

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA**



**ESTUDIO PRELIMINAR DE LA CAPACIDAD DE RETENCION DE PLOMO DE  
LA ARCILLA NATURAL Y ACIDIFICADA PROVENIENTE DE LA COLONIA  
EL SIETE DE ILOBASCO.**

**TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR  
LEONEL ARMANDO JANDRES  
JOSE FRANCISCO PARADA BENAVIDES**

**PARA OPTAR AL GRADO DE  
LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA**

**NOVIEMBRE DE 2005**

DE 1841

**SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA**



**©2004, DERECHOS RESERVADOS**

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,  
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

<http://virtual.ues.edu.sv/>

**SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**RECTORA**

DRA. MARIA ISABEL RODRÍGUEZ

**SECRETARIA GENERAL**

LIC. ALICIA MARGARITA RIVAS DE RECINOS

**FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA**

**DECANO**

LIC. SALVADOR CASTILLO AREVALO

**SECRETARIA INTERINA**

LIC. ANA ARELY CACERES MAGAÑA

## **COMITÉ DE TRABAJOS DE GRADUACIÓN**

### **COORDINADORA GENERAL**

LIC. MARIA CONCEPCION ODETTE RAUDA ACEVEDO

### **ASESORA DE AREA ESTADISTICA**

MSc. MIRNA LORENA SORTO

### **ASESORA DE AREA FISICOQUIMICO DE ALIMENTOS**

ING. RINA LAVINIA DE MEDRANO

### **DOCENTES DIRECTORES**

ING. SERGIO ARMANDO MARAVILLA MIRANDA

LIC. MORENA LIZETTE MARTINEZ DE DIAZ

## **AGRADECIMIENTOS**

A Dios todopoderoso, porque en su misericordia y gran amor me permitió todo lo necesario para lograr culminar la meta propuesta.

A nuestros asesores, Ing. Sergio Armando Maravilla y Licda. Morena Lizzette Martínez; por su apoyo, colaboración y por aportar sus conocimientos para la realización de este trabajo de graduación.

A nuestras coordinadoras, Licda. María Concepción Odette Rauda, Ing. Rina Lavinia de Medrano y MSc. Mirna Lorena Sorto; por su disposición y contribuir al enriquecimiento de esta investigación.

A los analista del laboratorio de suelos de Fundación Salvadoreña para la Investigación del Café (PROCAFE), por su colaboración para poder desarrollar este trabajo de graduación.

A los laboratoristas de la facultad de química y farmacia de la Universidad de El Salvador, por su colaboración para poder desarrollar la parte experimental del proyecto.

A nuestras amistades, compañeros y a todas las personas que colaboraron en el desarrollo y realización de este trabajo.

Francisco Parada

Leonel Jandres

## **DEDICATORIA**

A Dios todo poderoso por haberme dado la vida y a todas aquellas personas sin las cuales no hubiese podido ser realidad este triunfo.

A mi abuela, que me guió por el camino correcto con su fe cristiana y sus invaluable consejos, me apoyó en todo momento y me animó siempre a seguir adelante.

A mi madre que siempre estuvo a la expectativa de mis pasos durante todo el tiempo aun en contra de las dificultades existentes como el tiempo y la distancia.

A mis hermanos quienes me brindaron ayuda en los momentos justos con la esperanza que un día seria una persona de provecho y útil para dios, la familia y la sociedad.

A mis maestros que con mucho empeño y dedicación transmiten conocimientos que me ayudaran a desenvolverme como un profesional farmacéutico.

Leonel Jandres.

## **DEDICATORIA**

A Dios todopoderoso: por sus bendiciones, e iluminar mi mente para culminar mi carrera.

A mis padres, José Francisco Parada y María Daysi Benavides: por brindarme su amor, todo su apoyo y por sus oraciones.

A mi esposa, Marlucy Trejo: por su amor, sacrificio, comprensión y apoyo durante toda la formación de mi carrera.

A mi hija Catherine: por su amor, ternura y ser una fuente de inspiración para seguir adelante.

A mis hermanos, Teresa, Mery y César: por brindarme su apoyo en todo momento.

A mi abuela, Teresa Benavides: por su amor y oraciones en todo momento.

A mis tíos: por demostrarme su apoyo y darme ánimos para alcanzar mis metas.

A mis amigos: por brindarme su amistad y también por su apoyo para lograr culminar mi carrera.

Francisco Parada

## ÍNDICE

### CONTENIDO

Pág.

### RESUMEN

### CAPITULO

I. INTRODUCCIÓN	xviii
II. OBJETIVOS	20
2.1 Objetivo general	20
2.2 Objetivos específicos	20
III. MARCO TEORICO	22
3.1 Arcilla	22
3.1.1 Definiciones	22
3.1.2 Estructura de filosilicatos	23
3.1.3 Clasificación	25
3.1.4 Propiedades fisicoquímicas	26
3.1.4.1 Superficie específica	27
3.1.4.2 Capacidad de intercambio cationico	28
3.1.4.3 Capacidad de absorción	29
3.1.4.4 Hidratación e hinchamiento	30
3.1.4.5 Plasticidad	31
3.1.4.6 Tixotropía	31



3.2 Generalidades de plomo	32
3.2.1 Tratamiento en intoxicación por plomo	34
3.3 Estudio estadístico	35
IV. DISEÑO METODOLOGICO	40
4.1 Investigación bibliográfica	40
4.2 Investigación de campo	40
4.2.1 Tipo de estudio	40
4.2.2 Universo y muestra	41
4.2.3 Planteamiento de la hipótesis	41
4.3 Parte experimental	45
4.3.1 Recolección de la muestra	45
4.3.2 Proceso de lavado y decantación	46
4.3.3 Identificación de la composición de la arcilla	46
4.3.4 Tratamiento ácido	47
4.3.5 Determinación de la superficie específica	48
4.3.6 Elaboración de la curva de calibración del plomo por espectrofotometría de absorción atómica	50
4.3.7 Evaluación de la capacidad de retención de plomo	51

V. RESULTADOS	56
5.1 Análisis de la arcilla por difracción de rayos X	56
5.2 Determinación de la superficie específica por el método de azul de metileno	57
5.2.1 Determinación de pH	61
5.3 Evaluación de la retención de plomo en columnas de filtración	62
5.4 Comparación de resultados de retención de plomo en arcilla natural y acidificada	75
VI. CONCLUSIONES	90
VII. RECOMENDACIONES	93
BIBLIOGRAFIA	
GLOSARIO	
ANEXOS	

## INDICE DE CUADROS

### Cuadro No

- 1 Clasificación de las arcillas
- 2 Superficie específica de arcillas
- 3 Capacidad de intercambio catiónico de arcillas
- 4 Resultados de análisis petrográficos por medio de la técnica de difracción de rayos x, en muestras de arcilla natural y acidificada de la colonia el siete, Ilobasco.
- 5 Resultados de absorbancia de las muestras para la determinación de superficie específica.
- 6 Datos obtenidos para la determinación de superficie específica
- 7 Resultados obtenidos con adsorción del azul de metileno en arcilla natural.
- 8 Resultados obtenidos en la determinación de pH de la arcilla de Ilobasco natural y acidificada.
- 9 Resultados obtenidos en la columna N° 1 utilizando arcilla natural.
- 10 Resultados obtenidos en la columna N° 2 utilizando arcilla natural.
- 11 Resultados obtenidos en la columna N° 3 utilizando arcilla natural.
- 12 Resultados obtenidos en la columna N° 4 utilizando arcilla acidificada.
- 13 Resultados obtenidos en la columna N° 5 utilizando arcilla acidificada.

- 14** Resultados obtenidos en la columna N° 6 utilizando arcilla acidificada.
- 15** Concentración de plomo resultante en el filtrado de las columnas (arcilla natural y acidificada) a diferentes pH y tiempos.
- 16** Resultados obtenidos en la comparación de retención del plomo con la arcilla natural y acidificada, filtrando soluciones (nitrato de plomo trihidratado) ajustada a pH 2.0, 4.0 y 6.0 a diferentes tiempos (30", 60", 120", 180" y 240").
- 17** Rangos múltiples de prueba para retención por pH

## INDICE DE FIGURAS

### Figura No

- 1 Lugar de recolección de la muestra en colonia el siete llobasco.
- 2 Esquema del procedimiento a seguir en la evaluación de la capacidad de retención de plomo en columna.
- 3 Gráfico  $C/(X(Co-C))$  vrs  $C/Co$  obtenido en base a los datos del cuadro número 4 para encontrar el valor de la pendiente.
- 4 Gráfico de los resultados obtenidos en la columna N° 1 utilizando arcilla natural y solución de plomo a pH 2.0.
- 5 Gráfico de los resultados obtenidos en la columna N° 2 utilizando arcilla natural y solución de plomo a pH 4.0.
- 6 Gráfico de los resultados obtenidos en la columna N° 3 utilizando arcilla natural y solución de plomo a pH 6.0
- 7 Gráfico de los resultados obtenidos en la columna N° 4 utilizando arcilla acidificada y solución de plomo a pH 2.0.
- 8 Gráfico de los resultados obtenidos en la columna N° 5 utilizando arcilla acidificada y solución de plomo a pH 4.0.
- 9 Gráfico de los resultados obtenidos en la columna N° 6 utilizando arcilla acidificada y solución de plomo a pH 6.0
- 10 Gráfico de los resultados obtenidos en las columnas 1 y 4 utilizando arcilla natural y acidificada respectivamente, para filtrar una solución de plomo de 36.6ppm a pH 2.0

- 11** Gráfico de los resultados obtenidos en las columnas 2 y 5 utilizando arcilla natural y acidificada respectivamente, para filtrar una solución de plomo de 35.8ppm a pH 4.0
- 12** Gráfico de los resultados obtenidos en las columnas 3 y 6 utilizando arcilla natural y acidificada respectivamente, para filtrar una solución de plomo de 36.1ppm a pH 6.0
- 13** Resultados de la prueba estadística suposición de normalidad de residuos.
- 14** Resultados de la prueba estadística suposición de homogeneidad de las varianzas.
- 15** Gráfico de promedios de retención de plomo en solución a diferentes pH no importando el tipo de arcilla.
- 16** Gráfico de promedios de retención de plomo en solución en arcilla natural y acidificada no tomando en cuenta los pH de la solución.
- 17** Equipo de difracción de rayos x philips pw-1730
- 18** pHmetro mettler toledo 355 Ion Analyzer
- 19** Flujograma del procedimiento esquemático del método HANAWALT para identificación de compuestos cristalinos por difracción de rayos X.
- 20** Espectro de la composición mineralógica de la arcilla acidificada de Ilobasco por el método de Difracción de rayos X, realizado en La Geo.
- 21** Espectro de la composición mineralógica de la arcilla natural de Ilobasco por el método de Difracción de rayos X, realizado en La Geo.
- 22** Columna de filtración para retener plomo en solución

## RESUMEN

El estudio de la capacidad de retención de plomo de la arcilla Natural y acidificada de la Colonia El Siete de Ilobasco, se realiza con el objetivo de dar una alternativa a la eliminación de este contaminante del agua.

Como primer paso; se realizó el muestreo de la zona (colonia El Siete). Luego se procede en el laboratorio a separar la arcilla por sedimentación posteriormente; secado y triturado de la misma. Seguidamente se realiza el proceso de acidificación de una parte de la arcilla con la cual se realiza la comparación de la capacidad de retener plomo. Posteriormente se identifican los componentes petrológicos de la arcilla por el método de difracción de rayos X. También se midió la superficie específica de la arcilla natural por el método de azul de metileno. Ya habiendo determinado todas las características antes mencionadas, se preparan columnas de filtración, tanto con arcilla natural como acidificada para determinar la capacidad de retener plomo de la arcilla al filtrar soluciones de plomo (Nitrato de plomo trihidratado), a pH 2.0, 4.0 y 6.0. Tomando muestras para determinar la concentración de plomo del filtrado cada 30", 60"; 120", 180" y 240".

Los resultados en la determinación de la capacidad de retención en miligramos de plomo por gramo de arcilla en columnas de filtración fueron los siguientes:

Para la arcilla natural;

pH 2.0, 0.2240 mg/g.

pH 4.0, 0.3019 mg/g.

pH 6.0, 0.3083 mg/g.

Mientras que con la arcilla acidificada se obtienen los siguientes resultados:

pH 2.0, 0.4187 mg/g.

pH 4.0, 0.2955 mg/g.

pH 6.0, 0.2729 mg/g.

Las variaciones observadas en la retención de plomo producidas por los diferentes pH, tiempos y arcillas fueron analizadas mediante el paquete estadístico statgraphics y con estos resultados se concluyo que: la retención se incrementa con arcilla acidificada, soluciones a pH 4.0 en el tiempo de 30 minutos. Por consiguiente se recomienda tomar en cuenta estas condiciones al momento de usar arcilla como una forma de retener el plomo en columnas de filtración.



## I. INTRODUCCIÓN

## 1.0 INTRODUCCIÓN

El aprovechamiento de los recursos naturales y los avances tecnológicos en las industrias son muy importantes para el desarrollo económico de nuestro país; pero es muy difícil tener un crecimiento industrial en armonía con el ecosistema, ya que la contaminación de las aguas subterráneas, superficiales y la sobreexplotación de los mantos acuíferos y en general la escasez de agua de buena calidad hacen que el problema del suministro de agua para la población vaya adquiriendo una importancia cada vez más significativa, considerando los estudios realizados por la Universidad Centroamericana José Simeón Cañas (UCA)<sup>(7)</sup>, las concentraciones de plomo en algunas aguas como la de los ríos: Sucio, Acelhuate y Cuaya fueron mayores de 0.05 mg/L, sobrepasando el límite establecido por la Organización Mundial para la Salud (OMS) el cual es 0.01 mg/L<sup>(12)</sup>.

La investigación de nuevos y mejores tratamientos de aguas es una herramienta importante para la obtención de agua para consumo humano. Por este motivo la presente investigación tiene por objeto estudiar la capacidad de la arcilla de Ilobasco como intercambiador de iones y evaluar como se modifica la propiedad de intercambio al acidificar la arcilla, mediante un tratamiento con ácido sulfúrico diluido.

Para dicha evaluación se aplica el método de varianza multifactorial de ANOVA contenido en el paquete estadístico statgraphics; con el que también se realizan pruebas de idoneidad del modelo que nos permiten diagnosticar en que medida las suposiciones tomadas para el análisis son las adecuadas. Con este estudio se pretende contribuir al desarrollo de métodos para la remoción de plomo como contaminante del agua.

## **II. OBJETIVOS**

## **2.0 OBJETIVOS**

### **2.0 OBJETIVO GENERAL**

Estudiar preliminarmente la capacidad de retención de plomo de la arcilla natural y acidificada de la Colonia el Siete de Ilobasco.

### **2.1 OBJETIVOS ESPECIFICOS**

2.1.1 Recolectar e identificar la composición de la arcilla por difracción de rayos "X" de la Colonia el Siete de Ilobasco.

2.1.2 Determinar la superficie específica de la arcilla por el método del azul de metileno.

2.1.3 Cuantificar plomo por el método de espectrofotometría de absorción atómica.

2.1.4 Cuantificar la capacidad de la arcilla natural y acidificada para retener plomo en solución a diferentes pH y tiempos.

2.1.5 Comparar los resultados de retención de plomo obtenidos con la arcilla natural y acidificada.

### III. MARCO TEORICO



**©2004, DERECHOS RESERVADOS**

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,  
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

**<http://virtual.ues.edu.sv/>**

**SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

### 3.0 MARCO TEORICO

#### 3.1 ARCILLA

##### 3.1.1 Definiciones <sup>(14)</sup>.

El término arcilla no sólo tiene connotaciones mineralógicas, sino también de tamaño de partícula, en este sentido se consideran arcillas todas las fracciones con un tamaño de grano inferior a 2  $\mu\text{m}$ . Según esto todos los filosilicatos pueden considerarse verdaderas arcillas si se encuentran dentro de dicho rango de tamaños, incluso minerales no pertenecientes al grupo de los filosilicatos (cuarzo, feldespatos, etc.) pueden ser considerados partículas arcillosas cuando están incluidos en un sedimento arcilloso y sus tamaños no superan las 2  $\mu\text{m}$ .

La palabra arcilla se usa habitualmente con diferentes significados:

- Desde el punto de vista mineralógico, engloba a un grupo de minerales, filosilicatos en su mayor parte, cuyas propiedades físico-químicas dependen de su estructura y de su tamaño de grano.
- Desde el punto de vista petrológico la arcilla es una roca sedimentaria, en la mayor parte de los casos de origen detrítico, con características bien definidas. Para un sedimentólogo, arcilla es un término granulométrico, que abarca los sedimentos con un tamaño de grano inferior a 2  $\mu\text{m}$ .
- Para un ceramista una arcilla es un material natural que cuando se mezcla con agua en la cantidad adecuada se convierte en una pasta plástica.

- Desde el punto de vista económico las arcillas son un grupo de minerales industriales con diferentes características mineralógicas y genéticas y con distintas propiedades tecnológicas y aplicaciones.
- La arcilla acidificada es aquella que después de ser sometida a un tratamiento de activación con ácido sulfúrico 3N, se modifica su estructura y por consiguiente se incrementa la actividad de intercambio cationico.

Las arcillas son constituyentes esenciales de gran parte de los suelos y sedimentos debido a que son, en su mayor parte, productos finales de la meteorización de los silicatos que, formados a mayores presiones y temperaturas, en el medio exógeno se hidrolizan.

### 3.1.2 Estructura de los filosilicatos <sup>(14)</sup>

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  $\text{Al}^{+3}$  o  $\text{Fe}^{+3}$ . Estas capas tetraédricas se unen a otras octaédricas de tipo gibbsita o brucita. En

ellas algunos  $\text{Al}^{+3}$  o  $\text{Mg}^{+2}$ , pueden estar sustituidos por  $\text{Fe}^{+2}$  o  $\text{Fe}^{+3}$  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, y por grupos  $(\text{OH})^-$  de la capa brucítica o gibsítica, 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, ó T:O; o bien por tres capas: una octaédrica y dos tetraédricas, denominándose trilaminares, 2:1 ó 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 ( $\text{Mg}^{+2}$  dominante en la capa octaédrica). Si sólo están ocupadas dos tercios de las posiciones octaédricas y el tercio restante está vacante, se denomina dioctaédrica (el  $\text{Al}^{+3}$  es el catión octaédrico dominante). En algunos filosilicatos (esmeclitas, vermiculitas, micas, etc.), 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 inter laminar, 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 esmeclitas) o grupos hidroxilo coordinados octaédricamente,



similares a las capas octaédricas, como sucede en las cloritas. A éstas últimas también se las denomina T:O:T:O ó 2:1:1. La unidad formada por una lámina más la ínter lámina es la unidad estructural. Los cationes ínter laminares más frecuentes son alcalinos ( $\text{Na}^+$  y  $\text{K}^+$ ) o alcalinotérreos ( $\text{Mg}^{+2}$  y  $\text{Ca}^{+2}$ ). 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.

### 3.1.1 Clasificación <sup>(14)</sup>

Los filosilicatos se clasifican atendiendo a que sean bilaminares o trilaminares y dioctaédricos o trioctaédricos (Cuadro N° 1). Como puede verse pertenecen a los filosilicatos grupos de minerales tan importantes como las micas y las arcillas.

**Cuadro No 1** Clasificación de las arcillas

	DIOCTAÉDRICOS		TRIOCTAÉDRICOS		CARGA
Bilaminares  T:O  1:1	Canditas	Caolinita	Serpentina	Antigorita	X = 0
		Nacrita		Crisotilo	
		Dichita		Lizardita	
		Halloysita		Bertierina	
Trilaminares  T:O:T  2:1	Pirofillita		Talco		X = 0
	Esmectitas	Montmorillonita	Esmectitas	Saponita	X = 0,2-0,6
		Beidellita		Hectorita	
		Nontronita			
	Versiculitas		Vermiculitas		X = 0,6-0,9
Illitas				X = 0,9	
Micas	Moscovita	Micas	Biotita	X = 1	
	Paragonita		Flogopita		
			Lepidolita		
T:O.T:O  2:1:1	Cloritas				
Fibrosos	Paligorskita	Sepiolita			

### 3.1.4 Propiedades físico-químicas <sup>(14)</sup>

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  $\mu\text{m}$ )
- 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 inter laminar.

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 interactuar con muy 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 ínter laminar 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 le conoce como capacidad de intercambio catiónico y es también la base de multitud de aplicaciones industriales.

#### 3.1.4.1 Superficie específica <sup>(13)</sup> <sup>(14)</sup>

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.

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

**Cuadro No 2** Superficie específica de arcillas

Mineral de arcilla	Superficie específica aprox.
Caolinita de elevada cristalinidad	15 m <sup>2</sup> /g
Caolinita de baja cristalinidad	50 m <sup>2</sup> /g
Halloysita	60 m <sup>2</sup> /g
Illita	50 m <sup>2</sup> /g
Montmorillonita	80-300 m <sup>2</sup> /g
Sepiolita	100-240 m <sup>2</sup> /g
Paligorskita	100-200 m <sup>2</sup> /g

#### 3.1.4.2 Capacidad de Intercambio catiónico <sup>(6)</sup> <sup>(14)</sup>

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 ínter laminares, o en otros espacios interiores de las estructuras, por otros existentes en las soluciones acuosas envolventes. La capacidad de intercambio catiónico por sus siglas en inglés (CEC) 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.

