

**Universidad Católica de Santa María**

**Facultad de Ciencias Farmacéuticas, Bioquímicas y Biotecnológicas**

**Escuela Profesional de Ingeniería Biotecnológica**



**BIORREMOCIÓN CON SEMILLA DE PAPAYA AREQUIPEÑA  
(*Vasconcellea pubescens*) PARA CROMO TOTAL EN EFLUENTES DE  
CURTIEMBRES, AREQUIPA**

Tesis presentada por los bachilleres:  
**Córdova Pantigoso, Arely Mayoly  
Medina Delgado, Miguel Octavio**  
Para optar el Título Profesional de:  
**Ingeniero Biotecnólogo**

**Asesor:**  
**Dr. Roque Rodríguez, Francisco J.**

**AREQUIPA - PERÚ  
2019**

UNIVERSIDAD CATOLICA SANTA MARIA  
Facultad de Ciencias Farmacéuticas, Bioquímicas  
y Biotecnológicas  
Programa Profesional de Ingeniería Biotecnológica

Expediente N°. 15007779  
N° Trámite en Fac. 231-2015  
Fecha Recep. Fac. 05-03-2015

FORMATO UNICO PARA TRAMITACIÓN DE TÍTULO PROFESIONAL

DE: **MEDINA DELGADO, Miguel Octavio**  
**CORDOVA PANTIGOSO, Arely Mayoly**

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO BIOTECNOLOGO

**"EVALUACION DE LA ADSORCION, DESORCION Y RECUPERACION DE CROMO EN EFLUENTES INDUSTRIALES DE CURTIEMBRES UTILIZANDO SEMILLAS DESGRASADA DE PAPAYA AREQUIPEÑA (*Carica pubescens*)"**

DICTAMINADORES: 1) *Ing. Trinidad Gonzales Chávez* 2) *Mgter. Fredy Molina Rodríguez*

**DICTAMEN DE PLAN:** Señor Decano de la Facultad de Ciencias Farmacéuticas, Bioquímicas y Biotecnológicas, en atención a su designación, el Jurado Dictaminador del Plan de Tesis presentado por los recurrentes, cumplimos con informar que se ha revisado, formulado las observaciones y corregido, luego de lo cual consideramos que se encuentra APTO para continuar con el trámite de acuerdo al Reglamento de Grados y Títulos de la Facultad.

Atentamente

FIRMAS :

FECHA 06 - mayo - 2015

ASESOR: *Mgter. Francisco Roque Rodríguez*

**DICTAMEN ASESORÍA:** Señor Decano de la Facultad de Ciencias Farmacéuticas, Bioquímicas y Biotecnológicas, en atención a su designación como asesor del trabajo de investigación presentado por los recurrentes, tengo a bien informar que luego de verificado el cumplimiento de los objetivos y la redacción del informe con los resultados, discusión y conclusiones correspondientes y debiendo cambiar el título a **"BIORREMOCION CON SEMILLA DE PAPAYA AREQUIPEÑA (*Vasconcellea pubescens*) PARA CROMO TOTAL EN EFLUENTES DE CURTIEMBRES, AREQUIPA - 2015**, considero que el presente trabajo está APTO para continuar con el trámite, en conformidad al Reglamento de Grados y Títulos de nuestra Facultad

Atentamente

FIRMA

FECHA 03 - abril - 2019

DICTAMINADORES BORRADOR DE TESIS:

- 1) *Ing. Cinthia Córdova Barrios* 3) *Dr. Fredy Molina Rodríguez*  
2) *Ing. Trinidad Gonzales Chávez*

**DICTAMEN FINAL:** Señor Decano de la Facultad de Ciencias Farmacéuticas, Bioquímicas y Biotecnológicas, atendiendo a su designación como Dictaminadores del presente Borrador de Tesis sugiriendo se cambie el título a: **"BIORREMOCION CON SEMILLA DE PAPAYA AREQUIPEÑA (*Vasconcellea pubescens*) PARA CROMO TOTAL EN EFLUENTES DE CURTIEMBRES, AREQUIPA"**, y luego de hechas las observaciones y correcciones pertinentes, cumpliendo con las exigencias mínimas establecidas para un trabajo de investigación de Tesis profesional, por lo que consideramos APTO para continuar con los trámites estipulados en el Reglamento de Grados y Títulos de la Facultad.

