la celulosa y constituye la parte básica de la macro-estructura; el resto de los componentes forman microfibrillas de cadenas cortas y se unen por uno de los extremos a la lignina y por el otro lado a algunas cadenas de hemicelulósas; en conjunto forman el material de relleno entre las cadenas celulósicas y le confieren estabilidad tridimensional al tejido. Asociadas internamente a la celulosa, se encuentran las hemicelulosas que son un grupo de tres clases de polisacáridos con propiedades estructurales semejantes a las de la celulosa; entre estos grupos están: xilanas, manáneas y galáctánas, según sea la unidad monosa estructural. (13)

Las pentosanas se encuentran formando parte de cadenas terminales de algunas hemicelulosas y de la lignina y funcionan en la estructura del tejido, como puentes de unión entre las múltiples microfibrillas de los diferentes componentes del tejido; éste grupo de polisacáridos constituyen una familia de ocho homopolisacáridos de cadenas lineas cortas no ramificadas y son las siguientes: (+) xilosa, (+) Ribosa, (+) arabinosa, (-) apiosa y sus correspondientes isómeros.

1:2 ESTRUCTURA DE LOS COMPONENTES DEL POSO DE CAFE

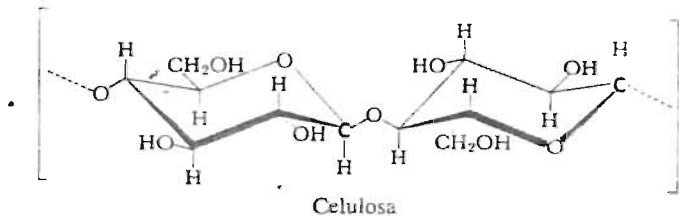
La mayoría de los componentes del tejido son macro moléculas o polímeros naturales, formados de monómeros polihidroxila-

dos de estructura cetálica, ya sea en la forma piranosa o furanosa; la unidad estructural de estos polímeros puede ser la misma a lo largo de la cadena, o estar asociada con otra unidad monómera diferente; el monómero puede ser una hexosa ($C_6H_{12}O_6$) o bien, una pentósa ($C_5H_{10}O_5$), los polímeros que se forman en ambos casos son: una polihexósa y una polipentósa respectivamente y se representan por las fórmulas generales: $(C_6H_{10}O_5)_n$ y $(C_5H_8O_4)_n$. Al primer grupo pertenece la celulosa, en la cual la unidad monómera es la α -D-glucosa que se representa por una estructura de tipo acetal en la forma α -D-glucopiranososa.



Cuando dos unidades α -D-glucopiranososa, se unen en las posiciones 1, 4, mediante enlaces β -glicosídicos se forma una cadena celulósica que contiene entre 2000 y 9000 unidades de α -D-glucosa (10).

Cada unidad de α -D-glucosa en la celulosa, tiene tres grupos oxhidrilos, un primario y dos secundarios; La unidad monómera de la celulosa es un dímero (celobiososa) y tiene la siguiente estructura:



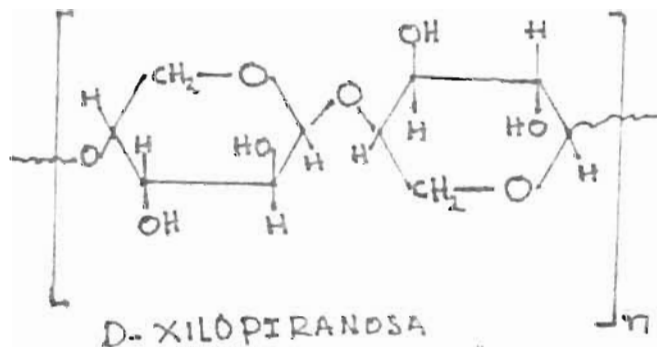
Las cadenas de la celulosa se mantienen estrechamente unidas por medio de puntos de hidrógeno; entre los grupos oxhidrilos de las cadenas vecinas, hasta formar paquetes compactos o microfibrillas; la colección de microfibrillas conforman una fibrilla de longitud y grosor variable, cuando éstas se unen longitudinalmente las cadenas se alargan.

Entre las cadenas de celulosa, se localiza una basta red de capilares que son ocupados por el resto de los polisacáridos que constituyen el tejido; estos polisacáridos se denominan material de relleno, entre los que caben mencionar a las hemicelulosas, pentosanas, algunos azúcares de cadena corta,-

almidones y el glucósido lignina.

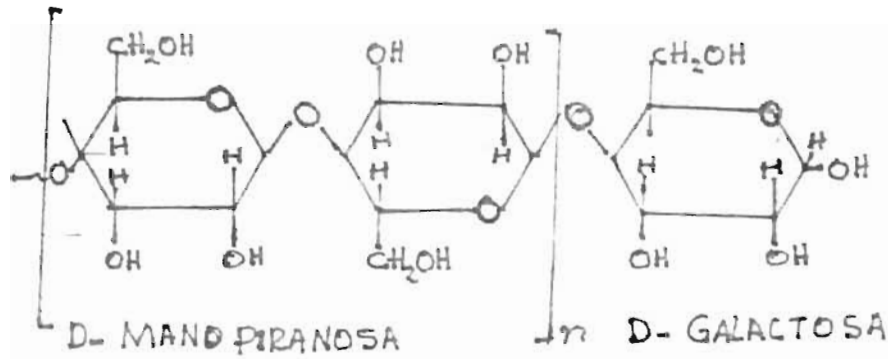
Las hemicelulosas son polisacáridos complejos, no celulónicas, no pectínicas y se encuentran íntimamente unidas a las cadenas celulósicas; sus unidades las pueden ser ver iguales o diferentes y pueden formar cadenas lineales o ramificadas de menor longitud que las de celulosa; al igual que éste polisacárido, las hemicelulosas son insolubles en agua.

Las unidades manosas están unidas por enlaces β -glicosídicos; por lo que las xilanas, son estructuralmente parecidas a la celulosa por el hecho de que su unidad manosa es del tipo D-xilopiranosas unidas en las posiciones 1,4.

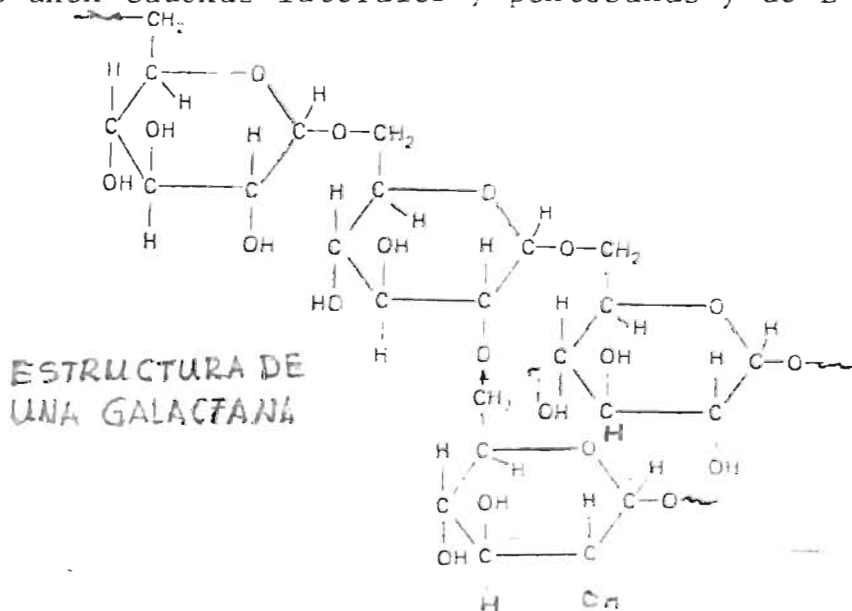


La unidad manosa de las mananas es la D-manopiranosas, unida de igual manera que las xilanas; pero se diferencian porque las mananas presentan como cadena terminal unidades de D-Ga

lactosa, por ello sus cadenas son mas largas.



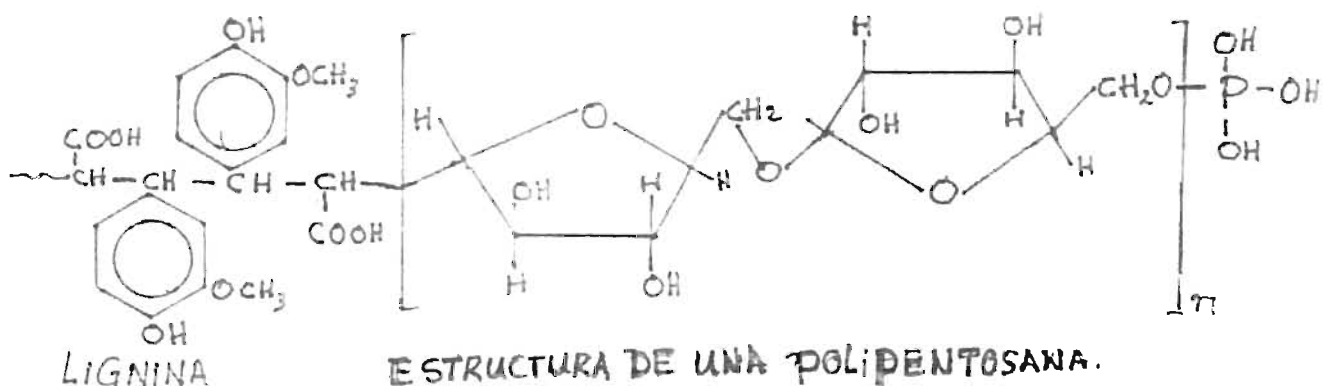
De todas las hemicelulosas, las Galactánas son las más ramificadas, la unidad manosa es la galactosa que está enlazada predominantemente en las posiciones 1 y 6; en el carbono tres se unen cadenas laterales y pentosanas y de L-arabinosa.



Las pentosanas son polímeros de cadena corta y forman parte de cadenas laterales de algunas hemicelulosas que a manera

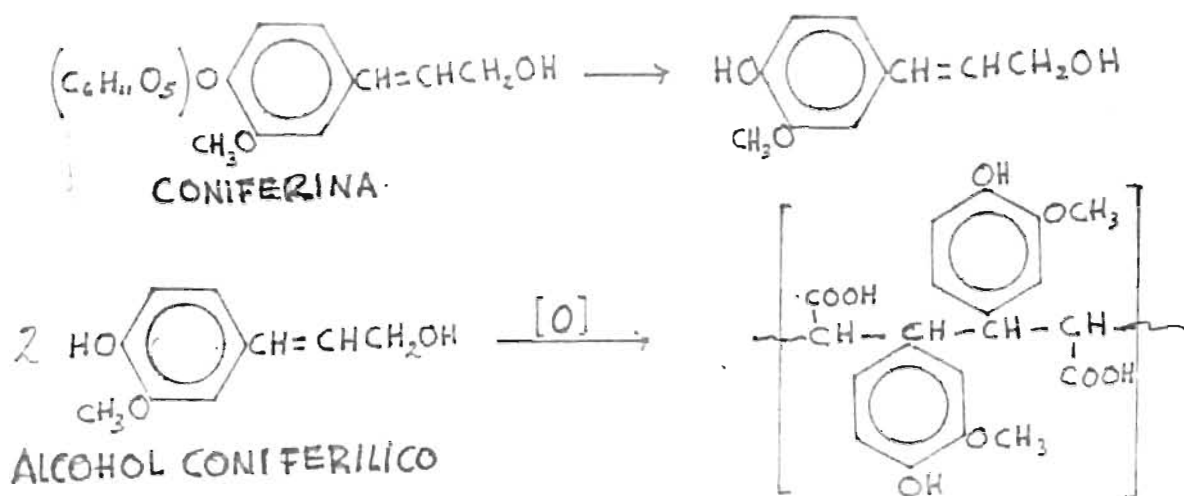
de puentes mantienen unidas a las cadenas vecinas de hemicelulosa con la lignina.

La unidad estructural es una pentosa $(C_5H_8O_4)_n$ de estructura acetálica en la forma furanosa, con enlaces 1,4- β -glicosídicos; como grupos terminales de las pentosanas son frecuentes radicales fosfatos y la lignina.



Entre los paquetes de fibrillas de el resto de polisacáridos se encuentra la lignina, unida por medio de enlaces de tipo ester a las cadenas externas de los paquetes fibrilares(10), la lignina en el tejido del poso de café funciona como un -- elemento reticulante que le confiere estabilidad tridimensional a toda la matriz. Existen evidencias de que la lignina se deriva del glucosido coniferina, el cual se forma en los primeros estadios de desarrollo del tejido leñoso (12), posteriormente se transforma en alcohol coniferílico y esto en

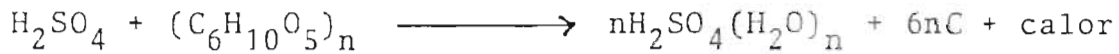
lignina a través de una polimerización oxidativa. El proceso se desarrolla paralelo al envejecimiento del tejido.



1:3 REACCIONES DE LOS COMPONENTES DEL POSO DE CAFE

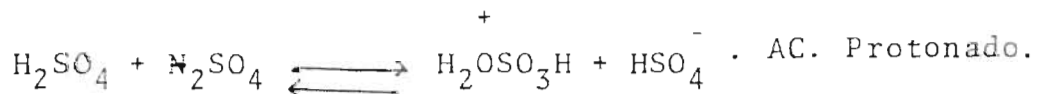
Por su composición química el poso de café es un material altamente reactivo debido a que está constituido en su mayor parte de carbohidratos complejos (ver cuadro No. 1.1 Pag. 1); las unidades estructurales de las cadenas de los polisacáridos, contienen una gran cantidad de grupos oxhidrilos primarios y secundarios que constituyen los principales sitios reactivos de la matriz carbonada; además de estos, entre las unidades estructurales y las cadenas vecinas se localizan otros sitios reactivos. Como enlaces β -glicosídicos y enlaces de tipo ester; así como el anillo aromático de la lignina. Todos estos sitios se localizan tanto en la superficie, como en el interior del tejido.

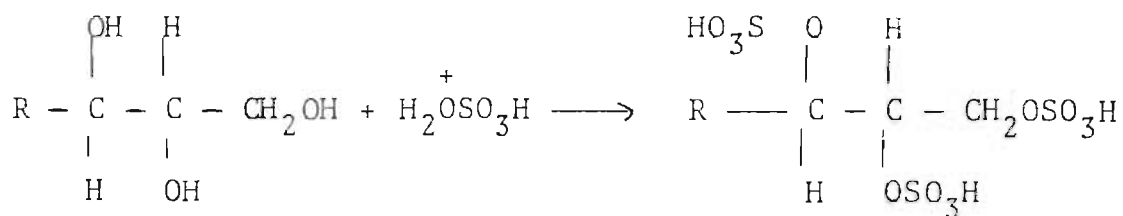
En contacto con un oxidante fuerte como el ácido sulfúrico, todos los sitios reaccionan simultáneamente y en forma violenta, la matriz se convierte en carbón debido a la gran --avidez de agua del ácido sulfúrico, los enlaces β -glicosídicos y de tipo ester se rompen y el tejido se convierte en un sólido micro granular; la cantidad de calor generado en la reacción es suficiente para que el tejido se quemé, como se ve en la reacción que se lleva a cabo.



Controlando externamente la temperatura de la reacción y la cantidad de ácido sulfúrico, es posible substituir parcial o totalmente los grupos oxhidrilos de los polisacáridos por grupos sulfónico ($-\text{SO}_3\text{H}$) y sulfato ácido ($-\text{HSO}_4$). Sin que la estructura carbonada sufra daños considerables; esta reacción de substitución es posible debido al carácter nucleofílico de los grupos alcohólicos primarios y secundarios, los cuales son capaces de desplazar grupos oxhidrilos protonados del ácido sulfúrico, para formar una sal orgánica (12).

El proceso ocurre de la manera siguiente:





Carbohidrato

ac. protonado

Sulfato ácido.

Las regiones de la matriz, mas accesibles a la substitución son las cadenas celulósicas con menor inpedimento esteríco; las menos accesibles son los centros "cristalinos" donde la substitución procede con mayor dificultad porque los centros estan protegidos.