**Cuadro No 3** Capacidad de intercambio catiónico de arcillas

Mineral de arcilla	Capacidad de intercambio en meq/100g
Caolinita	3-5
Halloysita	10-40
Illita	10-50
Clorita	10-50
Vermiculita	100-200
Montmorillonita	80-200
Sepiolita-paligorskita	20-35

#### 3.1.4.3 Capacidad de absorción <sup>(14)</sup>

Algunas arcillas encuentran su principal campo de aplicación en el sector de los absorbentes ya que pueden retener agua u otras moléculas en el espacio inter laminar (esmeclitas) o en los canales estructurales (sepiolita y paligorskita). La

capacidad de absorción está directamente relacionada con las características texturales (superficie específica y porosidad) y se puede hablar de dos tipos de procesos que difícilmente se dan de forma aislada: absorción (cuando se trata fundamentalmente de procesos físicos como la retención por capilaridad) y adsorción (cuando existe una interacción de tipo químico entre el adsorbente, en este caso la arcilla, y el líquido o gas adsorbido, denominado adsorbato). La capacidad de adsorción se expresa en porcentaje de adsorbato con respecto a la masa y depende, para una misma arcilla, de la sustancia de que se trate. La absorción de agua de arcillas absorbentes es mayor del 100% con respecto al peso.

#### 3.1.4.4 Hidratación e hinchamiento <sup>(6)</sup> <sup>(14)</sup>

La hidratación y deshidratación del espacio ínter laminar son propiedades características de las esmectitas, y cuya importancia es crucial en los diferentes usos industriales. Aunque hidratación y deshidratación ocurren con independencia del tipo de catión de cambio presente, el grado de hidratación sí está ligado a la naturaleza del catión ínter laminar y a la carga de la lámina.

La absorción de agua en el espacio ínter laminar tiene como consecuencia la separación de las láminas dando lugar al hinchamiento. Este proceso depende del balance entre la atracción electrostática catión-lámina y la energía de hidratación del catión. A medida que se intercalan capas de agua y la separación entre las láminas aumenta, las fuerzas que predominan son de repulsión electrostática entre láminas, lo que contribuye a que el proceso de hinchamiento pueda llegar a disociar completamente unas láminas de otras.

Cuando el catión inter laminar es el sodio, las esmectitas tienen una gran capacidad de hinchamiento, pudiendo llegar a producirse la completa disociación de cristales individuales de esmectita, teniendo como resultado un alto grado de dispersión y un máximo desarrollo de propiedades coloidales. Si por el contrario, tienen  $\text{Ca}^{2+}$  o  $\text{Mg}^{2+}$  como cationes de cambio su capacidad de hinchamiento será mucho más reducida.

#### 3.1.4.4 Plasticidad <sup>(14)</sup>

Las arcillas son eminentemente plásticas. Esta propiedad se debe a que el agua forma una envoltura sobre las partículas laminares produciendo un efecto lubricante que facilita el deslizamiento de unas partículas sobre otras cuando se ejerce un esfuerzo sobre ellas. La elevada plasticidad de las arcillas es consecuencia, de su morfología laminar, tamaño de partícula extremadamente pequeño (elevada área superficial) y alta capacidad de hinchamiento.

#### 3.1.4.5 Tixotropía <sup>(14)</sup>

La tixotropía se define como el fenómeno consistente en la pérdida de resistencia de un coloide, al amasarlo, y su posterior recuperación con el tiempo. Las arcillas tixotrópicas cuando son amasadas se convierten en un verdadero líquido. Si a continuación, se las deja en reposo recuperan la cohesión, así como el comportamiento sólido. Para que una arcilla tixotrópica muestre este especial comportamiento deberá poseer un contenido en agua próximo a su límite líquido. Por el contrario, en torno a su límite plástico no existe posibilidad de comportamiento tixotrópico.

Las diversas propiedades físicas de las arcillas permiten darle diferentes aplicaciones industriales. Tomando como referencia estudios realizados en la Universidad Nacional de Colombia, se pretende ampliar aun más los usos de este material, enfocándolo a la remoción de metales en agua específicamente del plomo, ya que éste es un material muy utilizado en la industria y sus desechos representan un grave riesgo para la salud y el medio ambiente.

### 3.2 GENERALIDADES DEL PLOMO <sup>(10)</sup>

El plomo es un metal de color gris azulado, blando, dúctil y maleable, su densidad es de  $11.4\text{g/cm}^3$  y funde a  $325\text{ }^\circ\text{C}$ . Se volatiliza cristalizando como un octaedro, su peso atómico es de  $207.21\text{g/mol}$ .

El plomo difícilmente es atacado por el ácido clorhídrico, incluso concentrado, el ácido sulfúrico diluido no tiene acción sobre él, pero concentrado y caliente lo transforma en sulfato de plomo del que disuelve pequeña cantidad, mientras que se desprende anhídrido sulfuroso.

Se disuelve a la temperatura ordinaria en ácido nitroso, dando nitrato de plomo con desprendimiento de vapores nitrosos.

El ácido acético en contacto con el aire contaminado con plomo, ataca lentamente el plomo con formación de acetato de plomo, lo mismo sucede con otros ácidos orgánicos en particular con los procedentes de productos alimenticios, con formación de las correspondientes sales de plomo.



La acumulación y toxicidad por plomo aparecen si se absorben más de 0.5 g. por día. La vida media del plomo en los huesos es de 32 años, y en el riñón es de 7 años. El límite de exposición para el plomo en la atmósfera es de  $0.15 \text{ mg/m}^3$ .

Los efectos tóxicos más graves son el resultado de la acción del plomo sobre el encéfalo y el sistema nervioso periférico. Las cifras de plomo en el encéfalo e hígado pueden ser de 5 a 10 veces las cifras sanguíneas. El plomo de estos tejidos se elimina solamente en forma lenta por los agentes quelantes del plomo ya que solamente el plomo no combinado se elimina en forma efectiva por los agentes quelantes, el aumento en la excreción del plomo, producida por dichos agentes es solamente temporal. Los agentes quelantes únicamente vuelven a ser efectivos cuando se libera una nueva cantidad de plomo en estado combinado.

Las formas de penetración de plomo en el organismo humano se dan por vía digestiva, vía respiratoria y vía cutánea. Los grados de intoxicación que se producen por plomo son: intoxicación aguda e intoxicación crónica.

**Intoxicación aguda:** se produce por la ingestión de una sal de plomo soluble. Uno de los trastornos más importantes es el ataque de los riñones por el metal pesado. Es la nefritis saturnina caracterizada por oliguria, con albuminuria y cilindruria, frecuentemente. La muerte sobreviene por colapso cardíaco en general tardíamente. Cuando el desenlace no es fatal, se observa durante un tiempo más o menos largo, trastornos digestivos y varios síntomas de

envenenamiento crónico: fetidez de aliento, descarnadura de los dientes, tumefacción denominada de Burton, cólicos, fenómenos nerviosos, etc. (11)

**Intoxicación crónica:** cuando aparecen las primeras manifestaciones de saturnismo, el individuo tiene un color mortecino característico, siente cierto malestar y gran fatiga, el aliento es fétido y la persona tiende a adelgazar.

Otros trastornos más graves pueden manifestarse también en forma de crisis convulsiva (meningoencefalitis saturnina). Después de varios años de intoxicación puede aparecer una hipertensión permanente, nefritis y gota saturnina, sobreviniendo la muerte a veces en un estado de caquexia avanzada.

Incluso si la intoxicación no ha llegado a este estadio conviene llamar la atención sobre la gravedad de la afección desde el punto de vista de la descendencia (abortos, partos prematuros).

### 3.2.1 Tratamiento en intoxicación por plomo (8)

En casos de intoxicación que han sido catalogados como benignos, el “tratamiento” es simplemente encontrar la fuente de donde proviene el plomo y eliminarla del ambiente para que no entre más plomo en el cuerpo. Parte del plomo que ya se encuentra en el cuerpo se quedará ahí. Otra parte saldrá del cuerpo cuidadosamente durante la evacuación y en la orina. Consumir comidas ricas en hierro y calcio ayuda a que el cuerpo no absorba más plomo.

En casos donde la intoxicación es de gravedad, el niño o adulto debe recibir el tratamiento llamado “chelation.” Las drogas de “chelation” (se pronuncia ki-lei-shon) se combinan con el plomo que está circulando en la sangre y en los tejidos del cuerpo y ayudan a sacar el plomo a través de la orina. Si el nivel de plomo en la sangre del paciente es muy elevado, las drogas de “chelation” usualmente serán administradas en el hospital. Las dos drogas más comunes de “chelation” (“EDTA” y “BAL”) deben administrarse por inyección. El “chelation” no es una cura para la intoxicación por plomo. Simplemente ayuda a prevenir que el paciente experimente convulsiones o caiga en un estado de coma, cuando se extrae rápidamente el plomo del cuerpo. Pero no puede curar el daño ya causado por el plomo.

### 3.3 ESTUDIO ESTADÍSTICO <sup>(3)</sup>

El tipo de estudio estadístico que se aplicó en la investigación fue el Análisis de varianza de tres factores. Para el cual se utilizó el paquete estadístico Statgraphics; ya que este nos permite evaluar como se ve afectada la retención de plomo en columnas por los factores pH, tiempo y arcilla.

Este estudio pretende encontrar si existe diferencia significativa en la utilización de la arcilla natural y acidificada para retener plomo en columna y a la vez encontrar el pH y el tiempo en que las columnas presentan una mayor eficiencia. Por otra parte se realizan pruebas de idoneidad del modelo estadístico para verificar que se satisfacen las suposiciones para el análisis.

Las pruebas que debe cumplir un modelo idóneo son:

- Que los datos estén descritos de manera adecuada por el modelo lineal.

$$Y_{ijkl} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \gamma_k + (\alpha\beta)_{ij} + (\alpha\gamma)_{ik} + (\beta\gamma)_{jk} + (\alpha\beta\gamma)_{ijk} + \varepsilon_{ijkl}$$

- Que los errores sean variables aleatorias, independientes y normalmente distribuidas con media cero y varianza constante. Para realizar estas pruebas se lleva a cabo un análisis de residuos.

Prueba de normalidad de residuos; Para probar la normalidad e independencia de los residuos se realiza una grafica de probabilidad normal de residuos. El grafico será una línea recta.

Prueba de homogeneidad de las varianzas; Se comprueba la homogeneidad de las varianzas. Si el modelo es correcto y las suposiciones se satisfacen, los residuos no deben tener ningún patrón ni deben estar relacionados con ninguna otra variante. Una comprobación sencilla consiste en graficar los residuos contra los valores ajustados, este grafico no debe revelar ningún patrón obvio,

En el análisis de varianza de tres factores la suma de cuadrados se particiona en ocho términos, cada uno representa una fuente de variación de las cuales se obtienen estimaciones dependiente de  $\sigma^2$  cuando todos los efectos principales y los efectos de interacción son cero. Si los efectos de cualquier factor o interacción dados no son todos cero, entonces el cuadrado medio estimara la varianza del error más una componente debida al efecto sistemático en cuestión.

Formulas a utilizar:

$$SSA = \frac{\sum_{i=1}^a T^2_{i\dots\dots}}{bcn} - \frac{T^2_{\dots\dots}}{abcn}$$

(Fórmula 1)

Donde:

A = pH (2.0, 4.0 y 6.0)

B = Arcilla (natural y acidificada)

C = Tiempos (30, 60, 120, 180 y 240 minutos)

n = Número de valores (repeticiones para cada celda)

T.... = Suma de todas las abcn observaciones

Ti... = Suma las observaciones para el nivel i-ésimo del factor pH.

T.j.. = Suma las observaciones para el nivel j-ésimo del factor Arcilla.

T..k. = Suma las observaciones para el nivel k-ésimo del factor Tiempos.

$$SS(AB) = \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b T^2_{ij\dots}}{cn} - \frac{\sum_{i=1}^a T^2_{i\dots}}{bcn} - \frac{\sum_{j=1}^b T^2_{\dots j\dots}}{acn} + \frac{T^2_{\dots\dots}}{abcn}$$

(Fórmula 2)

Donde:

Tij.. = Suma las observaciones para el nivel i-ésimo de A y el nivel j-ésimo de B

Ti.k. = Suma las observaciones para el nivel i-ésimo de A y el nivel k-ésimo de C

$T_{.jk}$  = Suma las observaciones para el nivel  $j$ -ésimo de B y el nivel  $k$ -ésimo de C

$$SS(ABC) = \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^c T^2_{ijk}}{n} - \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b T^2_{ij..}}{cn} - \frac{\sum_{i=1}^a \sum_{k=1}^c T^2_{i.k.}}{bn} - \frac{\sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^c T^2_{.jk.}}{an} + \frac{\sum_{i=1}^a T^2_{i...}}{bcn} \\ + \frac{\sum_{j=1}^b T^2_{.j..}}{acn} + \frac{\sum_{k=1}^c T^2_{..k.}}{abn} - \frac{T^2_{....}}{abcn}$$

(Fórmula 3)

Donde:

$T_{ijk}$  = Suma de las observaciones para la  $ijk$ -ésimo combinación de tratamiento  $ijk$ .

## **IV. DISEÑO METODOLÓGICO**

## 4.0 DISEÑO METODOLÓGICO

El diseño metodológico consta de tres etapas que son:

- Investigación bibliográfica
- Investigación de campo
- Parte experimental

### 4.1 INVESTIGACIÓN BIBLIOGRAFICA

Se consultaron bibliografías relativas al tema en estudio, en diferentes bibliotecas, entre estas; Biblioteca Benjamín Orozco de la Facultad de Química y Farmacia, Biblioteca de la Universidad Nueva San Salvador, Biblioteca de la Universidad Alberto Masferrer, Biblioteca Central de la Universidad de El Salvador. Así como diferentes sitios de Internet.

### 4.2 INVESTIGACIÓN DE CAMPO

#### 4.2.1 Tipo de estudio

Es el esquema general o marco estratégico que le da coherencia, y sentido práctico a todas las actividades que se emprenden para buscar respuesta al problema y objetivos planteados.

El estudio que se realizó en este trabajo de investigación se puede clasificar según el período y secuencia del estudio, como transversal, ya que se estudian las variables simultáneamente en determinado momento, haciendo un corte en el tiempo y éste no es importante en relación con la forma en que se dan los fenómenos.



Y según el análisis y alcance de los resultados, es experimental por estar netamente basada en aspectos prácticos. Por lo tanto el tipo de estudio que se aplicó es: Trasversal – experimental <sup>(5)</sup> <sup>(15)</sup>.

#### 4.2.2 Universo y muestra

En la presente investigación se tiene un universo en el cual está incluida la arcilla de Ilobasco departamento de cabañas, considerando que el muestreo es el proceso de seleccionar una parte del todo. Utilizando un mapa del municipio de Ilobasco se realizó una segmentación y al azar se elige una fracción que fue designada para la recolección de la muestra, el sitio es la colonia el siete de donde se toman cuatro muestras que son suficientes para la realización de los análisis.

#### 4.2.3 Planteamiento de las hipótesis

En esta investigación se probarán las hipótesis siguientes:

Efectos principales

- pH.

H<sub>0</sub> (hipótesis nula): No existe diferencia en la retención debido al pH de la solución.

H<sub>1</sub> (hipótesis alternativa): Sí existe diferencia en la retención debido al pH de la solución.

En forma del estadístico F.

$$H_0 : F_{(a-1), abc(n-1)} = \frac{S_1^2}{S^2}$$

y se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05 sí:

$$F_{(a-1), abc(n-1)} = \frac{S_1^2}{S^2} > F_{0.05, (a-1), abc(n-1)}$$

- Arcilla

$H_0$ : No existe diferencia en la retención al usar arcilla natural o acidificada.

$H_1$ : Sí existe diferencia en la retención al usar arcilla natural o acidificada

En forma del estadístico F.

$$H_0 : F_{(b-1), abc(n-1)} = \frac{S_2^2}{S^2}$$

y se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05 sí:

$$F_{(b-1), abc(n-1)} = \frac{S_2^2}{S^2} > F_{0.05, (b-1), abc(n-1)}$$

- Tiempo.

$H_0$ : No existe diferencia en la retención debida al tiempo.

$H_1$ : Sí existe diferencia en la retención debida al tiempo.

En forma del estadístico F.

$$H_0 : F_{(c-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_3}{S^2}$$

$F_{(c-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_3}{S^2} > F_{0.05, (c-1), abc(n-1)}$  y se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05 sí:

INTERACCIONES.

- pH, arcilla

$H_0$ : No existe interacción entre los factores pH y arcilla.

$H_1$ : Sí existe interacción entre los factores pH y arcilla.

En forma del estadístico F.

$$H_0 : F_{(a-1)(b-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_4}{S^2}$$

y se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05 sí:

$$F_{(a-1)(b-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_4}{S^2} > F_{0.05, (a-1)(b-1), abc(n-1)}$$

- pH, tiempo.

$H_0$ : No existe interacción entre los factores pH y tiempo.

$H_1$ : Sí existe interacción entre los factores pH y tiempo.

En forma del estadístico F.

$$H_0 : F_{(a-1)(c-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_5}{S^2}$$

y se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05 sí:

$$F_{(a-1)(c-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_5}{S^2} > F_{0.05, (a-1)(c-1), abc(n-1)} \quad - \text{Arcilla, tiempo.}$$

$H_0$ : No existe interacción entre los factores arcilla y tiempo.

$H_1$ : Sí existe interacción entre los factores arcilla y tiempo.

En forma del estadístico F.

$$H_0 : F_{(b-1)(c-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_6}{S^2}$$

y se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05 sí:

$$F_{(b-1)(c-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_6}{S^2} > F_{0.05, (b-1)(c-1), abc(n-1)}$$

- pH, arcilla y tiempo.

$H_0$ : No existe interacción entre los factores pH, arcilla y tiempo.

$H_1$ : Sí existe interacción entre los factores pH, arcilla y tiempo.

En forma del estadístico F.

$$H_0 : F_{(a-1)(b-1)(c-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_7}{S^2}$$

y se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05 sí:

$$F_{(a-1)(b-1)(c-1), abc(n-1)} = \frac{S^2_7}{S^2} > F_{0.05, (a-1)(b-1)(c-1), abc(n-1)}$$

### 4.3 PARTE EXPERIMENTAL

#### 4.3.1 Recolección de la muestra

Para recolectar la muestra se realizó un mapeo de la zona y al azar se elige un segmento (Colonia el siete), donde se cuarteó la zona y se tomó una muestra de cada cuartil que tenía aproximadamente  $1 \text{ m}^2$  a los cuales se les retiró la capa superficial. Se tomó la arcilla y se mezcla para homogeneizar la muestra y realizar los análisis.

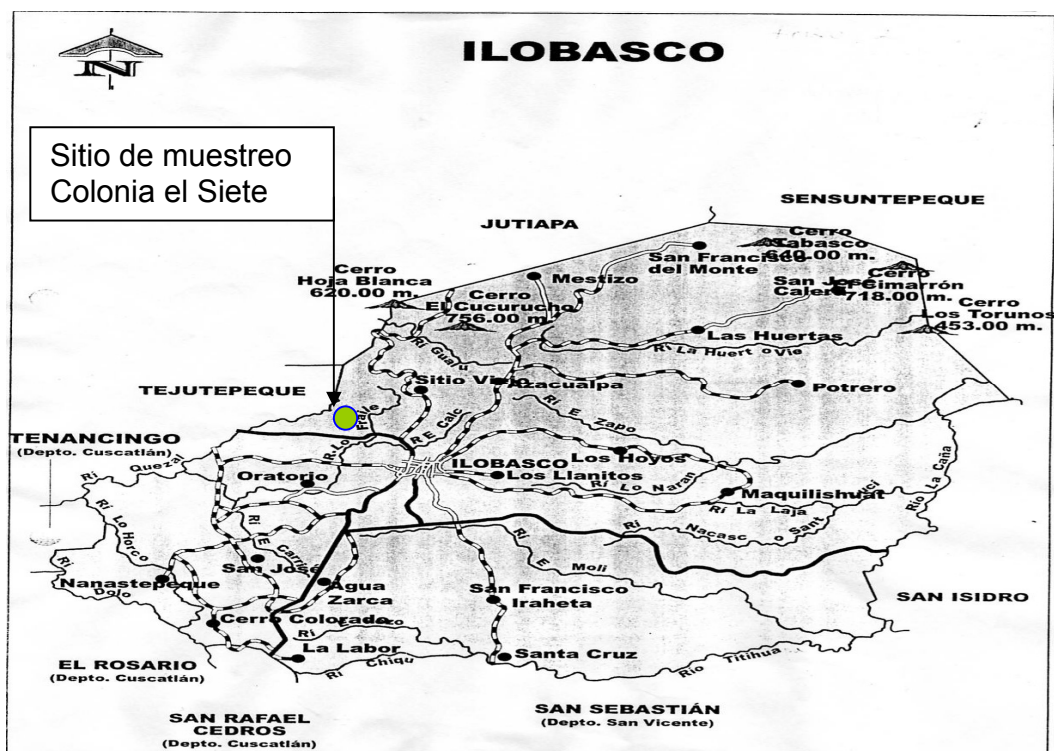


Figura No 1 Lugar de recolección de la muestra en colonia el siete Ilobasco.