Atentamente

FIRMA

(Devolver antes de 15 días hábiles) FECHA

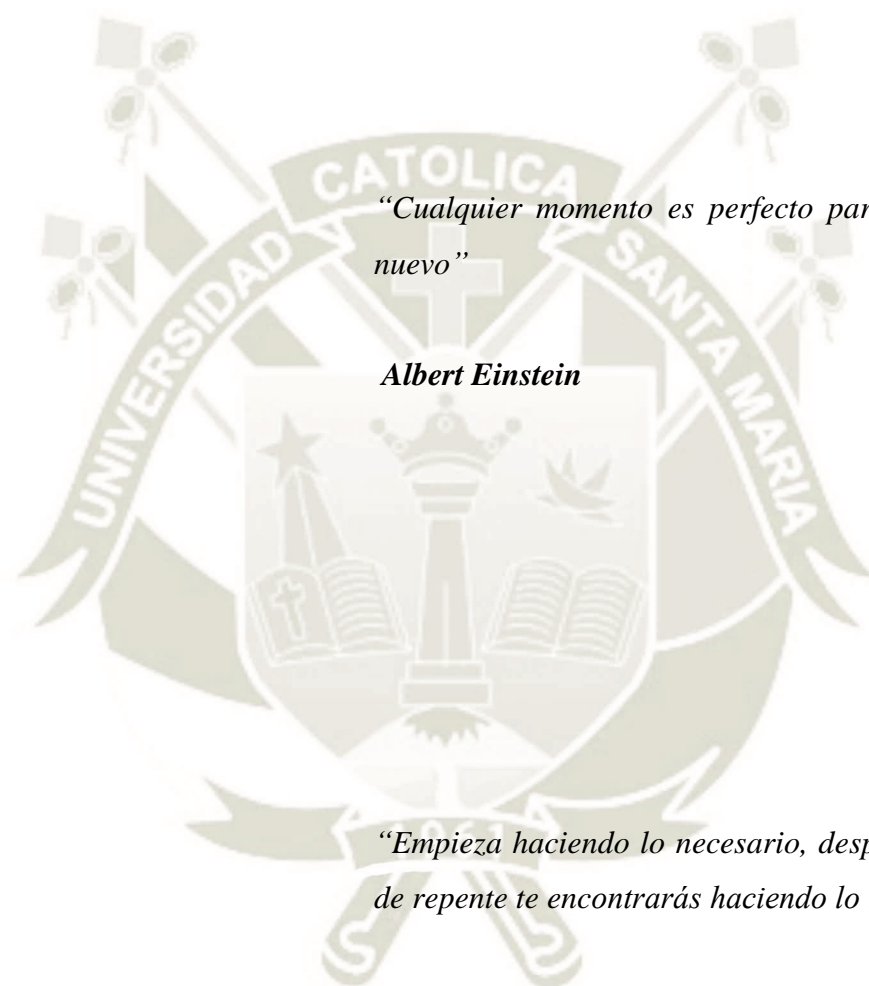
18 - julio - 2019

JURADOS: PRESIDENTE *ING. CINTHIA CORDOVA BARRIOS*  
VOCAL *ING. TRINIDAD GONZALES CHAVEZ*  
SECRETARIO *DR. FREDY MOLINA RODRIGUEZ*

FECHA *28/0/19* HORA *19.00* LOCAL *C-402*

FIRMA DEL DECANO

FECHA



*“Cualquier momento es perfecto para aprender algo nuevo”*

***Albert Einstein***

*“Empieza haciendo lo necesario, después lo posible, y de repente te encontrarás haciendo lo imposible”*

***Francisco de Asís***

## DEDICATORIA



*A mi familia por ser mi soporte, por haberme apoyado  
económicamente y moralmente en mi carrera y haber  
hecho de mi la persona que soy hoy en día.*



