

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



EVALUACION DE LA CAPACIDAD DE RETENCION DE CROMO EN
MEZCLAS DE QUITOSANO CON ARCILLAS DE LA ZONA DE
SUCHITOTO/ CINQUERA Y TEXISTEPEQUE

PRESENTADO POR:

FAUSTO ERNESTO CRUZ EGUIZABAL

MARCO ANTONIO GUTIERREZ AYALA

PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA

JUNIO DE 2008

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR

MSc. RUFINO ANTONIO QUEZADA

SECRETARIO GENERAL

LIC. DOUGLAS VLADIMIR ALFARO CHAVEZ

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

DECANO

LIC. SALVADOR CASTILLO AREVALO

SECRETARIA

MSc. MORENA LIZETTE MARTINEZ DE DIAZ

COMITE DE TRABAJOS DE GRADUACION

COORDINADORA GENERAL

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo

ASESORA DE AREA DE ANALISIS DE ALIMENTOS

Ing. Rina Lavinia Hidalgo de Medrano

ASESORA DE AREA DE GESTION AMBIENTAL:

TOXICOLOGIA Y QUIMICA LEGAL

Licda. María Luisa Ortíz de López

DOCENTES DIRECTORES

Licda. Regina del Carmen Cortez Rodríguez

Ing. Sergio Armando Maravilla

AGRADECIMIENTOS

- A Dios todopoderoso por habernos permitido alcanzar esta meta, brindándonos la sabiduría y fortaleza para lograrlo.
- A nuestros asesores: Licda. Regina del Carmen Cortez por todo el apoyo, amistad, consejos, traspaso de conocimientos y sobre todo la dedicación en el desarrollo de este trabajo, así como al Ing. Sergio Armando Maravilla por brindar sus conocimientos y dedicación en el desarrollo de esta investigación.
- A nuestras coordinadoras, Licda. Maria concepción Odette Rauda Acevedo, Ing. Rina Lavinia Hidalgo de Medrano y Licda. Maria Luisa Ortiz de López; por su disposición y contribución con el enriquecimiento de este trabajo de graduación.
- A todas las personas que de forma directa o indirectamente colaboraron de manera desinteresada con esta investigación, en especial al Ing. José Joaquín Barrientos por habernos brindado su ayuda incondicional.
- A todas las personas que estuvieron a nuestro alrededor brindándonos su apoyo y amistad para lograr esta meta.

DEDICATORIA

- A Dios: por haberme permitido culminar con satisfacción una de las metas más importantes de mi vida y poner en mí camino a las personas necesarias para lograrlo.
- A mis madres: Ana del Carmen Eguizábal Rodríguez, Evelyn Concepción, Rosa Isabel por apoyarme y sacrificarse por mí en todo momento, ser motivo de mi inspiración, por darme una oportunidad en el momento justo y preciso, aguantarme todo el tiempo.
- A mi abuelita: Concepción Rodríguez, por ser un soporte en mi vida.
- A mi hermana y hermano: Maryevel y Mario Antonio Eguizábal, por su ejemplo de hermandad, cariño y solidaridad además de soportar mis diferentes etapas de estudiante.
- A mi amigo: Juan Carlos Alegría Monge, por ser un soporte espiritual, motivo de lucha en mi vida él cual siempre me motiva a seguir adelante.
- A mis tíos, tías y primos por motivarme a seguir siempre adelante.
- A Fátima Saravia por su amor y apoyo, igualmente Raquel, Melissa, Joseline y Carmen por creer en mí y mis amigos y amigas en general que me han apoyado siempre.
- A mi compañero: Marco Antonio Gutiérrez por demostrarme el verdadero valor de la amistad y haber compartido los momentos más importantes e inolvidables de mí vida.

Fausto Ernesto Eguizábal

DEDICATORIA

- A Dios: por que en su infinita misericordia me permitió llegar a esta etapa de mi vida y alcanzar esta meta.
- A mis padres: Sara Luz Ayala de Gutiérrez y José Antonio Gutiérrez Pacheco por sus oraciones y el sacrificio de todos estos años, por su protección, amor, paciencia, comprensión y apoyo constante sin los cuales no hubiera sido posible alcanzar esta meta.
- A mi hermana Sara Gabriela Gutiérrez Ayala por su gran cariño y colaboración en todo momento para que terminara mis estudios.
- A mis queridos abuelos: Graciela Recinos, Maria Teresa Recinos, Marco Sergio Gutiérrez Y Ricardo Atilio Ayala por brindarme su apoyo y comprensión en todo momento.
- A mis familiares y amigos por motivarme a seguir siempre adelante y enseñarme que no hay que vivir la vida, hay que vivir los sueños para dejar nuestra huella.
- A Jessica Ivonne Mena Navas por su gran amor, comprensión y paciencia en todos estos años que ha estado a mi lado.
- A mi compañero: Fausto Ernesto Cruz Eguizábal por brindarme su amistad y apoyo incondicional y por haber compartido muchos de los momentos más importantes de mí vida.

Marco Antonio Gutiérrez Ayala

INDICE

INDICE

	Pág.
RESUMEN	
CAPITULO	
I. INTRODUCCION	xx
II. OBJETIVOS	23
2.1 Objetivo general	24
2.2 Objetivos Específicos	24
III. MARCO TEORICO	25
3.1 Arcilla	26
3.1.1 Definición	26
3.1.2 Estructura de las Arcilla	27
3.1.3 Clasificación	29
3.1.4 Propiedades Fisicoquímicas	30
3.1.4.1 Superficie Específica	31
3.1.4.2 Capacidad de Intercambio de Cationes	31
3.2 Generalidades del Quitosano	33
3.2.1 Usos del Quitosano	35
3.3 Cromo	37
3.3.1 Cromo Hexavalente	37
3.3.2 Toxicidad	39

3.3.2.1 Intoxicación Aguda	39
3.3.2.2 Intoxicación Crónica	40
3.4 Fundamentos de Espectroscopia de Absorción	
Atómica de llama	40
3.5 Fundamentos de Titulaciones Potenciométricas	41
IV DISEÑO METODOLOGICO	43
4.1 Tipo de Estudio	44
4.2 Investigación Bibliografica	45
4.3 Investigación de Campo	45
4.3.1 Universo y Muestra	45
4.4 Parte Experimental	45
4.4.1 Recolección de la Muestra	45
4.4.2 Proceso de Lavado de la Arcilla	46
4.4.3 Identificación de la Composición de la Arcilla	48
4.4.4 Determinación de la capacidad de intercambio	
Catiónico por el método del acetato de amonio	49
4.4.5 Obtención de Quitosano a partir de Quitina	50
4.4.6 Determinación del grado de	
Desacetilación del Quitosano	51
4.4.7 Evaluación de la Capacidad de Retención de Cromo	52
4.4.7.1 Preparación de las proporciones Arcilla/Quitosano	52

4.4.7.2 Procedimiento Para Evaluar la Capacidad de Retención de Cromo	53
4.4.8 Análisis Estadístico	54
4.4.8.1 Diseño de Análisis de Varianza de dos sentidos	55
V. RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS	56
5.1 Análisis de las Arcilla por difracción de rayos X	57
5.2 Determinación de la capacidad de intercambio Catiónico por el método del acetato de amonio	58
5.3 Determinación del grado de Desacetilación del Quitosano	59
5.3.1 Calculo del grado de Desacetilación del Quitosano	69
5.4 Evaluación de la Retención de Cromo	71
5.4.1 Comparación de los Resultados Obtenidos	78
5.5 Análisis de Varianza de dos Factores	82
5.5.1 Prueba de Hipótesis	85
VI. CONCLUSIONES	88
VII. RECOMENDACIONES	92
BIBLIOGRAFIA	
ANEXOS	

INDICE DE ANEXOS

Anexo N° 1

Figura N° 23 Mapa de Suchitoto lugar de recolección de muestra de arcilla

Figura N° 24 Mapa de Texistepeque lugar de recolección de muestra de arcilla

Anexo N° 2

Determinación de la capacidad de intercambio catiónico por el método de $\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$ 1N, pH 7.0

Preparación de la solución de cromo de 5000 ppm.

Tabla de análisis de varianza para modelo de dos factores.

Anexo N° 3

Figura N° 25 Recolección de las Arcillas

Figura N° 26 Lavado de arcilla

Figura N° 27 Lavado de arcilla

Figura N° 28 Determinación del grado de desacetilación del quitosano

Figura N° 29 Quitosano Obtenido

Figura N° 30 Preparación de la solución de cromo de concentración conocida

Figura N° 31 Filtrado de mezclas para obtener la solución óptima para la lectura en el aparato de Absorción Atómica

Figura N° 32 Porta muestras para la caracterización mineralógica de las arcillas

Figura N° 33 Molino Eléctrico

Figura N° 34 Equipo de Difracción de rayos X

Figura N° 35 Equipo de Absorción Atómica

Figura N° 36 Equipo de Absorción Atómica

Anexo N° 4

Figura N° 37 Análisis de resultados de la composición mineralógica obtenido en La Geo

Figura N° 38 Observaciones de los resultados de la composición mineralógica obtenidos en La Geo

Figura N° 39 Espectro de la Arcilla de Suchitoto/Cinquera (Color Rojiza)

Figura N° 40 Espectro de la Arcilla de Texistepeque (Color Gris)

Figura N° 41 Resultado Obtenido de la Capacidad de Intercambio Catiónico de la arcilla de Texistepeque (Color Gris)

Figura N° 42 Resultado Obtenido de la Capacidad de Intercambio Catiónico de la arcilla de Suchitoto/Cinquera (Color Gris)

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura N°	Pág.
1. Estructura de la Quitina	34
2. Estructura del Quitosano	34
3. Esquema de la obtención del Quitosano	35
4. Esquema de funcionamiento del instrumento absorción atómica de llama	41
5. Esquema del proceso de lavado de arcilla	47
6. Gráfico primera valoración potenciométrica	62
7. Gráfico primera derivada de 1ª valoración potenciométrica	62
8. Grafico segunda valoración potenciométrica	65
9. Grafico primera derivada de 2ª valoración potenciométrica	65
10. Grafico tercera valoración potenciométrica	68
11. Grafico primera derivada de 3ª valoración potenciométrica	68
12. Gráfico de resultados obtenidos de Cromo	72
13. Gráfico de resultados obtenidos de Cromo	74
14. Gráfico de resultados obtenidos de Cromo	75
15. Gráfico de resultados obtenidos de Cromo	77
16. Gráfico comparativo de resultados obtenidos de Cromo	78
17. Gráfico comparativo de resultados obtenido de Cromo	79
18. Gráfico Comparativo de resultados obtenidos de Cromo en las proporciones	80
19. Gráfico comparativo de resultados obtenidos de Cromo en los Testigos	81

20.Regiones de rechazo y de no rechazo al nivel de significación 0.05 con 1 y 10 grados de libertad	85
21.Regiones de rechazo y de no rechazo al nivel de significación 0.05 con 4 y 10 grados de libertad	86
22.Regiones de rechazo y de no rechazo al nivel de significación 0.05 con 4 y 10 grados de libertad	87

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro N°	Pág.
1. Clasificación de los filosilicatos	29
2. Proporciones de mezclas de Quitosano con Arcilla Suchitoto/Cinquera	52
3. Proporciones de mezclas de Quitosano con Arcilla Texistepeque	52
4. Proporciones de muestras testigos	52
5. Cantidad en gramos a la que equivalen los porcentajes de los cuadros 2, 3 y 4	53
6. Resultados de análisis petrográficos por medio de la técnica de difracción de rayos X, en muestras de arcillas de las zonas de Suchitoto/Cinquera en específico el cantón Aguas Calientes y Texistepeque en el cantón Cujucuyo.	57
7. Resultados de la capacidad de intercambio catiónico en muestras de arcilla de las zonas de Suchitoto/Cinquera en específico el cantón Aguas Calientes y Texistepeque en el cantón Cujucuyo.	58
8. Resultados de primera titulación potenciométrica.	60
9. Resultados de segunda titulación potenciométrica.	63
10. Resultados de tercera titulación potenciométrica.	66
11. Resumen de resultados de grado de desacetilación	70
12. Resultados obtenidos de Cromo de la Primera Evaluación utilizando arcilla de Suchitoto/Cinquera y Quitosano y de la concentración retenida.	71

13.Resultados obtenidos de Cromo de la Segunda Evaluación utilizando arcilla de Suchitoto/Cinquera y Quitosano y de la concentración retenida.	73
14.Resultados obtenidos de Cromo en la Primera Evaluación utilizando arcilla de Texistepeque y Quitosano y de la concentración retenida.	75
15.Resultados obtenidos de Cromo de la Segunda Evaluación utilizando arcilla de Texistepeque y Quitosano y de la concentración retenida.	76
16.Cuadro de resultados de cromo en ppm, retenido por las diferentes mezclas de arcilla con quitosano, con sus respectivos promedios y sumatorias.	82
17.Análisis de varianza de los resultados de cromo obtenidos en el laboratorio.	83

RESUMEN

RESUMEN

El estudio de la capacidad de retención de cromo en mezclas de arcillas con quitosano, de las zonas de Suchitoto/Cinquera y Texistepeque, se realizó con el objetivo de dar una alternativa viable en el tratamiento de aguas de desecho.

Se realizó el muestreo del material conteniendo arcillas en las zonas de Suchitoto/Cinquera (arcilla rojiza), y Texistepeque (arcilla gris), efectuando el lavado de las arcillas, y por sedimentación se logró eliminar impurezas, luego las arcillas fueron secadas y trituradas para determinar su composición mineralógica por medio de difracción de rayos X, encontrándose que en la arcilla proveniente de Suchitoto/Cinquera predominan: Cristobalita, Halloysita, Caolinita, Albita, y en las arcillas provenientes de Texistepeque presentan: Nontronita, Cristobalita, Albita y Halloysita, además se determinó la capacidad de intercambio catiónico por el método de acetato de amonio, presentando el valor más alto la muestra proveniente de Texistepeque.

Partiendo de una muestra de quitina se obtuvo el quitosano por medio de una desacetilación parcial, a esta muestra se le determinó el grado de desacetilación por medio de titulación potenciométrica cuyo valor fue de 90.12%.

Se procedió a la elaboración de las proporciones de arcilla/quitosano (25-75%, 50-50%, 75-25%) así como dos testigos uno de quitosano(100%) y otro de las arcillas (100%), las mezclas y testigos se sometieron a un tratamiento con una solución de 4975 ppm de cromo, cuantificándose por

espectrofotometría de absorción atómica el cromo que no fue retenido, la proporción que registró los mejores resultados de retención de cromo fue la de 50% de quitosano con 50% de arcilla(Suchitoto o Texistepeque independientemente), también el testigo de quitosano presentó una muy buena capacidad de retención de cromo. De los testigos de las arcillas el que presentó la mejor capacidad de retención de cromo es el de Texistepeque.

El estudio permite inferir que la mezcla de quitosano/arcilla o ambos componentes por separado, representan una alternativa eficaz y de bajo costo para realizar dicho tratamiento, el cual puede ser utilizado por aquellas industrias que muestren interés en reducir los niveles de metales pesados en sus aguas residuales, como una alternativa económicamente viable a solventar el problema de contaminación con metales pesados al medio ambiente. Además se recomienda a las Autoridades Universitarias la difusión de este tipo de trabajo.

CAPITULO I
INTRODUCCION

I. INTRODUCCION

El Salvador cuenta con unas 10 industrias dedicadas al curtido de cuero para la producción de calzado, carteras, artículos varios, etc. También cuenta con 13 industrias dedicadas al cromado y galvanización. Estos tipos de industrias en sus procesos productivos generan un número considerable de residuos, dichos residuos, contienen varios contaminantes como diferentes sales minerales, así como metales pesados, los cuales tienen efectos nocivos para la salud. Los residuos generados por estas industrias son vertidos en los cuerpos receptores aledaños de las zonas de: 5^a avenida norte Santa Ana, Ciudad Arce, Sacacoyo, Ciudad Delgado, Santa Tecla, Ilopango, Apopa, Zonzacate, Colon, etc., generalmente, es donde se encuentran ubicadas estas industrias. Es de suma importancia, reducir en cierta medida la cantidad de cromo presente en estos residuos industriales para evitar poner en peligro los ecosistemas y la salud de las personas que habitan cerca de estas zonas.

Además, El Salvador, cuenta con ciertos recursos naturales que poseen propiedades fisicoquímicas que pueden permitir en cierto grado disminuir la cantidad de metales pesados presentes en las aguas residuales generadas por las industrias antes mencionadas.

Entre los materiales con propiedades de remover metales se encuentran los diferentes tipos de arcillas, como las de la Zona de Suchitoto-Cinquera y Texistepeque, así como un biopolímero conocido como Quitosano, los cuales fueron evaluados en esta investigación. Se comprobó que las arcillas de las zonas en estudio poseen buenas propiedades de retención de cromo,

además se sabe que el Quitosano es un biopolímero proveniente del exoesqueleto de crustáceos; y en El Salvador en el año 2007 se contó con una producción de 788.10 toneladas de camarón los que generan aproximadamente 145.80 toneladas de exoesqueleto, el que procesado para generar quitosano podrían retener 68 toneladas de cromo, por lo que desde este punto de vista este desecho brinda un valor económico y ambiental muy importante.

CAPITULO II
OBJETIVOS

II. OBJETIVOS

2.1 Objetivo General

Evaluar la capacidad de retención de cromo en mezclas de quitosano con arcillas de la zona de Suchitoto/Cinquera y Texistepeque.

2.2 Objetivos Específicos

2.2.1 Recolectar las arcillas en las zonas de Suchitoto/Cinquera en el cantón de Aguas Calientes y Texistepeque en el cantón Cujucuyo.

2.2.2 Identificar la composición de las arcillas por difracción de rayos "X".

2.2.3 Obtener el quitosano a partir de una muestra de quitina y determinar su grado de desacetilación.

2.2.4 Preparar las mezclas de arcilla/quitosano en diferentes proporciones (75-25%, 50-50%, 25-75%), así como los 2 testigos (100%) y someter a la muestra de solución de cromo.

2.2.5 Cuantificar el contenido de cromo en las muestras de solución de cromo, antes y después del tratamiento con las mezclas compuestas arcilla natural/quitosano, así como los testigos por medio de un método de espectrofotometría de absorción atómica de llama.

2.2.6 Comparar los resultados de cromo obtenidos por el método de espectrofotometría de absorción atómica de llama por medio del análisis estadístico con el propósito de evaluar si existe una interacción significativa entre las arcillas y el quitosano en cuanto a la absorción.

CAPITULO III
MARCO TEORICO

III. MARCO TEORICO

3.1 ARCILLA

3.1.1 DEFINICION

La **arcilla** es un constituyente esencial de gran parte de los suelos y sedimentos, que provienen de la descomposición de rocas que contienen feldespato, por ejemplo granito, originada en un proceso natural de meteorización de los silicatos, que formados a mayores presiones y temperaturas, en el medio exógeno, se hidrolizan. Este proceso demora decenas de miles de años y una vez generada la arcilla, se produce su lixiviación a horizontes de acumulación.