#### 4.3.2 Proceso de lavado y decantación

Se procedió a separar la arcilla de la siguiente forma:

- 1- Colocar la arcilla en un recipiente plástico con capacidad de 5 L y posteriormente agregar un volumen de 4.5 L de agua, luego agitar vigorosamente por 10 minutos.
- 2- Dejar reposar por un período de 24 horas (se forman tres capas), luego por decantación eliminar la capa superior y separar por decantación la capa intermedia la cual contiene la arcilla en suspensión y depositarla en un beaker de 1000 mL.
- 3- Eliminar el agua de la capa intermedia por evaporación y sobre una cápsula de porcelana colocar la arcilla en la estufa a una temperatura de 110° C, hasta secar completamente.
- 4- Triturar la arcilla con la ayuda de un mortero y pistilo, para disminuir el tamaño de partícula.
- 5- Determinar el pH de la arcilla (ver anexo 11).

#### 4.3.3 Identificación de la composición de la arcilla

Difracción de Rayos X <sup>(4)</sup>.

La aplicación fundamental de la Difracción de Rayos X es la identificación cualitativa de la composición mineralógica de una muestra. La difracción está

basada en las interferencias ópticas que se producen cuando una radiación monocromática atraviesa una rendija de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación.

Los rayos X interactúan con la materia a través de los electrones que la forman y que se están moviendo a velocidades mucho menores que la de la luz. Cuando la radiación electromagnética X alcanza un electrón cargado éste se convierte en fuente de radiación electromagnética secundaria dispersada.

En esencia, la Cristalografía estructural por difracción de rayos X, consiste en medir las intensidades de la mayor cantidad posible de haces difractados del espectro tridimensional de difracción, obtener de ellas los módulos de los factores de estructura, y de sus valores, mediante algún procedimiento de asignación de fases a cada uno de estos factores, reconstruir la distribución electrónica en la celdilla elemental, cuyos máximos corresponderán a las posiciones atómicas.

#### 4.3.4 Tratamiento ácido <sup>(6)</sup> <sup>(14)</sup>

El ácido ataca tanto el mineral como las impurezas asociadas con la arcilla en su estado natural, provocando cambios físicos y químicos en su estructura. A la arcilla se le realizó el presente tratamiento con la finalidad de evaluar como afecta la acidez a la capacidad de intercambio catiónico (captación de plomo).

Procedimiento:

- 1- Pesar en balanza granataria 100g de arcilla y depositar en un beaker de 1000 mL.
- 2- Adicionar 500 mL de ácido sulfúrico 3N (agente activante) lentamente sobre la arcilla y agitar constantemente con agitador magnético durante 1 hora.
- 3- Filtrar la arcilla acidificada haciendo uso de un embudo y papel filtro.
- 4- Depositar el filtrado en un recipiente plástico, y secar a temperatura ambiente.
- 5- Triturar la arcilla seca con la ayuda de un mortero y pistilo, para disminuir el tamaño de partícula.
- 6- Determinar el pH resultante de la arcilla (ver anexo 11).

#### 4.3.5 Determinación de la superficie específica <sup>(13)</sup>

La superficie específica,  $S$ , de un adsorbente se calcula por medio de la relación:

$$S = X_m N_o a$$

Donde:

$X_m$ : Cantidad de adsorbato (gramos) necesaria para formar una monocapa sobre un gramo de adsorbente.

$N_o$ : Número de Avogadro ( $6.0221367 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ ) <sup>(13)</sup>



a: Superficie cubierta por una molécula adsorbida <sup>(13)</sup>, considerando que una molécula de azul de metileno es  $9 \text{ \AA}^2$

Fundamento:

Cuando un colorante en solución acuosa se adsorbe sobre las partículas de una arcilla, la primera capa monomolecular se retiene irreversiblemente y no es posible eliminarla mediante el lavado; en cambio, las siguientes capas adsorbidas sí se eliminan por medio de esta operación. Por lo tanto, el valor de  $X_m$  se puede estimar estableciendo la cantidad de colorante límite entre tener líquido sobrenadante coloreado e incoloro, en una serie de experimentos en los cuales se agitan muestras de arcilla con cantidades variables de colorante.

Procedimiento:

- 1- Secar la arcilla natural a  $110^\circ \text{ C}$  por 8 horas.
- 2- Preparar 5 soluciones de azul de metileno a diferentes concentraciones (0.275, 0.300, 0.325, 0.350 y 0.375 g/L)
- 3- Determinar la absorbancia para cada concentración en el espectrofotometro UV-Visible, a una longitud de onda de 630 nm.
- 4- Pesar en balanza analítica 5 muestras de 0.1 g de arcilla natural y depositar cada una en beakers de 250 mL

- 5- Agregar 100 mL de solución de azul de metileno con una concentración de 0.275 g/L a la primera muestra, 0.300 g/L a la segunda muestra, 0.325, 0.350 y 0.375 g/L en cada una de las muestra restantes (cada muestra se realiza por triplicado).
- 6- Agitar vigorosamente las 5 muestras durante 12 horas, con agitador magnético y dejar en reposo a temperatura ambiente por 24 horas.
- 7- Determinar la concentración final de azul de metileno en cada una de las muestras por espectrofotometría UV-Visible, a una longitud de onda de 630 nm.

#### 4.3.6 Elaboración de la curva de calibración del plomo por espectrofotometría de absorción atómica <sup>(1)</sup>

La espectrofotometría de absorción atómica consiste en aspirar a una llama la muestra, luego se dirige un rayo luminosos a través de la misma hasta un monocromador y llega 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 característica. Se usa 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, es proporcional a la concentración del elemento en la muestra a un determinado valor de concentraciones limitado.

Procedimiento:

- 1- Preparar una solución de plomo con la sal de nitrato de plomo anhidro a 100 ppm.
- 2- A partir de una solución de plomo de 100 ppm, preparar diluciones de 0.5, 1, 2 y 3 ppm.
- 3- Preparar un blanco con agua destilada.
- 4- Leer la absorbancia de las soluciones de plomo y el blanco en el espectrofotómetro de llama.
- 5- Grafica concentración versus absorbancia.

#### 4.3.7 Evaluación de la capacidad de retención de plomo <sup>(1)</sup>.

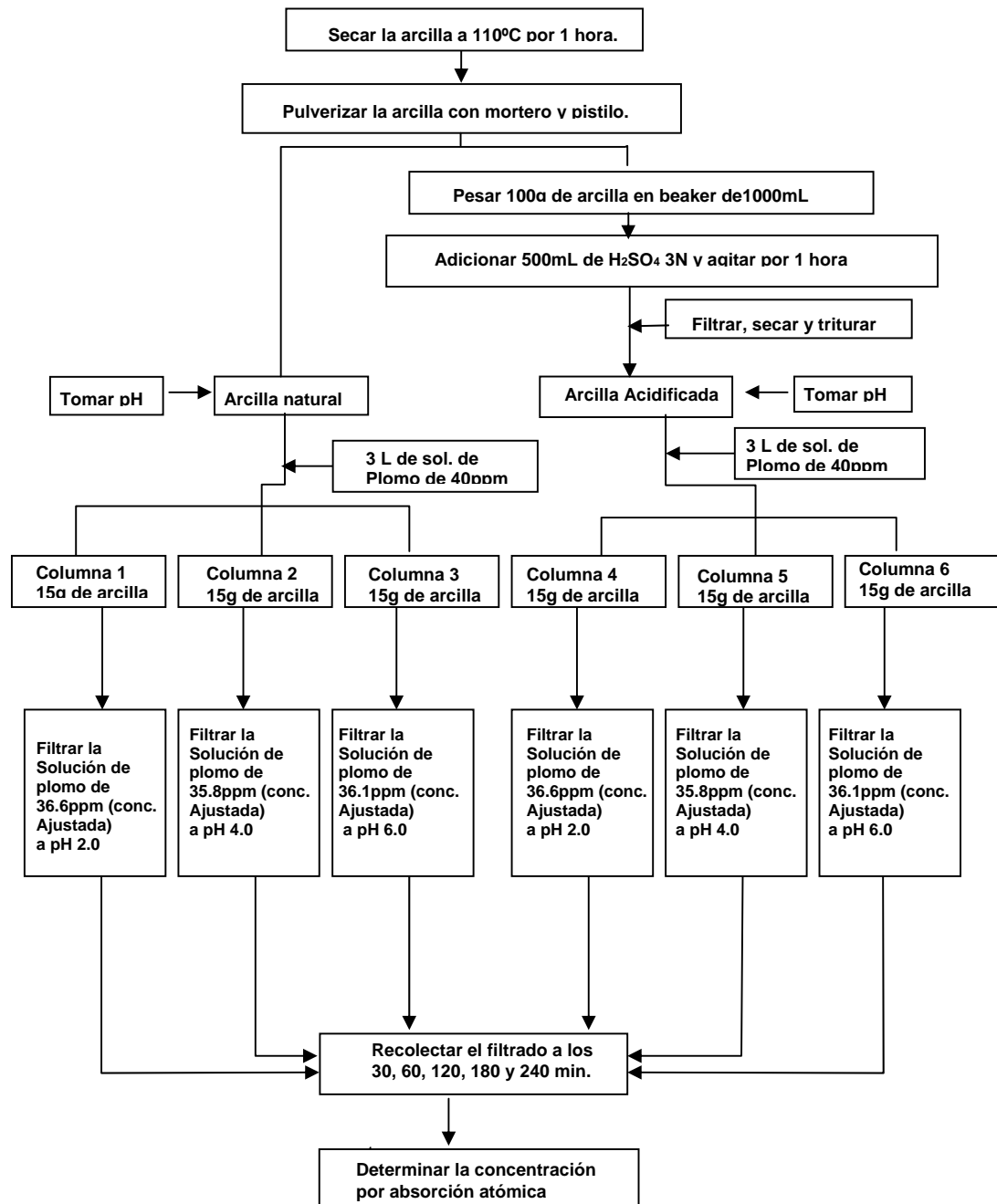
Procedimiento:

- 1- Secar la arcilla a 110°C en la estufa por una hora, luego pulverizarla con mortero y pistilo.
- 2- Pesar en balanza granataria dos porciones de 100g de arcilla y depositar en beaker por separado.
- 3- Una porción se utiliza en su estado natural y la otra recibe el siguiente tratamiento de activación que se detalla en las páginas 47 y 48.

- 4- Preparar 3 columnas con la utilización de tubos de vidrio y colocar 15g de arcilla en cada tubo.
- 5- Preparar 3 L de solución de plomo (nitrato de plomo trihidratado) con una concentración de 40 ppm.
- 6- Rotular 3 beaker de 1 L (1, 2 y 3), y distribuir la solución de plomo (nitrato de plomo trihidratado) de 40 ppm en los mismos.
- 7- Regular el pH de la solución en el beaker #1 a pH 2, en el beaker #2 a 4 y en el beaker #3 a 6 con hidróxido de amonio concentrado.
- 8- Agregar a la primera columna la solución de plomo (nitrato de plomo trihidratado) 40 ppm con pH 2, a la segunda, la solución de plomo con pH 4 y a la tercera la solución de plomo con pH 6.
- 9- Hacer pasar en cada columna la cantidad de solución que sea posible en cuatro horas.
- 10- Tomar una muestra por cada columna en los primeros 30 minutos, luego tomar otra a los 60 minutos y así sucesivamente a los 120, 180 y 240 minutos.

- 11- Preparar un blanco con agua destilada y tratarlo de la misma forma que a las muestras.
  
- 12- Determinar la concentración de plomo por absorción atómica en el filtrado.

Nota: Los procedimientos se realizarán por duplicado con arcilla natural y arcilla acidificada.



**Figura No 2** Esquema del procedimiento a seguir en la evaluación de la capacidad de retención de plomo en columna.

## **V. RESULTADOS**

## 5.0 RESULTADOS E INTERPRETACION

### 5.1 ANALISIS DE LA ARCILLA POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

**Cuadro No 4** Resultados de análisis petrográficos por medio de la técnica de difracción de rayos x, en muestras de arcilla natural y acidificada de la colonia el siete, Ilobasco.

No. De Muestras	Ubicación	Descripción Macroscópica	Composición Mineralógica	%
CT25-04	Ilobasco	Muestra de color beige,	Caolinita (Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub> )	37
Muestra		fina, con algunos cristales	Cuarzo (SiO <sub>2</sub> )	36
Arcilla Acidificada		angulares y de color amarillento	Halloysita (Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub> )	27
CT26-04	Ilobasco	Muestra de color anaranjado,	Caolinita (Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub> )	54
Muestra		fina, con algunos	Cuarzo (SiO <sub>2</sub> )	25
Arcilla Natural		cristales blancos	Cristobalita (SiO <sub>2</sub> )	21

En este cuadro se presentan los resultados obtenidos en el análisis de la arcilla en su estado natural así como también después de recibir el tratamiento de activación.



## 5.2 DETERMINACIÓN DE LA SUPERFICIE ESPECÍFICA POR EL MÉTODO DE AZUL DE METILENO <sup>(13) (14)</sup>

**Cuadro No 5** Resultados de absorbancia de las muestras para la determinación de superficie específica.

No de Muestra	Co (g/L)	Ao			$\bar{X}$	Af			$\bar{X}$
		1	2	3		1	2	3	
1	0.275	1.200	1.164	1.032	1.132	0	0	0	0
2	0.300	1.321	1.248	1.272	1.280	0	0	0	0
3	0.325	1.376	1.448	1.328	1.384	0.009	0.005	0.010	0.008
4	0.350	1.524	1.544	1.420	1.496	0.028	0.036	0.045	0.036
5	0.375	1.608	1.642	1.634	1.628	0.075	0.078	0.064	0.072

Co = Concentración inicial de azul de metileno.

Ao = Absorbancia inicial de la solución de azul de metileno.

Af = Absorbancia final de la solución de azul de metileno.

**Cuadro No 6** Datos obtenidos para la determinación de superficie específica

No de Muestra	Co (g/L)	Ao	Af	C (g/L)	Co-C= X (g/L)	C/(X(Co-C))	C/Co
1	0.275	1.132	0	0	0.275	0	0
2	0.300	1.280	0	0	0.300	0	0
3	0.325	1.384	0.008	0.0019	0.3231	0.0182	0.0058
4	0.350	1.496	0.036	0.0084	0.3416	0.0720	0.0240
5	0.375	1.628	0.072	0.0166	0.3584	0.1292	0.0443

C = Concentración final de la solución de azul de metileno.

X = Cantidad de soluto adsorbido por gramo de adsorbente

Ejemplo para el cálculo de la concentración final (C) a partir de la concentración inicial (Co)

Co = 0.325 g/L de azul de metileno (muestra número 3)

Calcular:

$$C = (Af/Ao) \times Co$$

$$C = (0.008/1.384) \times 0.325$$

$$C = 0.0019 \text{ g/L, luego}$$

$$X = Co - C$$

$$X = 0.325 \text{ g/L} - 0.0019 \text{ g/L}$$

$$X = 0.3231 \text{ g/L, calcular entonces:}$$

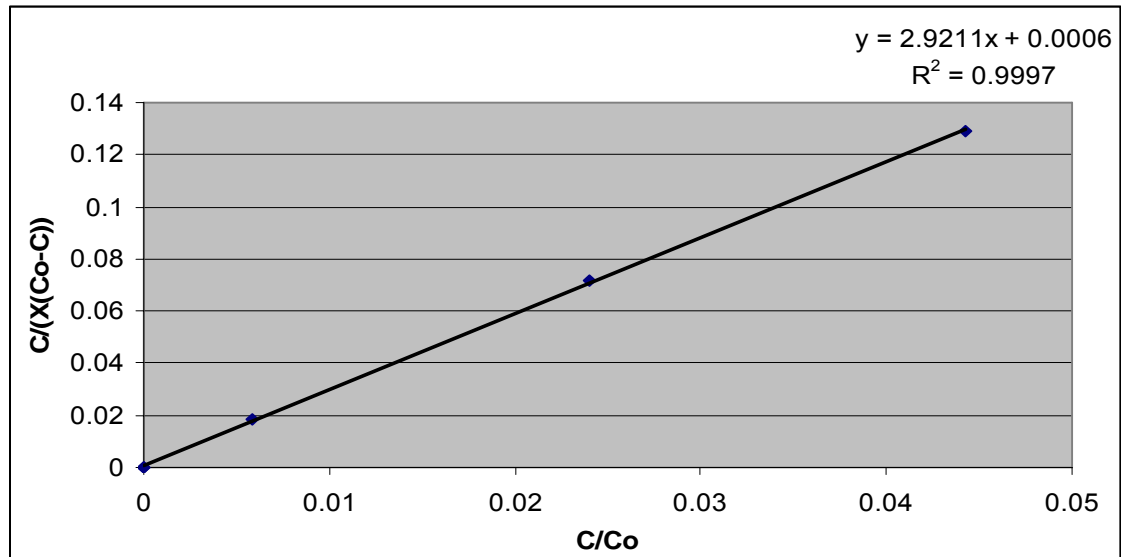
$$\frac{C}{(X(Co - C))} = \frac{0.0019}{0.3231 \times 0.3231} = 0.0182$$

$$\frac{C}{Co} = \frac{0.0019 \text{ g/L}}{0.325 \text{ g/L}} = 0.0058$$

La superficie específica, S, de un adsorbente se calcula por medio de la relación:

$$S = X_m N_o a$$

X<sub>m</sub>; se calcula por la isoterma de BET, graficando:



**Figura No 3** Grafico  $C/(X(Co-C))$  vs  $C/Co$  obtenido en base a los datos del cuadro número 4 para encontrar el valor de la pendiente.

**Cuadro No 7** Resultados obtenidos con adsorción del azul de metileno en arcilla natural.

No de muestra	X $C/Co$	Y $C/(X(Co-C))$
1	0	0
2	0	0
3	0.0058	0.0182
4	0.0240	0.0720
5	0.0443	0.1292

m = pendiente

m = 2.9211

b = intercepto

b = 0.0006

$$X_m = \frac{1}{(m+b)}$$

$$X_m = \frac{1}{(2.2911+0.0006)} = 0.3423 \text{ g/g}$$

\* Gramos de azul de metileno por gramo de arcilla

$$1m = 1 \times 10^{10} \text{ A}$$

$$1m^2 = 1 \times 10^{20} \text{ A}^2$$

$$9A^2 \times 1m^2 / 1 \times 10^{20} A^2 = 9 \times 10^{-20} m^2$$

$$S = X_m \times N \times a$$

$$S = 0.3423 \text{ g/g} \times 6.022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1} \times 9 \times 10^{-20} m^2$$

$S = 18,551.9754 \text{ g/g} \times \text{mol}^{-1} \times m^2$ , dividido por el peso molecular del azul de metileno trihidratado;  $PM = 373.9 \text{ g/mol}$

$$S = \frac{18551975.4 \text{ g/g} \times \text{mol}^{-1} \times m^2}{373.9 \text{ g/mol}}$$

$$S = 49.62 m^2 / g$$

El valor de la superficie específica para la arcilla es  $15-50 m^2/g$  (14)

5.2.1 DETERMINACION DE pH <sup>(2)</sup>**Cuadro No 8** Resultados obtenidos en la determinación de pH de la arcilla de Ilobasco natural y acidificada.

No de muestra	Arcilla natural (pH)	Arcilla acidificada (pH)
1	4.9	2.6
2	4.8	2.4
3	5.0	2.4
Promedio	4.9	2.5
s	0.10	0.12
CV	2.04	4.80

En el cuadro número ocho se presentan los resultados obtenidos en las determinaciones de pH, tanto para arcilla natural como para la arcilla acidificada y se puede observar que la dispersión de los datos es bastante baja con respecto al resultado de la desviación estándar (s) para cada una de las arcillas.

Además se le determinó el coeficiente de variación (CV); que es la expresión de la desviación relativa estándar como un porcentaje del promedio alrededor del cual se toman las desviaciones. En los resultados se puede notar una variabilidad para la arcilla natural de 2.04 y para la arcilla acidificada de 4.80, ambos resultados se encuentran dentro del rango del grado de alta representatividad de las series. La dispersión y variabilidad de los datos está relacionada con algunos factores entre los cuales se puede mencionar: se trabajó con balanza semianalítica, las condiciones ambientales no son las óptimas y la poca experiencia del analista.