*Arely Córdova Pantigoso*

*Miguel Medina Delgado*



## AGRADECIMIENTOS

*A Dios, mis padres, a mis hermanos, amigos, tíos, profesores en especial a nuestro asesor Ing. Javier Roque y nuestros jurados: Ing. Cinthia Córdova, Ing. Trinidad Gonzales e Ing. Freddy Molina; por sus valiosos consejos, su amabilidad, y apreciables contribuciones con mi persona para el desarrollo de la presente investigación.*

*A los asistentes de laboratorio, Sra. Luisa y Sr. Froilán, a la facultad en la que estudiamos Biotecnología, UCSM, a ellos por su amabilidad y por atendernos siempre.  
Y a todos aquellos que de una manera u otra fueron parte de este proceso.*

*Muchas gracias...*

*Arely Córdova Pantigoso  
Miguel Medina Delgado.*

## ÍNDICE DE CONTENIDO

|  |      |
|--|------|
| <b>RESUMEN</b> .....   | I    |
| <b>ABSTRACT</b> .....  | III  |
| <b>INTRODUCCIÓN</b> .....  | V    |
| <b>HIPÓTESIS</b> .....   | VII  |
| <b>OBJETIVOS</b> .....   | VIII |
| <b>CAPÍTULO I</b> .....  | 1    |
| <b>1. MARCO TEÓRICO</b> .....  | 1    |
| 1.1. Vasconcellea pubescens (papaya arequipeña).....   | 1    |
| 1.2. Contaminación por metales pesados .....   | 3    |
| 1.3. Tecnologías de sorción de cromo.....  | 13   |
| 1.4. Fundamento metodológico.....  | 22   |
| <b>CAPÍTULO II</b> .....   | 24   |
| <b>2. MATERIALES Y MÉTODOS</b> .....   | 24   |
| 2.1. Campo de investigación .....  | 24   |
| 2.2. Materiales .....  | 24   |
| 2.3. Métodos.....  | 27   |
| <b>CAPÍTULO III</b> .....  | 50   |
| <b>3. RESULTADOS Y DISCUSIONES</b> .....   | 50   |
| 3.1. Obtención y caracterización del Adsorbente de semillas de Papaya Arequipeña (SDP).....  | 50   |
| 3.2. Determinación de las propiedades fisicoquímicas y las concentraciones de Cromo Total del agua residual de curtido (ARC) ..... | 77   |
| 3.3. Resultados de los Ensayos de Adsorción de metal cromo (VI) en sistema discontinuo o Batch.....                                | 82   |

|  |            |
|--|------------|
| 3.4. Determinación de la capacidad de desorción de agua sintética contaminada con Cromo (VI y III) del biosorbente SDP, en sistemas batch..... | 106        |
| <b>CAPÍTULO IV .....</b>   | <b>115</b> |
| <b>4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....</b>  | <b>115</b> |
| 4.1 CONCLUSIONES .....   | 115        |
| 4.2 RECOMENDACIONES .....  | 117        |
| <b>5. REFERENCIAS.....</b>   | <b>118</b> |
| <b>6. ANEXOS.....</b>  | <b>126</b> |
| ANEXO 1 .....  | 127        |
| ANEXO 2 .....  | 136        |
| ANEXO 3 .....  | 137        |
| ANEXO 4 .....  | 138        |
| ANEXO 5 .....  | 138        |
| ANEXO 6 .....  | 139        |
| ANEXO 7 .....  | 140        |
| ANEXO 8 .....  | 142        |
| ANEXO 9 .....  | 145        |
| ANEXO 10 .....   | 153        |
| ANEXO 11 .....   | 154        |
| ANEXO 12 .....   | 158        |
| ANEXO 13 .....   | 158        |
| ANEXO 14 .....   | 161        |
| ANEXO 15 .....   | 168        |
| ANEXO 16 .....   | 171        |
| ANEXO 17 .....   | 173        |
| ANEXO 18 .....   | 178        |
| ANEXO 19 .....   | 183        |
| ANEXO 20 .....   | 185        |
| ANEXO 21 .....   | 187        |