La arcilla desde el punto de vista mineralógico, engloba a un grupo de minerales (minerales de la arcilla), filosilicatos en su mayor parte, cuyas propiedades físico-químicas dependen de su estructura, así como de su tamaño de grano, ya que por su tamaño de grano se considera un coloide, de partícula extremadamente pequeña y superficie lisa. El diámetro de las partículas de la arcilla es inferior a 2 μ .

Además, cabe mencionar desde otro punto de vista, el económico, que las arcillas son un grupo de minerales industriales con diferentes características mineralógicas, genéticas y con distintas propiedades tecnológicas y diversas aplicaciones que van desde la alfarería, hasta tratamiento de aguas residuales. (11)

3.1.2 ESTRUCTURA DE LAS ARCILLAS

Las propiedades de las arcillas, son consecuencia de sus características estructurales. Por ello, es imprescindible conocer la estructura de los filosilicatos para poder comprender sus propiedades.

Las arcillas, al igual que el resto de los filosilicatos, presentan una estructura basada en el apilamiento de planos de iones oxígeno e hidroxilos. Los grupos tetraédricos $(\text{SiO})_4^{4-}$ se unen compartiendo tres de sus cuatro oxígenos con otros vecinos formando capas, de extensión infinita y fórmula $(\text{Si}_2\text{O}_5)^{2-}$, que constituyen la unidad fundamental de los filosilicatos. En ellas, los tetraedros, se distribuyen formando hexágonos. El silicio tetraédrico puede estar, en parte, sustituido por Al^{3+} o Fe^{3+} .

Estas capas tetraédricas, se unen a otras octaédricas de tipo gibbsita o brucita. En ellas, algunos Al^{3+} o Mg^{2+} , pueden estar sustituidos por Fe^{2+} o Fe^{3+} y más raramente por Li, Cr, Mn, Ni, Cu o Zn. El plano de unión entre ambas capas, está formado por los oxígenos de los tetraedros que se encontraban sin compartir con otros tetraedros (oxígenos apicales), y por grupos $(\text{OH})^-$ de la capa brucítica o gibsitica, de forma que, en este plano, quede un $(\text{OH})^-$ en el centro de cada hexágono formado por 6 oxígenos apicales. El resto de los $(\text{OH})^-$ son reemplazados por los oxígenos de los tetraedros.

Una unión similar puede ocurrir en la superficie opuesta de la capa octaédrica. Así, los filosilicatos pueden estar formados por dos capas: tetraédrica más octaédrica y se denominan **bilaminares, 1:1**, o **T:O**; o bien por tres capas: una octaédrica y dos tetraédricas, denominándose

trilaminares, 2:1 o T:O:T. A la unidad formada por la unión de una capa octaédrica más una o dos tetraédricas se la denomina **lámina**.

Si todos los huecos octaédricos están ocupados, la lámina se denomina **trioctaédrica** (Mg^{2+} dominante en la capa octaédrica). Si solo están ocupadas dos tercios de las posiciones octaédricas y el tercio restante está vacante, se denomina **dioctaédrica** (el Al^{3+} es el catión octaédrico dominante).

En algunos filosilicatos (esmectitas, vermiculitas, micas...) las láminas no son eléctricamente neutras debido a las sustituciones de unos cationes por otros de distinta carga. El balance de carga se mantiene por la presencia, en el espacio interlaminar, o espacio existente entre dos láminas consecutivas, de cationes (como por ejemplo en el grupo de las micas), cationes hidratados (como en las vermiculitas y esmectitas) o grupos hidroxilo coordinados octaédricamente, similares a las capas octaédricas, como sucede en las cloritas. A estas últimas también se les denomina **T:O:T:O o 2:1:1**. La unidad formada por una lámina más la interlámina es la unidad estructural. Los cationes interlaminares más frecuentes son alcalinos (Na y K) o alcalinotérreos (Mg y Ca).

Las fuerzas que unen las diferentes unidades estructurales son más débiles que las existentes entre los iones de una misma lámina, por ese motivo, los filosilicatos tienen una clara dirección de exfoliación, paralela a las láminas.

También, pertenecen a este grupo de minerales, la sepiolita y la paligorskita, a pesar de presentar diferencias estructurales con el resto de los filosilicatos. Estructuralmente, están formadas por láminas discontinuas de tipo mica. A

diferencia del resto de los filosilicatos, que son laminares, éstos tienen hábito fibroso, ya que la capa basal de oxígenos es continua, pero los oxígenos apicales sufren una inversión periódica cada 8 posiciones octaédricas (sepiolita) o cada 5 posiciones (paligorskita). Esta inversión da lugar a la interrupción de la capa octaédrica que es discontinua. (11)

3.1.3 CLASIFICACION

Los filosilicatos se clasifican atendiendo a que sean bilaminares o trilaminares y dioctaédricos o trioctaédricos. Como puede verse pertenecen a los filosilicatos grupos de minerales tan importantes como las micas y las arcillas. (11)

Cuadro N° 1 Clasificación de los filosilicatos

	UDIOCTAÉDRICOS		TRIOCTAÉDRICOS		CARGA
BILAMINARES T : O 1 : 1	CANDITAS	Caolinita		Antigorita	
		Nacrita		Crisotilo	
		Dichita		Lizardita	
		Halloisita		Bertierina	X = 0
TRILAMINARES T : O : T 2 : 1	Pirofilita		Talco		
		Montmorillonita		Saponitas	X=0.2-0.6
	ESMECTITAS	Beidellita	ESMECTITAS	Hectorita	
		Nontronita			
	Vermiculitas		Vermiculitas		X=0.6-0.9
	Illitas				X = 0.9
		Moscovitas		Biotita	X = 1
MICAS	Paragonita	MICAS	Flogopita		
			Lepidolita		
T : O : T : O 2 : 1 : 1	CLORITAS				
FIBROSOS	Paligorskita		Sepiolita		

3.1.4 PROPIEDADES FISICO-QUÍMICAS

Las importantes aplicaciones industriales de este grupo de minerales radican en sus propiedades físico-químicas. Dichas propiedades derivan, principalmente de:

- Su extremadamente pequeño tamaño de partícula (inferior a 2 mm).
- Su morfología laminar (filosilicatos).
- Las sustituciones isomórficas, que dan lugar a la aparición de carga en las láminas y a la presencia de cationes débilmente ligados en el espacio interlaminar.

Como consecuencia de estos factores, presentan por una parte, un valor elevado del área superficial y a la vez la presencia de una gran cantidad de superficie activa, con enlaces no saturados. Por ello pueden interaccionar con diversas sustancias, en especial compuestos polares, por lo que tienen comportamiento plástico en mezclas arcilla-agua con elevada proporción sólido/líquido y son capaces en algunos casos de hinchar, con el desarrollo de propiedades reológicas en suspensiones acuosas.

Por otra parte, la existencia de carga en las láminas se compensa, como ya se ha citado, con la entrada en el espacio interlaminar de cationes débilmente ligados y con estado variable de hidratación, que pueden ser intercambiados fácilmente mediante la puesta en contacto de la arcilla con una solución saturada en otros cationes, a esta propiedad se la conoce como capacidad de intercambio catiónico y es también la base de multitud de aplicaciones industriales. (11)

3.1.4.1 SUPERFICIE ESPECÍFICA

La superficie específica o área superficial de una arcilla se define como el área de la superficie externa más el área de la superficie interna (en el caso de que esta exista) de las partículas constituyentes, por unidad de masa, expresada en m^2/g .

Las arcillas poseen una elevada superficie específica, muy importante para ciertos usos industriales en los que la interacción sólido-fluido depende directamente de esta propiedad. (11)

A continuación se muestran algunos ejemplos de superficies específicas de arcillas:

- Caolinita de elevada cristalinidad hasta $15 \text{ m}^2/\text{g}$
- Caolinita de baja cristalinidad hasta $50 \text{ m}^2/\text{g}$
- Halloisita hasta $60 \text{ m}^2/\text{g}$
- Illita hasta $50 \text{ m}^2/\text{g}$
- Montmorillonita $80\text{-}300 \text{ m}^2/\text{g}$
- Sepiolita $100\text{-}240 \text{ m}^2/\text{g}$
- Paligorskita $100\text{-}200 \text{ m}^2/\text{g}$

3.1.4.2 CAPACIDAD DE INTERCAMBIO CATIONICO

Es una propiedad fundamental de las esmectitas. Son capaces de cambiar, fácilmente, los iones fijados en la superficie exterior de sus cristales, en los

espacios interlaminares, o en otros espacios interiores de las estructuras, por otros existentes en las soluciones acuosas envolventes.

La capacidad de intercambio catiónico (CIC) se puede definir como la suma de todos los cationes de cambio que un mineral puede adsorber a un determinado pH. Es equivalente a la medida del total de cargas negativas del mineral. Estas cargas negativas pueden ser generadas de tres formas diferentes:

- Sustituciones isomórficas dentro de la estructura.
- Enlaces insaturados en los bordes y superficies externas.
- Disociación de los grupos hidroxilos accesibles.

El primer tipo es conocido como carga permanente y supone un 80 % de la carga neta de la partícula; además es independiente de las condiciones de pH y actividad iónica del medio. Los dos últimos tipos de origen varían en función del pH y de la actividad iónica. Corresponden a bordes cristalinos, químicamente activos y representan el 20 % de la carga total de la lámina.

A continuación se muestran algunos ejemplos de capacidad de intercambio catiónico (en meq/100 g):

- Caolinita: 3-5
- Halloisita: 10-40
- Illita: 10-50
- Clorita: 10-50
- Vermiculita: 100-200
- Montmorillonita: 80-200

- Sepiolita-paligorskita: 20-35

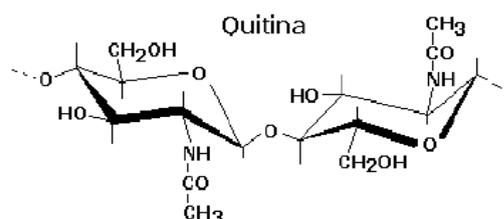
La capacidad de intercambio catiónico (CIC) de arcillas:

- La CIC de las arcillas de tres capas es mayor que la de las caolinitas debido a su mayor grado de sustitución isomórfica.
- La alta densidad de cargas en las superficies de las ilitas constriñe el espacio entre las distintas capas, lo cual impide que cationes más grandes puedan entrar. Debido a la presencia de cargas tan fuertes, cationes relativamente pequeños como K son adsorbidos pero no son fácilmente intercambiados.
- Debido a la presencia de una capa de brucita entre las distintas capas presentes en las cloritas, la adsorción de cationes en las intercapas es restringida. (9) (11) (10)

3.2 GENERALIDADES SOBRE EL QUITOSANO

Por su amplia distribución en la naturaleza la quitina es el segundo polisacárido en abundancia, después de la celulosa. Fue descubierta por Braconnot en 1811 cuando estudiaba las sustancias derivadas del *Agaricus volvaceus* y otros hongos. Posteriormente Odier, en un artículo sobre insectos reportó que había encontrado en algunos insectos la misma sustancia que forma la estructura de las plantas, llamándola “quitina” (del griego *tunic*, envoltura).

El nombre sistemático de la quitina es β (1-4)-2-acetamido-2-desoxi-D-glucosa. Se encuentra principalmente en las conchas de crustáceos y formando parte del exoesqueleto de los insectos, así como también en las paredes celulares de muchos hongos, levaduras y algas. La quitina es



completamente insoluble en agua o en medio ácido. Su estructura química es la siguiente:

Fig. N° 1 Estructura de la Quitina

Por su parte, el quitosano es también un polisacárido que se encuentra en estado natural en las paredes celulares de algunos hongos; sin embargo, su principal fuente de producción es la hidrólisis de la quitina en medio alcalino, usualmente hidróxido de sodio o de potasio, a altas temperaturas. El quitosano fue descubierto por Rouget en 1859, quien encontró que al tratar quitina con una solución caliente de hidróxido de potasio se obtiene un producto soluble en ácidos orgánicos. (7) (12)

Su estructura química es la siguiente:

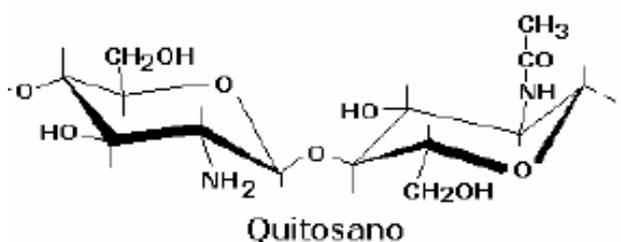


Fig. Nº 2 Estructura del Quitosano

Esta “quitina modificada”, como él la llamó, se tornaba de color violeta en soluciones diluidas de yoduro y ácido, mientras la quitina era verde.

Mas tarde, en 1894, fue estudiada por Hoppe-Seyler quién la denominó “quitosano” (también se conoce como quitosana en algunos lugares, chitosan en inglés). En el siguiente esquema se aprecia los pasos elementales en la obtención del quitosano: (7) (12)

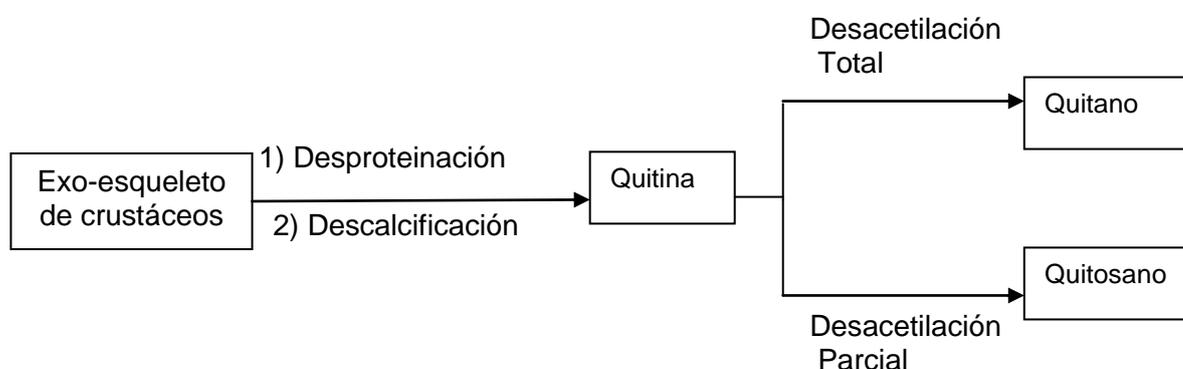


Fig. Nº 3 Esquema de la obtención del Quitosano

3.2.1 USOS DEL QUITOSANO

a) Agricultura: son muchísimas las aplicaciones en este campo que se han venido desarrollando. Entre las más comunes tenemos:

- Recubrimiento de semillas con películas de quitosano para su conservación durante el almacenamiento.
- Sistemas liberadores de fertilizantes.
- Agente bactericida y fungicida para la protección de plántulas (inicio de las plantaciones). (12)

b) Medicina: hoy en día se sabe que la quitina y el quitosano han sido usados desde la antigüedad para acelerar el saneamiento de heridas.

Por ejemplo, los antepasados de los coreanos usaban la quitina en el tratamiento de abrasiones (obteniéndola a partir de las plumas del calamar) y los antepasados de los mexicanos aplicaban quitosano para la aceleración de la cicatrización de heridas (obteniéndolo de las paredes celulares de algunos hongos). En la actualidad, entre los usos médicos más sencillos de estos materiales podemos mencionar:

- Producción de suturas quirúrgicas a partir de quitina.
- Producción de gasas y vendajes tratados con quitosano.
- Cremas bactericidas para el tratamiento de quemaduras.⁽¹¹⁾

c) Tratamiento de aguas: Es una de las áreas más importantes debido a que el quitosano es una sustancia “ambientalmente amigable”.

Entre los principales usos que se hacen en la actualidad de este biomaterial, y algunos de sus derivados, en este campo tenemos:

- Coagulante primario para aguas residuales de alta turbidez y alta alcalinidad.
 - Floculante para la remoción de partículas coloidales sólidas y aceites de pescado.
 - Captura de metales pesados y pesticidas en soluciones acuosas.
- Algunos copolímeros de injerto del quitosano muestran alta

efectividad para remover metales pesados, especialmente los derivados de ácidos alquenodiólicos. (11)

3.3 CROMO

Es un metal de color blanco plateado, duro y quebradizo. Sin embargo, es relativamente suave y dúctil cuando no está tensionado o cuando está muy puro. Sus principales usos son la producción de aleaciones anticorrosivas de gran dureza y resistentes al calor y como recubrimiento para galvanizados. El cromo elemental no se encuentra en la naturaleza. Su mineral más importante por abundancia es la cromita.

Sus propiedades mecánicas, incluyendo su dureza y la resistencia a la tensión, determinan la capacidad de utilización. El cromo tiene una capacidad relativa baja de forjado, enrollamiento y propiedades de manejo. Sin embargo, cuando se encuentra absolutamente libre de oxígeno, hidrógeno, carbono y nitrógeno es muy dúctil y puede ser forjado y manejado. Es difícil de almacenarlo libre de estos elementos.

El cromo forma tres series de compuestos con otros elementos; éstos se representan en términos de los óxidos de cromo: cromo con valencia dos, CrO , óxido de Cr (II) u óxido cromoso; con valencia tres, Cr_2O_3 , óxido de Cr (III) u óxido crómico, y con valencia seis, CrO_3 , anhídrido de Cr (VI) o

anhídrido de ácido crómico. El cromo es capaz de formar compuestos con otros elementos en estados de oxidación (II), (III) y (VI). (8)

3.3.1 CROMO VI

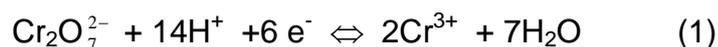
El cromo VI existe solamente en especie oxidadas como el óxido de cromo VI (ácido crómico), CrO_3 , cloruro de cromilo, CrO_2Cl_2 , cromato de cloro, CrO_3Cl^- , cromato, CrO_4^{2-} y dicromato, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.

El cloruro de cromilo y el cromato de cloro son hidrolizados por agua en cromato y ácido clorhídrico. En soluciones acuosas la forma cromo VI depende de la concentración y el pH de la solución, conforme a los equilibrios siguientes.



Así, al pH fisiológico el cromo VI existe principalmente como el ion cromato tetraédrico.

Los compuestos de cromo VI están fuertemente oxidados en un medio ácido:



El cromo VI está mucho menos oxidado en un medio básico por eso existe como cromato.