### 5.3 EVALUACIÓN DE LA RETENCIÓN DE PLOMO EN COLUMNAS DE FILTRACIÓN.

**Cuadro No 9** Resultados obtenidos en la columna N° 1 utilizando arcilla natural.

Tiempo (min.)	Co (ppm)	Ctx (ppm)	Vol. Filtrado (mL)	Velocidad de flujo (mL/min.)	*Plomo Retenido (µg)
30´	36.6	0.9	27.1	0.90	967.5
60´	36.6	4.6	23.4	0.78	748.8
120´	36.6	17.5	44.1	0.73	842.3
180´	36.6	23.9	41.9	0.70	532.1
240´	36.6	29.7	39.0	0.65	269.1
Total:			175.5		3359.8

Cantidad de Arcilla en la columna = 15g

pH de la solución a filtrar = 2.0

Concentración inicial de plomo = 36.6µg/mL

Ejemplo: cálculo de plomo retenido en la columna N° 1, tiempo 30 minutos:

\*Plomo retenido =  $(C_o - C_{tx})V$ , donde:

$C_o$  = concentración inicial

$C_{tx}$  = Concentración en tiempo X (30, 60, 120, 180 y 240 minutos)

V = volumen filtrado en X tiempo

Plomo retenido =  $(36.6 \mu\text{g/mL} - 0.9 \mu\text{g/mL}) 27.1 \text{ mL}$

Plomo retenido = 967.5µg

Cantidad de plomo retenido para los primeros 30 minutos de filtración.

Eficiencia de la columna:

$$\text{Eficiencia} = \frac{\text{Total de plomo retenido} \times 100}{\text{Total de volumen filtrado} \times C_i}$$

$$\text{Eficiencia} = \frac{3359.8 \mu\text{g} \times 100}{175.5 \text{ mL} \times 36.6 \mu\text{g/L}}$$

Eficiencia de la columna = 52.31%

El 52.31% de plomo que contenía la solución que se filtro fue retenido por la arcilla.

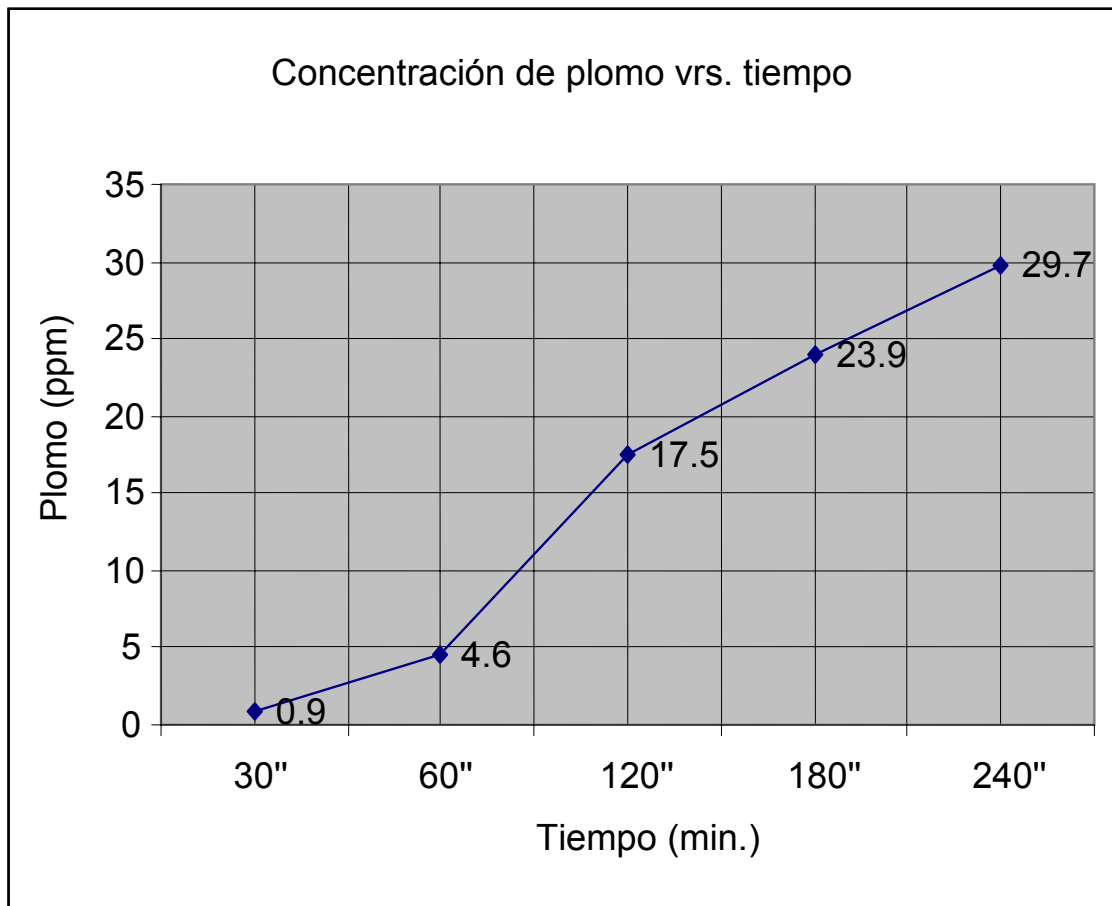
Capacidad de retención de plomo en la columna (QdeR) en miligramos de plomo por gramo de arcilla.

$$Q_{deR} = \frac{\text{Plomo total retenido (mg)}}{\text{Cantidad de arcilla en la columna (g)}}$$

$$Q_{deR} = \frac{3.3598 \text{ mg}}{15.0 \text{ g}}$$

$Q_{deR} = 0.2240 \text{ mg/g}$

Cada gramo de arcilla utilizado en la columna retuvo 0.2240 mg de plomo.



**Figura No 4** Grafico de los resultados obtenidos en la columna N° 1 utilizando arcilla natural y solución de plomo a pH 2.0.

Los resultados de la columna número uno muestran un alto porcentaje de retención para las primeras muestras, pero al pasar el tiempo la retención baja muy rápidamente. Es decir que las últimas muestras presentan un alto contenido de plomo.



**Cuadro No 10** Resultados obtenidos en la columna N° 2 utilizando arcilla natural.

Tiempo (min.)	Co Ppm	Ctx (ppm)	Vol. Filtrado (mL)	Velocidad de flujo (mL/min.)	*Plomo Retenido (µg)
30'	35.8	4.2	27.3	0.91	862.7
60'	35.8	4.9	17.0	0.56	525.3
120'	35.8	5.1	39.0	0.65	1197.3
180'	35.8	5.4	30.1	0.50	915.0
240'	35.8	6.0	34.5	0.58	1028.1
Total:			147.9		4528.4

Cantidad de Arcilla en la columna = 15g

pH de la solución a filtrar = 4.0

Concentración inicial de plomo = 35.8µg/mL

Eficiencia de la columna:

$$\text{Eficiencia} = \frac{\text{Total de Plomo retenido} \times 100}{\text{Total de volumen filtrado} \times C_i}$$

$$\text{Eficiencia} = \frac{4528.4 \mu\text{g} \times 100}{147.9 \text{ mL} \times 35.8 \mu\text{g} / \text{mL}}$$

Eficiencia de la columna = 85.53%

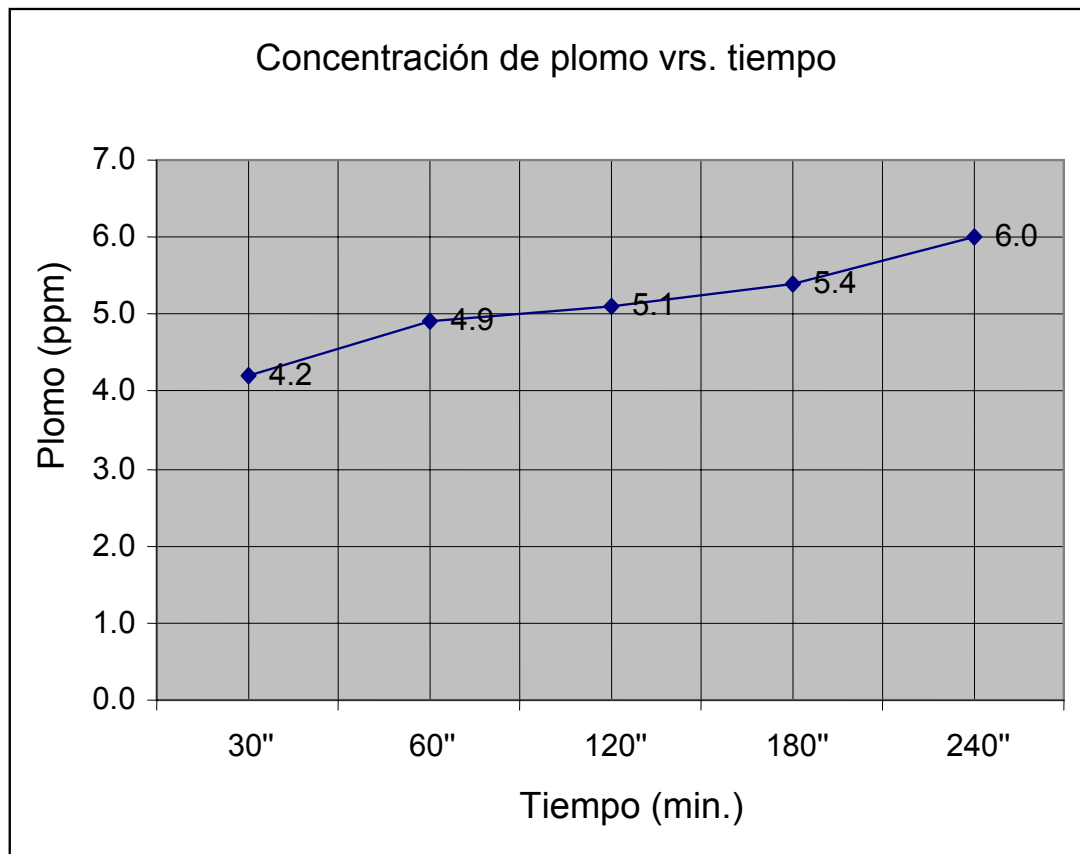
El 85.53% del plomo que contenía la solución que se filtro fue retenido por la arcilla.

Capacidad de retención de plomo en la columna (QdR)

$$Q_{dR} = \frac{\text{Plomo total retenido (mg)}}{\text{Cantidad de arcilla en la columna (g)}} = \frac{4.5284 \text{ mg}}{15.0 \text{ g}}$$

QdR = 0.3019 mg/g

Cada gramo de arcilla utilizado en la columna retuvo 0.3019 mg de plomo.



**Figura No 5** Grafico de los resultados obtenidos en la columna N° 2 utilizando arcilla natural y solución de plomo a pH 4.0.

En la columna número dos los cambios en la retención a través del tiempo son poco notables, ya que los valores de plomo en el filtrado se encuentran en el rango de 4.2 hasta 6.0 ppm y se observó una retención con una mínima variabilidad con respecto al tiempo de muestreo.

**Cuadro No 11** Resultados obtenidos en la columna N° 3 utilizando arcilla natural.

Tiempo (min.)	Co (ppm)	Ctx (ppm)	Vol. Filtrado (mL)	Velocidad de flujo (mL/min.)	*Plomo Retenido (µg)
30´	36.1	1.9	27.1	0.90	926.8
60´	36.1	5.0	25.7	0.86	799.3
120´	36.1	5.9	38.9	0.65	1174.8
180´	36.1	7.0	31.8	0.53	925.4
240´	36.1	8.3	28.7	0.47	797.9
Total:			152.2		4624.2

Cantidad de Arcilla en la columna = 15g

pH de la solución a filtrar = 6.0

Concentración inicial de plomo = 36.1µg/mL

Eficiencia de la columna:

$$\text{Eficiencia} = \frac{\text{Total de plomo retenido} \times 100}{\text{Total de volumen filtrado} \times C_i}$$

$$\text{Eficiencia} = \frac{4624.2 \mu\text{g} \times 100}{152.2 \text{ mL} \times 36.1 \mu\text{g/mL}}$$

Eficiencia de la columna = 84.16%

El 84.16% del plomo que contenía la solución que se filtro fue retenido por la arcilla.

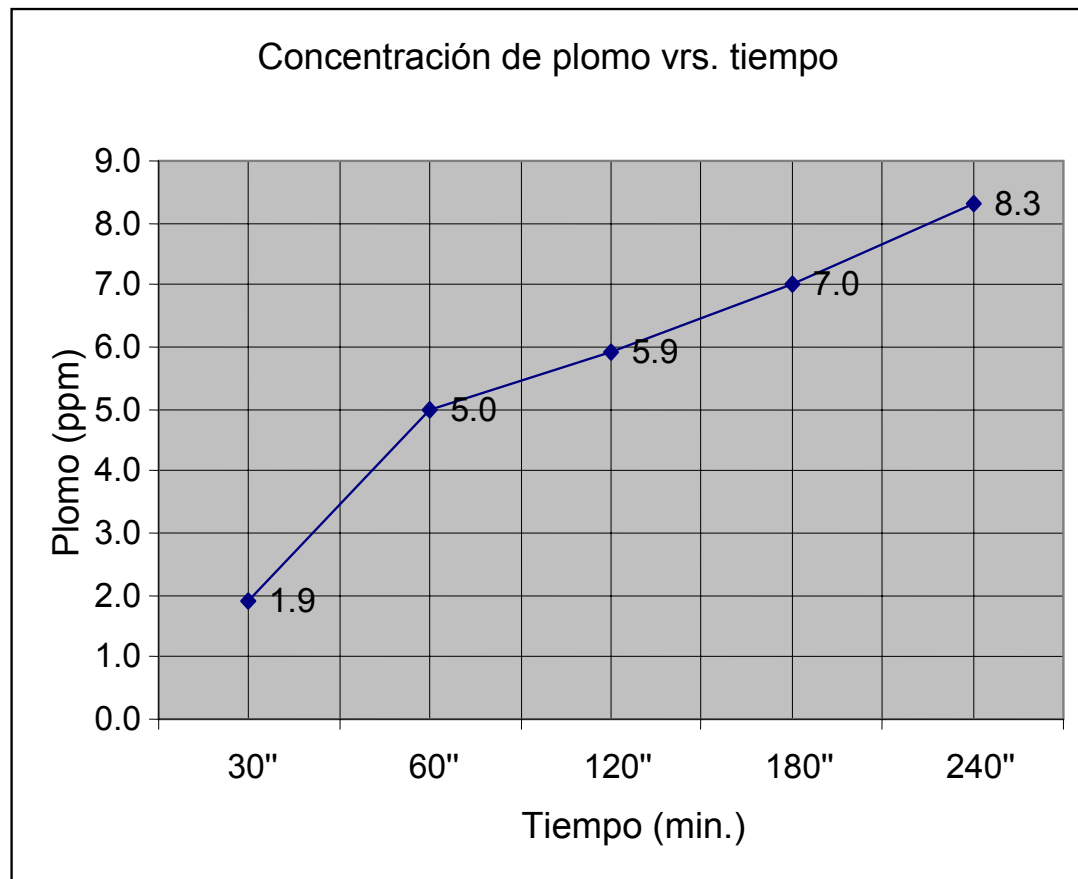
Capacidad de retención de plomo en la columna

$$Q_{deR} = \frac{\text{Plomo total retenido (mg)}}{\text{Cantidad de arcilla en la columna (g)}}$$

$$Q_{deR} = \frac{4.6242 \text{ mg}}{15 \text{ g}}$$

$$Q_{deR} = 0.3083 \text{ mg/g}$$

Cada gramo de arcilla utilizado en la columna retuvo 0.3083 mg de plomo.



**Figura No 6** Grafico de los resultados obtenidos en la columna N° 3 utilizando arcilla natural y solución de plomo a pH 6.0

En la columna número tres se observa un aumento en la concentración de plomo para la muestra 1 y 2, pero en las siguientes muestras la tendencia a subir es en menor grado hasta alcanzar un valor máximo de 8.3ppm.

**Cuadro No 12** Resultados obtenidos en la columna N° 4 utilizando arcilla acidificada.

Tiempo (min.)	Co (ppm)	Ctx (ppm)	Vol. Filtrado (mL)	Velocidad de flujo (mL/min.)	*Plomo Retenido (µg)
30´	36.6	3.9	25.6	0.85	837.1
60´	36.6	4.9	23.8	0.79	754.5
120´	36.6	5.2	51.7	0.86	1623.4
180´	36.6	6.6	50.9	0.85	1527.0
240´	36.6	6.9	51.8	0.86	1538.5
Total:			203.8		6280.5

Cantidad de Arcilla en la columna = 15g  
pH de la solución a filtrar = 2.0

Concentración inicial de plomo = 36.6µg/mL

Eficiencia de la columna:

$$\text{Eficiencia} = \frac{\text{Total de plomo retenido} \times 100}{\text{Total de volumen filtrado} \times C_i}$$

$$\text{Eficiencia} = \frac{6280.5 \mu\text{g} \times 100}{203.8 \text{ mL} \times 36.6 \mu\text{g/mL}}$$

Eficiencia de la columna = 84.20%

El 84.20% del plomo que contenía la solución que se filtro fue retenido por la arcilla.

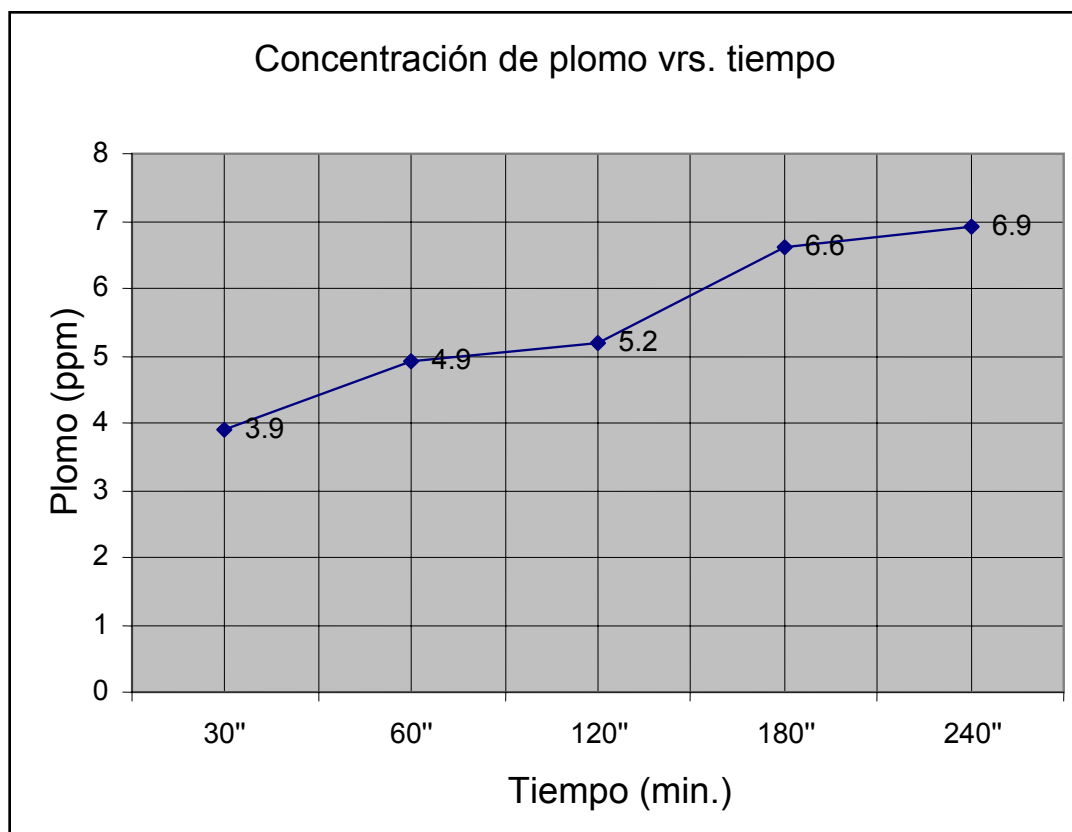
Capacidad de retención de plomo de la columna

$$Q_{deR} = \frac{\text{Plomo total retenido (mg)}}{\text{Cantidad de arcilla en la columna (g)}}$$

$$Q_{deR} = \frac{6.2805 \text{ mg}}{15.0 \text{ g}}$$

$Q_{deR} = 0.4187 \text{ mg/g}$

Cada gramo de arcilla utilizado en la columna retuvo 0.4187 mg de plomo.



**Figura No 7** Gráfico de los resultados obtenidos en la columna N° 4 utilizando arcilla acidificada y solución de plomo a pH 2.0.

La concentración de plomo que se obtiene en la primera muestra es bastante baja y se observa que conforme el tiempo va avanzando así también aumenta la concentración en el filtrado, pero lo hace en una mínima proporción. Es decir que en las últimas muestras la columna continúa reteniendo altas concentraciones de plomo.

**Cuadro No 13** Resultados obtenidos en la columna N° 5 utilizando arcilla acidificada.

Tiempo (min.)	Co (ppm)	Ctx (ppm)	Vol. Filtrado (mL)	Velocidad de flujo (mL/min.)	*Plomo Retenido (µg)
30'	35.8	3.9	22.2	0.74	708.2
60'	35.8	4.0	21.1	0.70	671.0
120'	35.8	4.4	36.3	0.61	1139.8
180'	35.8	5.0	32.6	0.54	1004.1
240'	35.8	5.9	30.4	0.51	909.0
Total:			142.6		4432.1

Cantidad de Arcilla en la columna = 15g

pH de la solución a filtrar = 4.0

Concentración inicial de plomo = 35.8µg/mL

Eficiencia de la columna:

$$\text{Eficiencia} = \frac{\text{Total de plomo retenido} \times 100}{\text{Total de volumen filtrado} \times C_i}$$

$$\text{Eficiencia} = \frac{4432.1 \mu\text{g} \times 100}{142.6 \text{ mL} \times 35.8 \mu\text{g/mL}}$$

Eficiencia de la columna= 86.82%

El 86.82% del plomo que contenía la solución que se filtro fue retenido por la arcilla.