## ÍNDICE DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 1-1. Diagrama de especiación para cromo acuoso .....  | 4  |
| Figura 1-2 Proceso de Curtido y Acabado de cuero .....   | 7  |
| Figura 1-3 Posibles mecanismos en la Curtición con Cromo (III) .....   | 10 |
| Figura 1-4 Diagrama de especiación para cromo acuoso.....  | 16 |
| Figura 2-1 Configuración experimental del sistema continuo de biosorción. ....   | 46 |
| Figura 2-2. Diseño del módulo para el sistema continuo de biosorción. ....   | 47 |
| Figura 3-1. Semilla seca de <i>Vasconcellea pubescens</i> . ....   | 54 |
| Figura 3-2. Porcentaje sobre el peso seco de semillas de <i>Vasconcellea pubescens</i> .....   | 55 |
| Figura 3-3 Ploteo de $pH_{PZC}$ para la adsorción de Cromo en adsorbente SDP. Fuente:<br>Elaboración Propia. Microsoft Office Excel 2013. .... | 68 |
| Figura 3-4. Espectro FT-IR de adsorbente SDP virgen. ....  | 71 |
| Figura 3-5. Espectro FT-IR del adsorbente SDP tratado con Cromo (III y VI).....  | 71 |
| Figura 3-6. Imagen SEM de SDP a un aumento de 500X (A). ....   | 72 |
| Figura 3-7. Imágenes SEM de SDP a un aumento de 1000X (B) y 2000X (C).....   | 73 |
| Figura 3-8. Imágenes SEM de SDP – Cromo con aumentos de 400X (D) y 1000X (E). ....   | 74 |
| Figura 3-9. Espectros de análisis SEM-EDX en la muestra SDP-Cr .....   | 76 |
| Figura 3-10. Adsorción de cromo (VI) en función de la dosis de SDP. ....   | 83 |
| Figura 3-11. Adsorción en Cr (III) en función del pH. ....   | 86 |
| Figura 3-12. Porcentaje de Remoción en Cr (VI) en función del pH.....  | 87 |
| Figura 3-13. Adsorción de cromo (III y VI) en función del pH.....  | 88 |
| Figura 3-14. Cinética y porcentaje de adsorción de cromo (VI) utilizando SDP. ....   | 90 |
| Figura 3-15. Modelo cinético de Pseudo Primer Orden Fuente: Elaboración propia - Microsoft<br>Office Excel 2013. ....                          | 91 |
| Figura 3-16. Modelo cinético de Pseudo Segundo Orden (MPSO) para SDP con Cr (VI) .....   | 91 |
| Figura 3-17. Modelo cinético de Elovich para SDP con Cr (VI).....  | 92 |
| Figura 3-18. Modelo de Mecánica de adsorción Difusión intrapartícula (Weber y Morris) para<br>SDP con Cr (VI).....                             | 93 |
| Figura 3-19. Modelos cinéticos para la adsorción de Cr (VI) con SDP.....   | 95 |