Bajo condiciones fisiológicas (pH 7.4) los potenciales redox para las reacciones 1 y 2 son +0.34 y +0.52 V respectivamente, sugiriendo que el cromo VI es un buen agente oxidante. Sin embargo estudios recientes indican que las reacciones redox del cromo VI son cinéticamente y termodinámicamente controladas a pH 7.4. (14)

3.3.2 TOXICIDAD

Debido a su insolubilidad, el cromo metálico no es tóxico en el agua. Los diversos compuestos del cromo hexavalente representan la mayor amenaza, especialmente debido a sus efectos genéticos. Los compuestos del cromo (VI) actúan en casi todos los sistemas de ensayo diseñados para determinar sus efectos mutagénicos. El hecho comprobado de que atraviesa la placenta significa un alto riesgo para los embriones y fetos. El efecto carcinógeno de los compuestos del cromo (VI) no sólo ha sido demostrado experimentalmente con animales, sino también ha sido confirmado por los resultados de estudios epidemiológicos realizados con grupos humanos expuestos a esta sustancia en su lugar de trabajo. Se considera que el período de latencia correspondiente oscila entre 10 y 27 años. Las intoxicaciones con este metal pueden ser agudas o crónicas. (8) (14)

3.3.2.1 Intoxicación aguda

La ingestión de pequeñas dosis de cromo hexavalente por largo tiempo, produce un cuadro gastrointestinal en forma de vómitos, dolores abdominales, diarreas, y hemorragias intestinales. Se han descrito casos de muerte, por colapso cardiocirculatorio; si el paciente sobrevive, puede aparecer una insuficiencia renal aguda debido a necrosis tubular aguda. También puede ocasionar un fallo hepático, coagulopatía, o hemólisis intravascular. (8) (14)

3.3.2.2 Intoxicación crónica

El contacto cutáneo con compuestos tri como hexavalentes de cromo puede producir conjuntivitis con lagrimeo y dolor, úlceras de 5 a 10 mm, no dolorosas, a veces pruriginosas, que suelen afectar al dorso de las manos y de los dedos, reciben el nombre de úlceras en "nido de paloma". También pueden ocasionar dermatitis de contacto (irritativas y alérgicas) y afección nasofaríngea con dolor, edema, enrojecimiento y ulceración de la mucosa, que finaliza con alteración del olfato, rinitis y perforación del tabique nasal. Las intoxicaciones crónicas pueden producir acumulaciones en el hígado, en el riñón, en la glándula tiroides y en la médula ósea. El índice de eliminación es lento. (8) (14)

3.4 Fundamentos de espectroscopia de absorción atómica de llama

En la espectrometría de absorción atómica la muestra es aspirada en una llama, en ella se da el proceso de atomización donde los átomos presentes

pasan del estado fundamental a un estado excitado y luego vuelven a decaer, en este proceso se da una absorción de luz que es generada por una fuente pasando un rayo luminoso a través de la llama, la señal pasa a través de un monocromador y la señal pasa a un detector que mide la cantidad de luz absorbida por el elemento atomizado en la llama.

Como cada metal tiene su propia longitud de onda de absorción característica, se utiliza como fuente luminosa una lámpara compuesta de dicho elemento; esto proporciona un método relativamente libre de interferencias espectrales o de radiación. La cantidad de energía absorbida en la llama a una longitud de onda característica es proporcional a la concentración del elemento en la muestra, en un intervalo de concentraciones limitado. La mayor parte de los instrumentos de absorción atómica están equipados para funcionar también en la emisión. (Ver anexo 3) (3)

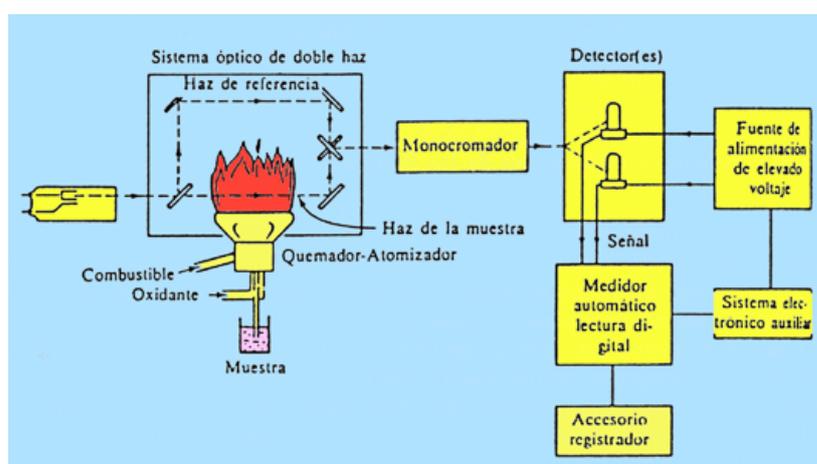


Fig. Nº 4 Esquema de funcionamiento del instrumento absorción atómica de llama

3.5 Fundamento de titulaciones potenciométricas

La potenciometría es una técnica electroanalítica con la que se puede determinar la concentración de una especie electroactiva en una disolución empleando un electrodo de referencia (un electrodo con un potencial constante con el tiempo y conocido) y un electrodo de trabajo (un electrodo sensible a la especie electroactiva). (15)

En el caso de una titulación potenciométrica ácido-base se usa una solución de álcali valorada que se vierte sobre el volumen dado de ácido, se registra el incremento de pH por volumen de álcali agregado con la ayuda de un electrodo de pH. Para la determinación del punto final una vez trazada la curva de valoración puede obtenerse siguiendo varios métodos:

(A) **Método de las tangentes:** se trazan las tangentes a la curva de valoración. Su punto de corte coincide con el punto final.

(B) **Método de la primera derivada:** se representa la derivada de la curva de valoración. El punto final se corresponde con un máximo.

(C) **Método de la segunda derivada:** se representa la derivada de la curva de valoración. El punto final se corresponde con el punto de corte con el eje de abscisas.

CAPITULO IV
DISEÑO METODOLOGICO

IV. DISEÑO METODOLOGICO

El diseño metodológico consta de cuatro etapas las cuales se detallan a continuación:

- Tipo de estudio
- Investigación bibliográfica
- Investigación de campo
- Parte experimental

4.1 Tipo de estudio

Es el marco estratégico que le da coherencia y sentido práctico a todas las actividades que se realizan para buscar respuesta al problema y objetivos planteados en la investigación.

Debido a que se retoman investigaciones anteriores para dar fortalecimiento a esta investigación, este se puede clasificar como Retrospectivo, Y según el análisis y alcance de los resultados, es Experimental por que todas las actividades están basadas en aspectos prácticos.

Al mismo tiempo, es Prospectivo, debido a que los resultados obtenidos en esta investigación, se puede utilizar en un futuro para dar un tratamiento adecuado para la remoción de cromo en las aguas residuales. Por lo tanto el tipo de estudio que se aplicará es:

Retrospectivo-Experimental-Prospectivo.

4.2 Investigación Bibliográfica

Se consultó bibliografías relativas al tema de investigación, en diferentes bibliotecas, como la Biblioteca Benjamín Orozco de la Facultad de Química y Farmacia, Biblioteca de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas de la Universidad de El Salvador, Biblioteca de la Universidad José Simeón Cañas (UCA), Biblioteca del Laboratorio de Calidad Integral (LCI) de Fusades, así como diferentes sitios de Internet.

4.3 Investigación de Campo

4.3.1 Universo y muestra

En la presente investigación se tiene un universo, en las arcillas de las zonas de Suchitoto/Cinquera, en el cantón Aguas Calientes (Ver anexo N° 1) de dicha localidad del departamento de Cuscatlán, escogiéndose en esta localidad arcilla color rojiza, en Texistepeque del cantón Cujucuyo (Ver anexo N° 1) del departamento de Santa Ana, se escogieron arcilla color gris. Considerando que el muestreo es el proceso de seleccionar una parte del todo, por lo cual, se realizó un muestreo puntual dirigido a las arcillas de las zonas antes mencionadas.

4.4 Parte experimental

4.4.1 Recolección de la muestra

Para la recolección de las muestras de arcilla, se utilizaron los mapas de la zona de Suchitoto/Cinquera y de Texistepeque empleados en el presente estudio (Ver anexo N° 1).

Al azar se eligió un segmento de la zona de Suchitoto/Cinquera el cual fue el cantón Aguas Calientes, así mismo en la zona de Texistepeque fue el cantón de Cujucuyo. En ambos lugares se retiró la capa superficial del suelo la cual contiene diferentes restos de materia orgánica, se procedió a tomar las muestras en cada uno de los sitios escogidos, la cantidad fue aproximadamente de 50 libras, las muestras recolectadas en dos fechas diferentes fueron colocadas en sacos, se procedió a realizar el lavado, secado, molido y homogenizado de las muestras para realizar los análisis establecidos en los objetivos de este estudio.

4.4.2 Proceso de lavado de la arcilla

El procedimiento general de lavado de arcillas se presenta a continuación:

1. Colocar 10 libras de arcillas en recipiente plástico con capacidad de 5 L, agregar agua destilada hasta un volumen de 4.5 L, luego agitar vigorosamente durante 15 minutos.
2. Dejar reposar por un periodo de 24 horas, por decantación, eliminar el líquido sobrenadante y proceder a separar la capa superior la cual contiene la arcilla en suspensión y depositarla en recipientes adecuados.
(Ver anexo N° 3)
3. Eliminar el agua de la capa de arcilla separada en el paso dos por evaporación, luego colocar las arcillas en cápsulas de porcelana y llevar a sequedad en estufa a una temperatura de 110 °C.

4. Triturar las arcillas con ayuda de mortero y pistilo, para disminuir el tamaño de partícula.
5. Hacer pasar las arcillas por un tamiz malla N° 28 para obtener uniformidad en el tamaño de partícula.

La arcilla obtenida de este proceso, es la utilizada para los diferentes análisis a realizar en esta investigación.

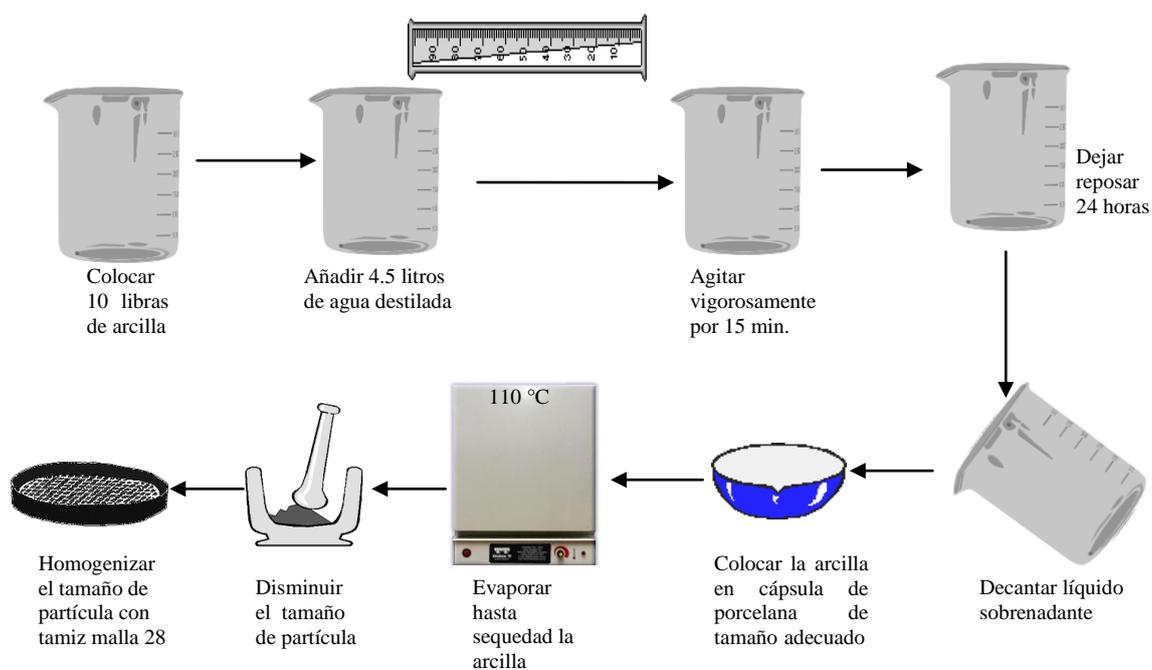


Fig. No 5 Esquema del proceso de lavado de arcilla

4.4.3 Identificación de la composición de la arcilla

La caracterización de las arcillas en cuanto a su composición de los minerales que la constituyen es muy importante ya que de esta composición dependen sus características y propiedades coloidales, por ello la muestra de arcilla se llevó a un laboratorio privado para el análisis de difracción de rayos X, el fundamento de esta técnica se detalla a continuación.

Difracción de rayos x

La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X, es la identificación cualitativa de la composición mineralógica de una muestra cristalina. Por ejemplo, si sobre un determinado material incide un haz de radiación X caracterizado por una intensidad I_0 y una longitud de onda λ_0 , la materia absorbe en mayor o menor medida la radiación, dependiendo de los distintos mecanismos de interacción que se producen. Estos mecanismos conllevan la producción de dos tipos generales de radiación: la llamada radiación de fluorescencia y la llamada radiación dispersa. La primera, se origina a consecuencia de la absorción fotoeléctrica que el material irradiado produce en la radiación incidente. La emisión de este tipo de radiación es acompañada de la liberación de electrones. La segunda (radiación dispersa), puede estar constituida por la radiación incidente que se vuelve a emitir sin que cambie su longitud de onda. Se denomina radiación dispersa coherente. También puede estar formada por radiación, que representa una longitud de onda ligeramente superior a la de la radiación incidente.

Es la que se denomina radiación dispersa incoherente o bien radiación Compton. La difracción de los rayos X es un caso particular de la radiación dispersa coherente.

Cuando la radiación incidente atraviesa la lámina, experimenta una cierta atenuación, que es función del espesor de la lámina, de los coeficientes de dispersión fotoeléctrica y de los coeficientes de dispersión de radiación. ⁽¹³⁾

(Ver anexo N°3)

Otro análisis, que es necesario para sustentar los resultados en cuanto a la evaluación de la capacidad de retención de cromo, es la determinación de la Capacidad de intercambio catiónico, este análisis, se realizó en un laboratorio privado, en el numeral 2.4.4., se detalla el fundamento de esta determinación.

4.4.4 Determinación de la capacidad de intercambio catiónico por el método de $\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$ 1N, pH 7.0

La muestra mediante extracciones sucesivas se equilibra con solución de Acetato de Amonio 1N, pH neutro. El Amonio total retenido por el material después del lavado para eliminar el exceso de Acetato de Amonio, representa la capacidad de Intercambio de Cationes. El Amonio adsorbido se libera usando Cloruro de Sodio e Hidróxido de Sodio y se destila el ión Amonio en un aparato de destilación Kjeldahl para luego valorarlo. ⁽²⁾ (Ver anexo N° 2) (Ver anexo N° 4)

4.4.5 Obtención de quitosano a partir de quitina

La materia prima empleada para la obtención de quitosano, es la quitina, la cual se obtiene del exoesqueleto del camarón, a esta quitina, se le somete a un proceso de reflujo con una solución concentrada de hidróxido de sodio. Este proceso se realiza a una temperatura y tiempo determinado, obteniéndose una reducción en la cadena polimérica de la quitina, es decir, remoción de grupos acetilo y generación de grupos insaturados (amino) capaces de retener metales pesados. (7) El procedimiento que se detalla a continuación es el empleado para la obtención del quitosano.

Procedimiento

1. Pesar 50.0 g de quitina y colocarla en un matraz de dos bocas con capacidad de 2000 mL.
2. Adicionar 750.0 mL de hidróxido de sodio al 50%.
3. Adaptar un refrigerante y termómetro al matraz, refluja la muestra de quitina durante 4 horas a una temperatura de 115 °C con ayuda de un hot plate.
4. Purificar el producto obtenido por filtración con ayuda de un tamiz N° 28, en el que se retiene el producto, luego, se realizan lavados con agua destilada hasta eliminar la alcalinidad del medio, utilizando fenolftaleína como indicador en el filtrado hasta incolora.
5. Secar el quitosano obtenido en una estufa a 105 °C por media hora. Al quitosano obtenido de este proceso, se le determina el grado de desacetilación.(7)

4.4.6 Determinación del grado de desacetilación del quitosano

El grado de desacetilación, es equivalente al porcentaje de grupos amino presentes en la cadena polimérica del quitosano, su determinación se lleva a cabo mediante una titulación potenciométrica. (1)(Ver anexo N°3)

Procedimiento

1. Pesar por separado tres muestras de 0.25 g del quitosano obtenido anteriormente y depositarlo en erlenmeyer de 125.0 mL.
2. Agregar 10 mL de HCl 0.3 M a cada erlenmeyer y agitar hasta disolver el quitosano.
3. Titular cada muestra potenciométricamente utilizando como titulante NaOH 0.1 N previamente estandarizado, haciendo uso de un pHmetro medir el cambio de pH que experimenta cada mezcla al añadir 1 mL de hidróxido de sodio 0.1 N hasta un volumen igual a 50.0 mL.
4. Con los datos obtenidos construir los gráficos volumen vrs. pH de cada una de las muestras y determinar el grado de desacetilación aplicando el criterio de la primera derivada. (1)

Para determinar el grado de desacetilación se aplica la siguiente fórmula:

$$\%NH_2 = \frac{16.1(y - x)f}{w}$$

Donde:

y = Es el punto de inflexión mayor en la gráfica de la primera derivada.

x = Es el punto de inflexión menor en la gráfica de la primera derivada.

f = Es la molaridad de la solución de hidróxido de sodio.

w = Peso en gramos de la muestra de quitosano.

16.1 = Factor que es un valor relacionado con el peso equivalente del Quitosano.

4.4.7 Evaluación de la capacidad de retención de cromo

4.4.7.1 Preparación de las proporciones de arcillas/quitosano

En los siguientes cuadros se muestran las proporciones (%) en que se mezclaron las diferentes arcillas con quitosano.

Cuadro N° 2 Proporciones de mezclas de Quitosano con Arcilla Suchitoto/Cinquera

Quitosano (%)	Arcilla Suchitoto/Cinquera (%)
25	75
50	50
75	25

Cuadro N° 3 Proporciones de mezclas de Quitosano con Arcilla Texistepeque

Quitosano (%)	Arcilla Texistepeque (%)
25	75
50	50
75	25

Cuadro N° 4 Proporciones de muestras testigos

Testigo	%
Quitosano	100
Arcilla suchitoto/ Cinquera	100
Arcilla Texistepeque	100

En el cuadro 4, se muestran las cantidades a las que equivale cada porcentaje de los cuadros. 2, 3 y 4

Cuadro N° 5 Cantidad en gramos a la que equivalen los porcentajes de los cuadros N° 2, 3 y 4

Porcentaje (%)	Cantidad a la que equivale(g)
100	2.0
75	1.5
50	1.0
25	0.5
0	0.0

4.4.7.2 Procedimiento para evaluar la capacidad de retención de cromo.

1. Secar los dos tipos de arcillas en la estufa a 110°C durante una hora, luego, pulverizar con mortero y pistilo.
2. Pasar cada arcilla por un tamiz malla N° 28, para obtener el mismo tamaño de partícula.
3. Pesar en balanza analítica las proporciones de arcillas.
4. Pesar en balanza analítica las proporciones de quitosano.
5. Preparar las mezclas de arcillas con quitosano como se muestra en los cuadros N° 2 y 3.
6. Colocar cada mezcla por separado en erlenmeyer de 125.0 ml.
7. Preparar 2 litros de solución de cromo (dicromato de potasio) con una concentración de 5000 ppm de Cr⁺⁶. (Ver anexo N° 2)
8. Agregar a cada erlenmeyer 50.0 mL de la solución de cromo de concentración de 5000 mg/L.