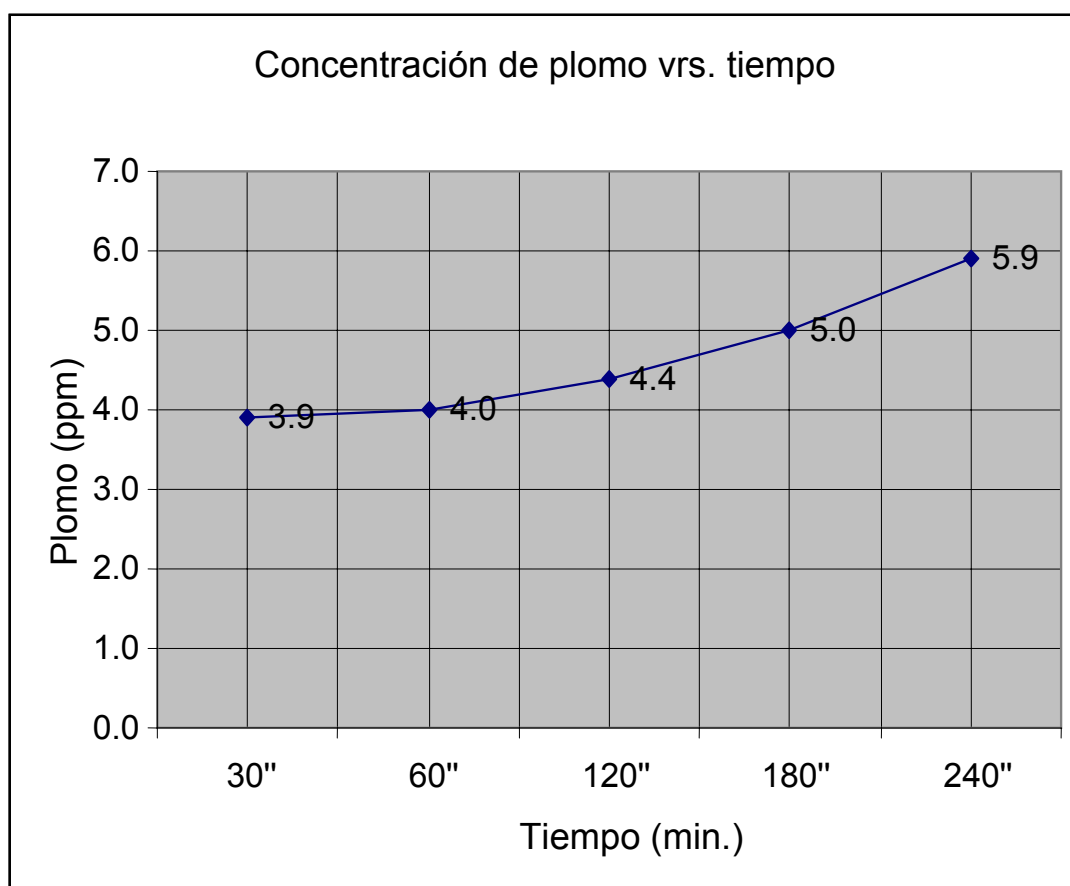
Capacidad de retención de plomo en la columna

$$Q_{deR} = \frac{\text{Plomo total retenido (mg)}}{\text{Cantidad de arcilla en la columna (g)}}$$

$$Q_{deR} = \frac{4.4321 \text{ mg}}{15.0 \text{ g}}$$

$Q_{deR} = 0.2955 \text{ mg/g}$

Cada gramo de arcilla utilizado en la columna retuvo 0.2955 mg de plomo.



**Figura No 8** Grafico de los resultados obtenidos en la columna N° 5 utilizando arcilla acidificada y solución de plomo a pH 4.0.

En la columna número cinco se retiene un alto porcentaje de plomo en la primera muestra y se observa una tendencia mínima en cuanto a la reducción de la capacidad de retención con respecto al tiempo de muestreo.



**Cuadro No 14** Resultados obtenidos en la columna N° 6 utilizando arcilla acidificada.

Tiempo (min.)	Co (ppm)	Ctx (ppm)	Vol. Filtrado (mL)	Velocidad de filtrado (mL/min.)	*Plomo Retenido (µg)
30´	36.1	3.9	20.9	0.70	673.0
60´	36.1	4.4	18.3	0.61	580.1
120´	36.1	5.6	34.5	0.58	1052.3
180´	36.1	5.7	33.2	0.55	1009.3
240´	36.1	7.8	27.5	0.46	778.3
Total:			134.4		4093.0

Cantidad de Arcilla en la columna = 15g

pH de la solución a filtrar = 6.0

Concentración inicial de plomo = 36.1µg/mL

Eficiencia de la columna:

$$\text{Eficiencia} = \frac{\text{Total de plomo retenido} \times 100}{\text{Total de volumen filtrado} \times C_i}$$

$$\text{Eficiencia} = \frac{4093.0 \mu\text{g} \times 100}{134.4 \text{mL} \times 36.1 \mu\text{g/mL}}$$

Eficiencia de la columna = 84.36%

El 84.36% del plomo que contenía la solución que se filtro fue retenido por la arcilla.

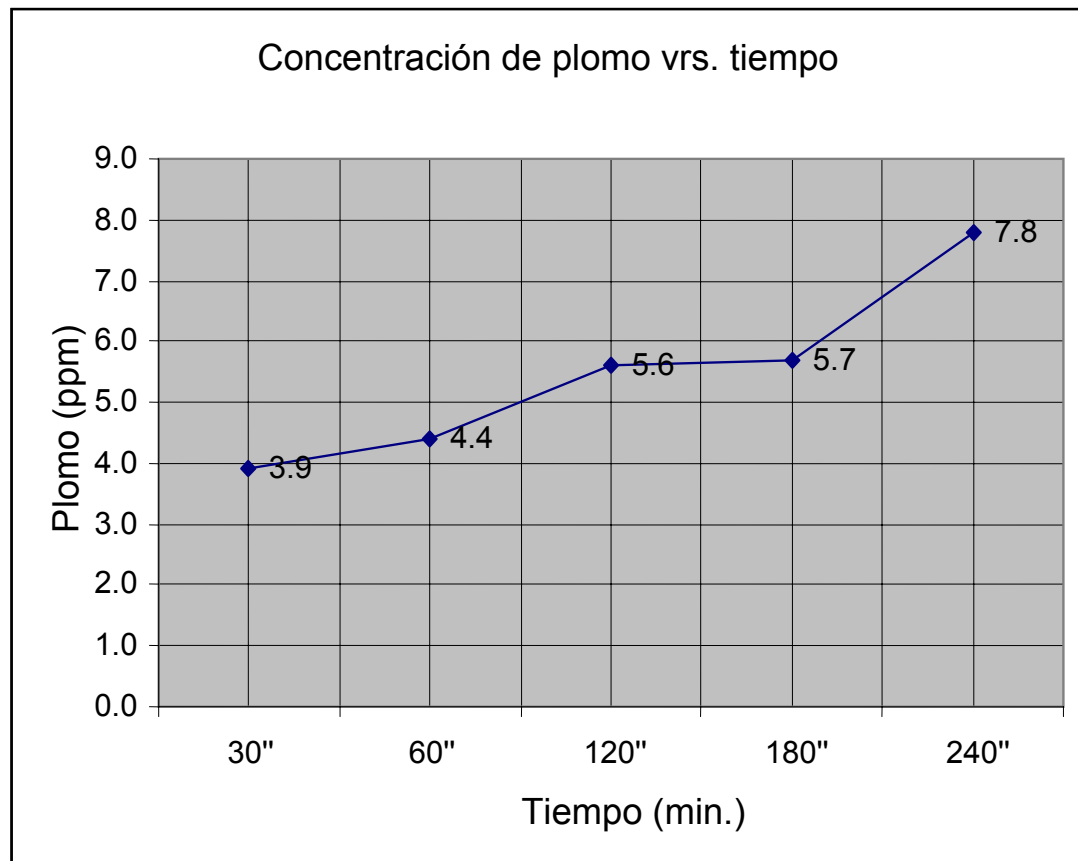
Capacidad de retención de plomo de la columna

$$Q_{deR} = \frac{\text{Plomo total retenido (mg)}}{\text{Cantidad de arcilla en la columna (g)}}$$

$$Q_{deR} = \frac{4.093 \text{ mg}}{15.0 \text{ g}}$$

QdeR = 0.2729 mg/g

Cada gramo de arcilla utilizado en la columna retuvo 0.2729 mg de plomo.

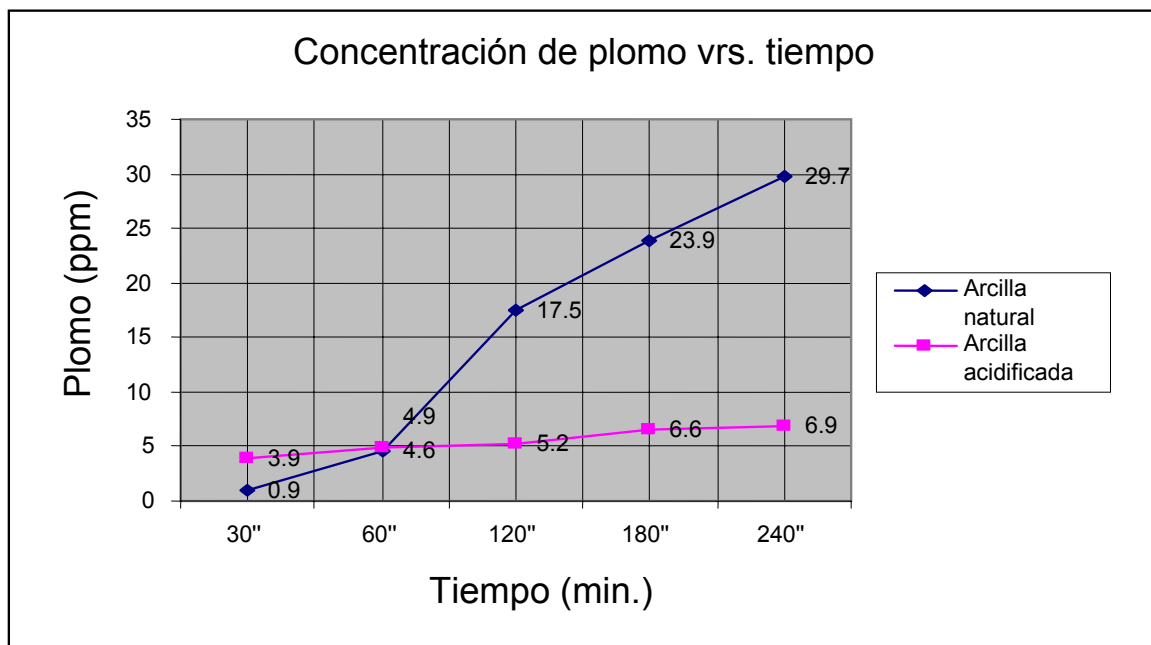


**Figura No 9** Gráfico de los resultados obtenidos en la columna N° 6 utilizando arcilla acidificada y solución de plomo a pH 6.0

La columna número seis el contenido de plomo que se detecto en las dos primeras muestras sigue la tendencia a disminuir la capacidad de retención, pero en las muestras obtenidas en los tiempos 3 y 4 se observa que dicha retención se mantiene, y luego en la muestra 5 continua la tendencia a disminuir la capacidad de retención. Es decir que se obtiene una mayor concentración de plomo en el filtrado.

#### 5.4 COMPARACIÓN DE RESULTADOS DE RETENCIÓN DE PLOMO EN ARCILLA NATURAL Y ACIDIFICADA

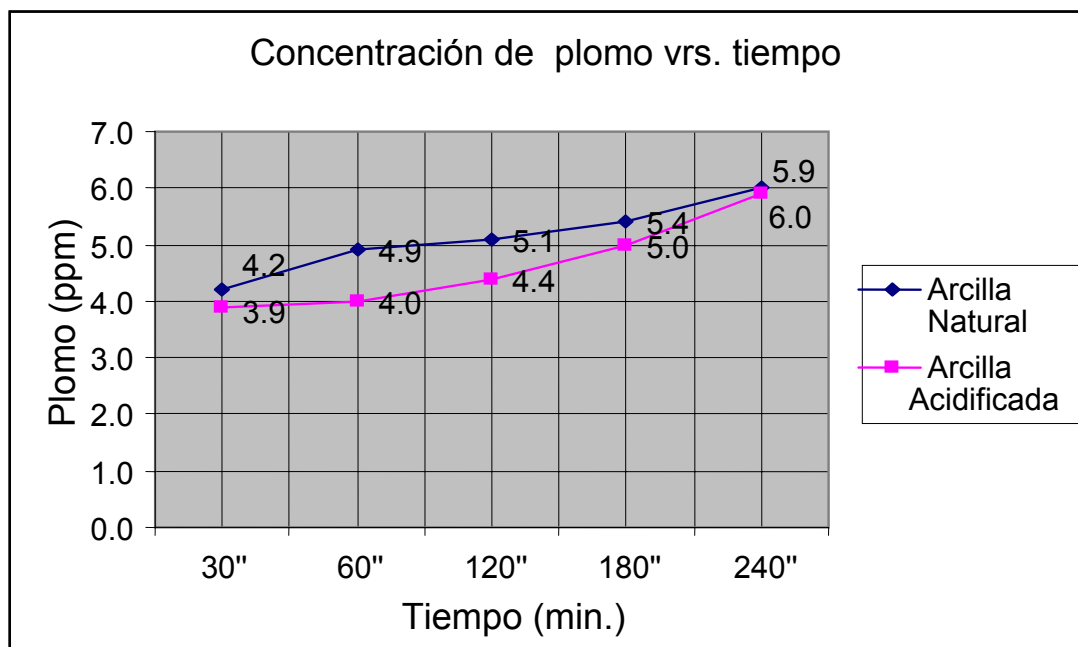
En los siguientes tres gráficos se pretende mostrar de forma más clara el grado de mejoría que presenta la retención con la acidificación de la arcilla y las variaciones que presenta para cada pH (2.0, 4.0 y 6.0) utilizando soluciones a una concentración de 36ppm (nitrato de plomo trihidratado).



**Figura No 10** Gráfico de los resultados obtenidos en las columnas 1 y 4 utilizando arcilla natural y acidificada respectivamente, para filtrar una solución de plomo de 36.6ppm a pH 2.0

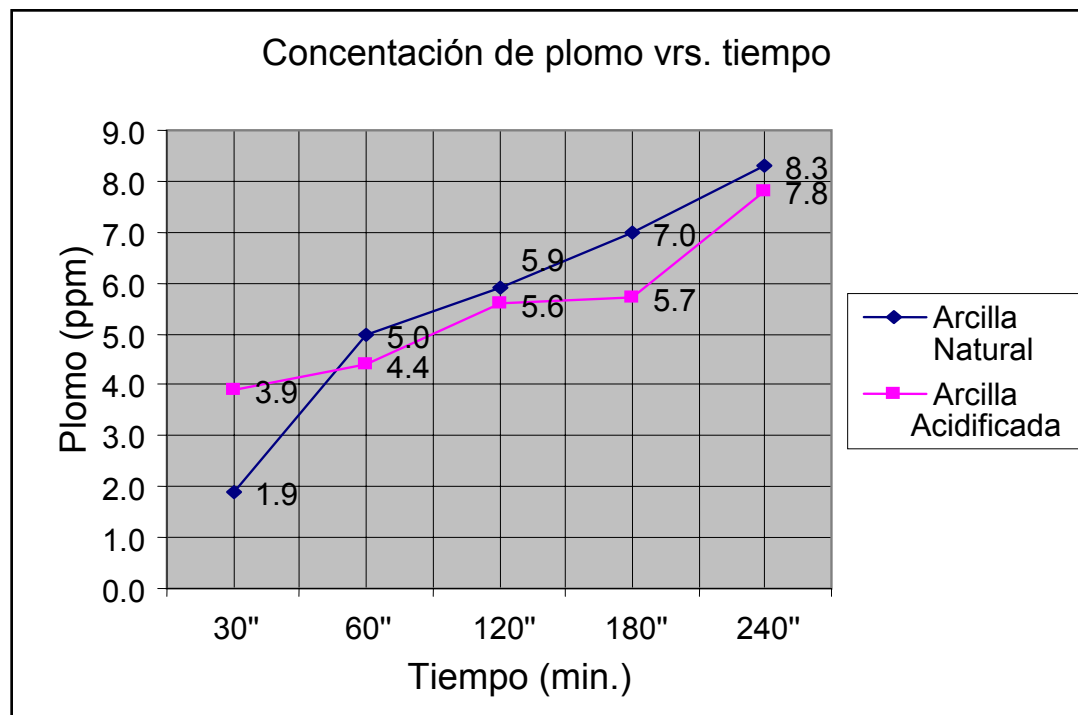
Con soluciones al mismo pH y concentración se muestra el efecto que produce la acidificación de la arcilla con respecto a la capacidad de retención de plomo, Se observa en la primera muestra una retención mayor para la arcilla natural pero con el tiempo esto cambia; Porque en la segunda muestra la concentración del plomo es igual para ambas muestras, pero en los siguientes

tiempos de muestreo la concentración de plomo para la arcilla acidificada se mantiene subiendo lentamente hasta obtener una lectura de 6.5ppm y en la arcilla natural esta sube rápidamente hasta obtener una concentración de 29.7ppm, por lo tanto con soluciones a pH 2.0 se obtiene un aumento muy notable en la retención al acidificar la arcilla.



**Figura No 11** Gráfico de los resultados obtenidos en las columnas 2 y 5 utilizando arcilla natural y acidificada respectivamente, para filtrar una solución de plomo de 35.8ppm a pH 4.0

Estas columnas presentan una retención homogénea, desde la primera hasta la última muestra. Pero siempre se hace notar una mayor retención para la arcilla acidificada aunque en menor proporción que en la figura 12.



**Figura No 12** Gráfico de los resultados obtenidos en las columnas 3 y 6 utilizando arcilla natural y acidificada respectivamente, para filtrar una solución de plomo de 36.1ppm a pH 6.0

La arcilla natural en la primera muestra presenta una mayor retención, pero después de 60 minutos es la arcilla acidificada la que retiene más plomo dando como resultado una mayor eficiencia.

**Cuadro No 15** Concentración de plomo resultante en el filtrado de las columnas (arcilla natural y acidificada) a diferentes pH y tiempos.

pH (A)	Tiempo ( C )									
	30 min.		60 min.		120 min.		180 min.		240 min.	
	Arcilla ( B )		Arcilla		Arcilla		Arcilla		Arcilla	
	Nat.	Acid.	Nat.	Acid.	Nat.	Acid.	Nat.	Acid.	Nat.	Acid.
2	0.30	4.20	5.00	4.40	20.00	5.10	27.70	6.10	30.40	6.80
	1.50	3.60	4.20	5.40	15.00	5.30	20.00	7.00	29.00	6.90
4	3.20	3.40	3.50	3.70	3.70	3.80	3.90	3.70	4.80	5.00
	5.20	4.30	6.30	4.20	6.50	5.00	6.90	6.20	7.20	6.70
6	1.80	3.50	5.70	3.50	7.00	3.50	5.00	3.50	6.80	7.10
	2.00	4.30	4.20	5.20	4.80	7.60	9.00	7.90	9.80	8.50

**Cuadro No 16** Resultados obtenidos en la comparación de retención del plomo con la arcilla natural y acidificada, filtrando soluciones (nitrato de plomo trihidratado) ajustada a pH 2.0, 4.0 y 6.0 a diferentes tiempos (30", 60", 120", 180" y 240").

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrado Medio	F calculada	P valúes	F teórica
Efectos principales						
A: pH	364.743	2	182.372	52.000	0.0000	3.32
B: arcilla	183.750	1	183.750	52.400	0.0000	4.17
C: tiempo	463.446	4	115.861	33.040	0.0000	2.69
Interacción de los dos factores						
A B	300.859	2	150.429	42.890	0.0000	3.32
A C	331.612	8	41.451	11.820	0.0000	2.27
B C	188.437	4	47.109	13.430	0.0000	2.69
Interacción de tres factores						
A B C	316.909	8	39.613	11.300	0.0000	2.27
Error	105.210	30	3.507			
Total	2254.970	59				

La tabla de ANOVA descompone la variabilidad de retención y contribuye a determinar que factores son los responsables. Desde la suma de cuadrados tipo III (el incumplimiento) tiene que ser elegida la contribución de cada factor, es medida teniendo que remover los efectos de todos los demás factores. Los F teóricos prueban el nivel estadísticamente significativo de cada uno de los factores.