|  |     |
|--|-----|
| Figura 3-20. Modelo de Isoterma de Langmuir para la adsorción de Cr (VI) con SDP. ....   | 98  |
| Figura 3-21. Modelo de Isoterma de Freundlich para la adsorción de Cr (VI) con SDP.....  | 99  |
| Figura 3-22. Modelos de Isoterma para la adsorción de Cr (VI) con SDP .....  | 100 |
| Figura 3-23. Modelos de Adsorción de cromo total de ARC en sistema continuo.....   | 105 |
| Figura 3-24. Comparación de metales que se removieron a parte del cromo. ....  | 106 |
| Figura 3-25 Desorción de Cr (VI) con diferentes tipos de eluyentes.....  | 108 |
| Figura 3-26 Desorción de Cr (VI) con eluyente EDTA a diferentes condiciones. ....  | 110 |
| Figura 6-1. Graficas de las curvas de calibración 1, 2 y 3 para el método de dicromatometría.<br>.....                             | 127 |
| Figura 6-2. Curva de Calibración promedio seleccionada para los ensayos.....   | 128 |
| Figura 6-3. Gráfico de la desviación estándar en función de la concentración de Cr (VI) para<br>la determinación de LOD y LQD..... | 128 |
| Figura 6-4 Grafico del modelo ajustado.....  | 133 |
| Figura 6-5. Residuos atípicos de los valores de la curva de calibración.....   | 134 |
| Figura 6-6. Temperatura de secado de semilla de <i>Vasconcellea pubescens</i> bajo sol indirecto.<br>.....                         | 137 |
| Figura 6-7. Determinación de $pH_{PZC}$ en el SDP para el primer ensayo .....  | 141 |
| Figura 6-8. Determinación de $pH_{PZC}$ en el SDP para el segundo ensayo.....  | 141 |
| Figura 6-9 Laboratorio de Microscopia Electrónica de la UNJBG.....   | 145 |
| Figura 6-10. Ecuación linealizada del modelo MPPO. $\ln (q_e - qt)$ Vs. Tiempo.....  | 162 |
| Figura 6-11. Ecuación linealizada del modelo MPSO. $t/Q_t$ Vs. Tiempo.....   | 163 |
| Figura 6-12. Ecuación linealizada del modelo Elovich. $Q_t$ Vs. $\ln t$ .....  | 165 |
| Figura 6-13. Ecuación linealizada del modelo Weber y Morris. $Q_t$ Vs. $t^{1/2}$ .....   | 166 |
| Figura 6-14. Isoterma de Langmuir para Cr (VI) y SDP .....   | 168 |
| Figura 6-15. Isoterma de Freundlich para Cr (VI) y SDP .....   | 170 |

## ÍNDICE DE TABLAS

|  |    |
|--|----|
| Tabla 1.1. Modelos matemáticos de isotermas (Langmuir y Freundlich).....   | 21 |
| Tabla 2.1 Reactivos utilizados en la determinación de Cromo Trivalente.....  | 36 |
| Tabla 2.2 Reactivos utilizados en la curva de calibración .....  | 37 |
| Tabla 2.3. Alícuotas para la curva de calibración de Cromo (VI) .....  | 38 |
| Tabla 2.4. Distribución de ensayos de cinética en el equipo de jarras .....  | 41 |
| Tabla 2.5. Modelos matemáticos de cinética de adsorción .....  | 42 |
| Tabla 2.6. Modelos matemáticos de Isotermas de adsorción .....   | 43 |
| Tabla 2.7. Parametro de equilibrio en la Isoterma de Langmuir.....   | 44 |
| Tabla 2.8. Condiciones iniciales para la adsorción en Batch de Cromo (VI), Cromo (III) y Cromo total en ARC.....                                     | 45 |
| Tabla 3.1. Rendimiento en peso seco de semillas de <i>Vasconcellea pubescens</i> . .....   | 51 |
| Tabla 3.2. Determinación de la humedad post-secado de semilla .....  | 52 |
| Tabla 3.3. Características físicas de la semilla de <i>Vasconcellea pubescens</i> .....  | 55 |
| Tabla 3.4 Comparación de las características de dos solventes: Etanol y Éter de petróleo. ....   | 57 |
| Tabla 3.5. Rendimiento de aceites de semilla de <i>Vasconcellea pubescens</i> utilizando diferentes tipos de extracción y solventes.....             | 60 |
| Tabla 3.6. Rendimientos porcentuales promedio de aceite y torta de semilla de <i>Vasconcellea pubescens</i> con éter de petróleo como solvente. .... | 61 |
| Tabla 3.7 Determinación del pH en el punto cero (pH pzc). .....  | 67 |
| Tabla 3.8. Longitudes de onda en los Espectros FT-IR del adsorbente virgen y el adsorbente tratado con cromo.....                                    | 70 |
| Tabla 3.9. Análisis SEM-EDX para SDP-Cr (VI). .....  | 75 |
| Tabla 3.10. Propiedades físicas del SDP.....   | 77 |
| Tabla 3.11. Caracterización fisicoquímica de ARC.....  | 79 |
| Tabla 3.12. Calidad fisicoquímica de muestras de agua ARC 4 y ARC 5.....   | 80 |
| Tabla 3.13. Determinación de la relación de cromo (VI) y cromo total en ARC 4 y 5 .....  | 80 |
| Tabla 3.14. Determinación de la remoción de cromo en función a la dosis de SDP .....   | 82 |
| Tabla 3.15. Adsorción de cromo trivalente en función del pH .....  | 85 |