9. Colocar cada erlenmeyer en el agitador para fermentación y agitar mecánicamente por un periodo de 6 horas, dejar en reposo 18 horas.
10. Filtrar por gravedad cada suspensión de arcilla/quitosano, así como sus respectivos testigos, empleando papel filtro wathman de poro 40 y recolectar cada solución filtrada en recipientes adecuados.
11. Determinar la concentración de cromo por absorción atómica en el filtrado a una longitud de onda de 359.4 nm.

Nota: los procedimientos se realizarán por duplicado.

4.4.8 Análisis estadístico

4.4.8.1 Diseño de Análisis de varianza de 2 sentidos

El estudio estadístico que se presenta en este trabajo de investigación se puede clasificar como un modelo con dos factores de interés, en donde uno de los factores es el tipo de arcilla (factor A) y el otro factor es el quitosano (factor B). (5)

Para lo cual, se tienen las tres pruebas de hipótesis siguientes:

1. *Para probar la hipótesis que no hay diferencia debida al factor A*

$$H_0: \mu_1 = \mu_2$$

H₀: La retención promedio de la arcilla tipo I es igual a la retención promedio de la arcilla de tipo II

Contra la alternativa

H_i: Las μ no son iguales.

2. Para probar la hipótesis que no hay diferencia debida al factor B

$$H_0: \mu_{.1} = \mu_{.2} = \dots = \mu_{.5}.$$

H₀: La retención a las diferentes proporciones de quitosano (0%, 25%, 50%, 75% y 100%) son las mismas.

Contra la alternativa

H₁: Por lo menos una de las $\mu_{.j}$ es diferente.

3. Para probar la hipótesis que no hay interacción de los factores A y B

$$H_0: AB_{ij} = 0 \text{ (para todas las } i \text{ y } j)$$

H₀: La retención promedio de quitosano a las diferentes proporciones (0%, 25%, 50%, 75% y 100%) mantiene la misma tendencia cuando se hace con la arcilla de tipo I y la arcilla de tipo II

Contra la alternativa

$$H_1: AB_{ij} \neq 0$$

CAPITULO V
RESULTADOS Y DISCUSION
DE RESULTADOS

5.1 Análisis de las arcillas por difracción de rayos X

En el cuadro N° 6, se presentan los resultados obtenidos del análisis de difracción de rayos X aplicado a las muestras de arcilla, dicho análisis muestra las diferentes composiciones mineralógicas de éstas, en donde la arcilla de la zona de Suchitoto/Cinquera tiene Cristobalita en mayor proporción, mientras que la arcilla de la zona de Texistepeque posee Nontronita en mayor proporción. (Ver anexo N° 4)

Cuadro N° 6 Resultados de análisis petrográficos por medio de la técnica de difracción de rayos X, en muestras de arcillas de las zonas de Suchitoto/Cinquera en específico el cantón Aguas Calientes y Texistepeque en el cantón Cujucuyo.

N° de muestras	Ubicación	Descripción microscópica	Composición mineralógica	%
CT39-07 M-1	Suchitoto/ Cinquera	Muestra fina de color café-rojizo, se observa cristales color negro, blanco y rojizo.	Cristobalita (SiO ₂)	36
			Halloysita (Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄)	27
			Caolinita (Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄)	19
			Albita (NaAlSi ₃ O ₈)	18
CT40-07 M-2	Texistepeque	Muestra fina, color gris.	Nontronita (Na _{0.3} Fe ₂ Si ₄ O ₁₀ (OH) ₂ ·4H ₂ O)	31
			Cristobalita (SiO ₂)	27
			Albita (NaAlSi ₃ O ₈)	23
			Halloysita (Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄)	19

5.2 Determinación de la capacidad de intercambio catiónico por el método del acetato de amonio

Cuadro N° 7 Resultados de la capacidad de intercambio catiónico en muestras de arcilla de las zonas de Suchitoto/Cinquera en específico el cantón Aguas Calientes y Texistepeque en el cantón Cujucuyo

<i>Muestra</i>	<i>Resultado</i>	<i>Unidades</i>
Arcilla 16/04/07 Suchito/Cinquera	30.00	Meq de CIC/100g de muestra
Arcilla 25/06/07 Texistepeque	83.27	Meq de CIC/100g de muestra

CIC = Capacidad de intercambio Catiónico

En el cuadro N° 7, se presentan los resultados obtenidos de la capacidad de intercambio catiónico de las muestras de arcilla, en donde se puede observar que la arcilla de la zona de Texistepeque, posee una capacidad de intercambio catiónico alto con respecto a la arcilla de la zona de Suchitoto/Cinquera, esto muy probablemente se debe a que la composición mineralógica de las muestras de arcilla es diferente, ya que no poseen los mismos minerales en su composición, esto se puede observar en el cuadro N° 6. Al ser diferente esta composición mineralógica, la capacidad de retención de metales pesados de cada arcilla puede variar en gran medida. (Ver anexo N° 4)

5.3 Determinación del grado de desacetilación del quitosano

En las siguientes tablas, se muestran los resultados obtenidos de las valoraciones potenciométricas del quitosano obtenido para determinar el grado de desacetilación. En donde:

V (mL): Es el volumen de hidróxido de sodio añadido hasta 50.0 mL.

pH : Es el incremento de pH que experimenta la mezcla por cada mL de base añadida.

\bar{V} (mL): Es el volumen promedio que se calcula con la formula $(V_1+V_2)/2$, hasta 50mL. Por ejemplo el volumen promedio al adicionar 7mL. Será: $(6+7)/2 = 6.5\text{mL}$.

$\Delta pH/\Delta V$: es el cambio de pH con respecto al volumen y se calcula dividiendo ΔpH entre ΔV , en donde: $\Delta pH = pH_2 - pH_1$ y $\Delta V = V_2 - V_1$.

Por ejemplo para calcular la primera derivada al adicionar 1mL de NaOH 0.1N se calcula de la siguiente manera:

$$\Delta pH = 1.38 - 1.33 = 0.05$$

$$\Delta V = 1 - 0 = 1$$

$$\Delta pH/\Delta V = 0.05 / 1 = 0.05$$

De la misma manera se calculan los resultados de cada una de las muestras de quitosano, los cuales se pueden observar en el cuadro N° 8.

Cuadro N° 8 Resultados de primera titulación potenciométrica.

PRIMERA TITULACIÓN			
V (mL)	pH	1ª derivada	
		V (mL)	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
0	1.33		
1	1.38	0.5	0.050
2	1.40	1.5	0.020
3	1.43	2.5	0.030
4	1.46	3.5	0.030
5	1.51	4.5	0.050
6	1.54	5.5	0.030
7	1.60	6.5	0.060
8	1.64	7.5	0.040
9	1.68	8.5	0.040
10	1.74	9.5	0.060
11	1.78	10.5	0.040
12	1.83	11.5	0.050
13	1.89	12.5	0.060
14	1.96	13.5	0.070
15	2.08	14.5	0.120
16	2.19	15.5	0.110
17	2.30	16.5	0.110
18	2.60	17.5	0.300
19	2.90	18.5	0.300
20	3.47	19.5	0.570
21	5.03	20.5	1.560
22	5.40	21.5	0.370
23	5.60	22.5	0.200
24	5.82	23.5	0.220
25	6.02	24.5	0.200
26	6.13	25.5	0.110
27	6.27	26.5	0.140
28	6.35	27.5	0.080
29	6.46	28.5	0.110
30	6.54	29.5	0.080
31	6.65	30.5	0.110
32	6.77	31.5	0.120
33	6.95	32.5	0.180
34	7.67	33.5	0.720
35	9.00	34.5	1.330
36	9.80	35.5	0.800
37	10.40	36.5	0.600
38	10.80	37.5	0.400
39	11.10	38.5	0.300
40	11.25	39.5	0.150
41	11.33	40.5	0.080
42	11.39	41.5	0.060

Cuadro N° 8 continuación...

PRIMERA TITULACION			
		1ª derivada	
V (mL)	pH	\bar{V} (mL)	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
43	11.44	42.5	0.050
44	11.48	43.5	0.040
45	11.52	44.5	0.040
46	11.56	45.5	0.040
47	11.58	46.5	0.020
48	11.61	47.5	0.030
49	11.63	48.5	0.020
50	11.65	49.5	0.020

En el cuadro N° 8, se puede observar que el pH va incrementando levemente respecto al volumen de titulante agregado, hasta un punto en el que se observa un cambio bastante considerable. El volumen promedio en el que se da este cambio drástico de pH, es el punto de inflexión menor; al continuar añadiendo titulante, el pH incrementa levemente hasta un punto en el que se da otro aumento considerable. El volumen promedio en el que se da este segundo cambio de pH, es el punto de inflexión mayor (Los puntos de inflexión en el cuadro N° 8 se muestran en negritas).

A continuación se presentan los gráficos de la primera titulación potenciométrica y la primera derivada del quitosano obtenido. (Ver cuadro N° 8)

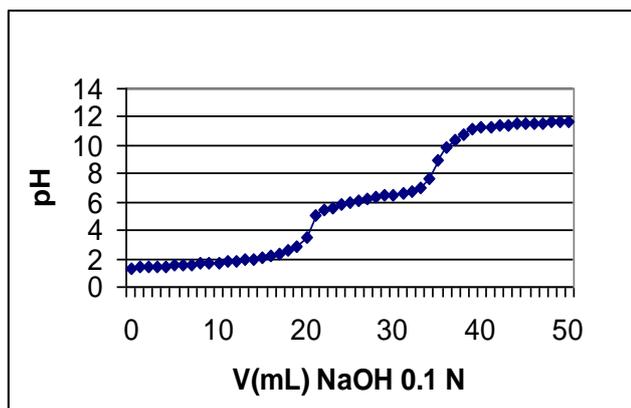


Figura N° 6 Gráfico primera valoración potenciométrica.

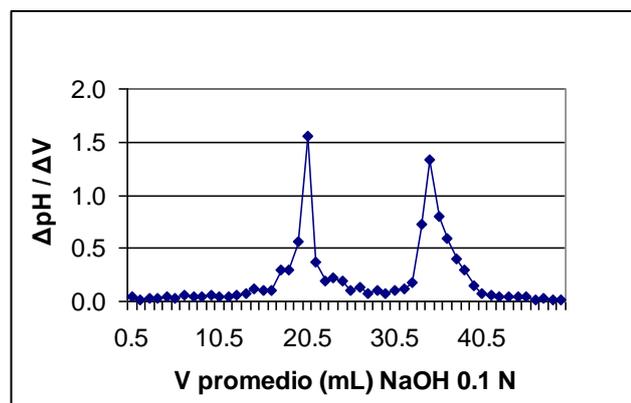


Figura N° 7 Gráfico primera derivada de 1ª valoración potenciométrica.

En la figura N° 6 se observa gráficamente la tendencia de los resultados de la valoración potenciométrica, en la cual no se logra visualizar los puntos de inflexión; mientras que en la figura N° 7 la gráfica de la primera derivada permite observar dos máximos, los cuales corresponden a los puntos de inflexión, los cuales son necesarios para calcular el grado de desacetilación.

Cuadro N° 9 Resultados de segunda titulación potenciométrica.

SEGUNDA TITULACIÓN			
V (mL)	pH	1ª derivada	
		\bar{V} (mL)	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
0	1.27		
1	1.31	0.5	0.040
2	1.33	1.5	0.020
3	1.38	2.5	0.050
4	1.44	3.5	0.060
5	1.49	4.5	0.050
6	1.56	5.5	0.070
7	1.60	6.5	0.040
8	1.66	7.5	0.060
9	1.72	8.5	0.060
10	1.75	9.5	0.030
11	1.79	10.5	0.040
12	1.85	11.5	0.060
13	1.95	12.5	0.100
14	2.06	13.5	0.110
15	2.18	14.5	0.120
16	2.35	15.5	0.170
17	2.55	16.5	0.200
18	2.80	17.5	0.250
19	3.06	18.5	0.260
20	3.38	19.5	0.320
21	5.00	20.5	1.620
22	5.33	21.5	0.330
23	5.55	22.5	0.220
24	5.75	23.5	0.200
25	5.90	24.5	0.150
26	6.02	25.5	0.120
27	6.13	26.5	0.110
28	6.22	27.5	0.090
29	6.31	28.5	0.090
30	6.50	29.5	0.190
31	6.70	30.5	0.200
32	7.00	31.5	0.300
33	7.38	32.5	0.380
34	8.10	33.5	0.720
35	9.40	34.5	1.300
36	9.90	35.5	0.500
37	10.30	36.5	0.400
38	10.63	37.5	0.330
39	10.90	38.5	0.270
40	11.12	39.5	0.220
41	11.31	40.5	0.190
42	11.40	41.5	0.090

Cuadro N° 9 continuación...

SEGUNDA TITULACION			
		1ª derivada	
V (mL)	pH	\bar{V} (mL)	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
43	11.46	42.5	0.060
44	11.50	43.5	0.040
45	11.53	44.5	0.030
46	11.57	45.5	0.040
47	11.60	46.5	0.030
48	11.62	47.5	0.020
49	11.64	48.5	0.020
50	11.68	49.5	0.040

Al igual que en el cuadro N° 8 de la primera titulación potenciométrica, en el cuadro N° 9 se presentan los valores de la segunda titulación potenciométrica, se muestra el incremento de pH que sufre la solución de quitosano al añadir 1 mL de NaOH 0.1 N hasta un volumen de 50.0 mL, a medida se va añadiendo base, el pH va aumentando hasta un punto en el cual, se da un incremento brusco, como se mencionó anteriormente este cambio, corresponde a los puntos de inflexión, los cuales sirven para calcular el grado de desacetilación del quitosano.

En las figuras 8 y 9 se presentan la segunda valoración potenciométrica y la primera derivada del quitosano obtenido. (Ver Cuadro N° 9)

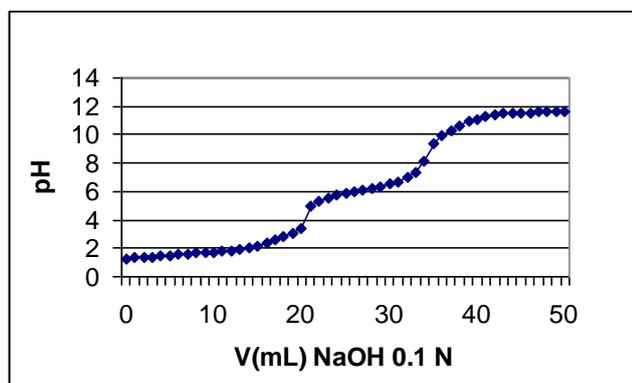


Figura N° 8 Gráfico segunda valoración potenciométrica.

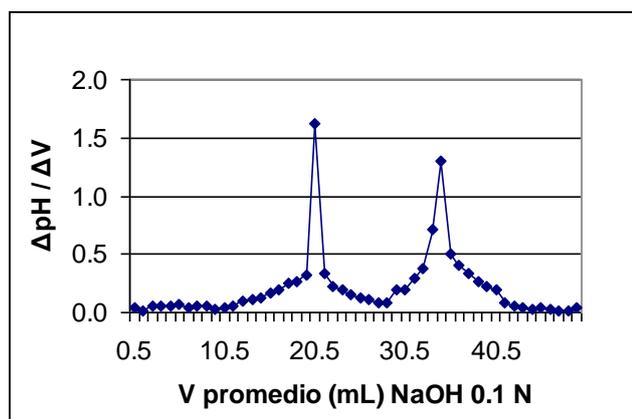


Figura N° 9 Gráfico primera derivada de 2ª valoración potenciométrica.

Se puede observar que los gráficos de la segunda titulación fig. N° 8 y N° 9 son similares a los de la primera titulación fig. N° 6 y N° 7, ya que los puntos de inflexión se obtuvieron en el mismo volumen promedio de NaOH 0.1 N.

Cuadro N° 10 Resultados de tercera titulación potenciométrica.

TERCERA TITULACIÓN			
V (mL)	pH	1ª derivada	
		V (mL)	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
0	1.22		
1	1.26	0.5	0.040
2	1.31	1.5	0.050
3	1.35	2.5	0.040
4	1.41	3.5	0.060
5	1.45	4.5	0.040
6	1.50	5.5	0.050
7	1.55	6.5	0.050
8	1.60	7.5	0.050
9	1.63	8.5	0.030
10	1.70	9.5	0.070
11	1.79	10.5	0.090
12	1.89	11.5	0.100
13	1.93	12.5	0.040
14	1.97	13.5	0.040
15	2.04	14.5	0.070
16	2.16	15.5	0.120
17	2.28	16.5	0.120
18	2.44	17.5	0.160
19	2.76	18.5	0.320
20	3.43	19.5	0.670
21	4.88	20.5	1.450
22	5.36	21.5	0.480
23	5.70	22.5	0.340
24	6.00	23.5	0.300
25	6.20	24.5	0.200
26	6.35	25.5	0.150
27	6.42	26.5	0.070
28	6.48	27.5	0.060
29	6.53	28.5	0.050
30	6.66	29.5	0.130
31	6.81	30.5	0.150
32	7.08	31.5	0.270
33	7.50	32.5	0.420
34	8.00	33.5	0.500
35	9.42	34.5	1.420
36	10.20	35.5	0.780
37	10.70	36.5	0.500
38	11.00	37.5	0.300
39	11.23	38.5	0.230
40	11.38	39.5	0.150
41	11.43	40.5	0.050
42	11.48	41.5	0.050

Cuadro N° 10 continuación...

TERCERA TITULACION			
		1ª derivada	
V (mL)	pH	\bar{V} (mL)	$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$
43	11.52	42.5	0.040
44	11.56	43.5	0.040
45	11.58	44.5	0.020
46	11.61	45.5	0.030
47	11.63	46.5	0.020
48	11.65	47.5	0.020
49	11.67	48.5	0.020
50	11.69	49.5	0.020

Al igual que en los cuadros N° 8 y 9 de las dos primeras titulaciones potenciométricas, en el cuadro N° 10, se presentan los resultados obtenidos de la tercera titulación potenciométrica de la muestra de quitosano, en los cuales, se puede destacar que los volúmenes promedios a los que corresponden los puntos de inflexión, son iguales que las dos primeras titulaciones, lo cual, indica que se trata de la misma muestra de quitosano obtenida bajo los mismos parámetros experimentales, es decir, bajo las mismas condiciones de trabajo.