Los F teóricos con una tolerancia de 0.05, estos factores tienen un efecto estadísticamente significativo en retención con un nivel de confiabilidad del 95.0%.

Resultados de las hipótesis:

Efectos principales

- pH

Para probar la hipótesis de que no existe diferencia en la retención debido al pH de la solución.

En forma del estadístico F.

$$F_{(2,30)} = 52.00 > F_{0.05,(2,30)} = 3.32$$

Se rechaza  $H_0$  (hipótesis nula) al nivel de significación de 0.05

- Arcilla

Para probar la hipótesis de que no existe diferencia en la retención al usar arcilla natural o acidificada.

En forma del estadístico F.

$$F_{(1,30)} = 52.40 > F_{0.05,(1,30)} = 4.17$$

Se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05.

- Tiempo

Para probar la hipótesis de que no existe diferencia en la retención debida al tiempo.

En forma del estadístico F.

$$F_{(4,30)} = 33.04 > F_{0.05,(4,30)} = 2.69$$

Se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05.

INTERACCIONES.

- pH y Arcilla

Para probar la hipótesis de que no existe interacción entre los factores pH y arcilla.

En forma del estadístico F.

$$F_{(2,30)} = 42.89 > F_{0.05,(2,30)} = 3.32$$

Se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05.

- pH y Tiempo

Para probar la hipótesis de que no existe interacción entre los factores pH y tiempo.

En forma del estadístico F.

$$F_{(8,30)} = 11.82 > F_{0.05,(8,30)} = 2.27$$



Se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05.

- Arcilla y Tiempo

Para probar la hipótesis de que no existe interacción entre los factores arcilla y tiempo.

En forma del estadístico F.

$$F_{(4,30)} = 13.43 > F_{0.05,(4,30)} = 2.69$$

Se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05.

- pH, Arcilla y Tiempo

Para demostrar la hipótesis de que no existe interacción entre los factores pH, arcilla y tiempo.

En forma del estadístico F.

$$F_{(8,30)} = 11.30 > F_{0.05,(8,30)} = 2.27$$

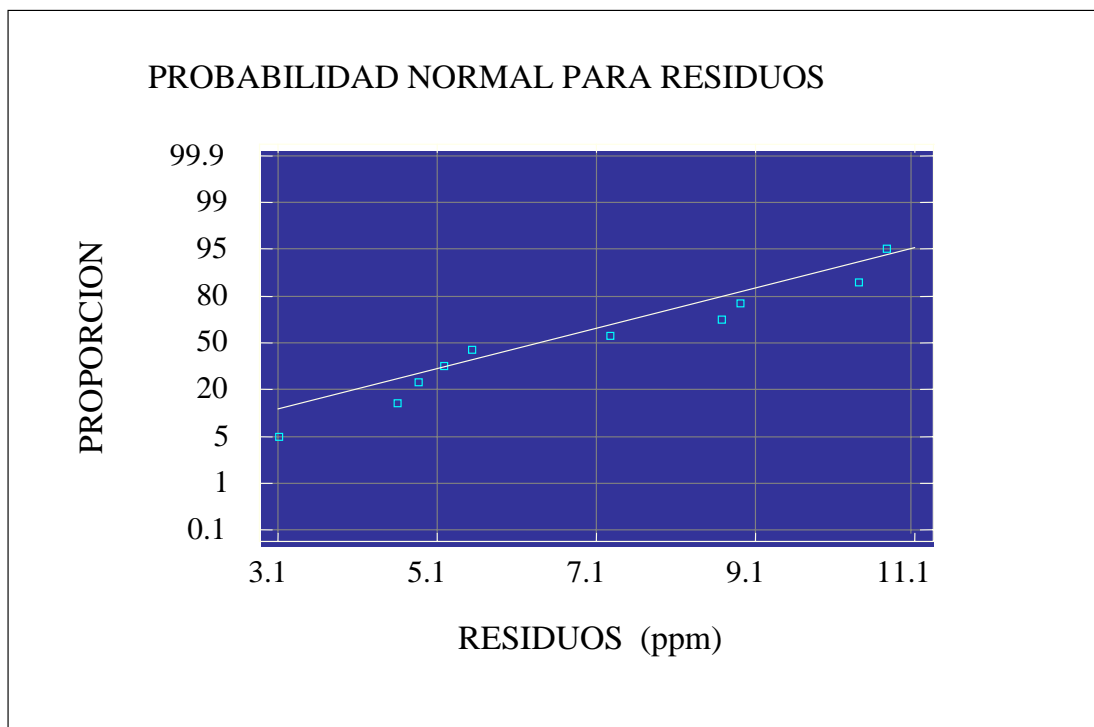
Se rechaza  $H_0$  al nivel de significación de 0.05.

## PRUEBAS DE IDONEIDAD DEL MODELO

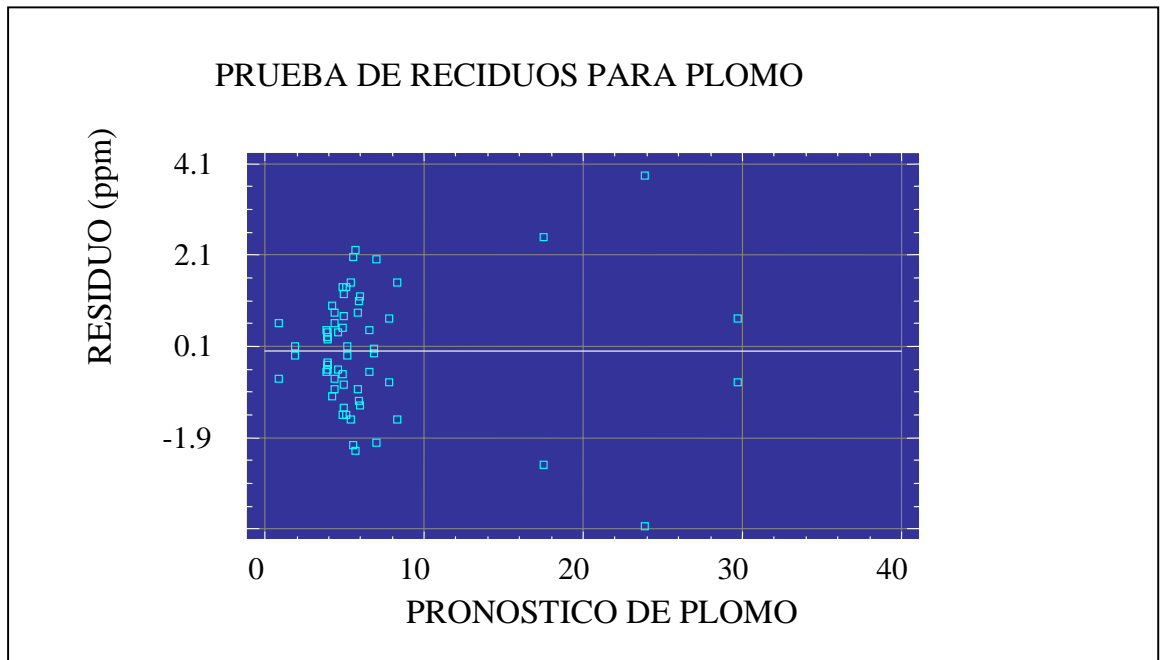
Las pruebas realizadas para comprobar la normalidad y la homogeneidad de las varianzas fueron:

- Prueba de suposición de normalidad de residuo
- Prueba de suposición de homogeneidad de las varianzas

En las pruebas mencionadas anteriormente se obtuvo el resultado siguiente:



**Figura No 13** Resultados de la prueba estadística suposición de normalidad de residuo.



**Figura No 14** Resultados de la prueba estadística suposición de homogeneidad de las varianzas

Los resultados observados den las graficas anteriores nos comprueban la idoneidad del modelo. La línea recta de la figura 13, en la que se grafica probabilidad normal versus residuos confirma la distribución normal de estos y la figura 14, en la que se grafican los residuos versus valores predichos la cual no sigue un patrón obvio nos confirma que existe una homogeneidad e independencia de las varianzas.

**Cuadro No 17** Rangos múltiples de prueba para retención por pH

Método: 95.0 % LSD			
pH	Casos	LS media	Grupos Homogéneos
2	20	10.395	X
4	20	4.860	X
6	20	5.535	X
Contraste		Diferencia	+/- Limites
2 – 4		*5.535	1.20943
2 – 6		*4.860	1.20943
4 – 6		- 0.675	1.20943

\* Denotan una diferencia estadísticamente significativa.

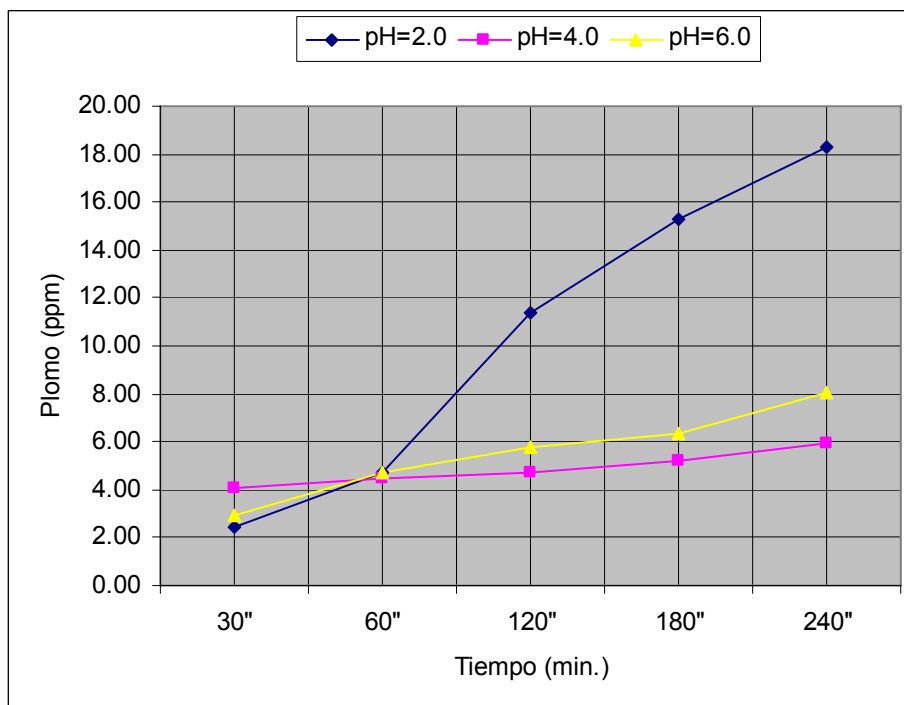
- Entre las soluciones de pH 4.0 y 6.0 no existe diferencia significativa.

Esta tabla se aplica a múltiples procedimientos de comparación, determina cuales mediciones son diferentemente significativas de las otras. La parte inferior media de los límites muestra la diferencia estimada entre cada par de mediciones. Un asterisco ha sido colocado próximo a los dos pares indicando que estos pares muestran una diferencia estadísticamente significativa a un nivel de confianza de 95.0%. En la parte alta de la pagina dos grupos homogéneos están identificados usando columnas de X's dentro de cada columna, contenidas en X forman un grupo de mediciones entre las cuales no hay diferencia estadísticamente significativa. El método moderno usado para encontrar diferencia entre mediciones es Fisher's es un procedimiento con mínima diferencia significativa. Con este método, existe un 5.0% de riesgo para la diferencia significativa de cada par de mediciones, cuando la actual diferencia es igual a cero.

De los resultados obtenidos en la investigación se encontró: que el principal mineral presente en la muestra de arcilla natural es la caolinita, los cambios que se producen en el proceso de acidificación de la arcilla es que, parte de la caolinita sufre una modificación estructural y pasa de caolinita a halloysita que es un mineral más absorbente y expandible; lo que hace que se incremente la capacidad de retención de plomo en las columnas.

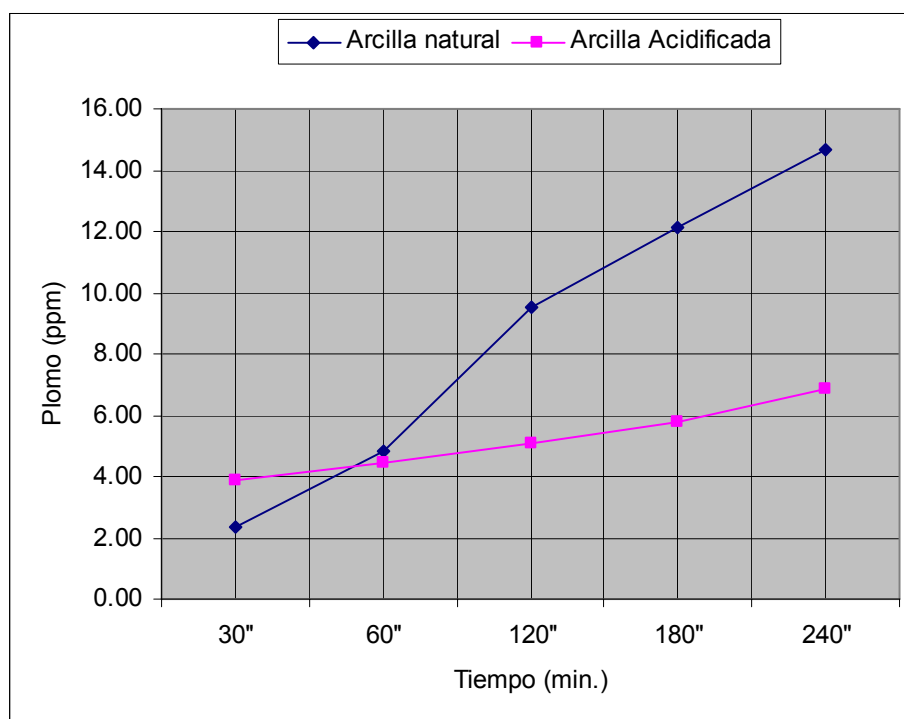
En la preparación de las columnas de filtración, se esperaba que al aumentar el tiempo en que la columna esté filtrando, la concentración de plomo (nitrato de plomo trihidratado) en el filtrado vaya aumentando; hasta el punto en que la concentración de plomo antes y después de filtrar las soluciones sea la misma que la de alimentación, o sea que la arcilla se satura, pero esto no fue posible, ya que hay muchos factores que afectan la capacidad de retención entre estos se tiene que; La velocidad de filtración tiende a disminuir con el tiempo, porque la arcilla tiene la propiedad de hinchabilidad, que reduce el espacio entre partículas y a su vez la velocidad de filtración.

En los resultados se observa un comportamiento acertado por parte de las líneas de tendencias de los gráficos, concentración de plomo versus tiempo, pero como se mencionó anteriormente, no fue posible llegar al punto de saturación de la columna porque la velocidad de filtración se redujo demasiado, hasta bloquear por completo el paso de la solución.



**Figura No 15** Gráfico de promedios de retención de plomo en solución a diferentes pH no importando el tipo de arcilla.

En la figura 15 se observa la variación que producen los cambios de pH en las soluciones de plomo (nitrato de plomo trihidratado) durante la retención en las columnas. Cada punto que se ve en la línea del gráfico es el promedio de cuatro lecturas (dos con arcilla natural y dos con arcilla acidificada), despreciando la variación producida por los diferentes tipos de arcilla se nota una diferencia significativa entre las soluciones de pH 2.0 y pH 4.0 y las soluciones de pH 2.0 y pH 6.0; pero no así entre las soluciones de pH 4.0 y pH 6.0. Porque aunque hay una variación, esta no es suficientemente grande para ser significativa, según se demuestra en la figura 15



**Figura No 16** Gráfico de promedios de retención de plomo en solución en arcilla natural y acidificada no tomando en cuenta los pH de la solución.

En el presente gráfico se puede apreciar la variación que produce el proceso de activación con ácido sulfúrico a la capacidad de retención de plomo en columna. Cada punto en la línea del gráfico es el promedio de seis lecturas (pH 2.0, 4.0, y 6.0 cada una por duplicado).

Se puede observar que al principio de la filtración las columnas preparadas con arcilla natural presentan una mayor retención de plomo, con respecto a las columnas preparadas con arcilla acidificada; pero a medida va pasando el tiempo estas dejan pasar una mayor cantidad de plomo. En cambio las

columnas preparadas con arcilla acidificada se mantienen por más tiempo reteniendo el plomo, esto se debe a que, con la acidificación parte de la caolinita (principal componente de la arcilla), se transforma por un desordenamiento en su estructura en halloysita un mineral de arcilla que posee mayor capacidad de intercambio cationico, lo que permite tener por más tiempo una baja concentración de plomo en el filtrado.

Las diferentes comparaciones pareadas y pruebas estadísticas realizadas a los resultados indican que: La arcilla acidificada ofrece una capacidad de retención de plomo mayor que la natural, especialmente cuando el pH de la solución filtrante es de 4.0 y como era de esperar, con el paso del tiempo la retención disminuye presentando ésta su mayor eficiencia en los primeros 30 minutos.



## **VI. CONCLUSIONES**

## 6.0 CONCLUSIONES

- 1) Según el difractograma en la arcilla natural se tiene caolinita, en mayor concentración lo que se corrobora con el resultado de superficie específica de 49.62 m<sup>2</sup>/g.
- 2) La difracción de rayos x verifica que la arcilla natural sufre cambios estructurales en su composición química afectando su capacidad de intercambio catiónico.
- 3) Al regular el pH de las soluciones de plomo de pH 4.0 y 6.0 no existe diferencia significativa en la capacidad de retención de plomo, resultando innecesario regular el pH de dichas soluciones.
- 4) A pH 4.0 la capacidad de retención de plomo es mayor independiente del tipo de arcilla.
- 5) En el estudio realizado se comprobó que la arcilla es capaz de retener plomo en solución y esto se debe a la presencia de sitios activos o cargas negativas generadas principalmente por Sustituciones isomórficas, Enlaces insaturados y la disociación de grupos hidroxilos.

- 6) La solución de plomo a pH 4.0 favorecen la retención del catión. Por que a este pH se disocia completamente, aumentando el contacto con los sitios receptores de cationes.
- 7) Los cambios observados en cuanto a la apariencia y el aumento de la capacidad de retención se debe a que, el proceso de acidificación modifica la estructura petrológica de la caolinita convirtiéndola en halloysita
- 8) En el proceso de activación de la arcilla además de sufrir un cambio en la estructura de su principal componente caolinita, se da también una mejor exposición de los sitios receptores de cationes y la eliminación de impurezas.
- 9) La capacidad de retención de plomo independiente del pH de la solución, es mayor en la arcilla acidificada.
- 10) La arcilla presenta una mayor capacidad de retención de plomo en los primeros tiempos de muestreo; Se debe a que la arcilla sufre cambios fisicoquímicos y con el paso del tiempo ésta se va saturando.

## **VII. RECOMENDACIONES**

## 7.0 RECOMENDACIONES

- 1) La arcilla debe ser sometida a un proceso de acidificación, para poder ser utilizada en la retención de plomo.
- 2) Promover los estudios que lleven a aumentar el valor de los recursos naturales salvadoreños, a manera de dar solución a problemas existentes en nuestro medio con recursos al alcance de toda la población. Como es el uso de la arcilla en aguas contaminadas por el plomo.
- 3) Realizar un estudio más profundo de la calidad del agua filtrada en arcilla y de esta forma llevar a la práctica un proyecto de purificación de agua para consumo humano, para favorecer aquellas áreas especialmente rurales en que no se cuenta con servicio de agua potable.
- 4) Promover en la industria galvano técnica y otras, que den un tratamiento previo a la descarga de contaminantes metálicos, para disminuir la contaminación.
- 5) Realizar un estudio más amplio en donde se analice toda la arcilla que existe en el país, ya que este recurso por las diversas propiedades que presenta puede ser utilizado en la industria, además de su uso en cerámica artesanal.