La substitución de los grupos oxhidrilos por radicales sulfónicos (-SO₃H) se desarrolla en etapas para evitar que la matriz se dañe; el método consiste en someter al poso a un tratamiento preliminar con una solución diluída de ácido sulfúrico 0.1 M. en esta etapa, las cadenas se dilatan y ocurre una "cristalización" en las regiones interfibrilares; el aumento de fibras cristalinas modifica notablemente la estructura de la matriz por lo que se vuelve mas insoluble y resistente debido a que el grado de reticulación es mayor. La matriz ya modificada se trata con una cantidad mayor de ácido sulfúrico, con lo cual se substituye la mayor parte de los grupos oxhidrilos, sin que la matriz se quemé; concluída es-

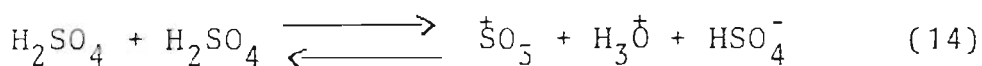
ta etapa se puede aumentar el nivel de sustitución, utilizando nuevas cantidades de ácido sulfúrico; la consistencia y la forma de las partículas se mejoran después de tostar el producto sulfonado.

Otra manera de lograr niveles de sustitución en la matriz en un solo paso consiste en tostar el poso de café desengrasado a una temperatura de 350° durante una hora; con este tratamiento se forma un número mayor de centros "cristalinos" en la matriz, por lo que a ésta temperatura algunos de los componentes del tejido como las hemicelulosas, se polimerizan y se forma un galactomanano (1); con lo cual se logra aumentar el número y tamaño de los centros "cristalinos"; el resultado es una macro estructura con un mayor grado de reticulación, las partículas del producto son más compactas y resistentes al ataque del ácido sulfúrico, por lo que se puede utilizar una mayor cantidad de ácido concentrado y lograr de esta manera un nivel de sustitución mucho mayor.

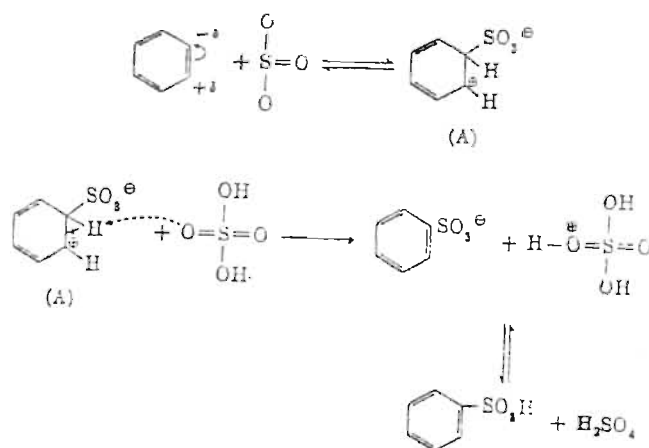
Si los procedimientos de sulfonación se desarrollan tomando en cuenta estas consideraciones, es posible substituir con buenos rendimientos la mayoría de los grupos oxhidrilos de los polisacáridos del poso de café.

Simultáneamente a la esterificación de los grupos oxhidrilos de los polisacaridos, el anillo aromático de la lignina reacciona con el ácido sulfúrico a través de un mecanismo de sulfonación; en el cual, los átomos de hidrógeno del anillo se substituyen por grupos sulfónicos. En esta reacción la especie activa es el trióxido de azufre (SO_3), que es el componente principal del ácido sulfúrico (15).

En un paso preliminar, el ácido sulfúrico presenta el siguiente equilibrio:

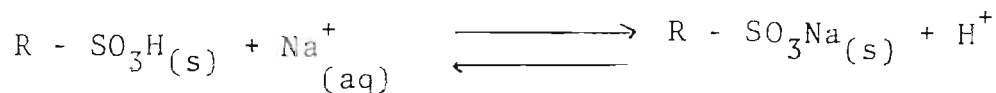
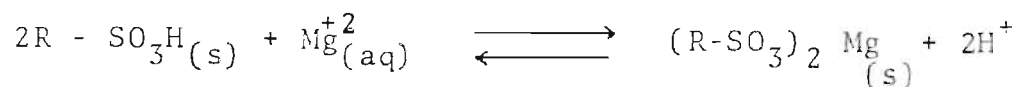
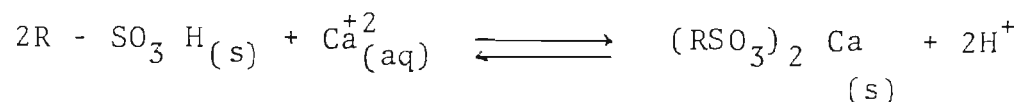


Luego el anillo es atacado electrofílicamente por el radical SO_3 y se forma el ácido sulfónico.



Estructuralmente el poso de café sulfonado es análogo a cualquier intercambiador iónico, por que al igual que estos está

constituído por dos partes: una no polar, insoluble en agua representada por la macroestructura carbonado que sirve de soporte a los grupos sulfónicos ($-\text{SO}_3\text{H}$) y sulfato ácido (HSO_4^-) que constituyen la parte polar. La alta polaridad de estos grupos hacen posible el intercambio iónico entre el -
 poso al poso de café sulfonado y una solución que contenga iones calcio y magnesio u otro tipo de catión; en el proceso de intercambio el contraion del grupo polar ($\text{H}+\text{ONa}^+$) del poso sulfonado se permuta con un catión de la solución de igual manera que los intercambiadores iónicos de naturaleza catiónica.



CAPITULO II

PARTE EXPERIMENTAL

- DETERMINACION DE HUMEDAD, GRASAS Y -
SOLIDOS VOLATILES EN EL POSO DE CAFE.

- PROCEDIMIENTOS DE SULFONACION PARA -
OBTENER EL INTERCAMBIADOR IONICO Y -
SU TRANSFORMACION A LA FORMA SODICA.

2:1 DETERMINACION DE: HUMEDAD, GRASAS Y SOLIDOS VOLATILES.

Debido a su naturaleza hidrofílica, el poso de café retiene una gran cantidad de agua que es necesario eliminar antes de proceder a remover las materias grasas; por otra parte es necesario determinar el contenido de humedad o agua retenida, porque en base a este parámetro se puede calcular la cantidad real de materia orgánica disponible en un volumen bruto de poso de café mojado, también es posible calcular el volumen de electrolito retenido por el material, después de un ciclo de intercambio.

2:1:1 CONTENIDO DE HUMEDAD

PROCEDIMIENTO

- Pesar en cajas de aluminio taradas y con cierre hermético aproximadamente 5 g. de poso de café, recién salido de el percolador.
- Colocar las cajas destapadas con la muestra en una estufa a 105° por 24 horas.
- Pasado este tiempo, tapar las cajas y colocarlas en un desecador.
- Pesar las cajas tapadas y determinar por diferencia de pesos el contenido de humedad.

Los resultados experimentales demostraron que el conte
nido de humedad promedio es de 72.28% en peso.

CUADRO DE RESULTADOS 2:1:1

MUESTRA	PESO HUMEDO (g)	PESO SECO (g)	CONTENIDO DE HUMEDAD	% DE HUMEDAD
1	4.8571	1.2847	3.5724	73.55
2	4.7046	1.1863	3.5983	76.48
3	5.2715	1.6451	3.6264	68.79
4	5.0231	1.3323	3.6908	73.47
5	5.3996	1.3491	4.0505	75.08
6	5.2548	1.7703	3.4845	66.31
PROMEDIO	$\bar{X}_a=5.0851$	$\bar{X}_b=1.4279$	$\bar{X}_h=3.6704$	$\bar{X}=72.28$

2:1:2 CONTENIDO DE GRASAS

La remoción de grasas se hace con objeto de evitar que el po
so de café se resinifique en el proceso de tostádo y para --
que no se forme un producto microgranular cuando se hace re-
accionar con el ácido sulfúrico.

A nivel de laboratorio, esta operación se desarrolló con los
siguientes métodos:

- a) Extracción con aparato SOXHLET, utilizando como solvente de extracción ÉTER DE PETROLEO.
- b) Extracción por MACERACION REPETIDA, utilizando como solvente de extracción TRICLORO ETILENO.

Los métodos de extracción de grasas son ampliamente conocidos, por lo que se omite la descripción de las técnicas y solamente se reporta la cantidad promedio de grasa removida.

CUADRO DE RESULTADOS 2:1:2

MUESTRA	PESO SIN DESENGRASAR (g)	PESO DESENGRASADO (g)	GRASA REMOVIDA (g)
1	20.0000	18.5882	1.2935
2	20.0000	18.6272	1.2106
3	20.0000	18.5259	1.3509
4	20.0000	18.4740	1.4453
5	20.0000	18.5645	1.3550
PROMEDIO	20.0000	$\bar{X}=18.5559$	$\bar{X}=1.3326$

2:1:3 DETERMINACION DE SOLIDOS VOLATILES

Los diversos polisacaridos que constituyen al peso de café, se determinaron en forma conjunta y se reportan en el análisis como, sólidos volátiles; tal determinación se hizo con -

objeto de establecer una posible relación de pesos de ácido sulfúrico y peso de café, para desarrollar el proceso de sulfonación.

Para determinar la cantidad de polisacáridos se quemó en una mufla a 600°C una muestra de peso de café seco y desengrasado; luego, se estableció la diferencia de peso entre la muestra seca y el residuo o ceniza.

Los resultados obtenidos demuestran que el 98.62% en peso son polisacáridos; el residuo 1.38% una mezcla de óxidos de potasio, sodio, hierro, magnesio y manganeso.

CUADRO 2:1:3

MUESTRA	PESO SECO (g)	PESO DE CENIZA (g)	SOLIDOS VOLATILES (g)
1	1.0000	0.0145	0.9855
2	1.0000	0.0136	0.9864
3	1.0000	0.0126	0.9874
4	1.0000	0.0147	0.9853
5	1.0000	0.0137	0.9863
6	1.0000	0.0137	0.9863
PROMEDIO	$\bar{X}_a=1.0000$	$\bar{X}_b=0.0138$	$\bar{X}_c=0.9862$

2:2 PROCEDIMIENTOS DE SULFONACION PARA OBTENER EL INTERCAMBIADOR IONICO Y SU TRANSFORMACION A LA FORMA SODICA.

Con objeto de seleccionar las condiciones óptimas para el proceso de sulfonación de el poso de café, se desarrollaron en forma distinta, seis procedimientos de los cuales se seleccionaron dos. El resto de los procedimientos se descartaron debido a que los productos obtenidos, presentaban características físicas poco satisfactorias, por lo que no serán descritos; no obstante, con objeto de establecer una relación, entre las características de los productos y las condiciones experimentales de los procedimientos, se incluyen en el cuadro de resumen al final de este capítulo.

Los procedimientos seleccionados se desarrollaron de dos maneras diferentes: en el primer procedimiento, el poso de café se sulfonó inmediatamente después de desengrasado. Se utilizaron 200 ml. de H_2SO_4 3.55 M y se controló externamente la temperatura de la reacción, utilizando un baño de hielo.

En el segundo procedimiento, el poso de café desengrasado se tostó en una estufa hasta una temperatura de $350^{\circ}C$, antes de sulfonarlo con 200 ml. de ácido sulfúrico 18 M y se controló externamente la temperatura de la reacción, como en el método anterior.

Los procedimientos se desarrollaron de la siguiente manera:

2:2:1 PROCEDIMIENTO DE SULFONACION (I)

- En un Beaker de 1000 ml. refrigerado externamente con una mezcla de hielo y sal, se colocan 200 g. de poso de café desengrase, un termómetro y un agitador.
- Preparar 200 ml. de una solución 3.55 M de ácido sulfúrico.
- Colocar la solución ácida en una ampolla de separación y agregarla al poso de café a una velocidad aproximada de 2 ml./min., para evitar que la temperatura de la reacción no sobre pase los 30°C.
- Agitar moderadamente el contenido de el beaker mientras se está agregando la solución ácida; si la temperatura sobrepasa los 30°C, suspender la adición de el ácido y esperar que baje la temperatura, y luego continuar.
- Después de haber agregado todo el ácido, dejar en reposo la mezcla durante 16 horas.
- Pasado este tiempo, agregar 500 ml. de agua destilada, -- agitar ocasionalmente la mezcla.

- Separar por filtración el poso sulfonado, utilizar un cedazo de malla fina para evitar que las partículas finas se escapen.
- Lavar el producto con porciones de 200 ml de agua destilada hasta que estos no formen un precipitado con una solución de BaCl_2 .

TRANSFORMACION DE EL INTERCAMBIADOR ACIDO A LA FORMA SODICA

- Poner el producto obtenido en un Beaker de 600 ml y cubrirlo con 200 ml de una solución saturada de NaCl comercial.
- Dejar en reposo la mezcla por 24 horas.
- Pasado este tiempo, separar el producto por filtración y lavarlo con agua destilada o desionizada, para eliminar el exceso de NaCl y HCl que se forma en el proceso. Medir el pH de el último lavado.
- Tratar el producto con 100 ml de NaOH 180°Be (13%) a 45°C, agitar ocasionalmente por 10 minutos y dejar en reposo por 16 horas.
- Separar el producto y lavarlo con agua destilada o desionizada, tomar el pH al último lavado, si el pH está abajo

de 8, agregar 10 ml de Na_2CO_3 .

- Secar el producto a temperatura ambiente, luego colocarlo en una estufa a 105°C para eliminarle la humedad residual; posteriormente tostar el producto a 175°C por 2 horas.
- Pesar el producto, observar la forma de las partículas y su consistencia al tácto y comprobar sus propiedades de intercambio iónico.

2:2:2 PROCEDIMIENTO DE SULFONACION II

- En un beaker de 100 ml refrigerado externamente con una mezcla de hielo y sal, se colocan 200 g de poso de café desengrasado y tostado a 350°C por una hora.
- Desde un embudo de separación se agregan 200 ml de ácido sulfúrico concentrado ($D=1.84 \text{ g/C}$) a una velocidad promedio de 2 ml/min., teniendo cuidado que la temperatura de la reacción no sobrepase los 30°C .
- Después de agregar todo el ácido, agitar la mezcla moderadamente por 45 minutos.
- Dejar en reposo la mezcla por 16 horas a temperatura ambiente.

- Pasado este tiempo agregar 100 ml de agua destilada o desionizada y agitar con una barilla de vidrio; si la mezcla se caliente, agregar agua destilada helada y continuar agitando.
- Separar el material por filtración, dejar el producto en el embudo y continuar lavando con agua destilada hasta eliminar el ácido residual. Medir el pH de el último lavado.

TRANSFORMACION DE EL INTERCAMBIADOR ACIDO A LA FORMA SODICA

- Escurrir el producto y después transferirlo a un beaker de 600 ml, agregar 200 ml de NaOH 0.5 M agitar la mezcla y luego dejarlo en reposo durante 8 horas.
- Separar el producto por filtración y lavar con agua destilada, hasta que los lavados sean completamente claros.
- Escurrir el producto, secarlo a temperatura ambiente y después a 105° C por dos horas, para eliminar humedad residual.
- Pesar el producto seco y comprobar sus propiedades de intercambio ionico.

Seguidamente se incluye un cuadro resumen en el cual se describen suscintamente, las condiciones de la reacción de sulfonación, para cada procedimiento, los tratamientos que se le dieron al poso de café al principio y en las fases intermedias de el proceso y las características físicas de cada uno de los productos obtenidos con los procedimientos que se han descrito, así como los que se obtuvieron con los procedimientos que se descartaron. (Proc. 3:2:1, 3:2:2, 3:2:3 y 3:2:4).

Las propiedades de intercambio ionico de los productos obtenidos serán determinados en el siguiente capítulo.