A continuación se presentan los gráficos de la tercera titulación potenciométrica y la primera derivada del quitosano obtenido. (Ver cuadro N° 10)

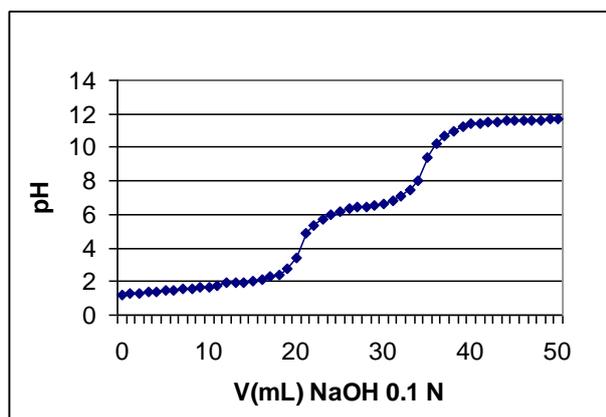


Figura N° 10 Gráfico tercera valoración potenciométrica.

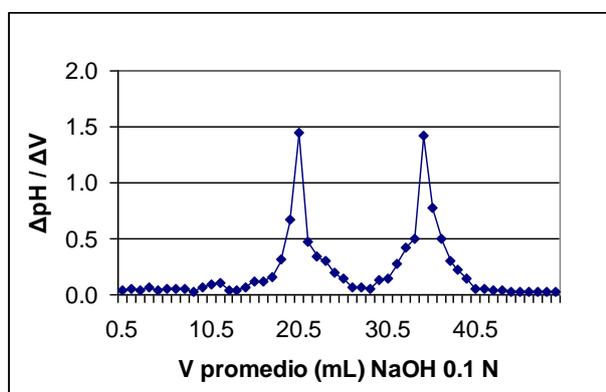


Figura N° 11 Gráfico primera derivada de 3ª valoración potenciométrica.

Se puede observar que los gráficos de la tercera titulación figuras N°10 y N°11 son similares a los de la primera titulación y segunda titulación, ya que los puntos de inflexión, se obtuvieron en el mismo volumen promedio de NaOH 0.1 N. Esto se debe a que las 3 titulaciones pertenecen a la misma muestra de quitosano, que se obtuvo bajo las mismas condiciones experimentales.

5.3.1 Cálculo del grado de desacetilación de la muestra de quitosano

Ejemplo de cálculo de primera titulación:

Para determinar el grado de desacetilación se aplica la siguiente fórmula:

$$\% NH_2 = \frac{16.1(y - x)f}{w}$$

Donde:

y = Es el punto de inflexión mayor en la gráfica de la primera derivada.

x = Es el punto de inflexión menor en la gráfica de la primera derivada.

f = Es la normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

w = Peso en gramos de la muestra de quitosano.

16.1 = Factor que es un valor relacionado con el peso equivalente del Quitosano.

$$y = 34.5$$

$$x = 20.5$$

$$f = 0.1 \text{ N}$$

$$w = 0.2501 \text{ g}$$

$$\% NH_2 = \frac{16.1(34.5 - 20.5)0.1}{0.2501} = 90.1239\%$$

Cuadro N° 11 Resumen de resultados de grado de desacetilación

N° titulación	Peso muestra(g)	X	Y	%NH₂
1	0.2501	20.5	34.5	90.1239
2	0.2500	20.5	34.5	90.1600
3	0.2502	20.5	34.5	90.0879
%NH₂ Promedio	-----	-----	-----	90.1239

En el cuadro N° 11, se presentan los resultados obtenidos de las 3 titulaciones potenciométricas de la muestra de quitosano obtenido luego de 4 horas de reflujo a 115 °C. Se puede observar que los porcentajes de desacetilación para las tres muestras es similar, lo cual, indica que se obtuvo un buen rendimiento, por lo tanto, se puede decir que a mayor temperatura menor tiempo de reflujo, lo cual trae muchos beneficios, si este proceso se aplica a nivel industrial.

5.4 Evaluación de la retención de cromo

La medición de cromo, se realizó por medio de espectrofotometría de absorción atómica con llama, determinando la concentración de cromo de la solución de entrada con la cual interactuaron todos las proporciones y los testigos, además de medir la concentración de salida en dichos tratamientos, para encontrar indirectamente la concentración retenida en cada una de las proporciones y los testigos, los resultados obtenidos se muestran en los cuadros Números 12, 13, 14 y 15.

Cuadro N° 12 Resultados obtenidos de Cromo de la Primera Evaluación utilizando arcilla de Suchitoto/Cinquera y Quitosano y de la concentración retenida.

Muestras	AS-Q	Concentración de solución entrada ppm	Lectura ppm	Concentración de solución salida ppm	Concentración Retenida ppm	% Cr R.
75 % Arcilla 25 % Quitosano	1.5 0.5	4975	2.17	2712.5	2262.5	45.47
50 % Arcilla 50 % Quitosano	1.0 1.0	4975	1.93	2412.5	2562.5	51.50
25 % Arcilla 75 % Quitosano	0.5 1.5	4975	2.55	3187.5	1787.5	35.93
Testigo 1 100% Arcilla	2.0	4975	3.62	4525.0	450.0	9.04
Testigo 2 100% Quitosano	2.0	4975	2.05	2562.5	2412.5	48.49

AS = (Arcilla de Suchitoto/Cinquera) Q = (Quitosano)

% Cr R = Porcentaje de Cromo Retenido

Ejemplo: cálculo de cromo retenido:

Cromo retenido = Concentración de solución de entrada – Concentración de solución de salida.

Donde:

Concentración de Solución de entrada = concentración inicial de la solución de cromo.

Concentración de Solución de salida = concentración de la solución de cromo después del tratamiento con la muestra.

Cromo retenido = $(4975 - 2712.5) = 2262.5$ ppm

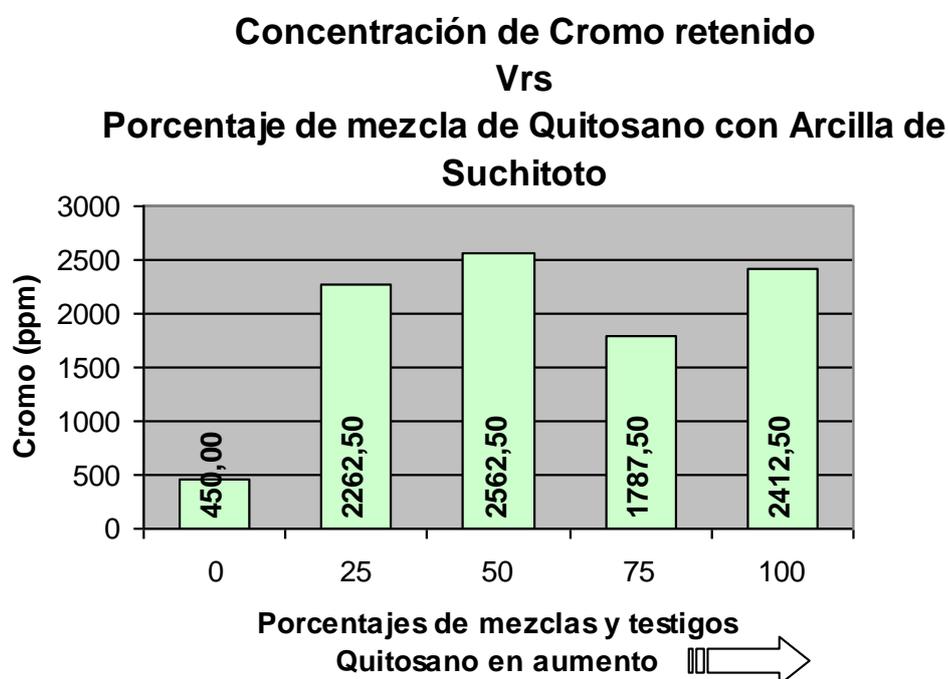


Figura N° 12 Gráfico de resultados obtenidos de Cromo

La figura N° 12, demuestra que en la proporción 50% (Arcilla/Quitosano) da una mejor retención de cromo.

Además se puede ver que el testigo de Quitosano posee una muy buena retención de cromo, similar a la proporción de 50% y mientras que el testigo de la Arcilla, posee una capacidad de retención muy baja en comparación de todas las proporciones, así como en cuanto a los testigos.

Cuadro N° 13 Resultados obtenidos de Cromo de la Segunda Evaluación utilizando arcilla de Suchitoto/Cinquera y Quitosano y de la concentración retenida.

Muestras	AS-Q	Concentración de solución entrada ppm	Lectura ppm	Concentración de solución salida ppm	Concentración Retenida ppm	% Cr R.
75 % Arcilla 25 % Quitosano	1.5 0.5	4975	2.68	3351.0	1625.0	32.66
50 % Arcilla 50 % Quitosano	1.0 1.0	4975	2.22	2775.0	2200.0	44.22
25 % Arcilla 75 % Quitosano	0.5 1.5	4975	2.23	2787.5	2187.5	43.97
Testigo 1 100% Arcilla	2.0	4975	3.61	4512.5	462.5	9.29
Testigo 2 100% Quitosano	2.0	4975	2.15	2687.5	2287.5	45.98

AS = (Arcilla de Suchitoto/Cinquera) Q = (Quitosano)

% Cr R = Porcentaje de Cromo Retenido

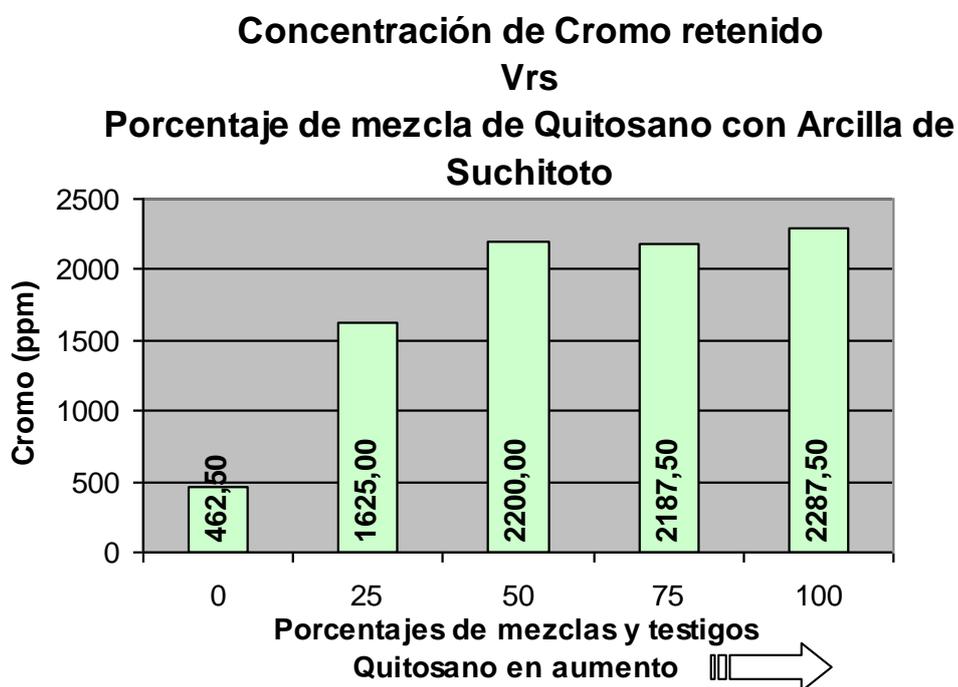


Figura N° 13 Gráfico de resultados obtenidos de Cromo

En la figura N° 13 se muestra los resultados obtenidos en una segunda evaluación del tratamiento con la arcilla de Suchitoto/Cinquera y Quitosano, en donde se puede inferir que el testigo de Quitosano posee mejor retención de cromo que las proporciones y el testigo de Arcilla, además, se puede observar que, en la proporción 50% (Arcilla/Quitosano) presenta bajo las condiciones de trabajo la mejor retención de cromo, similar al testigo de Quitosano, mientras que el testigo de la Arcilla, presenta la menor capacidad de retención en comparación con todas las proporciones y los testigos.

Cuadro N° 14 Resultados obtenidos de Cromo en la Primera Evaluación utilizando arcilla de Texistepeque y Quitosano y de las concentraciones retenidas.

Muestras	AT-Q	Concentración de solución entrada ppm	Lectura ppm	Concentración de solución salida ppm	Concentración Retenida ppm	%
75 % Arcilla 25 % Quitosano	1.5 0.5	4975	2.41	3012.5	1962.5	39.45
50 % Arcilla 50 % Quitosano	1.0 1.0	4975	2.0	2500.0	2475.0	49.75
25 % Arcilla 75 % Quitosano	0.5 1.5	4975	2.15	2687.5	2287.5	45.98
Testigo 1 100% Arcilla	2.0	4975	2.93	3662.5	1312.5	26.38
Testigo 2 100% Quitosano	2.0	4975	2.1	2625.0	2350.0	47.24

AT = (Arcilla de Texistepeque) Q = (Quitosano)

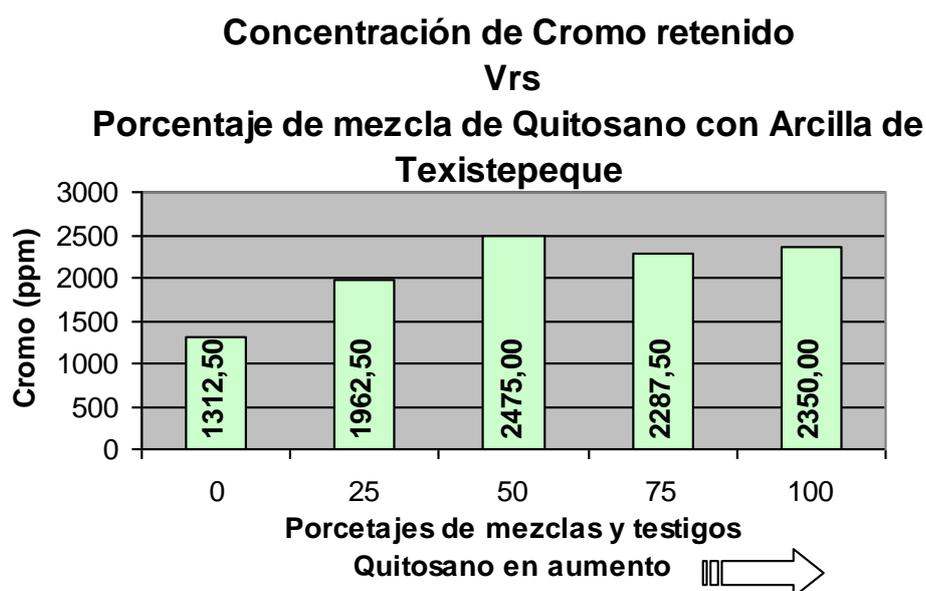


Figura N° 14 Gráfico de resultados obtenidos de Cromo

La figura N° 14 se observa que en la proporción 50% (Arcilla texistepeque/Quitosano) se obtuvo la mayor retención de cromo en comparación con las demás proporciones, además se puede observar que el testigo de Quitosano posee una muy buena retención de cromo que es similar a la proporción de 50%, el testigo de la Arcilla bajo las condiciones evaluadas presenta la menor capacidad de retención de cromo en comparación con todas las proporciones y el testigo de quitosano.

Cuadro N° 15 Resultados obtenidos de Cromo de una Segunda Evaluación utilizando arcilla de Texistepeque y Quitosano y de la concentración retenida.

Muestras	AS-Q	Concentración de solución entrada ppm	Lectura ppm	Concentración de solución salida ppm	Concentración Retenida ppm	% Cr R.
75 % Arcilla 25 % Quitosano	1.5 0.5	4975	2.54	3175.0	1800	36.18
50 % Arcilla 50 % Quitosano	1.0 1.0	4975	2.25	2812.5	2162.5	43.47
25 % Arcilla 75 % Quitosano	0.5 1.5	4975	2.21	2762.5	2212.5	44.47
Testigo 1 100% Arcilla	2.0	4975	3.15	3937.5	1037.5	20.85
Testigo 2 100% Quitosano	2.0	4975	2.15	2687.5	2287.5	45.98

AS = (Arcilla de Suchitoto/Cinquera) Q = (Quitosano)

% Cr R = Porcentaje de Cromo Retenido

Ejemplo: cálculo de cromo retenido:

Cromo retenido = Concentración de solución de entrada – Concentración de solución de salida, donde:

Concentración de Solución de entrada = concentración inicial de la solución de cromo.

Concentración de Solución de salida = concentración de la solución de cromo después del tratamiento con la muestra.

Cromo retenido = $(4975 - 2762.5) = 2212.5$ ppm

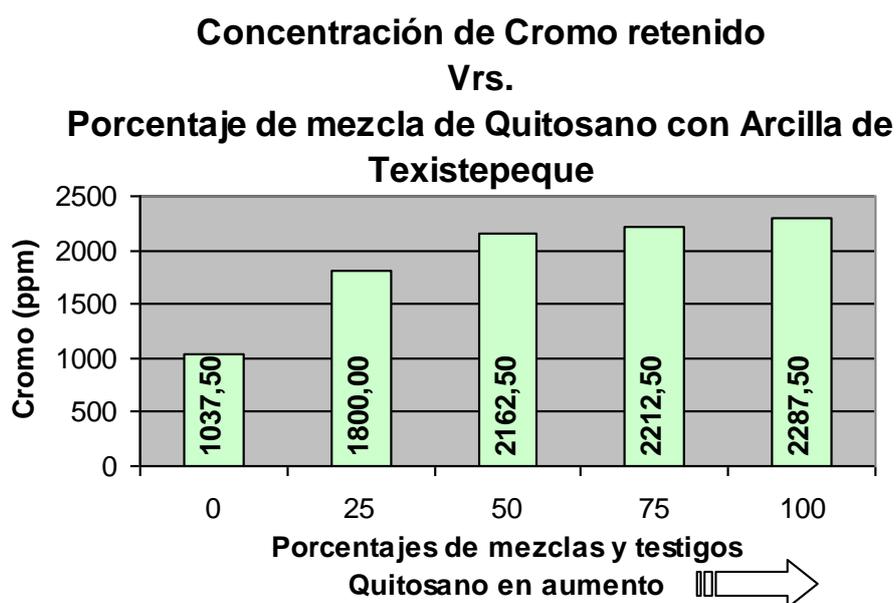


Figura N° 15 Gráfico de resultados obtenidos de Cromo

En la gráfica anterior (figura N° 15), se muestra que el control de Quitosano, bajo las condiciones de este estudio, posee la mayor retención de cromo en comparación con las proporciones y el testigo de Arcilla, además, se puede observar que en la proporción de un 25%-75% (Arcilla/Quitosano) da una

buena retención de cromo similar al testigo de Quitosano, mientras que el testigo de la Arcilla, posee una capacidad de retención baja en comparación con todas las proporciones y el testigo de quitosano.