## **BIBLIOGRAFIA**

## BIBLIOGRAFIA

- 1- APHA (American Public Health Association), 1992, Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales, 17º edición, Madrid, España, Editorial Díaz de Santos. Sección 3-111A, p. 3-14 - 3-25.
- 2- Authority of the United States Pharmacopeial Convention, Inc., 2002, The United State Pharmacopeia 25 USP, The National Formulary 20 January 2002.
- 3- Berenson, M. y Levine, D. 1992, Estadística básica en administración, 4º edición, México, Prentice-Hall Hispanoamérica S.A. p. 110-125
- 4- Braun, Eliécer, 1997, Difracción de rayos X (en línea), 2º edición, México, México, 8 jul. 2004. Disponible en:  
[http://www.omega.ilce.edu.mx:3000/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/26/htm/SEC\\_9.htm](http://www.omega.ilce.edu.mx:3000/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/26/htm/SEC_9.htm), Julio 2004.
- 5- Canales, F., Alvarado E. y otros, 1986, Metodología de la investigación, Manual para el desarrollo de personal de salud, primera edición, Organización Panamericana para la Salud (O.P.S.) p. 134-141

- 6- Echavarría Isaza, A. y otros, 1998. Uso de bentonita en aguas residuales de curtiembres para la remoción de cromo (III) (en línea). Bogotá, Colombia. Consultado 20 abril 2004. Disponible en:  
<http://www.iefes.gov.co/revistas/recolqui/982701/REMOCION.html>,il.
- 7- Esquivel, Olga, 1994, Investigación aplicada sobre el impacto ambiental de la contaminación del agua y sensibilización social sobre la problemática (en línea). San Salvador, El Salvador. Consultado 6 julio 2004. Disponible en: <http://www.uca.edu.sv/investigacion/fiaes/fiaes2.html>.
- 8- Estevenson, M., 1992. Que es y lo que puede hacer para protegerse (en línea), New Jersey, E.E. U.U. Consultado 6 junio 2004 Disponible en: <http://www.lsnjlaw.org/español/lugardondevivo/lead.cfm#top#top>.
- 9- Hernández, V. y otros, 2002, Análisis químico y mineralógico de materia prima de diversas regiones de El Salvador y su formulación para uso en cerámica fina, Trabajo de graduación, Facultad de Química y Farmacia, Universidad de El Salvador, San Salvador, El Salvador, p. 102
- 10- Larreynaga, R. 1988, Determinación por absorción atómica del contenido total de plomo por agotamiento en loza vidriada en medio ácido y alcalino, Trabajo de graduación, Facultad de en Química y Farmacia, Universidad nueva San Salvador, San Salvador, El Salvador.



- 11- Océano Editorial, Diccionario de medicina OCEANO MOSBY, 1996, 4º edición, Barcelona, España, Editorial OCEANO S.A. p. 1504.
  
- 12- OMS (Organización Mundial para la Salud), Guías para la calidad del agua de bebida (en línea), 2002. Consultado 10 julio 2004. Disponible en:  
<http://www.cepis.org.pe/>.
  
- 13- Pinzón Bello, J. 1997, Superficie específica de una bentonita mediante la absorción de azul de metileno, Revista colombiana de química (en línea), Bogotá, Colombia. Consultada 15 may. 2004. Disponible en:  
<http://www.iefes.gov.co/revistas/recolqui/982701/te.html>.
  
- 14- Romero, E. 1996. Las arcillas: propiedades y usos (en línea), Madrid, España. Consultado 15 feb. 2004. Disponible en:  
<http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/arcillas.htm#caolin#caolin>.
  
- 15- Taborga, H. 1980, Como hacer una tesis, 7º edición, Hidalgo, México, Grijalbo, 219 p.

## **GLOSARIO**

## GLOSARIO

**ARCILLA:** es un silicato de aluminio hidratado, en forma de roca plástica, impermeable al agua y bajo la acción del calor se deshidrata, endureciéndose mucho <sup>(14)</sup>.

**ALBUMINURIA:** presencia de cantidades excesivas de proteína generalmente, generalmente albúmina, en la orina <sup>(11)</sup>.

**CAQUEXIA:** deterioro general del estado de salud con malnutrición y debilidad <sup>(11)</sup>.

**CILINDRO:** estructura de diminuta dimensión formada por depósitos minerales u otras sustancias en las paredes de los tubulos renales, bronquiolos u órganos <sup>(11)</sup>.

**CILINDRURIA:** presencia de cilindros en la orina <sup>(11)</sup>.

**MENINGOENCEFALITIS:** cualquier infección o inflamación a nivel de encéfalo y de las membranas que recubre el cerebro y la medula espinal <sup>(11)</sup>.

**NEFRITIS:** amplio grupo de enfermedades renales caracterizadas por inflamación y alteración de la función renal <sup>(11)</sup>.

**OLIGURIA:** disminución de la capacidad de formación y eliminación de orina de forma que los productos finales del metabolismo no pueden ser excretados eficientemente <sup>(11)</sup>.

## **ANEXOS**

## **ANEXO 1**

## RECURSOS MATERIALES

### MATERIA PRIMA:

Arcilla natural

Arcilla acidificada

### REACTIVOS:

Ácido sulfúrico 3N

Ácido nítrico concentrado

Ácido nítrico 1:4

Hidróxido de amonio concentrado

Hidróxido de amonio 1:9

Solución de plomo de reserva 100 ppm

Solución de plomo de trabajo 2 ppm

Azul de metileno trihidratado MERK

Solución de azul de metileno de 1.0 g/L

### CRISTALERIA:

Columnas de vidrio

Balones

Agitadores

Balones de fondo redondo

Probetas

Vidrio reloj

Pipetas volumétricas

Pipetas mohr

Crisol

Tubos de ensayo con tapa de rosca

Beakers

#### EQUIPO:

Balanza analítica

Balanza granataria

Baño María

Cámara extractora de gases

Desecadores

Estufa

Hot plate

Refrigeradora

Espectrofotómetro Lambda 12

Espectrofotómetro de absorción atómica PERKIN ELMER 3110

Difractómetro de rayos X Philips PW-1730

pHMETRO METTLER TOLEDO 355 Ion Analyzer

OTROS:

Espátulas

Mechero

Gradillas

Malla de asbesto

Pinza de extensión

Pinza de sostén

Trípodes

Soportes

Mascarilla

Guantes de goma

Tijeras

Algodón estéril

Gasa estéril

Papel toalla

Papel glassin

Papel pH

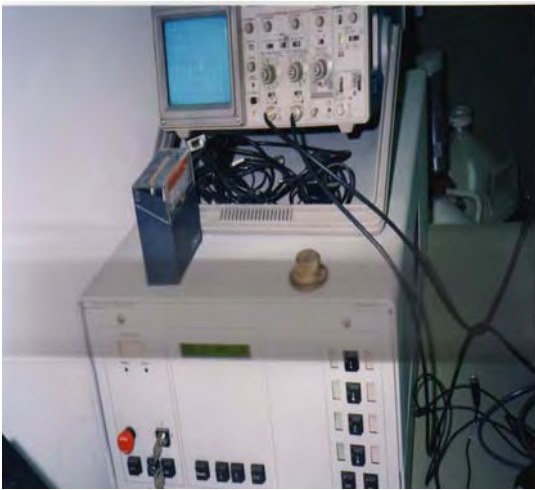
Papel filtro Whatman No. 40

Termómetro

Tamiz

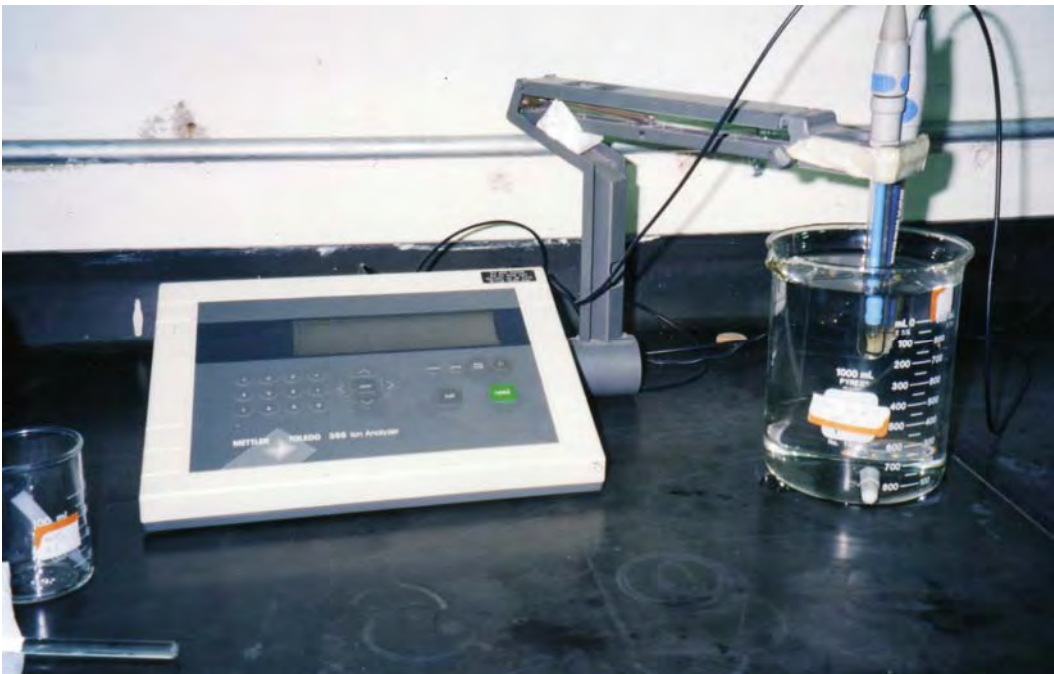


## ANEXO 2



**Figura No 17** Equipo de difracción de rayos x philips pw-1730

### ANEXO 3



**Figura No 18** pHmetro mettler toledo 355 Ion Analyzer

## **ANEXO 4**

## **PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LA COMPOSICION MINERALOGICA POR DIFRACCION DE RAYOS X.**

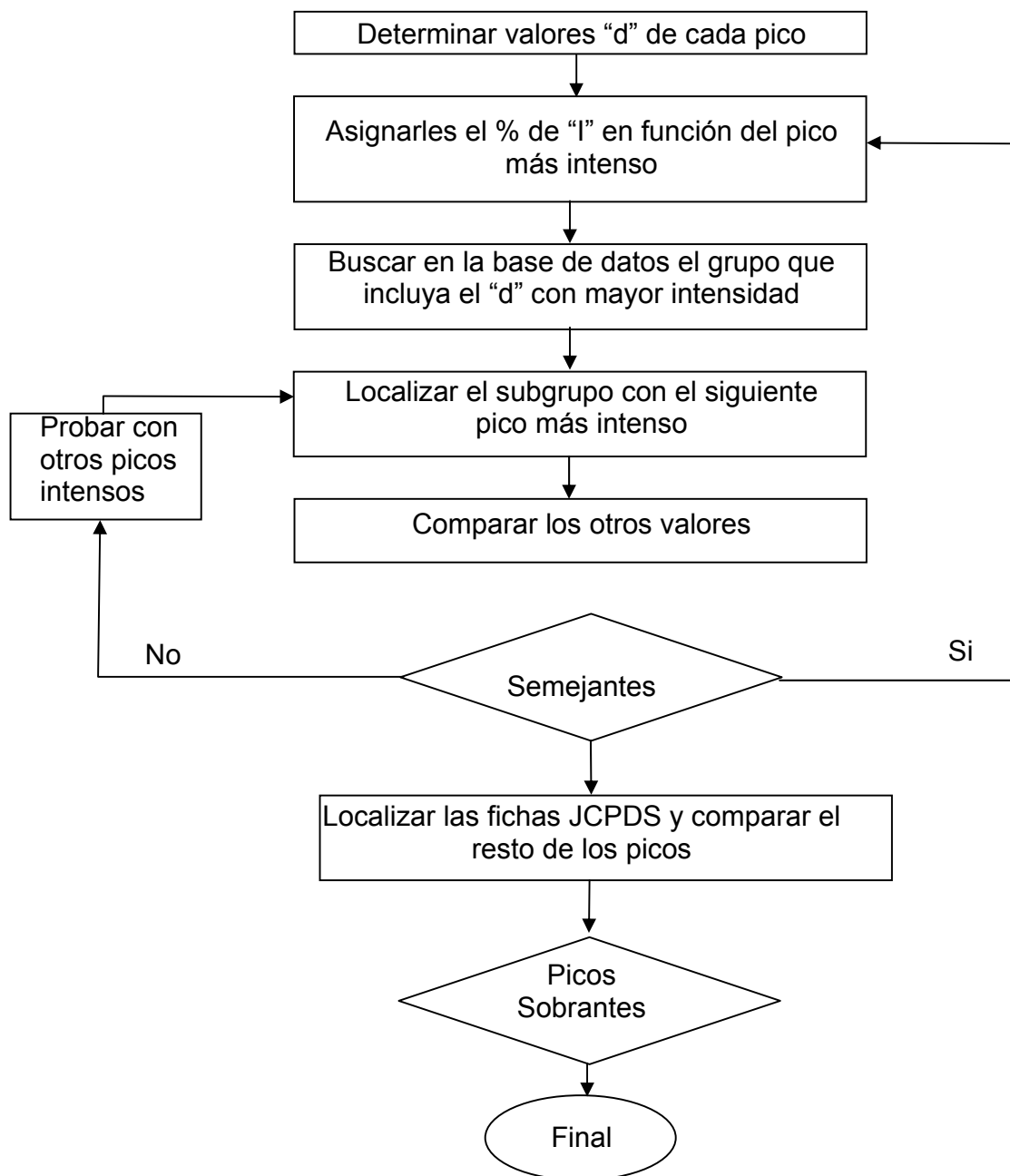
1. Procedimiento para la preparación de la muestra de arcilla en vidrio.
  - 1.1 Pulverizar en seco la muestra de arcilla utilizando un mortero automático hasta alcanzar el tamaño monomineralico (0.5 a 1 mm).
  - 1.2 Pulverizar en un mortero de ágata la muestra, hasta llevar el material a un tamaño de 5 a 10  $\mu\text{m}$ . Es importante señalar que debe agregarse agua o preferentemente acetona para evitar dañar por deformación la estructura de los cristales.
  - 1.3 Colocar una cantidad de 0.1 g aproximadamente de arcilla pulverizada sobre el porta objetos de vidrio de 3 x 2 cm.
  - 1.4 Agregar 1 ó 2 gotas de agua.
  - 1.5 Dispersar la muestra con el borde de otro vidrio esparciéndola en la mitad del porta objeto de manera uniforme y homogénea.
  - 1.6 Dejar secar al aire, esta operación se realiza varias veces hasta cubrir el vidrio con una delgada capa de sedimento.
2. Procedimiento para la operación del difractómetro Philips PW-1730.

Para poner en marcha el difractómetro y coleccionar el espectro de difracción de una muestra se siguen las siguientes instrucciones.

  - 2.1 Encender el modulo del generador de potencial constante (Manis) dejando luego un tiempo de estabilización de 10 minutos antes de encender el alto voltaje.
  - 2.2 Encender la fuente de alimentación del Goniómetro.
  - 2.3 Encender la computadora y abrir el programa FENIX V. 2.0
  - 2.4 Encender el sistema de enfriamiento.
  - 2.5 Encender al alto voltaje y estabilizar el sistema durante 5 minutos.

- 2.6 Inicializar la marcha del Goniómetro haciendo dos “Clic” consecutivos con el botón izquierdo del mouse sobre el botón “GON” que se muestra en la esquina superior izquierda de la pantalla.
- 2.7 Incrementar el voltaje y la corriente (Kv y mA) en intervalos de 5 Kv y 5 mA hasta 40 Kv y 30 mA respectivamente cuidando de mantener siempre los valores de  $Kv > mA$ .
- 2.8 Colocar la muestra que va ha ser analizada dentro en el eje porta muestras del goniómetro.
- 2.9 Fijar el ángulo de inicio del goniómetro colocando la palanca del motor en posición de embrague ([ ]) girando la manivela hasta la posición del ángulo de inicio el cual es definido dependiendo de la muestra que se va a analizar.
- 2.10 Restablecer el “paso” de adquisición de los datos en la computadora.  
Para ello se busca la opción “adquisición” y aparece el formulario para introducir los datos del análisis, entonces se fija el ángulo de inicio y el ángulo final para un barrido pequeño que puede ser de 0.3 ó 0.5° se hace un clic sobre la casilla velocidad 1 para actualizar las cuentas; se da “aceptar” y luego en la pantalla principal se da “adquirir datos”. Una vez finalizada la adquisición se activa la “calibrar” entonces desplegar el menú y allí se activa “paso” apareciendo una pequeña ventana donde se da clic a la tecla “restablecer”.
- 2.11 Embragar el goniómetro, rectificar el ángulo de inicio y desembragar.
- 2.12 Abrir la ventana (4) del tubo de rayos X presionando simultáneamente los botones “sutes” y 4 – 1 en el panel de control.
- 2.13 Introducir los siguientes datos de la muestra en “pociones”  
—————→ “adquisición”:  
Nombre del archivo, comentarios, ángulo de inicio, ángulo final, hacer clic sobre la casilla “vel 1” para actualizar las cuentas “aceptar”.
- 2.14 En la pantalla principal se hace clic sobre “adquirir datos”.

- 2.15 Al finalizar la adquisición es necesario ajustar el paso, para ello se va a “calibrar” luego a “paso” y en la casilla de “ángulo final corregido” se coloca el valor que indica el dial del goniómetro y se da “ajustar”.
- 2.16 Guardar el archivo del registro en “archivo” —————> “guardar”.
- 2.17 Se cuenta con el sistema TRACES en versión demo, el cual es utilizado para realizar la primera parte del proceso de identificación cuyas instrucciones se detallan a continuación:
- 2.17.1 En la computadora se abren los programas TRACES y FENIX este ultimo es el programa de adquisición de los datos del difractograma.
- 2.17.2 El archivo guardado en el programa FENIX v2 se transfiere al programa TRACES: en la ventana principal de FENIX v2 el menú de archivo se selecciona la opción “examinar” en la que se obtiene todos los archivos guardados, al encontrar el archivo deseado se da “aceptar” y este lo selecciona como si fuera el archivo de demostración “DEMOKA 2”.
- 2.17.3 Se pasa al programa TRACES y en el menú de archivo se selecciona abrir, al aparecer los archivos se elige para abrir el archivo “DEMOKA 2”.
- 2.17.4 Para identificar los valores “d”,  $2\theta$ , intensidad relativa de cada pico y el correspondiente número de cuenta, se da un clic derecho sobre cada pico y en la barra inferior se muestra la información. Como el programa es de demostración hay que hacer la localización de los picos de esta manera y luego buscar en los manuales JCPDS para la identificación del mineral o sustancia cristalina.



**Figura No 19** Flujograma del procedimiento esquemático del método HANAWALT para identificación de compuestos cristalinos por difracción de rayos X.

## **ANEXO 5**





**RESULTADOS DE ANALISIS EN MUESTRAS ENTREGADAS POR  
ESTUDIANTES DE QUÍMICA Y FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE EL  
SALVADOR**

Origen de muestra: Ilobasco

**Tabla 1: Resultados de análisis petrográfico y por medio de la técnica de difracción de rayos X.**

No. de muestra	Ubicación	Descripción Macroscópica	Composición Mineralógica	%
CT25-04 Muestra Arcilla acidificada	Ilobasco	Muestra de color beige, fina con algunos cristales angulares y de color amarillento	Caolinita ( $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ) Cuarzo ( $SiO_2$ ) Halloysita ( $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ )	37 36 27
CT26-04 Muestra Arcilla Natural	Ilobasco	Muestra de color anaranjado, fina con algunos cristales blancos	Caolinita ( $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ ) Cuarzo ( $SiO_2$ ) Cristobalita ( $SiO_2$ )	54 25 21

## II. Comentarios:

La única diferencia entre las dos muestras es la estructura cristalográfica de la caolinita y la presencia de halloysita. En la muestra CT25-04 (arcilla acidificada), la caolinita tiene su estructura no tan definida (en el pico  $d=4.449$ ) y se observa una cantidad mínima de halloysita.

La caolinita está presente en un rango de 37-54%, como el principal mineral de arcilla. Es un producto residual de alteración hidrotermal de los silicatos de aluminio especialmente los feldespatos. La halloysita es una forma de caolinita con estructura cristalográfica más desordenada, la cual puede absorber más agua y ser más expandibles. Probablemente, la acidificación de las arcillas cambió la estructura original de la caolinita, por lo cual se formó la halloysita.

El cuarzo es parte de los minerales de una roca ígnea y es uno de los minerales más estables y más resistentes a la alteración.

La cristobalita es un mineral de alteración que ocurre en ambiente superficial de un sistema hidrotermal,  $T < 100^\circ$

La caolinita es un mineral con la composición química de  $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ . Es conocido como "china clay" o "kaolin, derivada de Gaoling ("High Hill") en Jingde Town, Jiangxi, China.

Es un mineral suave, usualmente de color blanco producido por la alteración química de los feldspatos. En muchos lugares del mundo, es color anaranjado rojizo por la presencia de óxido de hierro, sin embargo puede también tener una coloración amarilla o anaranjada. Pertenece a los filosilicatos dioctahedrales.

La coloración rojiza de las arcillas es debido a la presencia de óxido de hierro probablemente por la alteración hidrotermal u oxidación de los minerales opacos, especialmente la magnetita y algunos minerales ferromagnésicos.