|  |     |
|--|-----|
| Tabla 3.16. Adsorción de cromo (VI) en función del pH .....  | 85  |
| Tabla 3.17. Estimación de cromo (VI) adsorbido con SDP durante la cinética de adsorción .                            | 89  |
| Tabla 3.18. Modelos cinéticos en la adsorción de Cr (VI) con SDP .....   | 94  |
| Tabla 3.19. Resumen de los parámetros más importantes de los modelos cinéticos estudiados.<br>.....                  | 96  |
| Tabla 3.20. Modelos de Isotherma para la adsorción de Cr (VI) con SDP.....   | 100 |
| Tabla 3.21. Resumen de los parámetros más importantes de los modelos de isoterma<br>estudiados. ....                 | 101 |
| Tabla 3.22. Adsorción de cromo (III y VI) en solución valorada y ARC utilizando SDP ....                             | 103 |
| Tabla 3.23. Adsorción de cromo total de ARC en sistema continuo .....  | 104 |
| Tabla 3.24. Adsorción de Cr (VI) con SDP para estudios de desorción .....  | 107 |
| Tabla 3.25. Desorción de Cromo (VI) en el adsorbente SDP con diferentes eluyentes .....                              | 108 |
| Tabla 3.26 Resultados de desorción de Cr (VI) con mejoras en algunos parámetros.....                                 | 110 |
| Tabla 3.27 Resultados de desorción de Cr (VI) con mejoras en algunos parámetros.....                                 | 111 |
| Tabla 6.1 Datos de la curva de calibración 1, 2 y 3 para el método de dicromatometría. ....                          | 127 |
| Tabla 6.2. Valores orientativos del coeficiente de variación para la repetibilidad del método                        | 135 |
| Tabla 6.3. Recolección y estudio de rendimiento de las semillas de <i>Vasconcellea Pubescens</i> .<br>.....          | 136 |
| Tabla 6.4. Temperaturas de secado bajo sol indirecto de la de semilla de papaya arequipeña<br>.....                  | 137 |
| Tabla 6.5. Método 1- Peso constante: Realizado en Estufa a 110°C por 2 horas. ....                                   | 138 |
| Tabla 6.6 Método 2 - Termobalanza: Se realizó a temperatura de 131°C durante 4 min. ....                             | 138 |
| Tabla 6.7 Composición de semilla de <i>Vasconcellea pubescens</i> después de pasar por el proceso<br>de secado ..... | 138 |
| Tabla 6.8. Ensayos preliminares de extracción de aceites de semilla de papaya arequipeña                             | 139 |
| Tabla 6.9. Determinación de $pH_{PZC}$ en el SDP.....  | 140 |
| Tabla 6.10 Características del Microscopio electrónico utilizado en el ensayo.....                                   | 145 |
| Tabla 6.11 Análisis SEM-EDX de SDP (considerando el carbono).....  | 145 |
| Tabla 6.12 Análisis SEM-EDX de SDP (no considerando el carbono).....   | 146 |
| Tabla 6.13 Espectros puntuales SEM-EDX para SDP-Cr.....  | 146 |
| Tabla 6.14 Espectros e imágenes de SDP-Cr (d, e y f) .....   | 147 |