5.4.1 Comparación de los resultados obtenidos

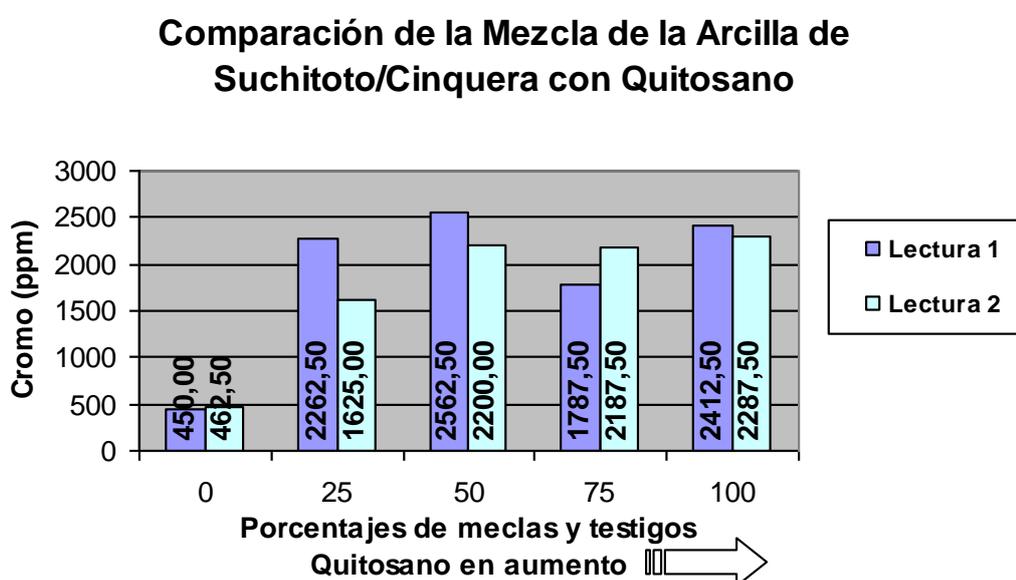


Figura N° 16 Gráfico comparativo de resultados obtenidos de Cromo

En la figura N° 16 se comparan los resultados obtenidos de la primera y segunda evaluación realizada con el tratamiento arcilla de Suchitoto Cinquera y quitosano en donde se puede apreciar que el testigo de quitosano posee una buena capacidad de retención de cromo en comparación con el testigo de arcilla, además se infiere que la mezcla más eficaz es la del 50% ya que obtuvo una buena retención de cromo en ambas lecturas.

Comparación de la Mezcla de la Arcilla de Texistepeque con Quitosano

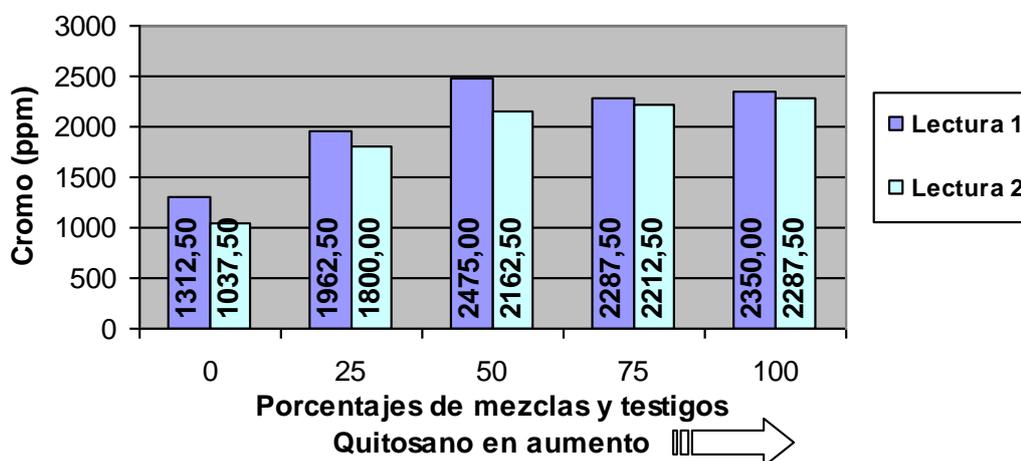


Figura N° 17 Gráfico comparativo de resultados obtenidos de Cromo

En el gráfico correspondiente a la figura N° 17, se comparan las diferentes proporciones de mezcla, así como, testigos de la arcilla natural de Texistepeque, en las dos lecturas que se realizaron, los resultados permiten concluir que de las mezclas, la más eficaz es la del 50% en la primera evaluación, en la segunda lectura, aunque la diferencia es mínima, se logró apreciar que fue la proporción del 75% la más eficaz, además, se observa que el testigo de quitosano bajo las condiciones evaluadas es el más eficaz en comparación al testigo de arcilla natural.

Comparación de las proporciones de ambas Arcillas en las dos lecturas

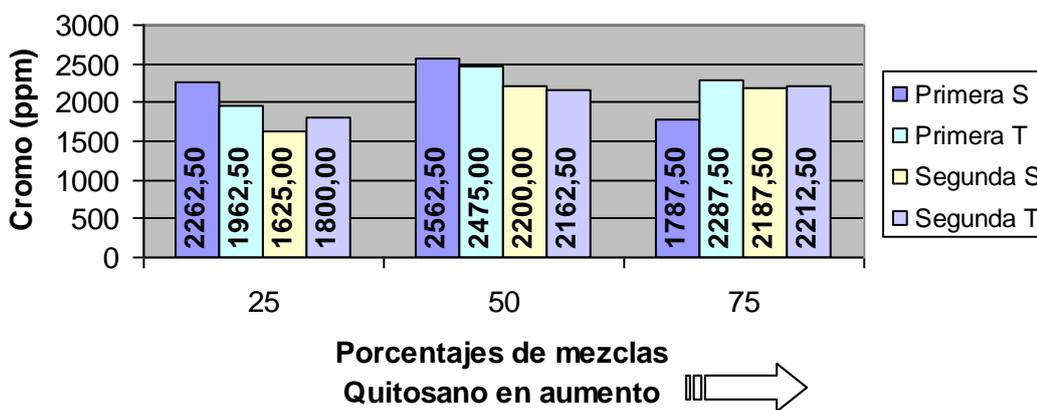


Figura N° 18 Gráfico Comparativo de resultados obtenidos de Cromo en las proporciones

En la figura N° 18, se realizó la comparación de las diferentes proporciones en ambas arcillas (Suchitoto/Cinquera y Texistepeque) sin tomar en cuenta los testigos, se observa que la mejor capacidad de retención de cromo le corresponde a la proporción de 50%.

Comparación de los Testigos de ambas Arcillas y Quitosano en las dos lecturas

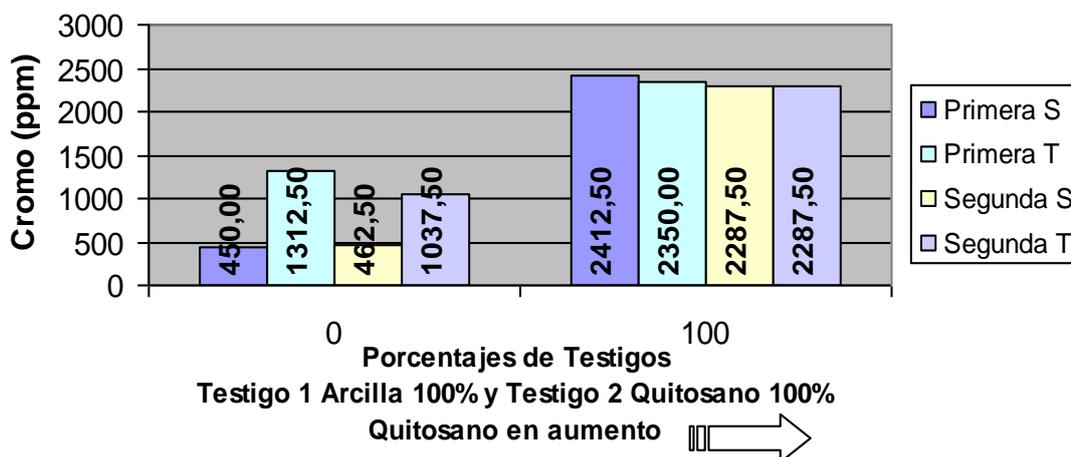


Figura N° 19 Gráfico comparativo de resultados obtenidos de Cromo en los Testigos

En la figura N° 19, se muestran los resultados de los testigos y se puede observar que el testigo que posee mayor capacidad de retención de cromo es el de quitosano en todas las lecturas.

Teniendo en cuenta que las arcillas presentan una superficie de contacto muy alta la cual es una característica favorable en la adsorción de elementos en los sistemas coloidales, esta adsorción puede variar con el tiempo de exposición de las arcillas con los elementos que van a ser adsorbidos. Esto es el principio que fundamentan los resultados obtenidos y puede ser la base para una siguiente investigación en cuanto al tiempo de exposición y la técnica de agitación, ya que encontrar el menor tiempo de exposición para una mayor retención de cromo puede mejorar u optimizar el sistema de tratamiento de las aguas.

5.5 Análisis de varianza de dos factores

Cuadro N° 16 Cuadro de resultados de cromo en ppm, retenido por las diferentes mezclas de arcilla con quitosano, con sus respectivos promedios y sumatorias.

Q	0	25%	50%	75%	100%	Totales	Medias
AT	1312.5	1962.5	2475.0	2287.5	2350.0	19887.5	1988.75
	1037.5	1800.0	2162.5	2212.5	2287.5		
Sumatoria	2350	3762.5	4637.5	4500	4637.5		
Promedio	1175	1881.25	2318.75	2250	2318.75		
AS	450	2262.5	2562.5	1787.5	2412.5	18237.5	1823.75
	462.5	1625	2200	2187.5	2287.5		
Sumatoria	912.5	3887.5	4762.5	3975	4700		
Promedio	456.25	1943.75	2381.25	1987.5	2350		
TOTALES	3262.5	7650	9400	8475	9337.5	38125	
MEDIAS	815.625	1912.5	2350	2118.75	2334.375		1906.25

En el cuadro N° 16 se presentan los resultados de los cálculos de sumatorias, promedios, totales y medias de los resultados de cromo en las diferentes mezclas así como de los testigos. Este cuadro servirá de base para el análisis de varianza en el cual es necesario el calculo de la sumas de los cuadrados de los factores arcillas y quitosano al igual que de su combinación.

Donde:

AT = arcilla de Texistepeque

AS = arcilla Suchitoto/Cinquera

Q = quitosano

Los porcentajes de la barra superior del cuadro anterior hacen referencia a los diferentes niveles de mezcla y testigos de arcillas y quitosano empleados en la parte experimental.

Cuadro N° 17 Análisis de varianza de los resultados de cromo obtenidos en el laboratorio

					alfa 0,05
FUENTE	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrada (varianza)	F (calculado)	Ft (Tabulado)
A (arcillas)	136125	1	136125	2,95022012	4,96
Q (quitosano)	6459453,13	4	1614863,28	34,9987301	3,48
AQ(combinaón)	458171,875	4	114542,969	2,48247545	3,48
Error	461406,25	10	46140,625		
Total	7515156,25	19			

El cuadro N° 17 es un resumen del análisis de varianza de dos factores en donde se muestran las sumas de cuadrados para los factores A, Q y su respectiva combinación, Así como también los grados de libertad, la varianza y los valores de F experimental y de tablas que nos sirven para la respectiva prueba de hipótesis. (Ver anexo N° 2)

Las fórmulas empleadas para realizar dichos cálculos se detallan a continuación:

Fórmulas empleadas para calcular las sumas de cuadrados

$$SSFA = \sum_{i=1}^r \frac{X_{i.}^2}{cn} - \frac{(GT)^2}{rcn} = (\text{suma de los cuadrados debido al factor A})$$

$$SSFQ = \sum_{j=1}^c \frac{X_{.j}^2}{rn} - \frac{(GT)^2}{rcn} = (\text{suma de cuadrados debido al factor Q})$$

SSAQ = (suma de cuadrados debida a la interacción del factor A y B)

$$SSAQ = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \frac{X_{ij}^2}{n} - \sum_{i=1}^r \frac{X_{i..}^2}{cn} - \sum_{j=1}^c \frac{X_{.j}^2}{rn} + \frac{(GT)^2}{rcn} =$$

$$SSE = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \sum_{k=1}^n X_{ijk}^2 - \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \frac{X_{ij.}^2}{n} = (\text{suma de cuadrados del error})$$

$$SST = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \sum_{k=1}^n X_{ijk}^2 - \frac{(GT)^2}{rcn} = (\text{suma total de cuadrados})$$

Fórmulas empleadas para calcular la media cuadrada (varianza)

$$MSFA = \frac{SSFA}{r-1} = \text{varianza debida al factor A}$$

$$MSFQ = \frac{SSFQ}{c-1} = \text{varianza debida al factor Q}$$

$$MSAQ = \frac{SSAQ}{(r-1)(c-1)} = \text{varianza debida a la combinación A y Q}$$

$$MSE = \frac{SSE}{rc(n-1)} = \text{varianza debida al error}$$

Fórmulas empleadas para calcular el valor de F experimental

$$F = \frac{MSFA}{MSE} = \text{F debida al factor A}$$

$$F = \frac{MSFQ}{MSE} = \text{F debida al factor Q}$$

$$F = \frac{MSAQ}{MSE} = \text{F debida a la combinación de A y Q}$$

5.5.1 Prueba de hipótesis

1. Para probar la hipótesis que no hay diferencia debida al factor A

$$H_0: \mu_1 = \mu_2$$

H₀: La retención promedio de la arcilla tipo I es igual a la retención promedio de la arcilla de tipo II

Contra la alternativa

H_i: Las μ no son iguales.

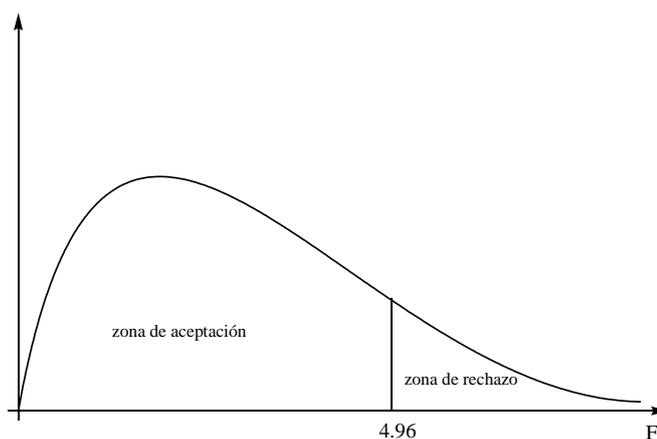


Figura N° 20 Regiones de rechazo y de no rechazo al nivel de significación 0.05 con 1 y 10 grados de libertad

Con un nivel de significación de 0.05 y probando la diferencia en cuanto a la absorción de cromo que presentaron las arcillas, la regla de decisión sería aceptar la hipótesis nula ($H_0: \mu_1 = \mu_2$), si el valor F calculado fuera igual o excediera a 4.96 (véase figura N° 20). Puesto que $F_{1,10} = 2,95 < 4.96$, se puede aceptar H_0 y concluir que no hay diferencia entre la capacidad de absorción de cromo que presentaron las arcillas en cuanto al promedio.

2. Para probar la hipótesis que no hay diferencia debida al factor B

$$H_0: \mu_{.1} = \mu_{.2} = \dots = \mu_{.5}$$

H_0 : La retención a las diferentes proporciones de quitosano (0%, 25%, 50%, 75% y 100%) son las mismas.

Contra la alternativa

H_1 : Por lo menos una de las $\mu_{.j}$ es diferente.

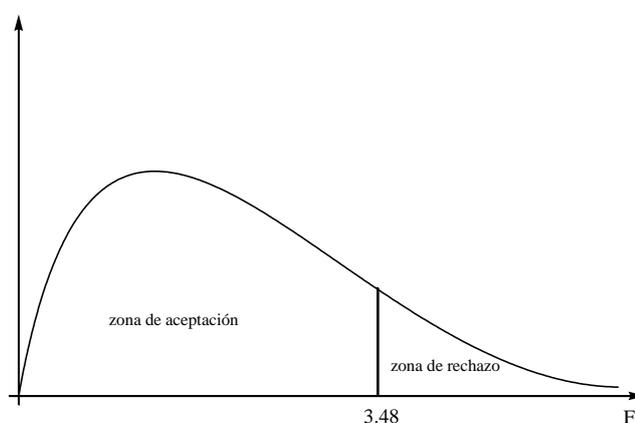


Figura N° 21 Regiones de rechazo y de no rechazo al nivel de significación 0.05 con 4 y 10 grados de libertad

Con un nivel de significación de 0.05 y probando la diferencia en cuanto a la absorción de cromo que presenta el quitosano, la regla de decisión sería rechazar la hipótesis nula ($H_0: \mu_{.1} = \mu_{.2} = \dots = \mu_{.5}$), si el valor F calculado fuera igual o excediera a 3.48 (véase figura N° 21).

Puesto que $F_{4,10} = 34,99 > 3.48$, se puede rechazar H_0 y concluir que si hay diferencia entre la capacidad de absorción de cromo que presentó el quitosano en cuanto al promedio.

3. Para probar la hipótesis que no hay interacción de los factores A y B

$H_0: AB_{ij} = 0$ (para todas las i y j)

H_0 : La retención promedio de quitosano a las diferentes proporciones (0%, 25%, 50%, 75% y 100%) mantiene la misma tendencia cuando se hace con la arcilla de tipo I y la arcilla de tipo II

Contra la alternativa

$H_1: AB_{ij} \neq 0$

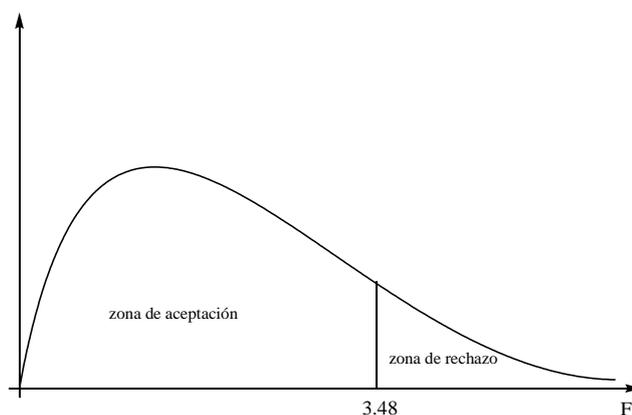


Figura N° 22 Regiones de rechazo y de no rechazo al nivel de significación 0.05 con 4 y 10 grados de libertad

Por último, se puede probar si ocurre un efecto de interacción entre el factor A (arcillas) y el factor B (Quitosano). Con un nivel de significación 0.05 la regla de decisión sería, aceptar la hipótesis nula [$AB_{ij} = 0$ (para todas las i y j)], si el valor de F calculado fuera igual 3.48 (véase figura N° 22). Puesto que $F_{4,12} = 2,48 < 3.48$, no se rechaza H_0 y se llega a la conclusión que no hay un efecto de interacción significativo entre el quitosano y las arcillas.