### III. Referencia:

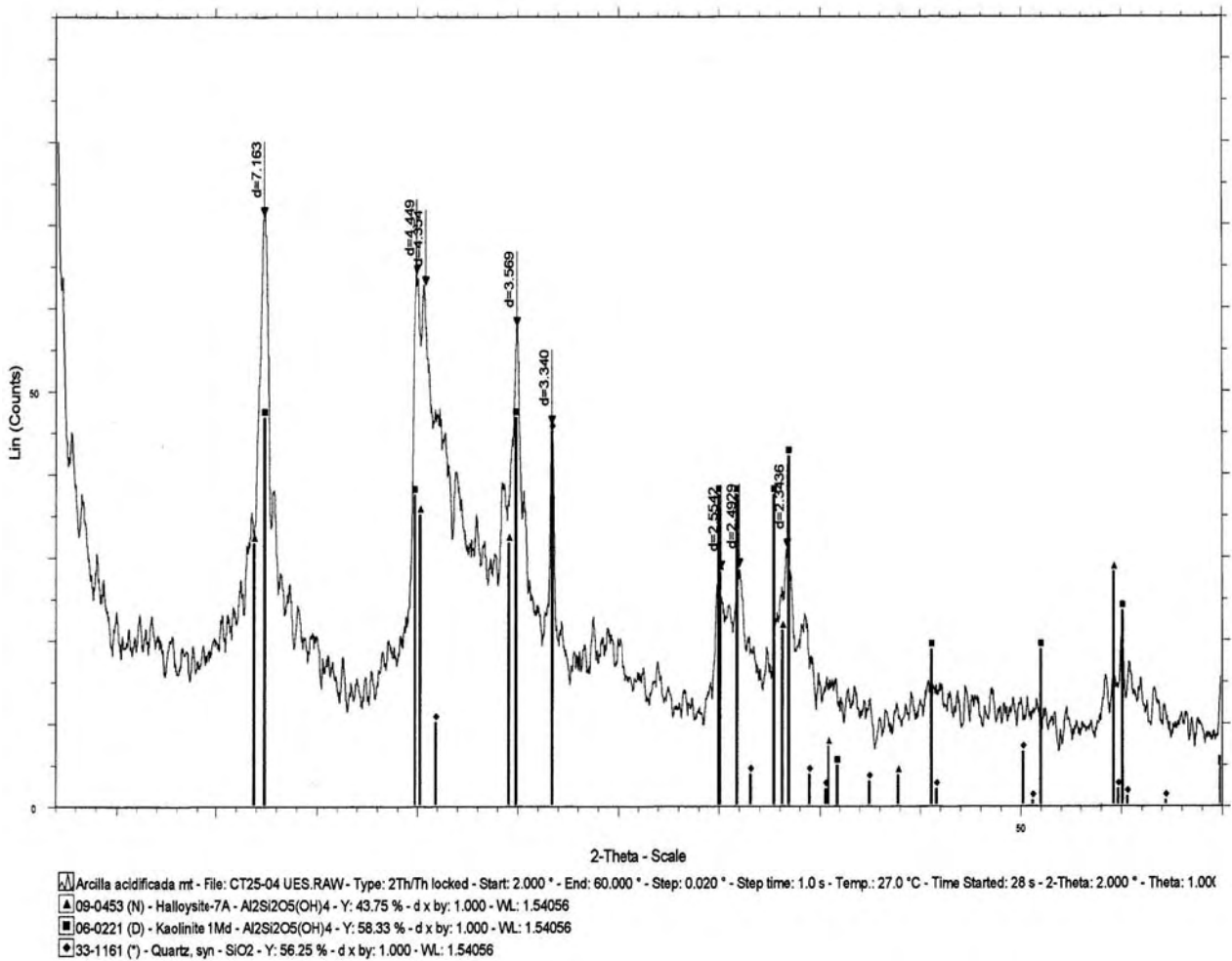
1. X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals, Duane Moore & Robert Reynolds, 1997, pp. 186)
2. Wikipedia encyclopedia, sitio de web: [en.wikipedia.org/wiki/kaolin](http://en.wikipedia.org/wiki/kaolin))

Elaborado por: Elizabeth de Henríquez

Revisado por: Arturo Quezada

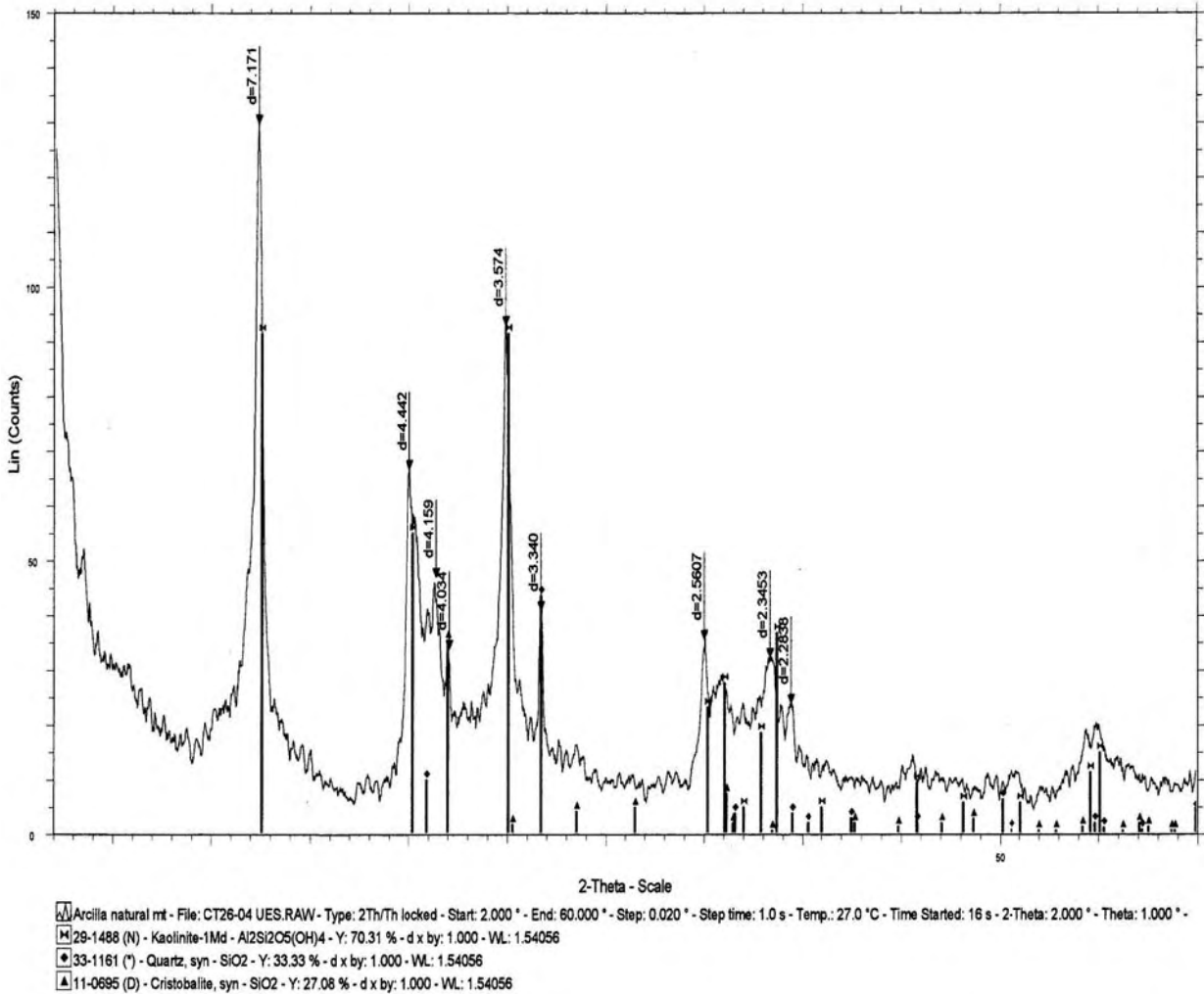


# Arcilla acidificada mt



**Figura No 20** Espectro de la composición mineralógica de la arcilla acidificada de llobasco por el método de Difracción de rayos X, realizado en La Geo.

# Arcilla natural mt



**Figura No 21** Espectro de la composición mineralógica de la arcilla natural de Ilobasco por el método de Difracción de rayos X, realizado en La Geo.

## ANEXO 6



**Figura No 22** Columna de filtración para retener plomo en solución.



## ANEXO 7

### CERTIFICADO DE ANALISIS



FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL CAFÉ  
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALITICOS  
**Sección Agroquímicos y Foliare**

INFORME No.: 99

PROPIETARIO: Francisco Parada  
DIRECCIÓN: Col. San Carlos Edif.. "A", Apto. 12"  
TELÉFONO: 225-7374

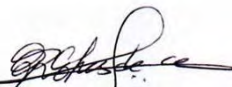
FECHAS	
RECEPCIÓN:	12/08/04
ANÁLISIS:	12/08/04
EMISIÓN:	12/08/04

#### RESULTADOS DE ANÁLISIS EN MUESTRAS DE LECTURA DE SOLUCIONES

CÓDIGO DEL LABORATORIO	IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA	LECTURA Pb	
		Absorbancia	ppm
EC- 635	Standar 0.5 ppm	0.004	0.5
EC- 636	Standar 1.0 ppm	0.009	1.0
EC- 637	Standar 2.0 ppm	0.019	2.0
EC -638	Standar 3.0 ppm	0.029	3.0

NOTA ACLARATORIA: El resultado del análisis corresponde a la muestra enviada por usted (es) a este Laboratorio. El muestreo es responsabilidad del usuario. El Laboratorio no autoriza la reproducción parcial sin la debida autorización por escrito.



  
Lic. Reina Elizabeth Funes de Cruz  
Coordinador del Laboratorio de Servicios Analíticos

  
Lic. Julio Chavez  
Técnico Analista

Oficina Central  
Avenida Manuel Gallardo, frente a Residencial Monte Sión,  
Nueva San Salvador, La Libertad, El Salvador, C.A.  
PBX: (503) 288-3088, FAX: (503) 228-0669.  
E-mail: [info@procafe.com.sv](mailto:info@procafe.com.sv) • [www.procafe.com.sv](http://www.procafe.com.sv)



## **ANEXO 8**

## CERTIFICADO DE ANALISIS



FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL CAFÉ  
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALITICOS  
**Sección Agroquímicos y Foliare**



INFORME No.: 132

PROPIETARIO: Francisco Parada  
DIRECCIÓN: ----  
TELEFONO: 225-7374

FECHAS	
RECEPCIÓN:	21/10/04
ANALISIS:	25/10/04
EMISION:	25/10/04

### RESULTADO DE ANALISIS EN MUESTRAS DE LECTURA DESOLUCIONES

CODIGO DE LABORATORIO	IDENTIFICACION DE LA MUESTRA	LECTURA PLOMO (ppm)
EC-924	Mx 1 pH= 6 30' A	3.5
EC-925	Mx 2 pH= 6 60' A	3.5
EC-926	Mx 3 pH= 6 120' A	3.5
EC-927	Mx 4 pH= 6 180' A	3.5
EC-928	Mx 5 pH= 6 240' A	7.1
EC-929	Muestra sin filtrar pH= 6 N/A	36.1
EC-930	Mx 1 pH= 6 30' N	1.8
EC-931	Mx 2 pH= 6 60' N	5.7
EC-932	Mx 3 pH= 6 120' N	7.0
EC-933	Mx 4 pH= 6 180' N	5.0
EC-934	Mx 5 pH= 6 240' N	6.8
EC-935	Mx 1 pH= 4 30' A	3.4
EC-936	Mx 2 pH= 4 60' A	3.7
EC-937	Mx 3 pH= 4 120' A	3.8
EC-938	Mx 4 pH= 4 180' A	3.7
EC-939	Mx 5 pH= 4 240' A	5.0
EC-940	Mx Sin filtrar pH= 4 N/A	35.8

Oficina Central  
Avenida Manuel Gallardo, frente a Residencial Monte Sion,  
Nueva San Salvador, La Libertad, El Salvador, C.A.  
PBX: (503) 288-3088, FAX: (503) 228-0669.







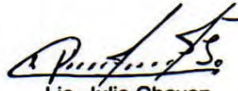
FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL CAFÉ  
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALITICOS  
**Sección Agroquímicos y Foliars**

CODIGO DE LABORATORIO	IDENTIFICACION DE LA MUESTRA	LECTURA PLOMO (ppm)
EC-941	Mx 1 pH= 4 30' N	3.2
EC-942	Mx 2 pH= 4 60' N	3.5
EC-943	Mx 3 pH= 4 120' N	3.7
EC-944	Mx 4 pH= 4 180' N	3.9
EC-945	Mx 5 pH= 4 240' N	4.8
EC-946	Mx 1 pH= 2 30' A	4.2
EC-947	Mx 2 pH= 2 60' A	4.4
EC-948	Mx 3 pH= 2 120' A	5.1
EC-949	Mx 4 pH= 2 180' A	6.1
EC-950	Mx 5 pH= 2 240' A	6.8
EC-951	Muestra sin filtrar pH= 2 N/A	36.6
EC-952	Mx 1 pH= 2 30' N	0.3
EC-953	Mx 2 pH= 2 60' N	5.0
EC-954	Mx 3 pH= 2 120' N	20
EC-955	Mx 4 pH= 2 180' N	27.7
EC-956	Mx 5 pH= 2 240' N	30.4

**NOTA ACLARATORIA:** El resultado del análisis corresponde a la muestra enviada por usted (es) a este Laboratorio. El muestreo es responsabilidad del usuario. El laboratorio no autoriza la reproducción parcial Sin la debida autorización por escrito.

  
Lic. Reina Elizabeth Funes de Cruz  
Coordinador del Laboratorio de Servicios Analíticos



  
Lic. Julio Chavez  
Técnico Analista

Oficina Central  
Avenida Manuel Gallardo, frente a Residencial Monte Sión,  
Nueva San Salvador, La Libertad, El Salvador, C.A.  
PBX: (503) 288-3088, FAX: (503) 228-0669.  
E-mail: [info@procafe.com.sv](mailto:info@procafe.com.sv) • [www.procafe.com.sv](http://www.procafe.com.sv)



## ANEXO 9

### CERTIFICADO DE ANALISIS



FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL CAFÉ  
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALITICOS  
**Sección Agroquímicos y Foliare**



INFORME No.: 116

PROPIETARIO: Francisco parada  
DIRECCIÓN: Universidad Nacional  
TELÉFONO: 225-7374

FECHAS	
RECEPCIÓN:	08/09/04
ANÁLISIS:	08/09/04
EMISIÓN:	08/09/04

#### RESULTADOS DE ANÁLISIS EN MUESTRAS DE LECTURA DE SOLUCIONES

CÓDIGO DELABORATORIO	IDENTIFICAIÓN DE LA MUESTRA	LECTURA Pb (ppm)
EC - 814	1 - Sln . filtrada pH = 6	N.D.
EC- 815	2 - Sln. Filtrada pH = 6	N.D.
EC- 816	3 - Sln. Filtrada pH = 6	N.D.
EC- 817	4 - Sln. Sin Filtrar pH = 6	21.25
EC - 818	1- filtrado pH = 10	N.D.
EC - 819	2- filtrado pH = 10	N.D.
EC -820	3- filtrado pH = 10	N.D.
EC- 821	4- sin filtrar pH = 10	2.75

NOTA ACLARATORIA: El resultado del análisis corresponde a la muestra enviada por usted (es) a este Laboratorio. El muestreo es responsabilidad del usuario. El Laboratorio no autoriza la reproducción parcial sin la debida autorización por escrito.

N.D.: No se detecta

Método: Espectrofotometría de Absorción atómica con llama

  
Lic. Reina Elizabeth Funes de Cruz  
Coordinador del Laboratorio de Servicios Analíticos



  
Lic. Mayra Galdámez.  
Técnico Analista

Oficina Central  
Avenida Manuel Gallardo, Frente a Residencial Monte Sión,  
Nueva San Salvador, La Libertad, El Salvador, C.A.  
PBX: (503) 288-3088, FAX: (503) 228-0669  
E-mail: info@procafe.com.sv • www.procafe.com.sv





## ANEXO 10

### CERTIFICADO DE ANALISIS



FUNDACIÓN SALVADOREÑA PARA INVESTIGACIONES DEL CAFÉ  
LABORATORIO DE SERVICIOS ANALITICOS  
**Sección Agroquímicos y Foliare**



INFORME No.: 119

PROPIETARIO: Francisco Parada  
DIRECCIÓN: Col. San Carlos Edif.. "A , Apto. 12"  
TELÉFONO: 225-7374


FECHAS	
RECEPCIÓN:	22/09/04
ANÁLISIS:	22/09/04
EMISIÓN:	22/09/04

#### RESULTADOS DE ANÁLISIS EN MUESTRAS DE LECTURA DE SOLUCIONES

CÓDIGO DELABORATORIO	IDENTIFICAIÓN DE LA MUESTRA	LECTURA Pb	
		Absorbancia	ppm
EC- 824	Mx 1 pH= 6	0.396	29.7
EC- 825	Mx 2 pH= 6	0.641	40.5
EC- 826	Mx 3 pH= 6	0.708	42.4
EC -827	Mx 4 pH= 6	0.726	43.2
EC- 828	Mx 5 pH= 6	0.752	44.2
EC- 829	Mx 6 pH= 6	0.751	43.9
EC- 830	Mx 7 pH= 6	0.752	43.9
EC- 831	Mx sin filtrar pH= 6	0.759	44.7

NOTA ACLARATORIA: El resultado del análisis corresponde a la muestra enviada por usted (es) a este Laboratorio. El muestreo es responsabilidad del usuario. El Laboratorio no autoriza la reproducción parcial sin la debida autorización por escrito.



  
Lic. Reina Elizabeth Funes de Cruz  
Coordinador del Laboratorio de Servicios Analíticos

  
Lic. Mayra Baldamez  
Técnico Analista

Oficina Central  
Avenida Manuel Gallardo, Frente a Residencial Monte Sión,  
Nueva San Salvador, La Libertad, El Salvador, C.A.  
PBX: (503) 288-3088, FAX: (503) 228-0669.  
E-mail: [info@procafe.com.sv](mailto:info@procafe.com.sv) • [www.procafe.com.sv](http://www.procafe.com.sv)



## **ANEXO 11**

## PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR pH EN ARCILLA

- 1- Calibrar pHmetro con buffer fosfato pH = 2.0
- 2- Calibrar pHmetro con buffer fosfato pH = 7.0
- 3- Dispersar 4.0 g de arcilla en 200 mL de agua destilada, mezclando vigorosamente por un minuto para facilitar la dispersión.
- 4- Leer el pH de la muestra de arcilla.

Ejemplo de cálculo de la desviación estándar

Arcilla natural

$$\sum X_i = 4.90 + 4.80 + 5.00 = 14.70$$

$$\sum X_i^2 = 24.01 + 23.04 + 25.00 = 72.05$$

Promedio = 4.90

$$\frac{(\sum X_i)^2}{N} = \frac{(14.70)^2}{3} = 72.03$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N X_i^2 - \left(\frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N}\right)^2}{N - 1}}$$

$$S = \sqrt{\frac{72.05 - 72.03}{3 - 1}}$$

$$S = 0.10$$

$$CV = (S / X) \times 100\%$$

$$CV = \frac{0.10}{4.90} \times 100\% = 2.04\%$$

Arcilla acidificada

$$\sum X_i = 2.60 + 2.40 + 2.40 = 7.40$$

$$\sum X_i^2 = 6.76 + 5.76 + 5.76 = 18.28$$

Promedio = 2.50

$$\frac{(\sum X_i)^2}{N} = \frac{(7.40)^2}{3} = 18.25$$

$$S = \sqrt{\frac{18.28 - 18.25}{3 - 1}}$$

S = 0.12

CV = (S / X) x 100 %

$$CV = \frac{0.12}{2.50} \times 100\% = 4.80\%$$

## **ANEXO 12**

## **CUANTIFICAR PLOMO POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.**

### Reactivos y estándar

- Acido nítrico concentrado, el cual es usado para acidificar las muestras
- Gas acetileno industrial: acetona esta siempre presente dentro de los cilindros de acetileno, el cual puede producir severos daños al equipo, por lo tanto se recomienda remplazar el cilindro cuando se tiene un remanente de 80 psi de acetileno.
- Compresor de aire, el cual debe ser purgado una vez por semana y tiene un filtro en el sistema para remover agua, aceite o cualquier otro tipo de impureza.
- Agua desionizada acidificada: adicionar 10 mL de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) concentrado en 500 mL de agua desionizada.
- Estándar de 100 mg/L de plomo (nitrato de plomo trihidratado) acidificado, los cuales pueden obtenerse comercialmente.
- Soluciones estándar de trabajo: Preparar al menos 4 estándares 0.5, 1.0, 2.0 y 3.0 ppm.

Preparación del blanco: adicionar 2 mL de ácido nítrico concentrado y llevar a un volumen de 100 mL con agua desionizada.



Procedimiento:

- 1- Optimizar el instrumento de acuerdo al manual de operaciones del mismo, tomando en cuenta todas las medidas de seguridad especificadas por el fabricante del equipo.
- 2- Lavar previamente el sistema de autodilución de muestras para eliminar cualquier tipo de contaminación en todo el sistema de bombeo.
- 3- Luego verificar la sensibilidad y estabilidad de la señal, utilizando el estándar más alto preparado para la curva de calibración.
- 4- Luego de realizar la calibración del equipo, proceder a leer un estándar como muestra. Aspirar muestra y leer la concentración.
- 5- Si la concentración de la muestra se encuentra fuera de los rangos de concentración de la curva de calibración, se procede a realizar la respectiva dilución, la cual queda a criterio del analista.

Cálculos.

Para muestras diluidas el cálculo final en mg/L de plomo se realiza usando la siguiente ecuación.

mg/L de plomo = Concentración de plomo leída por el equipo x factor de dilución.