CUADRO No.2:1 RESUMEN DE LOS PROCEDIMIENTOS Y CARACTERISTICAS DE LOS PRODUCTOS OBTENIDOS

PROCEDIMIENTO No.	3:2:1	3:2:2	3:2:3	3:2:4	2:2:2:	2:2:1
Cantidad de peso de café utilizado	500 g	150 g	200 g	300 g	200 g	200g
Cantidad de H ₂ SO ₄ (D=1.84 g/cc)	500 ml 420920 g	276 g 150 ml	70 g 38 ml	300 g 163 ml	200 g 108.7 ml	38 ml 70 g
Tiempo de contacto-poso-acido	16 h	16 h	16 h	16 h	16 h	16 h
Temperatura de Reacción	Sin Control	30°C	30°C	30°C	30°C	30°C
Concent. y Cantidad de NaCl y	NaCl 37% P/v	37% P/v	37% P/v	37% P/v	37% P/v	37% P/v
NaOH utilizado para obtener forma Sodica	-	500 ml 5N	550 ml 18°Be	500 ml IN	100 ml 18°Be	200 ml 0.5N
Tiempo de contacto NaOH-Poso Sulf.	-	8 h	12 h	5 h	24 h	8 h
Temperatura y Tiempo de Tostado	350°C 4 h	200°C 3 1/2 h	150°C 3 h	300°C 4 h	175°C 2 1/2 h	350°C 4 h
Rendimiento y Porcentaje	82.3 g 16.46 %	64.8 g 45.2 %	56.6 g 28.30%	32.4 g 10.80 %	117.35 g 58.67 %	195.0 g 97.5%
Color del Producto	Negro	Negro	Café Claro	Negro	Negro	Negro
Consistencia al Tacto	Dureza Media	Consistencia ligera	Dureza Media	Consistencia ligera	Dureza Media	Dureza Media
Solubilidad Agua	Insoluble	Colorea	Colorea	Colorea	Insoluble	Insoluble
Tamaño y Esfericidad de las partículas	20-40 mesh Media	20-40 Mesh Media	20-40 Mesh Media	20-40 Mesh Media	20-40 Mesh Media	20-40 Mesh Media

C A P I T U L O I I I

DESARROLLO DE LAS PRUEBAS DE INTERCAMBIO IONICO Y DETERMINA
CION DEL PROCESO DE INTERCAMBIO IONICO EN EL POSO DE CAFE -
SULFONADO

3:1 METODO DE INTERCAMBIO IONICO

Los procedimientos que se describen se desarrollaron con objeto de evidenciar el intercambio de iones entre el poso de café sulfonado y una solución de prueba; ésta propiedad se determinó midiendo la concentración de calcio y magnesio en el agua de prueba, antes y después del contacto con el poso sulfonado.

Las pruebas se desarrollaron utilizando los siguientes métodos:

I) METODO DE INMERSION

II) METODO DE OPERACION EN COLUMNA.

Con el primer método se evidenció el proceso de intercambio iónico y se determinó la naturaleza química de los grupos de intercambio y la estabilidad física de las muestras en estudio.

Con los resultados del agotamiento del material en operación en columna se determinó la capacidad de operación y el aumento de volumen de las partículas del intercambiador; estos resultados se compararon con los datos obtenidos en el proceso de agotamiento de una resina de intercambio iónico comercial agotada en las mismas condiciones de laboratorio.

I METODO DE INMERSION

El intercambio iónico se puede establecer de dos maneras diferentes: el método de Inmersión y el método de Operación en Columna. El primero consiste en agitar en un recipiente abierto, una cantidad de intercambiador sólido con un volumen de solución problema, luego se deja que el sistema se acerque al equilibrio y después se separa de la solución por filtración y se repite el procedimiento hasta que el intercambiador se agote. Este método no tiene aplicación industrial debido a que es necesario usar una gran cantidad de intercambiador y el sistema no alcanza el equilibrio. A pesar de estas desventajas; el método de inmersión es una técnica rápida y sencilla de uso común en el laboratorio y se utiliza con frecuencia para caracterizar la naturaleza química de los grupos de intercambio iónico y evaluar cualitativamente el grado de reticulación de la matriz de los intercambiadores.

3:2 PARTE EXPERIMENTAL

PROCEDIMIENTO

- Pesar 20 g de peso sulfonado en la forma sódica, colocarlo en un beaker de 400 ml. y cubrirlos con 200 ml. de agua destilada o desionizada, dejar la mezcla en reposo durante 24 horas para que el material se hidrate completamente.
- Pasado este tiempo, separar el intercambiador de el agua

por filtración y descartar el filtrado.

- Trasladar el poso mojado a un beaker de 1000 ml. y agregar 300 ml. de agua potable a la que se le ha determinado la dureza debido a calcio y magnesio.
- Agitar ocasionalmente el contenido de el beaker, después de media hora separar el poso de el agua por filtración y guardar el filtrado.
- Determinar analíticamente el contenido de dureza cálcica a los filtrados, por complejimetría con EDTA, utilizando como indicador negro de eriocromo T.
- Si la dureza de el filtrado es menor que la de el agua de chorro, se repite nuevamente la prueba de inmersión con la misma muestra y otros 300 ml. de agua de chorro; determinar nuevamente el contenido de dureza al filtrado; si sigue siendo menor que el del agua de chorro, repetir nuevamente la prueba, hasta que la dureza del filtrado sea igual a la del agua de chorro.
- Repetir la prueba de inmersión, como se ha descrito utilizando otra muestra de poso sulfonado con otro procedimiento.

3:2:2 REGENERACION DE EL MATERIAL AGOTADO.

Después que el poso de café ha agotado la capacidad de intercambio en la prueba de inmersión, se regenera con una solución saturada de NaCl para desalojar a los iones Ca^{+2} y Mg^{+2} retenidos por el material en el proceso de intercambio; después de el tratamiento con salmuera, el poso de café recupera la capacidad para seguir removiendo iones Ca^{+2} y Mg^{+2} en nuevo ciclo de intercambio.

PROCEDIMIENTO

- Preparar una solución saturada de NaCl, para ello se disuelven 40 g de NaCl en 100 ml. de agua destilada o desionizada.
- Colocar el material agotado en un beaker de 400 ml. y agregar la solución saturada de NaCl
- Agitar la mezcla con una varilla de vidrio y dejar en reposo por 4 horas.
- Pasado este tiempo, se separa el intercambiador de la salmuera por filtración, el filtrado se descarta.
- Dejar el intercambiador en el embudo y lavarlo con agua desionizada o destilada para eliminar la mayor parte de -

cloruros retenidos por el material; los lavados se suspenden hasta que la concentración de cloruros es similar al agua de chorro utilizar AgNO_3 , 0.1N, como indicador de cloruros.

- Repetir la prueba de inmersión con el material regenerado siguiendo los pasos ya indicados, determinar el contenido de dureza a los filtrados obtenidos, dar por terminada la prueba cuando la dureza de los filtrados sea igual a la del agua de prueba.
- Reportar la dureza cálcica removida a lo largo de la prueba de inmersión para cada muestra de poso sulfonado; para ello se anotará en los cuadros de resultados la dureza inicial y la dureza al final en cada prueba de inmersión.

3:3 METODO DE OPERACION EN COLUMNA

El método de operación en columna, consiste en empacar el material de intercambio iónico dentro de una columna de vidrio o de plástico, de cierto diámetro y longitud; el material descansa sobre un lecho de arena lavada u otro filtro base, la solución problema o influente se hace descender en la columna o viceversa, a una velocidad de flujo determinada, el paso lento del influente a lo largo de la columna equivale a varias pruebas de inmersión, este método permite un intercam

bio cuantitativo de iones; por que se aprovecha toda la capacidad de intercambio de el material.

A través de las múltiples etapas o miniciclos de intercambio, en los cuales se establece un equilibrio entre los contraiones de el intercambiador (B^+) y los iones (A^+) de el influente; en un primer paso, parte de los iones (A^+) de la solución son reemplazados por los de el material, (B^+), el intercambio continua dentro de la columna con una nueva porción de material y la solución de el paso anterior, con lo que se elimina más iones (A^+) residuales de la fase acuosa, el proceso continua hasta que al final el efluente sale libre de iones A^+ y en su lugar solamente contiene iones B^+ , por la forma en que se disponen los materiales de intercambio iónico dentro de la columna y la manera de como se desarrolla la técnica, es posible determinar la capacidad de operación, el grado de inflamamiento de las partículas de el intercambiador y el flujo óptimo de el influente, para aprovechar al máximo la capacidad de el material.

Por todas estas ventajas, la operación en columna es la técnica con la cual, los diferentes materiales de intercambio, se utilizan a escala industrial en procesos relacionados con el intercambio iónico como son: la recuperación de metales, la suavización, la desmineralización y desionización de el agua para diversos usos.

En la mayoría de las veces las columnas de intercambio se trabajan haciendo descender el influente, porque de esta manera se consigue un máximo de contacto entre el intercambiador y el influente y un mínimo de problemas mecánicos.

La solución problema debe estar excenta de materiales insolubles ya que el lecho de intercambio actúa como un filtro muy efectivo y la acumulación de insolubles en la parte superior de la columna de resina, provocaría una caída de presión y canales en el lecho. (18)

Las columnas utilizadas en intercambio iónico son de tamaño variable; si bien para propósitos analíticos a nivel de laboratorio, suelen ser de 8 a 15 mm de diámetro y contienen un relleno de resina húmeda que da una longitud de columna de 10 a 20 veces su diámetro; la columna de resina húmeda, descansa sobre un disco de vidrio de poro grueso. Para transformar el intercambiador a la forma iónica en la que se desea trabajar, se hace pasar lentamente por la columna un volumen de electrolito concentrado, igual o varias veces al volumen de el lecho intercambiador, ésta operación se hace con flujo descendente.

Cuando se desea convertir un intercambiador catiónico a la forma ácida, se elimina primeramente el agua de los interti

cios de el material, pasando una corriente rápida de una solución de ácido clorhídrico 3 a 4 M. Luego se procede al intercambio por H^+ de los cationes que la resina puede contener, para lo cual, se reduce la velocidad de flujo del ácido a 0.5 y 2 ml por cm^2 y por minuto (8). Después de lavar con agua destilada la columna queda lista para su uso.

Cuando el lecho de intercambio se agota, se procede a regenerarlo siguiendo los pasos ya descritos; en esta etapa, la resina liberará los iones retenidos en el proceso de agotamiento.

3:4 DESCRIPCION DE LA COLUMNA UTILIZADA

La columna utilizada en esta investigación es un tubo de vidrio de la casa "ENOSA" de las siguientes dimensiones: longitud 40 cm., diámetro externo 2.75 cm., diámetro interno 2.5 cm. En el extremo inferior se coloca un tapón de hule monohoradado atravesado por un tubo de vidrio de 8 mm diámetro y 5 cm de longitud, en el extremo inferior del tubo de vidrio se conecta un trozo de manguera de hule de 4 cm de longitud el cual se aprisiona con una pinza de mohr para controlar la salida del efluente.

El tapón de hule es la base sobre la cual descansa un lecho de perlas de vidrio de 3 mm. de diámetro que alcanza una al

tura de 3 a 5 cm., inmediatamente después, una gaza de algodón y un trozo circular de esponja de poliuretano sobre esta base, descansa la columna de poso de café sulfonado, cuya altura es variable pero no mayor de 25 cm., el espacio libre sobre la columna del intercambiador es ocupada por el agua de alimentación o solución agotadora.

En el extremo opuesto de la columna (parte superior) se coloca otro tapón de hule similar al ya descrito, el tubo de vidrio es de 8 mm de diámetro y de 3 cm de longitud, por la parte externa se une a una manguera de hule de unos 25 cm. de longitud que funciona como conducto de alimentación para el influente (solución agotadora y regenerante).

La columna con todos los accesorios se sostiene por medio de una pinza versátil a un soporte metálico. (ver figura 4 Pag.35).

3:5 OPERACION EN COLUMNA

Con esta técnica se determinará la capacidad de operación de las muestras de poso de café sulfonado y de una resina comercial, las condiciones operativas seran las mismas para ambos productos. Para obtener resultados aceptables es necesario empacar convenientemente el material dentro de la columna, de tal forma que el intercambiador no ocluya aire; así como también debe controlarse la velocidad del flujo de

la solución agotadora.

Colocar la columna de vidrio en posición vertical, con todos los accesorios e introducir 20 g. de café sulfonado seco; -- luego, medir la altura que alcanza el material dentro de la columna y calcular en base a las dimensiones de la columna - el volumen de poso sulfonado seco.

Trasladar el poso de café sulfonado de la columna hacia un beaker de 1000 ml. y cubrirlo con suficiente agua destilada, dejarlo en reposo por 24 horas.

Pasado este tiempo se transfiere nuevamente a la columna completamente mojado; teniendo en cuenta que la pinza de mohr - esté cerrando el paso de líquido de lo contrario el material se queda seco y ocluye aire, en seguida se compacta la columna de poso de café con una varilla de vidrio a la que se le coloca en uno de sus extremos un trozo de espuma de poliuretano, para evitar que las partículas se rompan por el esfuerzo mecánico.

Después de compactarlo, se mide nuevamente la altura de la columna de poso de café y se calcula el volúmen que ocupa el intercambiador mojado.

La diferencia entre los volúmenes en base seca y húmeda mul-

tiplicado por 100 representa el porcentaje de hinchamiento - del material.

3:6 ESTABLECIMIENTO DEL CONTROL DE FLUJO

El diseño de la columna es para trabajar con flujo hacia abajo, la velocidad del flujo se controla en base al principio del SIFON.

Después de empacar el material dentro de la columna, se conecta en el extremo superior un trozo de manguera de 25 cm. de longitud, la cual se introduce en un beaker de 1000 ml. que contiene unos 800 ml. de agua destilada que hace las veces - de un depósito.

Se retira la pinza de mohr del extremo inferior de la columna y se succiona con la boca para que se establezca el paso de el agua a través de la columna.

Mover el recipiente (beaker con agua) de abajo hacia arriba y viceversa, observar como varía el caudal de salida (efluente) por efecto del cambio de alturas.

Mantener constante el nivel del agua en el depósito adicionando constantemente agua destilada.

Evitar que se agote el agua del reservorio para que la column

na no quede seca y ocluya aire, si esto sucediera, es necesario empacar de nuevo la columna.

Después de familiarizarse con el funcionamiento del sistema se cierra el paso del agua con la pinza de mohr.

3:7 DETERMINACION DE LA VELOCIDAD DEL FLUJO

Adaptar un aro metálico de 6" a un soporte, colocar sobre el aro una malla metálica con asbesto sobre la cual descansará el recipiente. Seleccionar una altura entre la columna y el recipiente establecer la diferencia midiendo la altura comprendida entre el nivel del agua en el reservorio y el punto de entrada de líquido a la columna (ver figura 5).

Colocar en la parte inferior de la columna, una probeta graduada de 100 ml. que hará las veces de recipiente colector, tener a la mano un beaker con agua destilada para mantener constante el nivel del agua en el reservorio.

Anotar el tiempo inmediatamente después de abrir la pinza de mohr; después de coleccionar 100 ml. de agua cerrar la pinza de mohr y anotar nuevamente el tiempo.

El flujo o caudal se expresa en:
$$\frac{\text{Vol} \times \text{tiempo}}{\text{AREA}} \quad (13)$$



Repetir cinco veces el procedimiento con la misma altura y obtener el flujo promedio.

Seleccionar otras alturas y determinar nuevamente el flujo promedio en cada caso.

Un control de flujo más efectivo se consigue con el sistema esquematizado en la figura 5 Pág. .86

5:8 AGOTAMIENTO DE EL POSO DE CAFE SULFONADO Y DE UNA RESINA COMERCIAL

Las muestras de poso sulfonado y de resina comercial, se agotarán bajo las siguientes condiciones experimentales:

ORIGEN DE LA MUESTRA:	PROCEDIMIENTO 2:2:1
Peso de la muestra :	20 g.
Velocidad del flujo promedio de la solución agotadora :	64 ml/min.
Altura de la columna de poso sulfonado seco :	25 cm.
Altura de la columna de poso sulfonado mojado :	28 cm.
Volumen de poso sulfonado seco :	122.7 cm ³

Volumen de poso sulfonado
mojado : 137.4 cm³

Cambio de volumen : 14.74 cm³

Porcentaje de hinchamiento: 12.01

Dureza de el influente : 215 ppm como CaCO₃

Volumen de efluente anali-
zado : 50 ml.

Factor de dureza de la so-
lución de EDTA (f) : 1.25 mg. CaCO₃

CALCULO : DUREZA TOTAL = $\frac{\text{ml de EDTA} \times 1000}{\text{ml de muestra}} \times f$

ORIGEN DE LA MUESTRA PROCEDIMIENTO 2:2:2

Peso de la muestra : 20 g.

Velocidad de flujo prome-
dio : 64 ml/min.

Altura de la columna de -
poso sulfonado seco : 21.4 cm.

Altura de la columna de -
poso sulfonado mojado : 23.0 cm.