**CAPITULO VI
CONCLUSIONES**

CONCLUSIONES

1. Según el análisis de difracción de rayos X realizado en la arcilla natural de Texistepeque, cantón Cujucuyo, se tiene Nontronita en mayor concentración, la cual pertenece a la familia de la montmorillonita que es un grupo de arcillas que presentan una alta capacidad de intercambio catiónico, lo cual se corrobora con los resultados obtenidos de capacidad de intercambio catiónico cuyo valor fue de 83.27 meq/100g.
2. Según el análisis de difracción de rayos X realizado en la arcilla natural de Suchitoto, cantón de Aguas Calientes, se tiene Cristobalita en mayor concentración, la cual presenta un número menor de espacios interlaminares en comparación con la arcilla de Texistepeque por lo que su capacidad de intercambio catiónico es menor, lo cual se confirma con los resultados obtenidos de la capacidad de intercambio catiónico cuyo valor es 30.0 meq/100 g.
3. En el estudio realizado se comprobó que las arcillas, son capaces de retener cromo en solución y se debe a la presencia de sitios activos o cargas negativas, generadas principalmente por sustituciones isomórficas en los espacios interlaminares y la disociación de grupos hidroxilos.
4. Las arcillas y el quitosano, son materiales que pueden emplearse como materia prima para el tratamiento de aguas residuales que contienen cromo en solución, debido a la alta capacidad de retención

de dicho metal, contribuyendo así, a disminuir su concentración y evitar los aspectos nocivos en el medio ambiente y en los seres vivos.

5. De acuerdo a los estudios realizados, se comprueba que el quitosano, es un componente de mucha influencia en la remoción de cromo debido a las propiedades que posee dicho biopolímero, el cual presentó un grado de desacetilación de **90.12 %** siendo esta la propiedad mas sobresaliente.
6. Según los resultados estadísticos la retención promedio de cromo de la arcilla tipo I (Suchitoto/Cinquera) es igual a la retención promedio de cromo de la arcilla tipo II (Texistepeque), bajo las condiciones evaluadas.
7. Con base a los resultados estadísticos, la interacción entre las arcillas y el quitosano no es significativa ya que los fenómenos de absorción que presentan estos dos compuestos son independientes.
8. Los resultados obtenidos comprueban, la proporción 50-50% (Arcilla Suchitoto/Quitosano) es la mas eficaz, cuya retención promedio de cromo es de **47.86 %** en comparación con las otras mezclas de arcilla con quitosano (25-75%, 75-25%).
9. La proporción 50-50% (Arcilla Texistepeque/Quitosano) es la de mejor retención de cromo, siendo el promedio de **46.60 %**.
10. Los estudios que se llevaron a cabo en esta investigación demuestran que el control de Quitosano posee una buena retención de cromo la cual es igual a **47.23 %**, esto es debido a que este biopolímero al aumentar su grado de desacetilación aumenta su capacidad de

intercambio de cationes ya que se generan grupos insaturados (amino) capaces de retener metales pesados, Así como también el pH ácido de la solución madre de cromo, favorece dicho proceso de adsorción.

**CAPITULO VII
RECOMENDACIONES**

RECOMENDACIONES

1. Proponer la difusión de los estudios realizados en la Universidad de El Salvador con soluciones claras a problemáticas medioambientales por parte de las autoridades de la Facultad de Química y Farmacia a personal con poder de decisión por parte de las empresas autoras de la problemática evaluada.
2. Fomentar y promover en las 10 industrias dedicadas al curtido de cuero para la producción de calzado, carteras, artículos varios, así como en las 13 industrias dedicadas al cromado y galvanización que den un tratamiento previo más riguroso a las descargas de los diferentes desechos a modo de disminuir el contenido de cromo que estas poseen, y así poder dar cumplimiento a los reglamentos y normativas vigentes en el país.
3. Promover los estudios que lleven a la utilización de los recursos naturales con los que cuenta El Salvador, por ejemplo las arcillas y los materiales de desecho como los exoesqueletos de crustáceos, con el fin de reutilizar o aprovechar parte de estos desechos y dar solución a problemas existentes en nuestro medio ambiente como es la contaminación de los mantos acuíferos con cromo.
4. Evaluar a nivel de empresas el potencial de tratamiento a los efluentes generados con los volúmenes y cargas reales de estas, con la proporción de 50% Arcilla-Quitosano la cual presentó la mayor retención de cromo.

5. Utilizar Quitosano como alternativa de tratamiento en la remoción de metales pesados, ya que este presentó una retención de cromo de 47.23 %.
6. Las arcillas tienen mayor superficie de contacto y presentan sitios de intercambio, por lo que el tiempo de exposición de las arcillas con los elementos que van a ser adsorbidos puede ser la base para una siguiente investigación en cuanto al tiempo de exposición y la técnica de agitación, ya que encontrar el menor tiempo de exposición para una mayor retención de cromo puede mejorar u optimizar el sistema de tratamiento de las aguas, así como la modificación del pH de las mezclas de arcillas con quitosano y evaluar su grado de influencia en la remoción de cromo.

CAPITULO VIII
BIBLIOGRAFIA

VIII BIBLIOGRAFIA

1. Alas CA. y otros, 2007, "Estudio del grado de desacetilación del quitosano y su influencia en la remoción de plomo presente en aguas no potables" p. 36-66. Consultado 18 de Septiembre.
2. Álvarez, R. y otros, 1986, "Evaluación integral de suelos para planificar una explotación agropecuaria modelo" p. 233-240. Consultado 23 de Mayo.
3. APHA (American Public Health Association), 1992, Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales, 17^o edición, Madrid, España, Editorial Díaz de Santos. Sección 3-111^a, p. 3-14 – 3-25. Consultado el 1 de Junio.
4. Barraza, CM. y otros, 2005, Trabajo de graduación sobre "Utilización de arcilla de Iloasco para la remoción de cromo total en aguas residuales de una curtiembre" p. xiii Consultado el 25 de abril de 2007. Disponible en la biblioteca "Benjamín Orozco" de la Facultad de Química y Farmacia.
5. Berenson, ML. y otros. 1992, "Estadística Básica en Administración, conceptos y aplicaciones". Cuarta edición, Prentice-Hall, Hispanoamericana. P. 513-524 y 878-881.
6. Bravo, NP. "Utilización de adsorbentes para la eliminación de contaminantes en aguas y efluentes líquidos". Consultado el 10 de abril de 2007.

Disponible en: www.ub.edu.ar/investigaciones/tesinas/86_bravo.pdf

7. Díaz Crespín, G. 2002. "Caracterización de quitina y quitosano obtenidos a partir de exoesqueletos de camarón". Consultado 25 mayo de 2007. disponible en la biblioteca de Ciencias Naturales y Matemáticas.
8. Emsley, J. 2001. "Guía de los elementos de la A a la Z", Cromo, consultado: 12 mayo de 2007. Disponible en:
<http://www.lenntech.com/espanol/tabla-peiodica/Cr.htm>
9. Fassbender, HW. 1980. Química de Suelos con Énfasis en Suelos de América Latina. San José Costa Rica, Instituto interamericano de Ciencias Agrícolas, p 119-124.
10. Fuentes, R y otros. "Eliminación de metales tóxicos mediante zeolitas naturales" Consultado el 10 de mayo de 2007. Disponible en:
<http://www.icp.csic.es/cyted/Monografias/Monografias1998/B1-225.pdf>
11. García R, y otros Universidad complutense (Madrid) y Universidad de Salamanca, Arcillas propiedades y usos. Consultado 25 abril de 2007. Disponible en *<http://www.usal.es/~delcien//doc/GA.PDF>*.
12. Lárez VC. "Quitina y Quitosano Materiales del pasado para el presente y el futuro". Consultado 2 mayo de 2007 Disponible:
http://biosalud.saber.ula.ve/db/ssaber/Edocs/pubelectronicas/avances_enquimica/vol1num2/divulg-1-2-2006.pdf
13. Pérez G. y otros "Método de difracción con rayos X". Consultado 20 mayo de 2007. Disponible en:
http://www.tdx.cbuc.es/TESIS_UPC/AVAILABLE/TDX-1031101-082820//28anexo1.PDF.

14. Seiler, H.G., Sigel H. 1988 Handbook on Toxicity of inorganic Compounds. By Marcel Dekker. p: 240-246.
15. Skoog, DA y otros, "Química Analítica" 7^o edición, Mc. Graw Hill Interamericana, Editores S.A. de C.V. México, 2001 p 519-522.
16. Vega, FA y otros. "Uso de Arcillas Especiales para Depuración de Aguas Residuales". Consultado el 10 de abril de 2007. Disponible en:
www.scielo.cl/scielo.php?pid=S0718-07642005000100002&script=sci_arttext

ANEXOS

ANEXO N° 1



Fig. N° 23 Mapa de Suchitoto lugar de recolección de muestra de arcilla

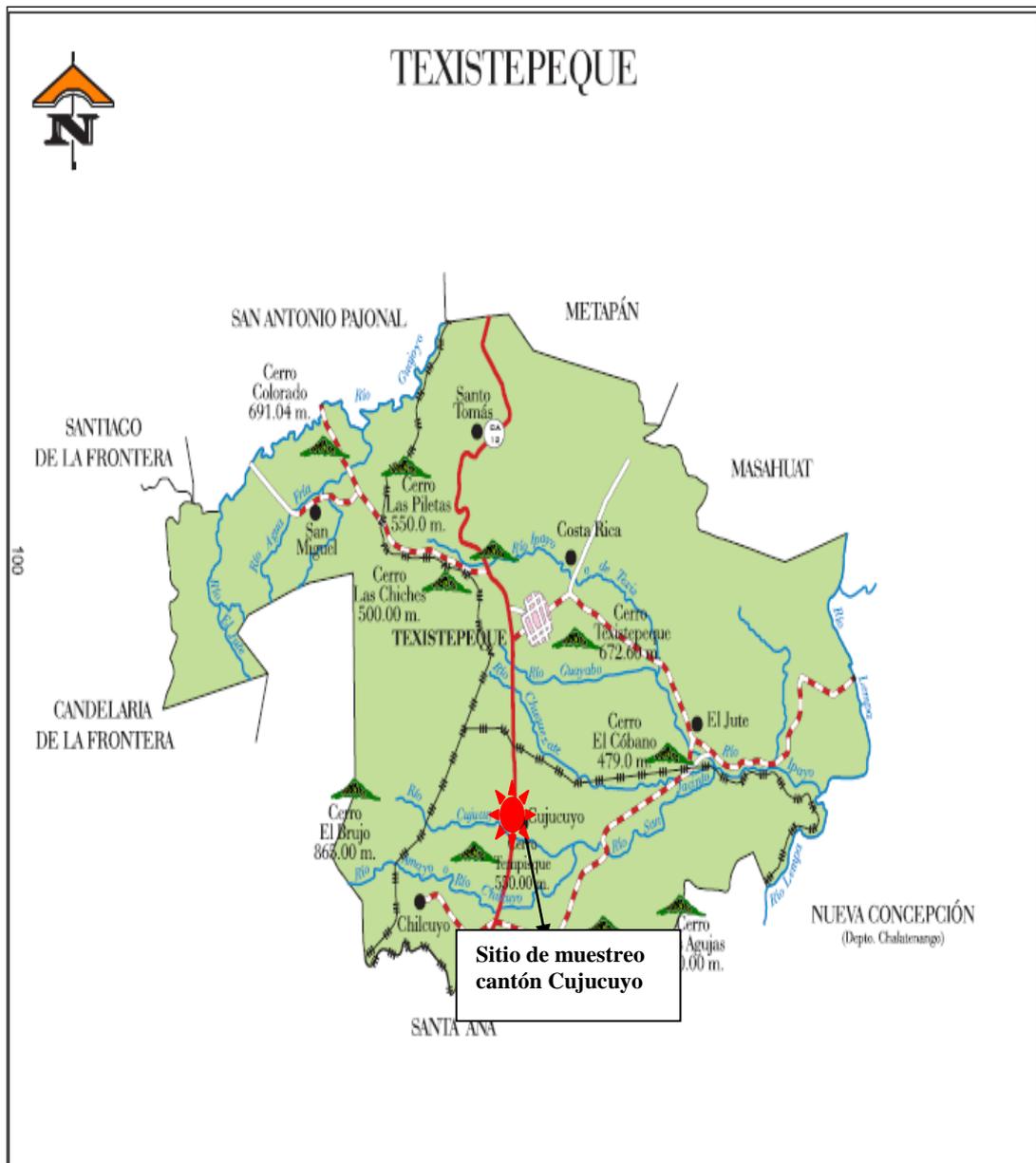


Fig. N° 24 Mapa de Texistepeque lugar de recolección de muestra de arcilla

ANEXO N° 2

Determinación de la capacidad de intercambio catiónico por el método de $\text{NH}_4\text{OOCCH}_3$ 1N, pH 7.0

Materiales

- Beaker de Vidrio de 100 mL.
- Bolsas de plástico
- Botellas plásticas de 100 mL.
- Buretas de 25 ó 50 mL.
- Embudos Buchner de 7 cm. de diámetro
- Frascos gotero
- Matraces Kjeldahl de 800 mL.
- Matraces para filtración de 500 mL.
- Matraces para titulación de 500 mL.
- Papel filtro #2 de 11 cm. de diámetro
- Papel glassine
- Perilla
- Pinza para crisol
- Pipetas Graduadas de 5 y 10 mL.
- Pipetas volumétricas de 5.0, 10.0 y 15.0 mL.
- Pizetas
- Probetas de 50 y 250 mL.
- Tapones de hule No. 7 y 10
- Tubos plásticos de 50 mL.
- Tirro

- Viales de 25 mL.
- Volumétricos de 25.0, 200.0 y 1000.0 mL.

Equipo

- Balanza analítica
- Balanza granataria
- Bomba de vacío
- Destilador MacroKjeldahl
- Refrigeradora con frío seco

Sustancias Químicas Calidad Reactivo

- Acido Acético Concentrado (CH_3COOH)
- Acido Bórico en Cristales (H_3BO_3)
- Acido Clorhídrico aproximadamente 0.02N (HCl)
- Azul de Metileno en Polvo
- Cloruro de Sodio en cristales (NaCl)
- Etanol Absoluto ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
- Hidróxido de Amonio Concentrado (NH_4OH)
- Hidróxido de Sodio en Perdigones (NaOH)
- Rojo de Metilo en polvo
- Verde de Bromocresol en polvo
- n-Octanol
- Aceite Mineral
- Cinc en Perdigones

Procedimiento

1. Desplazamiento de las Bases Intercambiables y Saturación con NH_4^+ al Complejo Coloidal.

En balanza analítica, pesar en un beaker de vidrio de 100 mL, 5 gramos de la arcilla seca al aire, molido y tamizado a través de un tamiz malla #10. Agregar, con probeta, 15 mL de la solución electrolítica de Acetato de Amonio 1 N, pH 7.0. Agitar rotativamente para mezclar bien y cerrar con tapón de hule #10. Dejar en reposo hasta el siguiente día. En una botella plástica de 100 mL, adicionar 85 mL de la solución electrolítica.

Doblar el papel filtro de tal manera que quede en forma de copa adaptada al tamaño del embudo buchner y por medio de la balanza analítica obtener la masa de la copa de papel y colocarla sobre el embudo buchner previamente ajustado a un matríz para filtración de 500 mL.

Al día siguiente, agitar el contenido del beaker de 100 mL e inmediatamente transferirlo al filtro del embudo buchner, esperar que filtre la solución, terminar de transferir todo el suelo arcilloso con aproximadamente 15 mL de solución electrolítica servida con pizeta.

Esperando que se filtre la solución en cada vez, hacer adiciones de 10 mL con pipeta volumétrica tratando de remover en cada adición la mayor cantidad de arcilla adherida a las paredes del filtro. Estas alícuotas se toman de la botella plástica hasta terminar los 85 mL de solución que se le adicionaron.⁽¹⁾

Al terminar de filtrar la última alícuota, aplicar succión con una perilla de hule o con una bomba de vacío, para extraer la solución electrolítica residual quitar el vacío.

Sin retirar el extracto, lavar el filtro y el suelo con 3 adiciones de 10 mL de alcohol etílico cada una, esperando el paso completo de la alícuota anterior antes de agregar la siguiente.

Succionar con vacío el alcohol residual y retirar el filtro con la arcilla del embudo buchner y dejarlo secar al medio ambiente por 2 horas. Si es necesario almacenarlo más tiempo, envolverlo en bolsa plástica y guardarlo en congelador de una refrigeradora. (1)

2. Determinación de la Capacidad de Intercambio de Cationes

Ya secos el filtro y la arcilla, remover éste con espátula y pesarlo en balanza analítica; por diferencia con el primer peso de la arcilla en ese momento, dividirlo entre cinco (esta masa de arcilla es equivalente a un gramo de arcilla original) y sumarlo a la masa registrada por un cuadro de papel para pesar y sobre éste agregar suelo hasta obtener el valor proporcional por la suma de las masas.

Envolver la arcilla dentro del papel para pesar, introducirlo en un matraz Kjeldahl de 800 mL y agregar 300 mL de agua destilada.(1)

En un matraz de titulación de 500 mL adicionar 50 mL de solución de Acido Bórico al 2% p/v y colocar el matraz en el Terminal refrigerante de la unidad MacroKjeldahl.

Al matraz Kjeldahl agregar 5 perdigones de Cinc, 5 gramos de Cloruro de Sodio, 10 gotas de mezcla antiespumante (50% n-Octanol, 50% Aceite Mineral) y 40 mL de una solución de Hidróxido de Sodio 2.5 N, colocarlo inmediatamente en la unidad de destilación. Iniciar el proceso y terminarlo cuando se hayan recogido 200 mL de destilado. Retirar el matraz de titulación. Hacer blanco.

Agregar al matraz de titulación que contiene el destilado 7 gotas del indicador mixto (Solución alcohólica de Rojo de metilo 0.125 % p/v con Azul de Metileno 0.0825 % p/v) y 2 gotas de solución acuosa de Verde de Bromocresol al 0.1 % p/v. Mezclar bien, introducir una barra magnética y colocar sobre el agitador.

Titular utilizando solución de Acido Clorhídrico aproximadamente 0.02 N y valorarlo. Titular primero el blanco hasta una tonalidad salmón o estandarizar el punto de equivalencia con un potenciómetro, el punto de equivalencia está cerca de un pH 3.98; usar de referencia este punto final para las muestras. Anotar el punto de equivalencia y calcular la Capacidad de Intercambio de Cationes en meq/100 gramos de arcilla seca al horno. ⁽¹⁾

3. Cálculo de la capacidad de intercambio por el método de acetato de amonio.

Información obtenida en el laboratorio:

$$CIC_{NH_4OAC} = \frac{(B - C) \times A \times 100^*}{Z} = \text{meq} / 100\text{g}$$

A = Normalidad de la solución de HCl usada en la valoración (0.02 N).

B = Volumen de solución de HCl consumido en la valoración de la muestra.

C = Volumen de solución de HCl consumido en la valoración del blanco.

Z = Masa de suelo seco al horno equivalente a 1 gramo.

* = factor correspondiente a 100 gramos de suelo

PREPARACION DE LA SOLUCION DE CROMO DE 5000 ppm

Procedimiento

- Pesar 28.28 g de dicromato de potasio en un beacker de 250 mL.
- Adicionar agua en el beacker con dicromato de potasio.
- Agitar hasta lograr la disolución del dicromato de potasio.
- Transferir la solución a un frasco volumétrico de 2000 mL y llevar a volumen con agua destilada.
- Almacenar la solución obtenida perfectamente etiquetada y sellada para su uso posterior.