Volumen de poso sulfonado
seco : 105.33 cm³

Volumen de poso sulfonado mojado	:	112.90 cm ³
Cambio de volumen	:	7.37 cm ³
Porcentaje de hinchamiento:		6.98
Dureza de el influente	:	215 ppm como CaCO ₃
Volumen de efluente anali- zado	:	50 ml.
Factor de dureza (f) de la solución de EDTA	:	1.25 mg. CaCO ₃

RESINA COMERCIAL

CARACTERISTICAS:

Nombre Comercial	:	REXYN 101 (H)
Fabricante	:	FISHER SCIENTIFIC COMPANY**
Tipo	:	Intercambiador Orgánico - catiónico, ácido fuerte,- copolímero de poliestire- no-DVB sulfonado Forma <u>H</u> drógeno.
Porosidad	:	Media
Grupo activo	:	-SO ₃ , FORMA IONICA H ⁺
Tamaño mesh (b.h)	:	16 - 50

Capacidad de intercambio - iónico total (b.s.)	:	5.21 meq/g.
Capacidad de intercambio - iónico total (b.h.)	:	1.91 meq/ml.
Densidad en fase de traba- jo activo (b.s.)	:	451 g/litro
Grado	:	Analítico
Color	:	negro

CONDICIONES EXPERIMENTALES

Peso de resina (b.s.)	:	20 g.
Velocidad de flujo prome- dio	:	64 ml/min.
Altura de la columna de - resina (b.s.)	:	9 cm.
Altura de la columna de re sina (b.H.)	:	9.2 cm.
Volumen de la resina (bs)	:	44.18 cm ³
Volumen de la resina - (b.H.)	:	45.16 cm ³
Cambio de volumen	:	0.98 cm ³
Porcentaje de hinchamiento:		2.21

Dureza de el efluente en -
ppm como CaCO_3 : 215

Volumen de efluente anali-
zado : 50 ml.

Factor de dureza (f) de la
solución de EDTA : 1.25 mg CaCO_3

PROCEDIMIENTO

- Establecer una diferencia de altura de 15 cm. entre el depósito de solución agotadora y el extremo superior de la columna para obtener un flujo de 64 ml/min.
- Cerrar el paso de agua en la manguera de alimentación y cambiar el recipiente de agua destilada por otro que con tenga agua potable, a la que previamente se le ha determinado el contenido de dureza cálcica.
- Abrir la pinza de mohr y eliminar 100 ml. de el agua des tilada retenida por el material, seguidamente coleccionar - en forma continua fracciones de 500 ml. de efluente.
- Medir 50 ml. de cada fracción coleccionada y determinar el contenido de dureza, utilizando como titulante una solución estandarizada de EDTA, usar como indicador de la ti tulación negro de eriocromo T .

- Dar por terminada la prueba de intercambio en columna, cuando la dureza de el efluente sea la misma que la del agua potable.
- Desempacar la columna para utilizarla con otra muestra de poso sulfonado obtenido con otro procedimiento de sulfonación.
- Agotar la muestra, bajo las mismas condiciones experimentales y coleccionar fracciones de el mismo volumen, determinar la dureza cálcica a cada fracción.
- Cuando el material se agote, desempacar la columna y proceder a regenerar por separado las muestras de poso sulfonado, utilizando una solución saturada de NaCl, mantener los productos en contacto con la solución salina por 4 horas, después de este tiempo se empaca nuevamente dentro de la columna y se procede a agotarla nuevamente bajo las mismas condiciones.
- Después de agotarlo por segunda vez, se desempaca la columna, para luego utilizarla con la resina comercial.

AGOTAMIENTO DE LA RESINA.

- Introducir en la columna, 20 g. de resina y medir la altu-

ra de la resina en la columna, hecho ésto sacarla de la - columna.

- Colocar la resina en la forma ácida en un beaker de 400 ml y cubrirla con 100 ml. de una solución saturada de NaCl - (40 g/100 ml.), agitar la mezcla y luego dejarla en reposo por 4 horas.
- Separar la resina por filtración y descartar el filtrado, enjuagarla con agua destilada para eliminar la mayor parte de cloruros.
- Introducir la resina mojada a la columna y medir nuevamente la altura.
- Establecer las mismas condiciones en que se agotó el poso de café y proceder de la misma manera.
- Hacer un registro de la dureza removida y de la cantidad de influente tratado en cada ciclo de intercambio con las muestras de poso sulfonado y la resina.
- Calcular la capacidad de operación para cada una de las muestras agotadas.



- Graficar por separado, el volumen de efluente contra la dureza remanente (C/Co) y estimar gráficamente el punto de ruptura o de fuga de cada uno de los materiales.

Los resultados obtenidos con la prueba de intercambio por el método de inmersión y la operación en columna, para el poso de café y la resina comercial, se reportan en el siguiente capítulo.

C A P I T U L O I V

RESULTADOS EXPERIMENTALES DE LA PRUEBA DE INTERCAMBIO IONICO Y DETERMINACION DE LA CAPACIDAD DE OPERACION Y DEL PORCENTAJE DE AUMENTO DE VOLUMEN DE LAS PARTICULAS DEL POSO DE CAFE SULFONADO.

CUADRO DE RESULTADOS: 4:1
 PRUEBA DE INMERSION
 PROC. DE SULFONACION:
 PROCEDIMIENTO: 3:2:1

No.	VOLUMEN TRA- TADO EN LI- TROS.	m1 DE EDTA CONSUMIDOS POR ALICUO- TA.	FACTOR DE DUREZA mg CaCO ₃ POR m1 DE EDTA	DUREZA TOTAL DE LOS FIL- TRADOS EN ppm.	DUREZA TO- TAL DE AGUA POTA- BLE EN ppm.	DUREZA TO- TAL RENOVIA- DA EN ppm CONO CaCO ₃
1	0.3	0.45	0.937	8.43	160.78	152.35
2	0.6	3.55	0.937	66.52	160.78	94.26
3	0.9	5.30	0.937	99.32	160.78	61.46
4	1.2	6.05	0.937	113.37	160.78	47.41
5	1.5	6.25	0.937	117.12	160.78	43.66
6	1.8	6.6	0.937	123.68	160.78	37.10
7	2.1	7.5	0.937	140.55	160.78	20.23
8	2.4	8.0	0.937	149.92	160.78	10.86

CUADRO DE RESULTADOS : 4:2
 PRUEBA DE INMERSION
 MUESTRA REGENERADA
 PROCEDIMIENTO : 3:2:2

No.	VOLUMEN TRA- TADO EN LI- TROS.	m1 DE EDTA CONSUMIDOS POR ALICUO- TA.	FACTOR DE DUREZA mg CaCO ₃ POR m1 DE EDTA	DUREZA TO- TAL DE LOS FILTRADOS EN ppm CO- MO CaCO ₃	DUREZA TO- TAL DE AGUA POTABLE EN ppm COMO CaCO ₃	DUREZA TO- TAL REMOVI- DA EN ppm COMO CaCO ₃
1	0.3	0.05	0.937	0.937	160.78	159.84
2	0.6	0.3	0.937	5.62	160.78	155.16
3	0.9	0.6	0.937	11.24	160.78	149.54
4	1.2	1.5	0.937	28.11	160.78	132.67
5	1.5	4.0	0.937	74.96	169.78	85.82
6	1.8	7.0	0.937	131.18	160.78	29.60
7	2.1	7.4	0.937	138.67	160.78	22.11
8	2.4	8.0	0.937	149.92	160.78	10.86

CUADRO DE RESULTADOS : 4:3
 PRUEBA DE INMERSION
 PROC. DE SULFONACION : 3:2:3

No.	VOLUMEN TRÁ- TADO EN LI- TROS.	FACTOR DE DUREZA mg CaCO ₃ POR ml DE EDTA	ml DE EDTA CONSUMIDOS POR ALICUO- TA.	DUREZA TOTAL DE FILTRADOS EN ppm COMO CaCO ₃	DUREZA TO- TAL DE -- AGUA EN - ppm COMO CaCO ₃	DUREZA TOTAL RENOVIADA EN -- ppm COMO CaCO ₃
1	0.3	0.937	0.05	0.937	160.78	159.84
2	0.6	0.937	0.05	0.937	160.78	159.84
3	0.9	0.937	0.2	3.74	160.78	157.64
4	1.2	0.937	0.4	7.40	160.78	153.38
5	1.5	0.937	1.0	18.74	160.78	142.38
6	1.8	0.937	5.0	93.70	160.78	67.08
7	2.1	0.937	8.0	149.92	160.78	10.86
8	2.4	0.937	8.5	159.29	160.78	1.49

CUADRO DE RESULTADOS : 4:4
 PRUEBA DE INMERSION
 MUESTRA REGENERADA
 PROCEDIMIENTO:3:2:4

No.	VOLUMEN TRATADO EN LITROS.	FACTOR DE DUREZA mg DE CaCO ₃ /ml EDTA	ml DE EDTA CONSUMIDOR POR ALICUO _T A.	DUREZA TOTAL DE FILTRADO EN ppm COMO CaCO ₃	DUREZA TOTAL DE AGUA POTABLE EN ppm COMO CaCO ₃	DUREZA TOTAL RENOVADA EN ppm COMO CaCO ₃
1	0.3	0.937	0.05	0.937	160.78	159.84
2	0.6	0.937	0.05	0.937	160.78	159.84
3	0.9	0.937	0.25	4.68	160.78	156.10
4	1.2	0.937	0.5	9.37	160.78	151.41
5	1.5	0.937	1.5	28.11	160.78	132.67
6	1.8	0.937	6.6	112.44	160.78	48.34
7	2.1	0.937	7.5	140.55	160.78	20.33
8	2.4	0.937	8.5	159.29	160.78	1.49

CUADRO DE RESULTADOS: 4:5

PRUEBA EN OPERACION EN COLUMNA

PROCEDIMIENTO DE SULFONACION:

PRODUCTO REGENERADO: 2:2:1

No.	VOLUMEN DE EFLENTE - Litros	m1 DE EDTA CONSUMIDOS POR ALICUOTA.	DUREZA DEL EFLENTE EN ppm.	DUREZA (Co) DEL INFLUENTE ppm	DUREZA RELEVADA EN ppm.	DUREZA RELEVANTE C/Co.
1	1.0	0.05	0.0	207.5	206.5	0.0
2	1.5	0.45	11.25	207.5	196.00	0.054
3	2.0	4.2	105.00	207.5	102.50	0.50
4	2.5	7.0	175.00	207.5	32.50	0.84
5	3.0	7.2	180.00	207.5	27.50	0.86
6	3.5	7.6	190.00	207.5	17.50	0.91
7	4.0	7.7	192.50	207.5	15.00	0.92
8	4.5	7.9	197.50	207.5	10.00	0.95
9	5.0	8.0	200.00	207.5	7.00	0.96
10	5.5	8.3	207.5	207.5	0.0	1.0
11	6.0	8.3	207.5	207.5	0.0	

CUADRO DE RESULTADOS: 4:6
 PRUEBA EN OPERACION DE COLUMNA
 PROCEDIMIENTO: 2:2:1

No.	VOLUMEN DE EFLUENTE - EN LITROS.	ml DE EDTA CONSUMIDOS POR ALICUOTA.	DUREZA (C) DEL EFLUENTE EN ppm.	DUREZA (Co) DEL INFLUENTE EN ppm.	DUREZA A REMOVIDA EN ppm.	DUREZA REMANENTE C/Co.
1	0.5	0.00	0.0	207.5	207.5	0.0
2	1.0	0.00	0.0	207.05	207.05	0.0
3	1.5	0.2	5.0	207.5	202.5	0.024
4	2.0	0.6	15.0	207.5	192.05	0.072
5	2.5	1.4	35.0	207.5	172.5	0.16
6	3.0	3.5	87.5	207.5	120.0	0.42
7	3.5	5.75	143.75	207.5	63.75	0.69
8	4.0	7.0	175.00	207.5	32.5	0.84
9	4.5	7.7	192.50	207.5	15.0	0.92
10	5.0	8.0	200.00	207.5	7.00	0.96
11	5.5	8.3	207.50	207.5	0.0	1.0

CUADRO DE RESULTADOS : 4:7
 PRUEBA DE OPERACION EN COLUMNA
 PROCEDIMIENTO : 2:2:2
 MATERIAL REGENERADO

No.	VOLUMEN DE EFLUENTE - EN LITROS	ml DE EDTA CONSUMIDOS POR ALICUO ^{TA} .	DUREZA (C) DEL EFLUENTE EN ppm.	DUREZA (Co) DEL INFLUENTE EN ppm.	DUREZA REMOVIDA EN ppm.	DUREZA REMANENTE C/Co.
1	1.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
2	2.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
3	3.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
4	4.0	0.65	16.25	207.5	191.25	0.078
5	5.0	4.75	118.75	207.5	88.75	0.57
6	6.0	7.4	185.0	207.5	22.5	0.89
7	7.0	8.2	205.0	207.5	2.5	0.98
8	8.0	8.3	207.5	207.5	0.0	1.0

CUADRO DE RESULTADOS: 4:8

PRUEBA EN OPERACION DE COLUMNA.

PROCEDIMIENTO: 2:2:2

No.	VOLUMEN DE EFLUENTE - EN LITROS.	ml DE EDTA CONSUMIDOS POR ALICUOTA.	DUREZA (C) DEL EFLUENTE EN ppm.	DUREZA (Co) DEL INFLUENTE EN ppm.	DUREZA REMOVIDA EN ppm	DUREZA RELATIVAMENTE MANTENIDA C/C
1	1.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
2	2.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
3	3.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
4	4.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
5	5.0	0.2	5.00	207.5	202.50	0.024
6	6.0	5.4	135.00	207.5	72.50	0.65
7	7.0	7.85	196.25	207.5	11.50	0.94
8	8.0	8.3	207.5	207.5	0.0	1.0

CUADRO DE RESULTADOS: 4:9
 PRUEBA EN OPERACION DE COLUMNA
 MATERIAL AGOTADO: REXYN 101 (II)

No.	VOLUMEN DE EFLUENTE - EN LITROS.	MI DE EDTA CONSUMIDOS POR ALICUOTA.	DUREZA (C) DEL EFLUENTE EN ppm.	DUREZA (Co) DEL INFLUENTE EN ppm.	DUREZA REMOVIDA EN ppm.	DUREZA RESIDUANTE C/Co.
1	3.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
2	6.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
3	9.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
4	12.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
5	15.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
6	10.0	0.00	0.0	207.5	207.5	0.00
7	21.0	0.10	2.5	207.5	205.5	0.012
8	24.0	0.25	6.25	207.5	201.25	0.030
9	27.0	2.00	50.0	207.5	157.5	0.24
10	30.0	6.00	15.0	207.5	57.5	0.72
11	33.0	7.8	195.0	207.5	12.5	0.93
12	34.0	8.0	200.0	207.5	7.0	0.96
13	35.0	8.3	207.5	207.5	0.0	1.0

4:1 PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DEL POSO DE CAFE SULFONADO

Las propiedades fisicoquímicas más importantes desde el punto de vista de su uso como material de intercambio iónico son:

- La capacidad de operación.
- El porcentaje de aumento de volumen de las partículas en condiciones de trabajo.

La primera propiedad, es una medida de la cantidad de iones removidos de la solución por un volumen determinado de poso sulfonado, en un ciclo de intercambio iónico y equivale al tiempo de vida útil del material de intercambio; el porcentaje de aumento de volumen de las partículas está relacionado con el espacio que las partículas del intercambiador subutilizan en el lecho de intercambio y su valor se interpreta, como la eficiencia o rendimiento del material en condiciones de trabajo.

4:1:1 CAPACIDAD DE OPERACION

Esta propiedad se determina en el intercambiador, en condiciones de trabajo; el significado cuantitativo, se base en el volumen de efluente exento de dureza que un volumen de poso sulfonado es capaz de procesar en un ciclo de intercamo

bio iónico; la cantidad de iones removidos de el efluente, es igual al número de sitios o grupos de intercambio ionico presentes en el volumen de poso utilizado.

Analíticamente, el número de sitios de intercambio se expresan en términos de miliequivalentes de iones por mililitro de intercambiador (meq/ml), en libras equivalentes de iones por pie cúbico de resina (Lb/pie³) o como es usual en tratamiento de aguas, kilogramos de carbonato de calcio por pie cúbico de resina (Kg/pie³). El valor numérico de la capacidad de operación determinado analíticamente, representa la capacidad real con que el material participa en el proceso de intercambio ionico en medio acuoso; técnicamente, el valor se interpreta como el tiempo de vida útil de el intercambiador y es una propiedad diferente para cada tipo de intercambiador ionico, la cual depende de las características estructurales de la matriz y de la velocidad de el efluente - atravesando el lecho de intercambio.

4:1:2 DETERMINACION DE LA CAPACIDAD DE OPERACION


Esta propiedad se determinó después de agotar completamente, la capacidad de intercambio iónico a un volumen humedo de - poso sulfonado; el proceso de agotamiento se controló analizando la dureza de los volúmenes de efluente que se colectaron periódicamente a lo largo de el ciclo de intercambio.

Con los resultados obtenidos se calculó la capacidad de operación de el material, por medio de los siguientes métodos: Gráfico y Analítico.


Con el método gráfico, se determinó el volumen de efluente exento de dureza, que un volumen húmedo de poso sulfonado es capaz de procesar en un ciclo de intercambio; este volumen se lee de el gráfico que se construye, ploteando el volumen total de efluente procesado en la prueba de carga, en contra de la concentración o dureza residual en el efluente; el gráfico representa el proceso de carga o agotamiento de el material y es una curva típica en forma de "S" (ver gráficos en las pags., 87 a 92.); en la curva se observan tres puntos que corresponden a las diferentes etapas de el proceso de agotamiento de el poso sulfonado. El primer punto está ubicado en el origen de los ejes de coordenados, a partir de aquí, comienza el primer segmento curvilíneo de el gráfico y se extiende a lo largo de la abscisa con un valor constante de dureza residual igual a cero y termina en el punto A; este segundo punto, se conoce técnicamente como punto de ruptura o de fuga; a partir de el cual, comienzan a aparecer en el efluente, los iones que causan dureza, por lo que el segmento de el gráfico comprendido entre el origen y el punto de ruptura, representa la capacidad de operación o vida útil de el material en condiciones de intercambio; el volumen de efluente, exento de dureza procesado hasta -

el punto A, es equivalente a la capacidad de operación.

A partir de el punto de ruptura, el poso sulfonado ha agotado su capacidad de operación; no así, la capacidad de intercambio iónico, ya que aun le quedan algunos sitios por agotar. El proceso de intercambio continua de manera incompleta, los iones de Ca^{+2} y Mg^{+2} no intercambiados aparecen en el efluente y como consecuencia la dureza aumenta en forma progresiva y el segundo segmento curvilíneo se eleva abruptamente, hasta alcanzar el punto máximo de el gráfico, en el que la concentración de el influente y de el efluente -- son iguales: El punto B de la curva, corresponde a la saturación o carga total de el poso sulfonado, a partir de este punto, el material ya no es capaz de retirar los iones y se ha concluido un ciclo de intercambio ionico.

La capacidad de operación para cada una de las muestras en estudio, se representan por el área de forma rectangular medio sombreada , delimitada por los ejes de coordenadas y una línea vertical que parte de el punto de ruptura (punto A) y que intercepta a la línea punteada de máximo valor en el gráfico, la capacidad de operación calculada en forma -- gráfica, es un valor semicuantitativo y dependiendo de las exigencias de la calidad de el agua; suele calcularse, un -- poco más adelante de el punto de ruptura.

El area de forma irregular acotada por la línea vertical y

el segmento curvilíneo de el gráfico, corresponden a la capacidad residual de el intercambiador y se representa como ; la suma de las dos áreas corresponden a la capacidad total de intercambio en operación; es decir, todo el área comprendida entre los ejes de coordenadas y la curva. (Consultar gráfico No. 1).

4:1:3 DETERMINACION ANALITICA DE LA CAPACIDAD DE OPERACION

El valor de la capacidad de operación determinado analíticamente es de orden cuantitativo y es aproximadamente igual al valor de la capacidad específica de el intercambiador.

Esta propiedad se evalua en condiciones operativas para ello; es necesario, conocer el volumen de efluente exento de dureza procesado en un ciclo de intercambio; este volumen se lee en el gráfico, a la altura de el punto de ruptura; es decir donde la curva comienza a elevarse, también puede tomarse de las tablas de resultados de el proceso de agotamiento de el material; además se debe conocer la concentración de el influente, el peso molecular de las especies iónicas intercambiadas y el volumen húmedo de el intercambiador utilizado en la prueba.

La concentración de los iones intercambiados o dureza de el

influyente se expresa en ppm de CaCO_3 , ó en términos de molaridad; el peso molecular de CaCO_3 , es 100 g/mol.

La cantidad de Ca^{+2} y Mg^{+2} como CaCO_3 , intercambiado -- por el material hasta el punto de ruptura, se calcula con la siguiente ecuación:

Peso de Ca^{+2} y Mg^{+2} como $\text{CaCO}_3 = \text{Vd de efluente} \times \text{Molaridad} \times \text{pm CaCO}_3$

Los gramos de Ca CO_3 calculados, son equivalentes a la cantidad de sitios o grupos de intercambio ionico en el volumen humedo de intercambiador utilizado, y se expresan en unidades de concentración analíticos, como gramos de sal removida por litro de intercambiador humedo, miliequivalentes por mililitro de resina humeda, etc.

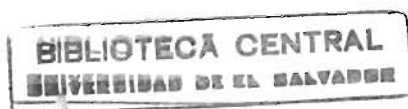
A continuación se presentan los cálculos efectuados para la determinación de la capacidad de operación de la resina comercial REXYN (101) y de el poso de café sulfonado.

— CAPACIDAD DE OPERACION DE LA RESINA COMERCIAL REXYN (101)

DATOS:

Peso de Resina = 20 g.

Volumen humedo de la resina = 45.16 ml.



$$\begin{aligned}
 \text{Volumen de efluente a 0.0 ppm} &= 20 \text{ litros} \\
 \text{Concentración de el influente} &= 0.00215 \text{ M (215 ppm)} \\
 \text{PM de CaCO}_3 &= 100 \text{ g/mol.} \\
 \text{Peso de Ca}^{+2} \text{ y Mg}^{+2} \text{ como CaCO}_3 &= 20 \text{ litros} \times \frac{0.00215 \text{ M}}{\text{litro}} \\
 &\quad \times 100 \text{ g/mol} = 4.3 \text{ g. de} \\
 &\quad \text{CaCO}_3
 \end{aligned}$$

En términos de g de sal/litro de resina.

$$\frac{4.2 \text{ g}}{45.16 \text{ ml}} \times \frac{X}{1000 \text{ ml}} = 95.21 \text{ g/litro}$$

La capacidad de operación expresada en meq/ml es:

$$\frac{95.21 \text{ g}}{\text{Litro}} \times \frac{2 \text{ eq}}{100 \text{ g}} \times 10^3 \frac{\text{meq}}{\text{eq}} \times \frac{\text{Litro}}{10^3 \text{ ml}} = 1.90 \text{ meq/ml}$$

— CAPACIDAD DE OPERACION DE EL POSO DE CAFE SULFONADO

(Procedimiento 2:2:2)

Peso utilizado = 20

Volumen de posos humedo = 112.9 ml.

Volumen de efluente a 0.0 ppm = 4 litros

Concentración de el influente = 0.00215 M

PM de CaCO₃ = 100 g/mol.

$$\begin{aligned}
 \text{Peso de Ca}^{+2} \text{ y Mg como CaCO}_3 &= 4 \text{ litros} \times 0.00215 \text{ M} \times 100 \text{ g/mol} \\
 &= 0.86 \text{ g de CaCO}_3
 \end{aligned}$$

En términos de g/litro de poso humedo:

$$\frac{0.86 \text{ g}}{112.9 \text{ ml}} = \frac{X}{1000 \text{ ml}} = 7.61 \text{ g de CaCO}_3/\text{litro}$$

Capacidad de operación expresada en meq/ml

$$\frac{761. \text{ g}}{\text{Litro}} \times \frac{2 \text{ eq}}{100 \text{ g}} \times 10^3 \frac{\text{meq}}{\text{eq}} \times \frac{\text{Litro}}{10^3 \text{ ml}} = 0.1522 \text{ meq/ml}$$

— CAPACIDAD DE OPERACION PARA EL MATERIAL REGENERADO

(Procedimiento: 2:2:2)

Datos

Peso = 20 g

Volumen humedo = 112.9 ml

Volumen de efluente a 0.0 ppm = 3 litros

CALCULOS

$$\text{Peso de Ca}^{+2} \text{ y Mg}^{+2} \text{ como Ca CO}_3 = 3 \text{ litros} \times 0.00215 \frac{\text{mol}}{\text{litro}}$$

$$\times 100 \text{ g/mol} =$$

$$0.645 \text{ g de CaCO}_3$$

En términos de g de sal/litro poso humedo:

$$\frac{0.645 \text{ g}}{112.9 \text{ ml}} = \frac{X}{1000 \text{ ml}} = 5.71 \text{ g/litro}$$

Capacidad de operación expresada en meq/ml

$$\frac{5.71 \text{ g}}{\text{Litro}} \times \frac{2 \text{ eq}}{100 \text{ g}} \times 10^3 \frac{\text{meq}}{\text{eq}} \times \frac{\text{Litro}}{10^3 \text{ ml}} = 0.1142 \text{ meq/ml}$$

- CAPACIDAD DE OPERACION DE EL POSO SULFONADO CON EL PROCE
DIMIENTO 2:2:1

Peso = 20 g

Volumen humedo = 137.4 ml

Volumen de efluente a 0.0 ppm = 1 litro

Concentración de influente = 0.00215 m

CALCULOS

$$\begin{aligned} \text{Peso de Ca}^{+2} \text{ y Mg}^{+2} \text{ como CaCO}_3 &= 1 \text{ litro} \times 0.00215 \frac{\text{mol}}{\text{litro}} \\ &\quad \times 100 \text{ g/mol} \\ &= 0.215 \text{ g de CaCO}_3 \end{aligned}$$

En términos de gramos de sal/litro de poso humedo:

$$\frac{0.215 \text{ g}}{137.4 \text{ ml}} = \frac{X}{1000 \text{ ml}} = 1.565 \text{ g/litro}$$

Capacidad de operación expresada en meq/ml

$$\frac{1.565 \text{ g}}{\text{Litro}} \times \frac{2 \text{ eq}}{100 \text{ g}} \times 10^3 \frac{\text{meq}}{\text{eq}} \times \frac{\text{litro}}{10^3 \text{ ml}} = 0.0313 \text{ meq/ml}$$

NOTA: La capacidad de operación de el poso regenerado es

igual a la calculada anteriormente (0.0313 meq/ml).

4:1:2:1 DETERMINACION DE EL PORCENTAJE DE INFLAMIENTO DE -
LAS PARTICULAS DE EL POSO DE CAFE SULFONADO.

El uso eficiente de el poso de café sulfonado como material de intercambio ionico, depende de lo que se inflen las partículas en condiciones de trabajo; este incremento de volumen se expresa en términos de porcentaje y representa el espacio que el material subutiliza en el lecho de intercambio.

Esta característica, depende de el grado de entrecruzamiento y de la naturaleza hidrofílica e hidrofóbica de la matriz; cuando esta es poco entrecruzada y las cadenas carboníferas son hidrofílicas, como es el caso de el poso de café, el material subutiliza mayor espacio en la columna porque las -- partículas se inflan considerablemente; cuanto menor sea el incremento de volumen, mayor será el rendimiento de el material empacado.

A partir de el porcentaje de inflamamiento, se deducen otras características relacionadas con la cinética del intercambio; así en los intercambiadores con matriz poco entrecruzada, - se observan velocidades de intercambio altas y además son selectivas en cuanto al tamaño de los iones intercambiados.

El espacio subutilizado en el lecho de intercambio, se calcula midiendo el volumen aparente, en base seca y en base húmeda que ocupa una determinada cantidad de poso sulfonado.

4:1:2:2 CALCULO DE EL VOLUMEN APARENTE Y DE EL PORCENTAJE DE INFLAMIENTO DE LAS PARTICULAS.

Los intercambiadores iónicos se utilizan en forma de columna empacada, el volumen que ocupan dentro de el equipo es aparente y se conoce como volumen bruto o de empaque. Este volumen comprende el tamaño de las partículas, más el espacio vacío entre ellos.

El volumen bruto se determina en base a las dimensiones de la columna de intercambiador empacado la cual es de forma cilíndrica, por lo que el cálculo se efectua con la fórmula: $V = \Pi (D/2)$. En la que Π , es una constante, D, es el diámetro interno de la columna de vidrio y es igual al diámetro de la columna de intercambiador; h, es la altura de el lecho de intercambio en la columna.

El espacio subutilizado por el poso sulfonado se calcula, estableciendo la diferencia, entre el volumen aparente en base seca y en base húmeda.

- VOLUMEN APARENTE EN BASE SECA DE EL POSO SULFONADO.

(PROCEDIMIENTO 2:2:2)

DATOS

Diámetro interno de la columna = 2.5 cm.

Altura del lecho = 21.5 cm.

CALCULOS

$$V = \pi (D/2)^2 h$$

$$V = 3.1416 \times \left(\frac{2.5 \text{ cm}}{2}\right)^2 \times 21.5 \text{ cm.}$$

$$V = 105.53 \text{ cm}^3$$

- VOLUMEN APARENTE EN BASE HUMEDA DE EL POSO SULFONADO.

DATOS

Peso = 20 g.

Diámetro interno de la columna = 2.5 cm.

Altura del lecho = 23.0 cm.

CALCULOS

$$V = 3.1416 \left(\frac{2.5 \text{ cm}}{2}\right)^2 \times 23 \text{ cm.}$$

$$V = 112.9 \text{ cm}^3$$

— ESPACIO SUBUTILIZADO EN LA COLUMNA

$$E = V (b.h) - V(b.s)$$

$$E = (112.9 - 105.53) \text{ cm}^3$$

$$E = 7.37 \text{ cm}^3$$

— PORCENTAJE DE INFLAMIENTO DE LAS PARTICULAS

$$\% = \frac{7.37 \text{ cm}^3}{105.53 \text{ cm}^3} \times 100 = 6.98$$

— PORCENTAJE DE LECHO DE INTERCAMBIO EFECTIVO

$$\% = \frac{105.53 \text{ cm}^3}{112.9 \text{ cm}^3} \times 100 = 93.47$$

— VOLUMEN APARENTE EN BASE SECA DE EL POSO SULFONADO

(PROCEDIMIENTO 2:2:1)

DATOS

Peso = 20 g.

Diámetro interno de la columna = 2.5 cm.

Altura del lecho = 25 cm.

CALCULOS

$$V = 3.1416 (2.5/2 \text{ cm})^2 \times 25 \text{ cm}$$

$$= 122.7 \text{ cm}^3$$

— VOLUMEN APARENTE EN BASE HUMEDA

DATOS

Peso = 20 g.

Diámetro interno = 2.5 cm.

Altura del lecho = 28 cm.

CALCULOS

$$\begin{aligned} V &= 3.1416 (2.5/2 \text{ cm})^2 \times 28 \text{ cm} \\ &= 137.4 \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

— ESPACIO SUBUTILIZADO EN LA COLUMNA

$$E = V(b.h) - V(b.s)$$

$$E = (137.4 - 122.7) \text{ cm}^3$$

$$E = 14.7 \text{ cm}^3$$

— PORCENTAJE DE INFLAMIENTO DE LAS PARTICULAS

$$\% = \frac{14.7 \text{ cm}^3}{122.7 \text{ cm}^3} \times 100 = 11.98$$

— PORCENTAJE DE LECHO DE INTERCAMBIO EFECTIVO

$$\% = \frac{122.7 \text{ cm}^3}{137.4 \text{ cm}^3} \times 100 = 89.30$$

III - VOLUMEN APARENTE EN BASE SECA DE REXYN (101) H

DATOS

Peso = 20 g

Diámetro interno de la columna = 2.5 cm.

Altura del lecho = 9 cm.

CALCULOS

$$V = 3.1416 (2.5/2 \text{ cm})^2 \times 9 \text{ cm.}$$

$$= 44.18 \text{ cm}^3$$

- VOLUMEN APARENTE EN BASE HUMEDA

DATOS

Peso = 20 g.

Diámetro interno de la columna = 2.5 cm.

Altura del lecho = 9.2 cm.