Tabla de análisis de varianza para el modelo de dos factores

Fuente	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrada (varianza)	F (calculado)
A (arcillas)	$\sum_{i=1}^r \frac{X_{i..}^2}{cn} - \frac{(GT)^2}{rcn} =$	r - 1	$MSFA = \frac{SSFA}{r-1}$	$F = \frac{MSFA}{MSE} =$
Q (quitosano)	$\sum_{j=1}^c \frac{X_{.j.}^2}{rn} - \frac{(GT)^2}{rcn} =$	c - 1	$MSFQ = \frac{SSFQ}{c-1}$	$F = \frac{MSFQ}{MSE} =$
AQ (combinación)	$\sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \frac{X_{ij.}^2}{n} - \sum_{i=1}^r \frac{X_{i..}^2}{cn} - \sum_{j=1}^c \frac{X_{.j.}^2}{rn} + \frac{(GT)^2}{rcn} =$	(r-1)(c-1)	$MSAQ = \frac{SSAQ}{(r-1)(c-1)}$	$F = \frac{MSAQ}{MSE} =$
Error	$\sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \sum_{k=1}^n X_{ijk}^2 - \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \frac{X_{ij.}^2}{n} =$	rc(n-1)	$MSE = \frac{SSE}{rc(n-1)}$	
Total	$\sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^c \sum_{k=1}^n X_{ijk}^2 - \frac{(GT)^2}{rcn} =$	rcn - 1		

r = row = línea c = column = columna n = number = número (5)

ANEXO N° 3



Figura N° 25 Recolección de las Arcillas



Figura N° 26 Lavado de arcilla



Figura N° 27 Lavado de arcilla



Figura N° 28 Determinación del grado de desacetilación del quitosano



Figura N° 29 Quitosano Obtenido



Figura N° 30 Preparación de la solución de cromo de concentración conocida



Figura Nº 31 Filtrado de mezclas para obtener la solución óptima para la lectura en el aparato de Absorción Atómica

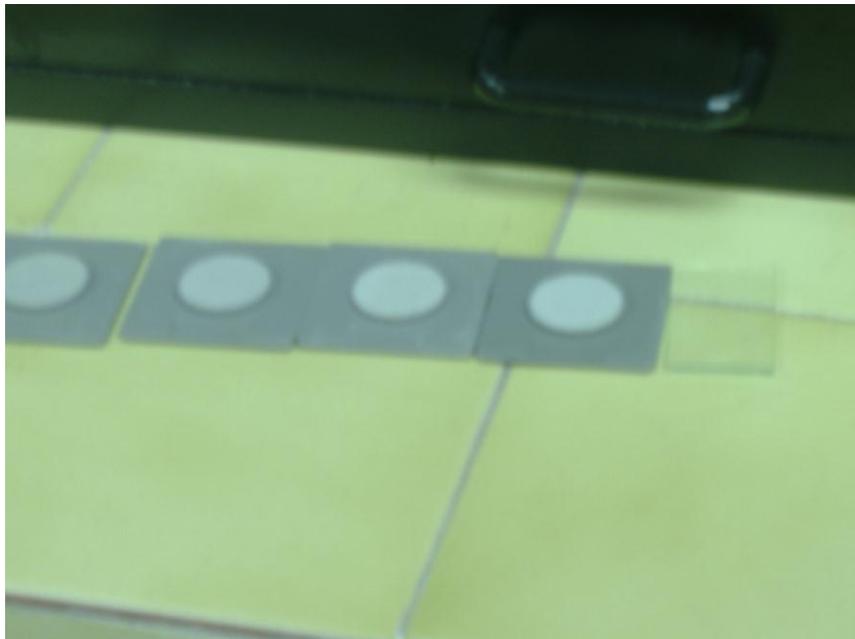


Figura Nº 32 Porta muestras para la caracterización mineralógica de las arcillas



Figura Nº 33 Molino Eléctrico



Figura Nº 34 Equipo de Difracción de rayos X



Figura Nº 35 Equipo de Absorción Atómica



Figura Nº 36 Equipo de Absorción Atómica

ANEXO N° 4

LaGeo	Laboratorio de Geología	Area: GEO	Numero: 20
	Código: F - GEO-005		Fecha: 26/07/07
Nombre del solicitante: Fausto Cruz Eguizabal y Marco Gutierrez			
Nombre de la Empresa: Universidad de El Salvador			
Fecha de solicitud: 19/07/07			
No. de muestras: 2			
Resultados de Análisis			
Muestra	Localidad	Descripción	
CT39-07 M-1	Suchitoto Cinquera color rojizo	<p><i>Descripción macroscópica:</i></p> <p>Muestra fina de color café-rojizo, se observa cristales color negro, blanco y rojizo.</p> <p><i>Composición mineralógica por DFRX:</i></p> <p>Cristobalita (SiO₂)- 36% Halloysita (Al₂Si₂O₅(OH)₄) – 27% Caolinita (Al₂Si₂O₅(OH)₄) – 19% Albita (NaAlSi₃O₈) – 18%</p>	
CT40-07 M-2	Texistepeque Color gris	<p><i>Descripción macroscópica:</i></p> <p>Muestra fina, color gris. (Muestra ya pulverizada previamente por la UES)</p> <p><i>Composición mineralógica por DFRX:</i></p> <p>Nontronita (Na_{0,3}Fe₂Si₄O₁₀(OH)₂·4H₂O) – 31% Cristobalita (SiO₂) – 27% Albita (NaAlSi₃O₈) – 23% Halloysita (Al₂Si₂O₅(OH)₄) – 19%</p>	

Figura N° 37 Análisis de resultados de la composición mineralógica obtenido en La Geo

Observaciones/Comentarios:	
En las muestras, se observa la presencia de minerales de arcilla: halloysita y caolinita y nontronita.	
La palabra "arcilla" pertenece a los materiales con tamaño de partículas menos de 2 μm . Las características comunes de todos los minerales de arcilla son la composición química, estructura cristalográfica y el tamaño. Todos los minerales de arcilla tienen gran afinidad con el agua, algunos se expanden rápidamente con el contacto con agua.	
La halloysita es una forma de caolinita con caras más desordenadas, las cuales pueden absorber más agua y ser más expandibles, mientras la caolinita no absorbe agua. Se forman en profundidades someras en condiciones de baja temperatura (<150-200°C) a través de la meteorización o alteración hidrotermal de los minerales de aluminosilicato. Generalmente, la caolinita es más común que la halloysita, ambas asociadas con H_2S .	
La nontronita pertenece a la esmectita dioctahedral al igual que la montmorillonita y es más rica en Na y Fe. Este tipo de arcilla tiene la capacidad de absorber H_2O en su estructura, por lo tanto se conoce como una arcilla que expande o hincha.	
La cristobalita es estable en un rango de pH y debido a su resistencia se queda como un residuo de alteración ácida.	
Analizado por: Elizabeth de Henríquez	
Fecha de Entrega: 26/07/07	
Revisado por: Ing. Arturo Quezada	 
Coordinador, Área de Geología	

Figura N° 38 Observaciones de los resultados de la composición mineralógica obtenidos en La Geo

Muestra tomada en Suchitoto Cinquera Color Rojizo M-1

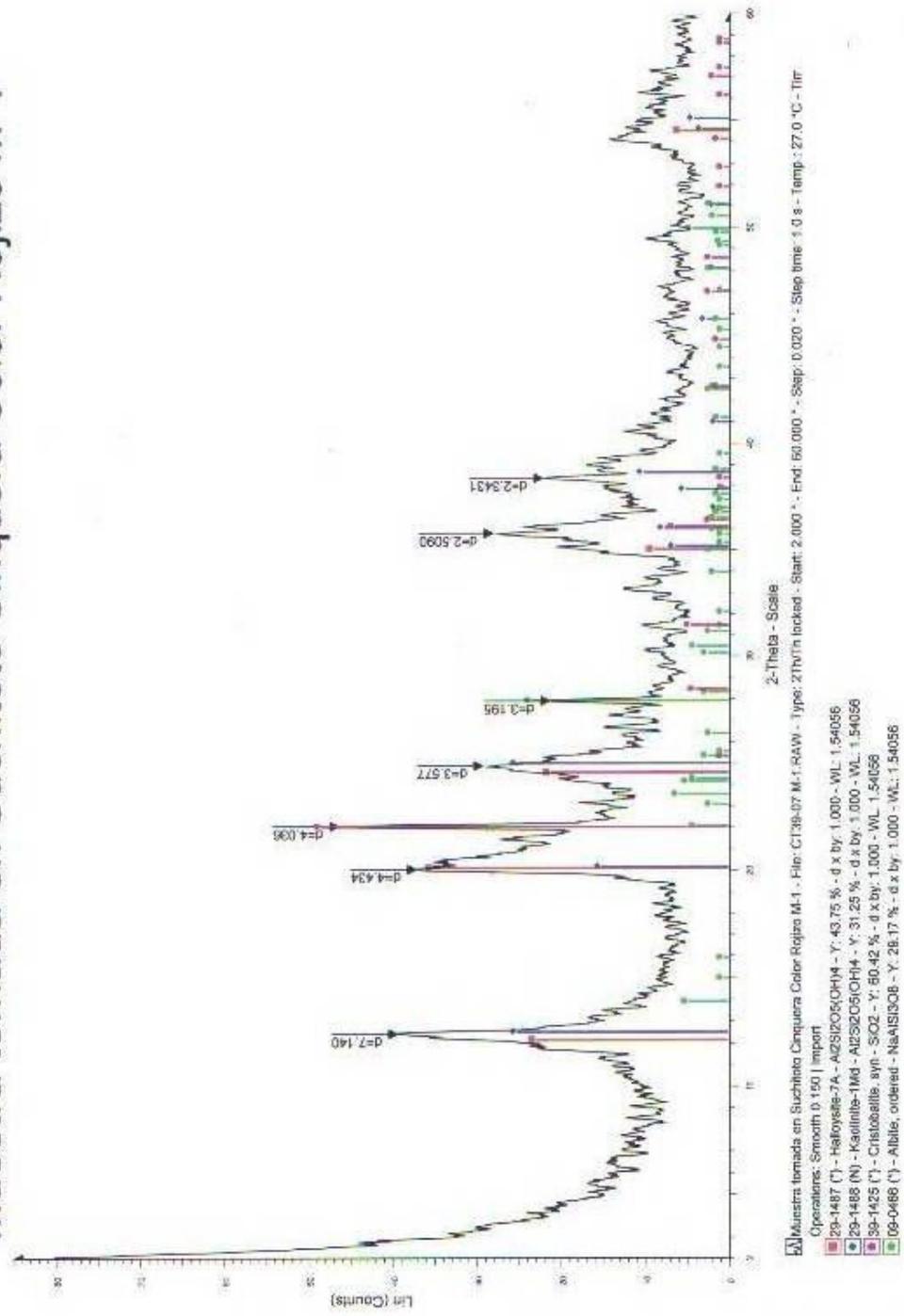


Figura N° 39 Espectro de la Arcilla de Suchitoto/Cinquera (Color Rojiza)

Muestra tomada en Texistepeque Color Gris M-2

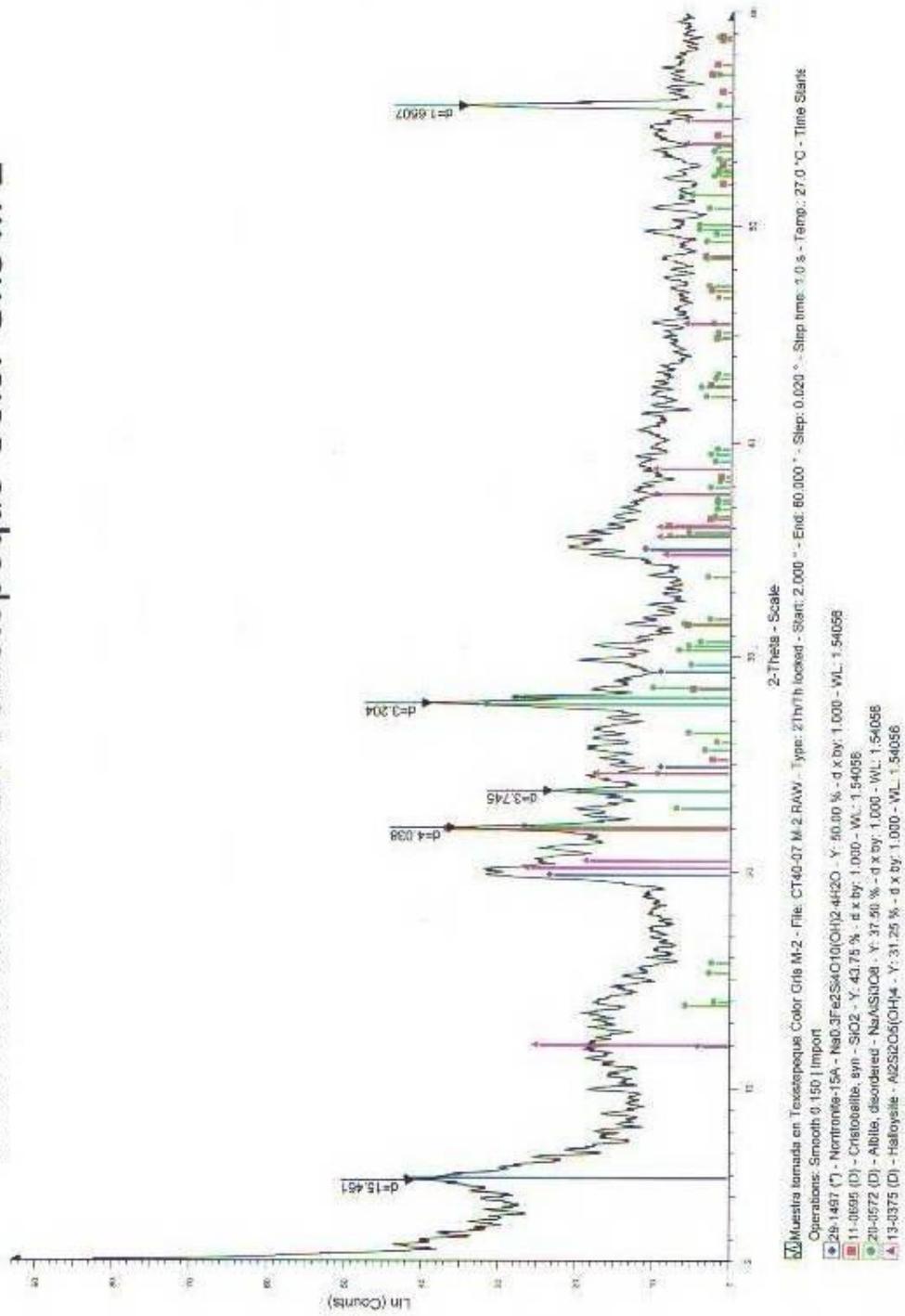


Figura N° 40 Espectro de la Arcilla de Texistepeque (Color Gris)



FUNDACION SALVADOREÑA PARA EL DESARROLLO ECONOMICO Y SOCIAL

Laboratorio de Calidad Integral

UNIDAD DE SUELOS, AGUAS Y FOLIARES MUESTRA 07075844-01

REPORTE DE ANÁLISIS DE SUELOS

Pag: 1/1



DATOS GENERALES

Muestra : ARCILLA 25/06/07
Cultivo : MAIZ
Nombre : FAUSTO E. CRUZ/ MARCO A. GUTIERREZ
Propiedad : *N/A
Responsable : FAUSTO E. CRUZ/ MARCO A. GUTIERREZ
Dirección : COL.SANTA TERESA, PJE.ARAUJO 117
Teléfono : 270-9871 Fax

FECHAS

Recibido : 27/07/2007
Análisis : 14/08/2007
Reporte : 22/08/2007

CARACTERÍSTICAS

Textura: Arcilloso

ANÁLISIS

DETERMINACIÓN	RESULTADOS	Unidades	Rangos
S021 Capacidad Intercambio Catiónico	83.27	Meq/100 g	0-0

OBSERVACIONES


Jefe Unidad Suelos, Aguas y Foliares
Lte. Regina del Carmen Cortez



Nota: Esta muestra FUE tomada por el Cliente.

El informe no debe ser reproducido parcialmente sin la aprobación escrita del Laboratorio.
Los resultados corresponden solamente a la muestra analizada en el Laboratorio.
No se recibirán reclamos después de 45 días del ingreso de la muestra.

Urb. y Blvd. Santa Elena, Antiguo Cuscatlán, La Libertad, El Salvador, C. A. e-mail: www.laboratorio@fusades.com.sv
Tel. (503) 2248-5681 Fax: (503) 2248-5669, sitio web: www.fusades.com.sv ó www.fusadeslab.com.sv

UN PROGRAMA DE LA FUNDACION SALVADOREÑA PARA EL DESARROLLO ECONOMICO Y SOCIAL

Figura N° 41 Resultado Obtenido de la Capacidad de Intercambio Catiónico de la arcilla de Texistepeque (Color Gris)



FUNDACION SALVADOREÑA PARA EL DESARROLLO ECONOMICO Y SOCIAL



Laboratorio de Calidad Integral
UNIDAD DE SUELOS, AGUAS Y FOLIARES MUESTRA 07075843-01
REPORTE DE ANÁLISIS DE SUELOS Pag: 1/1

DATOS GENERALES

Muestra : ARCILLA 16/04/07
Cultivo : MAIZ
Nombre : FAUSTO E. CRUZ/ MARCO A. GUTIERREZ
Propiedad : *N/A
Responsable : FAUSTO E. CRUZ/ MARCO A. GUTIERREZ
Dirección : COL.SANTA TERESA, PJE ARAUJO 117
Teléfono : 270-9871 Fax

Table with 2 columns: FECHAS, and rows for Recibido, Análisis, and Reporte with corresponding dates.

CARACTERÍSTICAS

Textura: Arcilloso

ANÁLISIS

Table with 4 columns: DETERMINACIÓN, RESULTADOS, Unidades, Rangos. Row 1: S021 Capacidad Intercambio Catiónico, 30.00, Meq/100 g, 0-0

OBSERVACIONES

Signature and official stamp of Lic. Regina del Carmen Cortez, Jefe Unidad Suelos, Aguas y Foliar.

Nota: Esta muestra FUE tomada por el Cliente.
El informe no debe ser reproducido parcialmente sin la aprobación escrita del Laboratorio.
Los resultados corresponden solamente a la muestra analizada en el Laboratorio.
No se recibirán reclamos después de 45 días del ingreso de la muestra.

Urb. y Blvd. Santa Elena, Antiguo Cuscatlán, La Libertad, El Salvador, C. A. e-mail: www.laboratorio@fusades.com.sv
Tel. (503) 2248-5681 Fax: (503) 2248-5669, sitio web: www.fusades.com.sv ó www.fusadeslab.com.sv

UN PROGRAMA DE LA FUNDACION SALVADOREÑA PARA EL DESARROLLO ECONOMICO Y SOCIAL

Figura N° 42 Resultado Obtenido de la Capacidad de Intercambio Catiónico de la arcilla de Suchitoto/Cinquera (Color Gris)