- CALCULOS

$$V = 3.1416 \times (2.5/2 \text{ cm})^2 \times 9.2 \text{ cm.}$$

- ESPACIO SUBUTILIZADO EN LA COLUMNA

$$E = (45.16 - 44.18) \text{ cm}^3$$

$$E = 0.98 \text{ cm}^3$$

- PORCENTAJE DE INFLAMIENTO DE LAS PARTICULAS

$$\% = \frac{0.98 \text{ cm}^3}{44.18 \text{ cm}^3} \times 100 = 2.22$$

- PORCENTAJE DE LECHO DE INTERCAMBIO EFECTIVO

$$\% = \frac{44.18 \text{ cm}^3}{45.16 \text{ cm}^3} \times 100 = 97.82$$

PROPIEDADES FISIQUIMICAS DE EL POSO SULFONADO Y DE LA RESINA COMERCIAL, REXYN (101) H

CUADRO RESUMEN 4-10	CAPACIDAD DE OPERACION		% DE INFLAMIENTO	
P R O D U C T O	g/litro	meq/ml	VOLUMEN SUB UTILIZADO.	% DE INFLAMIENTO.
POSO DE CAFE SULFO NADO PROCEDIMIENTO:2:2:2	7.61	0.1522	7.37	6.98
POSO DE CAFE SULFO NADO REGENERADO PROCEDIMIENTO 2:2:2	5.71	0.1142	7.37	6.98
POSO DE CAFE SULFO NADO PROCEDIMIENTO 2:2:1	1.565	0.0313	14.7	11.98
POSO DE CAFE SULFO NADO REGENERADO PROCEDIMIENTO 2:2:1	1.565	0.0313	14.7	11.98
REXYN (101) #	95.21	1.90	0.98	2.22

C A P I T U L O V

OBSERVACIONES Y CONCLUSIONES

C A P I T U L O V

O B S E R V A C I O N E S

Las observaciones que se anotaron en el desarrollo de la investigación son las siguientes:

- El poso de café debe ser completamente puro, no debe contener adulterantes como, maíz o maicillo; las muestras -- que se utilizaron en esta investigación provienen de la - marca comercial "DOREÑA".
- No es recomendable almacenar por mucho tiempo el poso de café recolectado, porque se fermenta y atrae hormigas.
- Antes de someterlo al proceso de sulfonación, el poso de café debe estar exento de grasas; cuando las grasas estan presentes reaccionan con el ácido sulfúrico y forman un cuerpo microgranular soluble en agua.
- Para remover las grasas es necesario que el poso de café esté completamente seco; para ello, se coloca en una estufa a 105°C, por espacio de una hora; si el tiempo de secado se prolonga, el poso de café se puede recinificar.
- La sulfonación del poso de café se realiza en un recipiente



te refrigerado externamente con una mezcla hielo-sal para mantener la temperatura de la reacción abajo de 30°C ; arriba de ésta temperatura, resulta difícil controlar la reacción.

- La velocidad con que se adiciona el ácido sulfúrico al poso de café es, 2 ml cada diez minutos y con una agitación moderada; a ésta velocidad se mantiene bajo control la temperatura de la reacción.
- Después de agregar todo el ácido sulfúrico, la mezcla reaccionante se deja en digestión por 16 horas, para que se complete la reacción.
- Para aumentar la resistencia de la matriz del poso de café al ataque destructivo del ácido sulfúrico, se recomienda tostar el poso desengrasado, por dos horas a una temperatura de 350°C o bien, someterlo a un tratamiento preliminar con una solución de ácido sulfúrico al 3% durante una hora; en ambos casos se logra aumentar los centros "cristalinos" en la red.
- La cantidad de ácido sulfúrico utilizada en la reacción de sulfonación se determinó por prueba y error; ya que no se conoce la estiquiometría de la reacción; sin embar

go, se puede tomar como referencia, el contenido de celulosa en el poso de café para estimar la cantidad de ácido a utilizar.

- Para trasladar el intercambiador de la forma ácida a la forma sódica, se recomienda utilizar una solución de NaCl en vez de, una solución de NaOH, porque la celulosa se destruye fácilmente en un medio fuertemente alcalino.
- La capacidad de operación de los productos obtenidos es significativamente menor que la capacidad de operación del intercambiador comercial REXYN 101 (H); en términos de porcentaje, la capacidad de operación de los productos, respecto al intercambiador comercial es de 6% para el producto 2:2:2 y 1.64% para el producto 2:2:1
- La capacidad de operación, la estabilidad física y el tamaño de las partículas, se mejoran notablemente si el poso de café se tuesta antes de sulfonarlo; los resultados del procedimiento 2:2:2 demuestran la eficacia del tratamiento; por un lado, se logra disminuir el volumen de las partículas a la vez que se vuelven **mas** compactas; en estas condiciones se puede utilizar **una mayor** cantidad de ácido en la reacción y se aumenta el nivel de sustitución en la matriz; (ver cuadro 4-10, Pag. 72); en condiciones operativas ocupa **menor** espacio en la columna por lo que se aumenta la **eficiencia**.

C O N C L U S I O N E S

Desde el punto de vista estructural, el **poso de café** es similar a la matriz sintética de un intercambiador iónico de ESTIRENO-DIVINILBENCENO (ver figuras No. 2 y 2-A). Las cadenas celulosícas del **poso de café** serían equivalentes a las cadenas de poliestireno; los centros "cristalinos" al elemento reticulante D.V.B.; así como estos materiales tienen capacidad de adicionar grupos químicos de intercambio iónico del tipo sulfónico ($-SO_3H$), los carbohidratos del **poso de café** pueden adicionar bajo condiciones controladas los mismos grupos de intercambio iónico, como se ha demostrado en la presente investigación.

Los resultados de la prueba de intercambio iónico demostraron que el **poso de café sulfonado** es capaz de remover calcio y magnesio del agua; aunque en menor cantidad que el intercambiador comercial; sin embargo, se ha demostrado que se puede aumentar su capacidad de operación y disminuir en cierta medida el volumen de las partículas para aumentar la eficacia en el proceso.

Por ser un producto de **origen natural** no es posible **por el momento**, eliminar la **barrera** que representa el bajo **grado** de intercruzamiento de **la matriz**; sin embargo, en **ésta** etapa de la investigación se ha demostrado que **ésta desventaja**

puede ser corregida.

La rapidez con que agota su capacidad de operación y el alto volumen que ocupa dentro de la columna, son por el momento desventajas de tipo práctico, razón por la cual el poso de café sulfonado no podría competir en eficiencia con los intercambiadores comerciales; a pesar de ello, el poso sulfonado puede ser un sustituto temporal en procesos relacionados con la suavización del agua potable a pequeña escala, cuando la calidad y la demanda del agua tratada no sea rigurosa; también podría utilizarse en las primeras etapas del proceso de suavización de agua a gran escala, eliminando dureza y reteniendo sólidos no disueltos, ello aumentaría el tiempo de vida útil de los otros intercambiadores utilizados en el proceso; ya saturado de sales de calcio y magnesio podría utilizarse para restablecer calcio y magnesio en suelos con bajo contenido en estos elementos, sin provocar contaminación; ya que es un material biodegradable, lo que no sucede con las resinas comerciales.

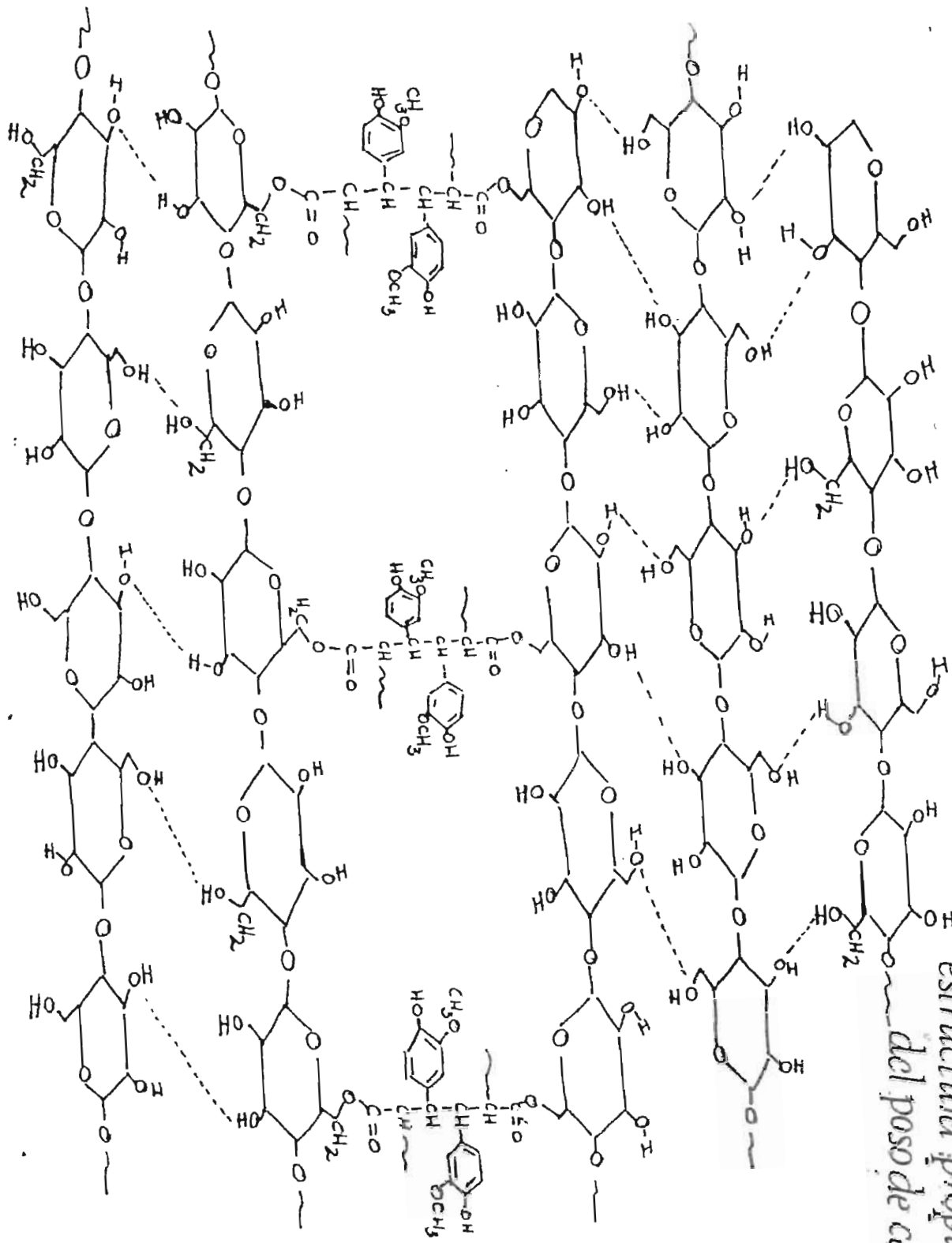
Aunque en ninguna parte de la investigación se ha tratado la viabilidad económica del proyecto para producirlo a escala industrial, los resultados y las observaciones anotadas a lo largo de la investigación, podrían tomarse como indicativos para futuros proyectos.

Se espera que en futuras investigaciones se logren mejorar las propiedades fisico-químicas del nuevo intercambiador, de tal manera que pueda competir en eficiencia y economía con otros tipos de intercambiadores comerciales.

BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

A P E N D I C E

BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR



*estructura propuesta
del poso de café*

FIGURA 1.

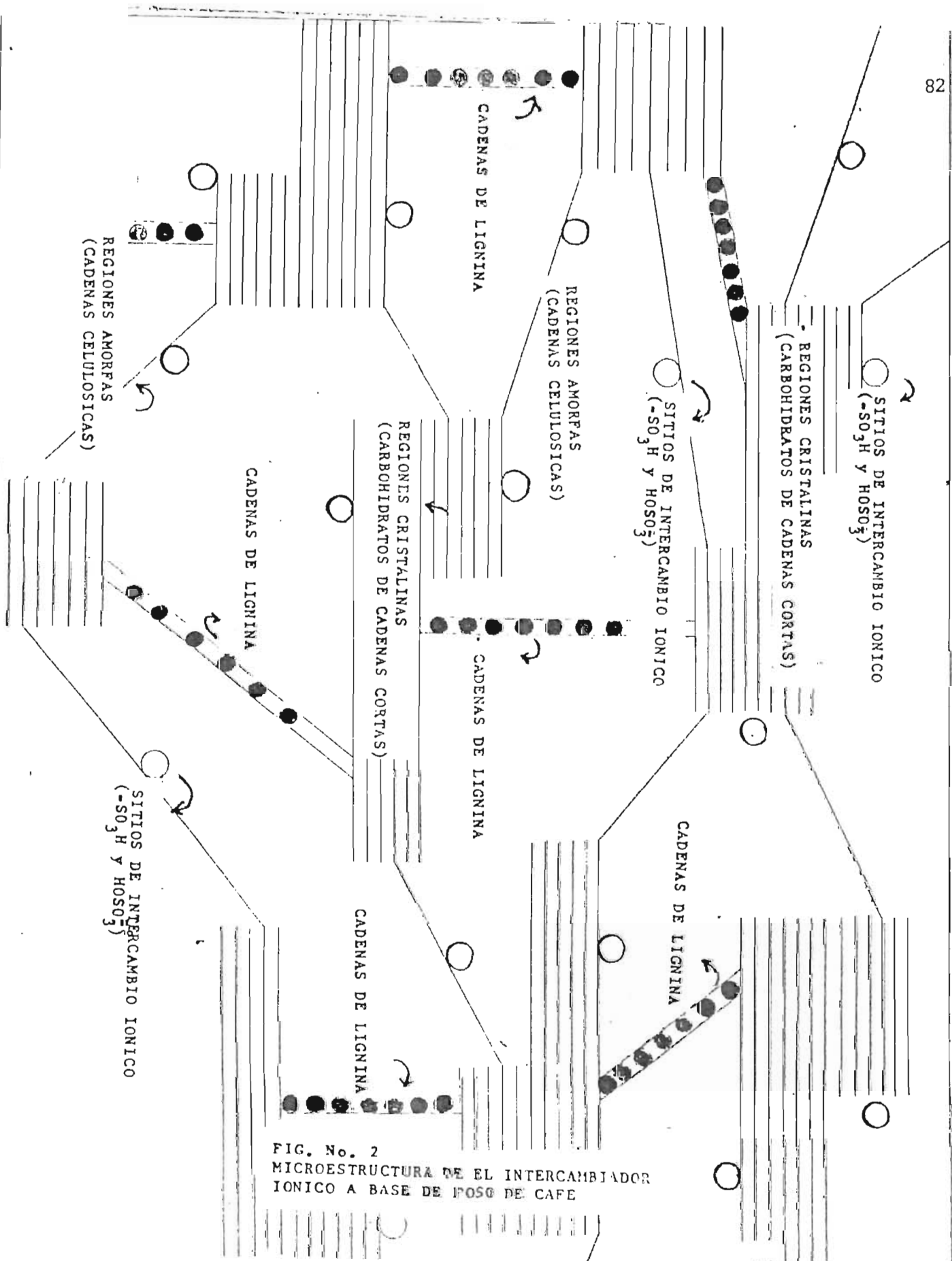
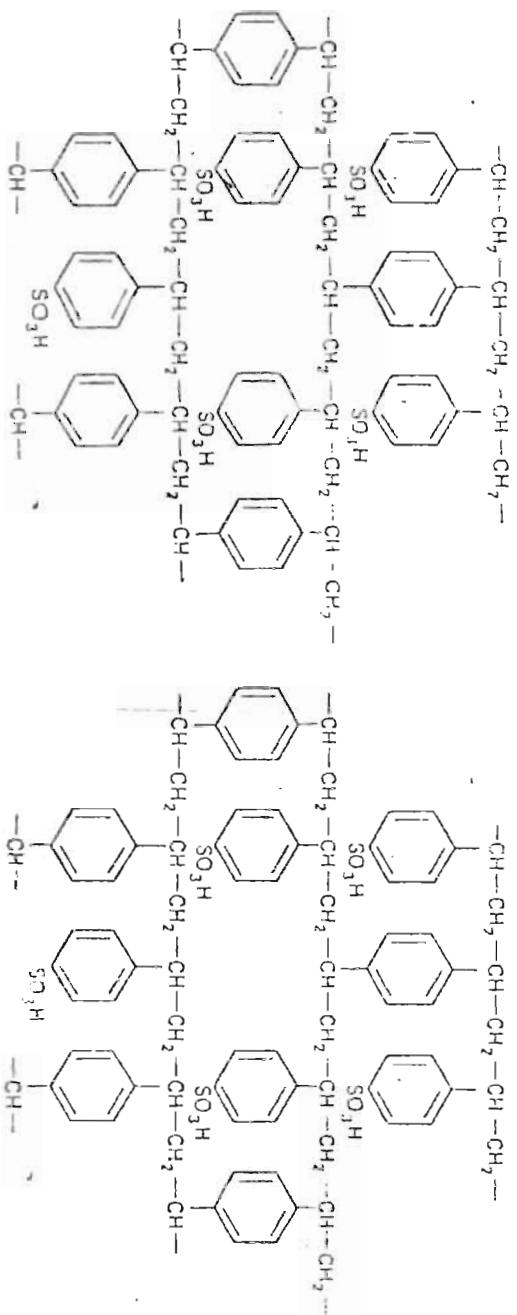


FIG. No. 2
 MICROESTRUCTURA DE EL INTERCAMBIADOR
 IONICO A BASE DE POSO DE CAFE

FIG. No. 2-A

RESINA DE INTERCAMBIO IONICO CATIONICA
DE ESTIRENO-DIVINIL BENCENO



COLU—NA DE 1" D.I

TUBO DE VIDRIO 8 mm 84

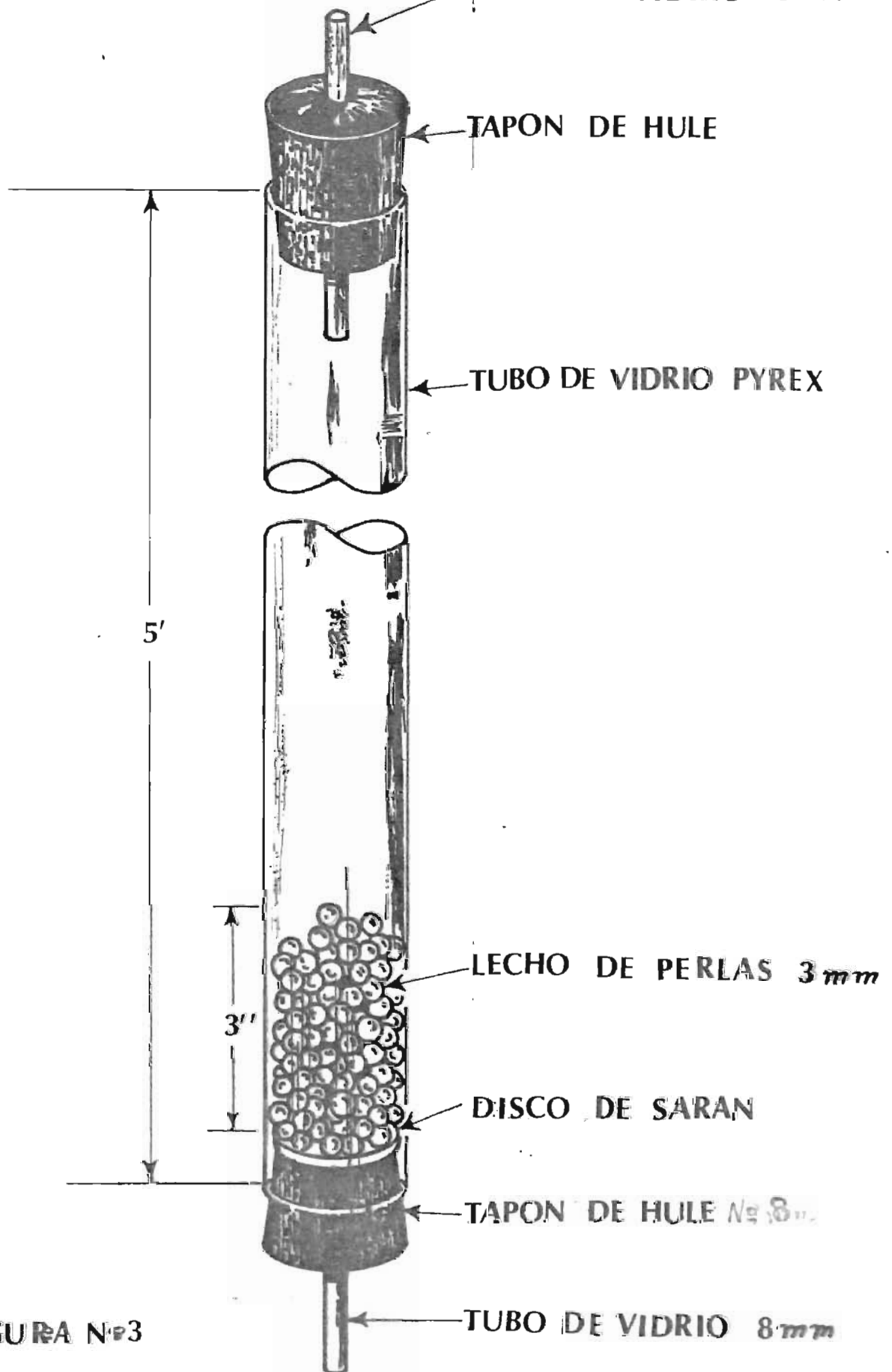


FIGURA N°3

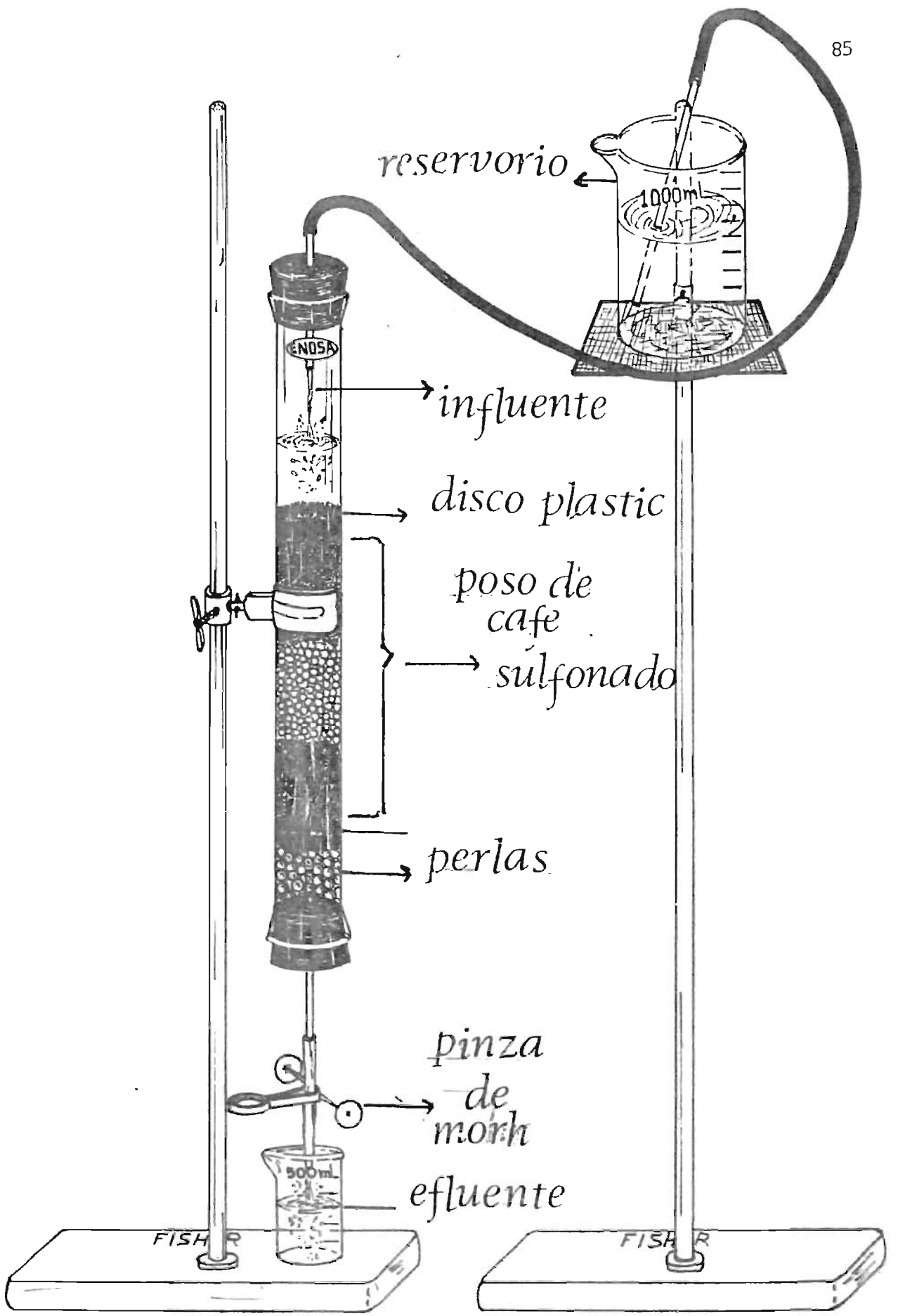


figura n.º 4

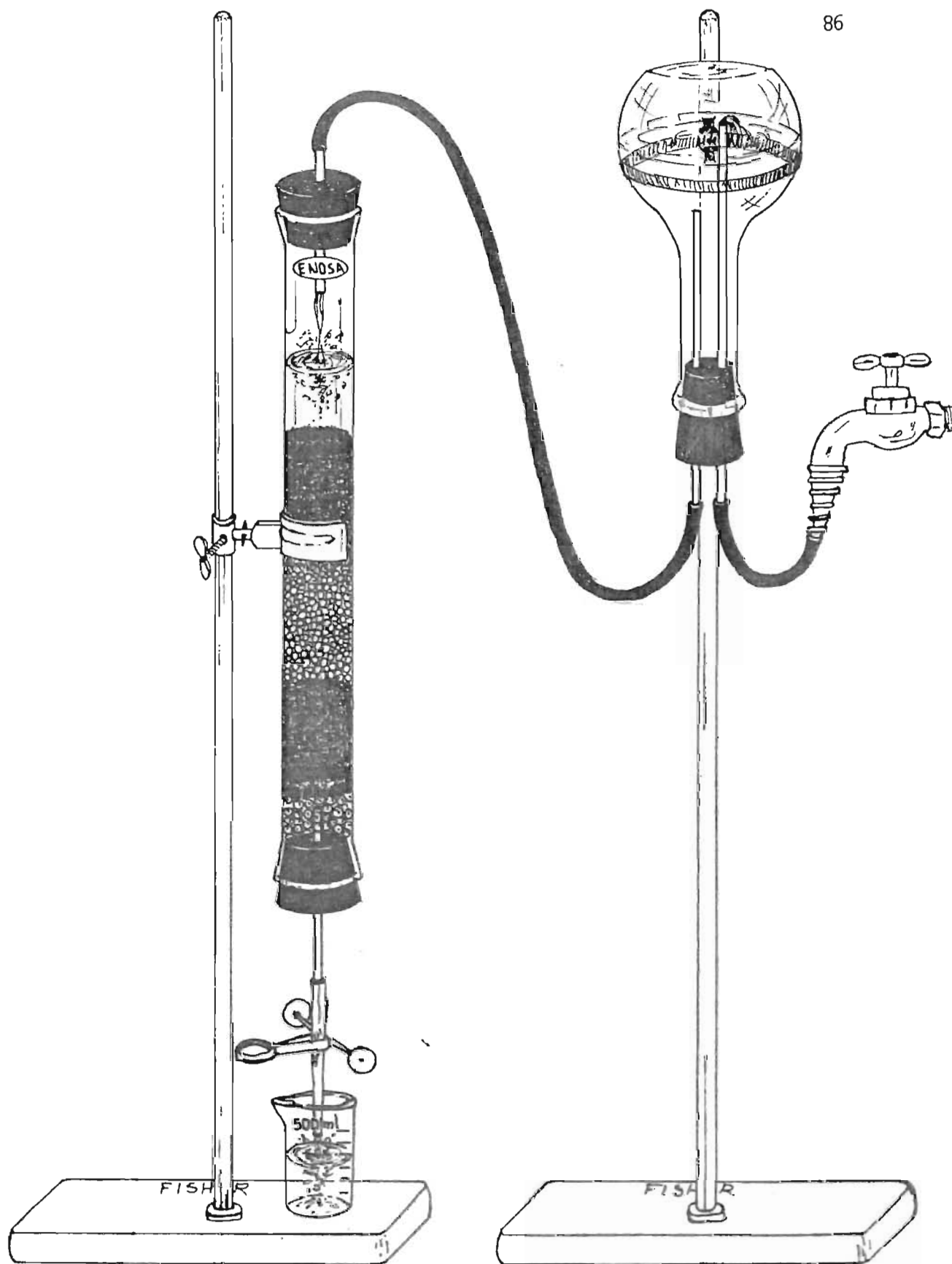
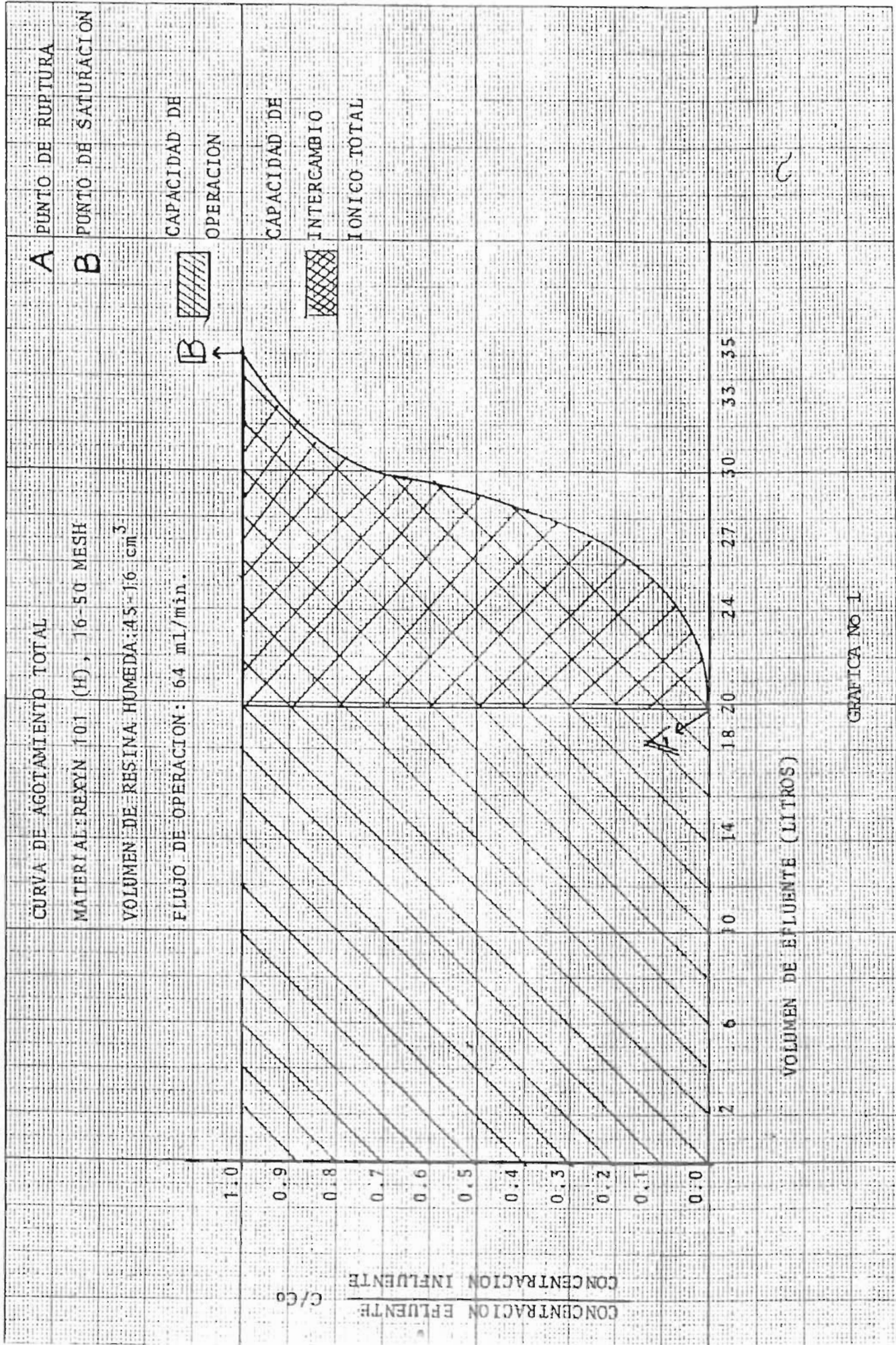


figura n.º 5



GRAFICA NO 1

CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL

MATERIAL: POSO DE CAFE SULFONADO

ORIGEN: PROCEDIMIENTO 2:2:2

VOLUMEN HUMEDO: 112.90 cm³

FLUJO DE OPERACION: 64 ml/min.

(B)

(A)

1.0
0.9
0.8
0.7
0.6
0.5
0.4
0.3
0.2
0.1

C/C_0

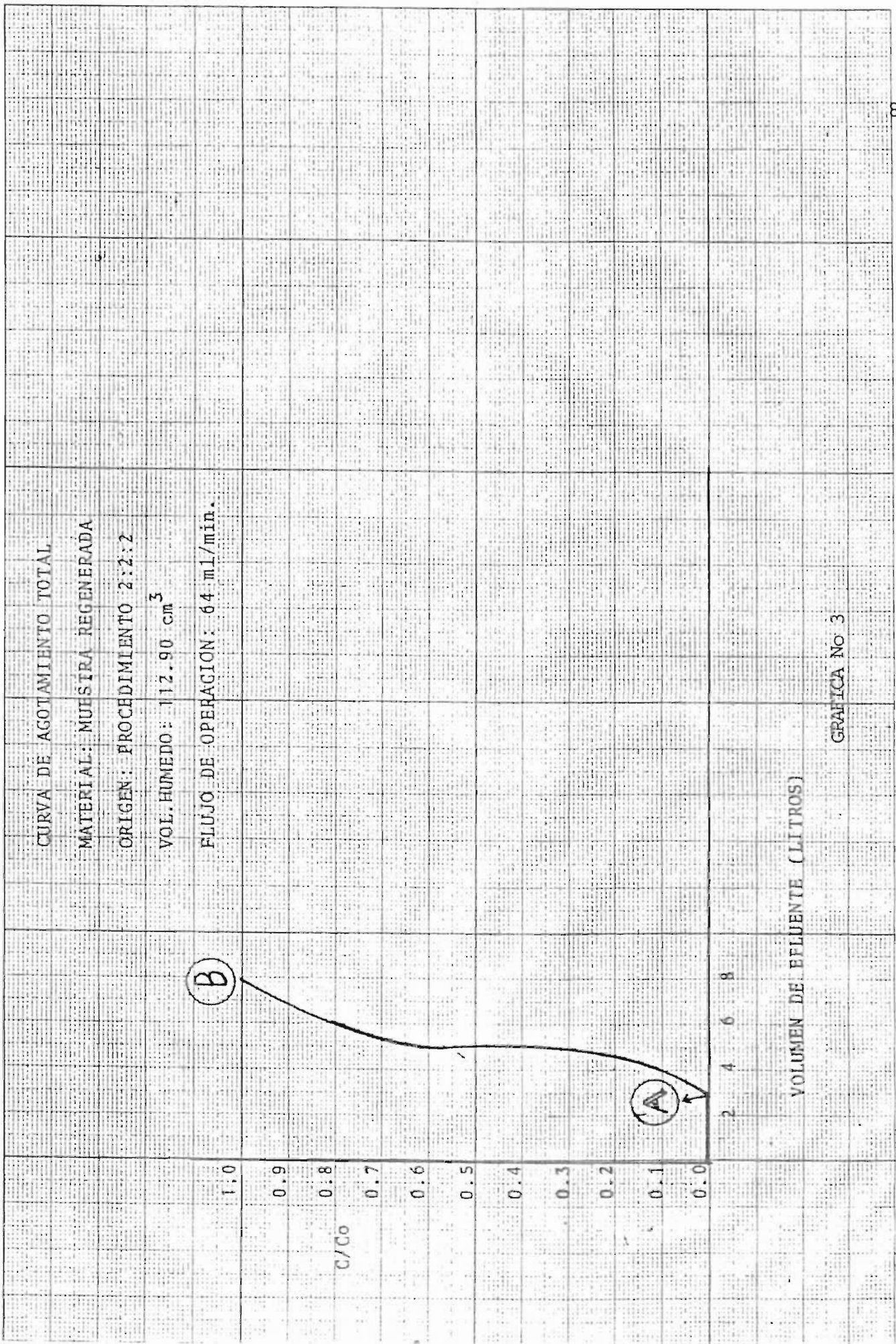
A : PUNTO DE RUPTURA

B : PUNTO DE SATURACION

2 4 6 8

VOLUMEN DE EFLUENTE (LITROS)

GRAFICA No2



CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL.

MATERIAL: MUESTRA REGENERADA

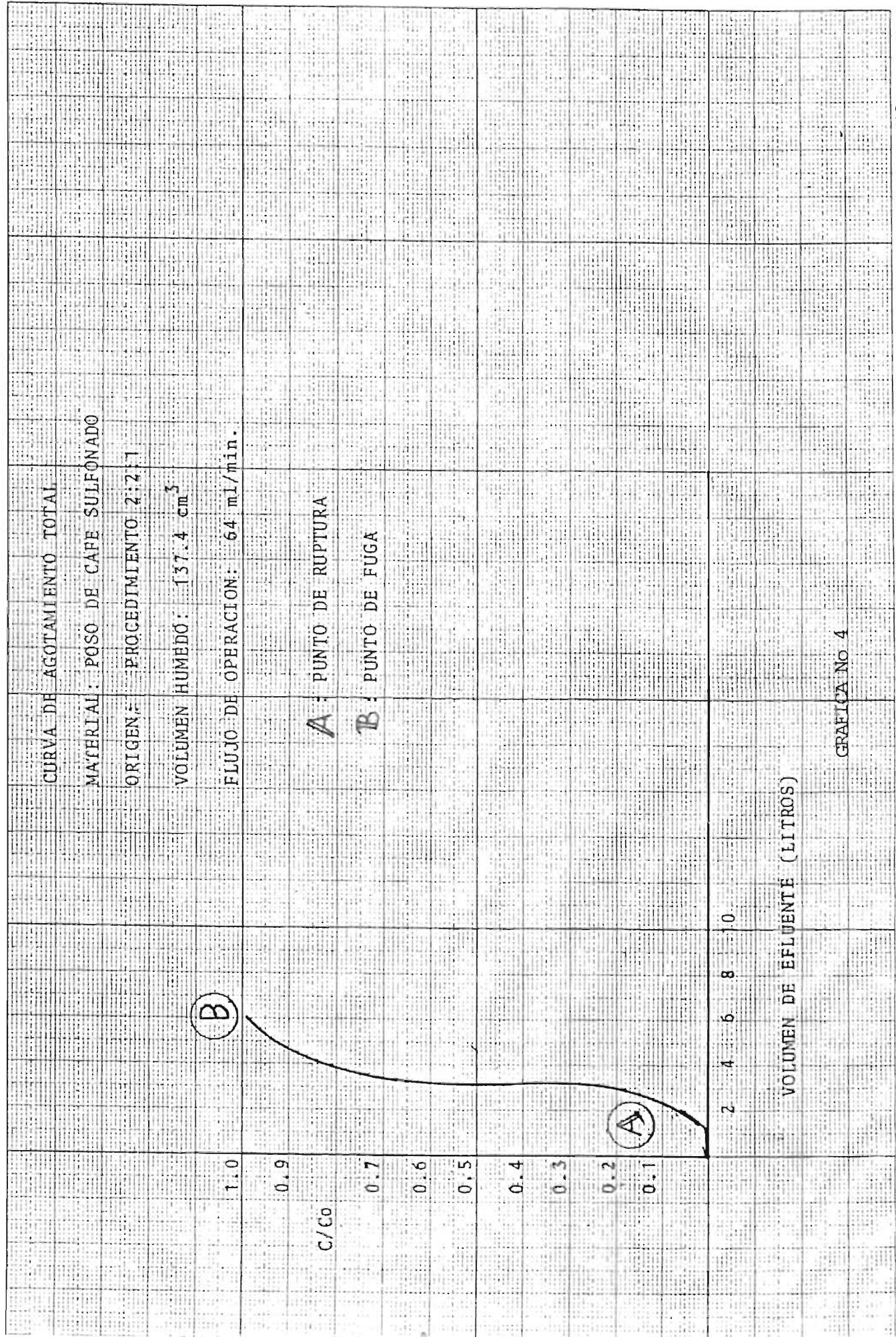
ORIGEN: FROCHDIMIENTO 2:2:2

VOL. HUMEDO: 112.90 cm³

FLUJO DE OPERACION: 64 ml/min.

VOLUMEN DE EFLENTE (LITROS)

GRAFICA NO 3



CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL

MATERIAL: POSO DE CAPE SULFONADO

ORIGEN: PROCEDIMIENTO 2:2:1

VOLUMEN HUMEDO: 137.4 cm³

FLUJO DE OPERACION: 64 ml/min.

A : PUNTO DE RUPTURA

B : PUNTO DE FUGA

VOLUMEN DE EFLUENTE (LITROS)

GRAFICA No 4

CURVA DE AGOTAMIENTO TOTAL

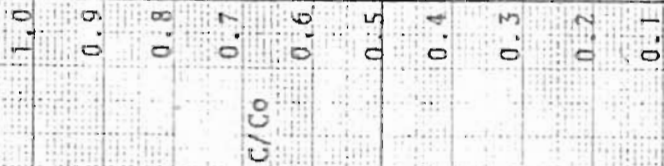
MATERIAL: POSO DE CAFE SULFONADO REGENERADO

ORIGEN: PROCEDIMIENTO: 2:2:1, MATERIAL REGENERADO

VOL. HUMEDO: 137.4 cm³

FLUJO DE OPERACION: 64 ml/min.

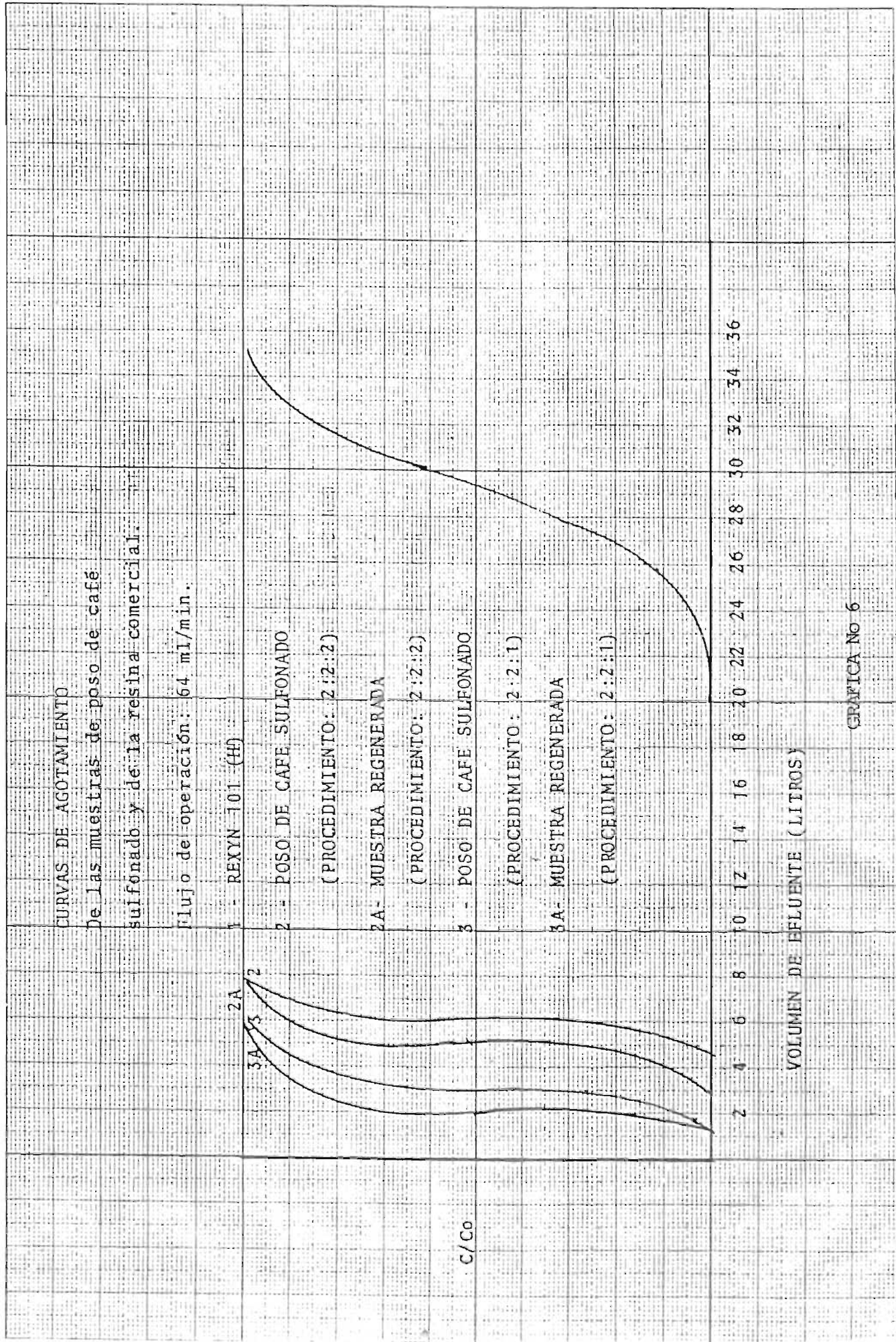
B



A

VOLUMEN DE EFLUENTE (LITROS)

GRAFICA No 5



BIBLIOGRAFIA

1. AGUIRRE, F. La Utilización Industrial del Grano de Café y de sus Sub-productos, Guatemala, Investigaciones - Tecnológicas del ICAITI, 1966.
2. AREVALOS RODRIGUEZ, B.M. Aceites de Café, Utilización Industrial en el uso de acabados. Tesis, Universidad de El Salvador, Facultad de Ingeniería y Arquitectura, 1970.
3. GONZALEZ SUVILLAGA, MONICO TEJADA, M.E. y CALLEJAS VEGA Aprovechamiento Industrial de Recursos Naturales. Seminario de Graduación, Universidad de El Salvador, - Facultad de Ingeniería y Arquitectura, 1971.
4. Official Methods of Analyssis. Washington, Association - of Official Analytical Chemist (A.O.A.C.), 1965.
5. HARRIS LORTON, E. Métodos para el Análisis Químico y la Evaluación Biológica de Alimentos para Animales. Florida, USA, Center For Tropical Agriculture Food Composition Project, 1970.
6. DE LA LOMA, JOSE. Experimentación Agrícola, México --- U.T.E.H.A., 1955

7. PICKERING, W.F. Química Analítica Moderna, Barcelona, -
Reverté, 1976.
8. DIAION. Manual Of Ion Exchange Resins, Japan, Mitsubis
chi Chemical Industrie, 1972, Vol. I y II.
9. HOLUM, J.R. Principios de Fisicoquímica, Química Orgáni
ca y Bioquímica. México, Limusa Willey, 1966.
10. DUNHE, OORTEGON, y DOMINGUEZ. Química General y Orgáni-
ca, México, Mc Graw-Hill, 1972.
11. KEENAN, Ch.W. y WOOD, J.H. Química General Universita--
ria, México, CECSA, 1971.
12. NOLLER, CARL. Química Orgánica. 3a. ed. México, Intera-
mericana, 1968.
13. METCAFE, H.C. y WILLIAMS, J.E. Modern Administry New -
York, Holt, Rinehant, 1962.
14. GROGGINS, P.H. Unit Process in Organic Sinthesis. Fifth
ed. New York, Mc Graw. Hill, 1958.
15. Procesos Simplificados para Exámenes de Aguas. México, -
Centro Regional de Ayuda Técnica, 1965.

16. SHEPARD T. POWELL. Acondicionamiento de Aguas para la -
Industria. México, Centro Regional para la Ayuda -
Técnica. (AID) 1966

17. BRESCIA, FRANK y OTROS. Fundamentos de química; una in
troducción moderna. México, Centro Regional de Ayuda
Técnica, AID, 1966.

18. HARPER, H.A. Manual de Química Fisiológica. 4a. Ed. -
México. El Manual Moderno. 1975.