|  |     |
|--|-----|
| Tabla 6.15. Determinación de la porosidad del adsorbente SDP.....                                  | 153 |
| Tabla 6.16. Propiedades fisicoquímicas del ARC.....  | 154 |
| Tabla 6.17. Estudio de la dosis de SDP para la adsorción de Cr (VI) .....                          | 158 |
| Tabla 6.18. Determinación de la Concentración inicial de Cromo (III) para la adsorción ....        | 158 |
| Tabla 6.19. Determinación de la Concentración final de Cromo (III) y porcentaje de Adsorción ..... | 159 |
| Tabla 6.20 Estimación detallada del efecto del pH en la adsorción del cromo (VI).....              | 160 |
| Tabla 6.21 Determinación de la Concentración final de Cromo (VI) y porcentaje de Adsorción .....   | 160 |
| Tabla 6.22. Parámetros del modelo cinético MPPO para SDP con cromo (VI) .....                      | 163 |
| Tabla 6.23. Parámetros del modelo cinético MPSO para SDP con cromo (VI) .....                      | 164 |
| Tabla 6.24. Parámetros del modelo cinético Elovich para SDP con cromo (VI).....                    | 166 |
| Tabla 6.25 Análisis de las concentraciones inicial y final de cromo (VI) .....                     | 171 |
| Tabla 6.26 Análisis de las concentraciones inicial y final de cromo (III).....                     | 171 |
| Tabla 6.27 Análisis de las concentraciones inicial y final de cromo total por AA .....             | 172 |
| Tabla 6.28. Ensayos de biorremoción de cromo total en sistema continuo .....                       | 173 |
| Tabla 6.29 Condiciones de adsorción de Cromo (VI) para los ensayos de desorción .....              | 178 |
| Tabla 6.30 Determinación de la concentración real de Cromo (VI) inicial para la desorción          | 178 |
| Tabla 6.31 Análisis post adsorción de Cr (VI) con SDP para la desorción .....                      | 178 |
| Tabla 6.32 Análisis de lavado con agua a pH 4,2 post adsorción de Cr (VI) .....                    | 179 |
| Tabla 6.33 Resultados de remoción y de $C_s$ de Cr (VI) con SDP .....                              | 179 |

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS

| <i>Abrev. / Símbolo</i>   | <i>Significado</i>  |
|---|---|
| <i>ARC</i>  | Agua Residual De Curtido  |
| <i>ASTM</i>   | Sociedad Americana para Pruebas y Materiales                              |
| <i>BITC</i>   | Bencil Isotiocianato  |
| <i>C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O</i>                 | Difenilcarbazida  |
| <i>C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O</i>                                | Acetona   |
| <i>Cr (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>•9H<sub>2</sub>O</i>            | Sal de nitrato de cromo nonahidratado                                     |
| <i>Cr (OH)<sub>3</sub></i>  | Hidróxido de cromo(III)   |
| <i>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></i>                                | Óxido de cromo (III)  |
| <i>Cr<sub>6</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>5</sub>(OH)<sub>8</sub></i> | Sulfato de cromo  |
| <i>CrO<sub>3</sub></i>  | Óxido crómico   |
| <i>DBO</i>  | Demanda bioquímica de oxígeno   |
| <i>DQO</i>  | Demanda química de oxígeno  |
| <i>EDTA</i>   | Ácido etilendiaminotetraacético   |
| <i>EPA</i>  | Agencia de Protección Ambiental   |
| <i>FAO</i>  | Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura |
| <i>FDA</i>  | Administración de Alimentos y Medicamentos                                |
| <i>FeCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub></i>                              | Cromita   |
| <i>FT-IR</i>  | Espectroscopía infrarroja por transformada de fourier                     |
| <i>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></i>                                | Ácido Sulfúrico   |
| <i>HCl</i>  | Ácido Clorhídrico   |
| <i>HCrO<sub>4</sub><sup>-</sup></i>                               | Iones cromato   |
| <i>IDL<sub>b</sub></i>  | Límites de Detección Instrumental estimados                               |
| <i>K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub></i>                   | Dicromato de Potasio  |
| <i>K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub></i>                   | Dicromato de Potasio  |
| <i>KMnO<sub>4</sub></i>   | Permanganato de potasio   |
| <i>LD<sub>50</sub></i>  | Dosis letal media.  |

| <i>Abrev. / Símbolo</i>  | <b>Significado</b>  |
|--------------------------|---|
| <i>LMP</i>               | Límite máximo permisible  |
| <i>NaHCO<sub>3</sub></i> | Bicarbonato de sodio  |
| <i>NaOH</i>              | Hidróxido de sodio  |
| <i>NFPA</i>              | Asociación Nacional de Protección contra el Fuego                         |
| <i>NH<sub>4</sub>OH</i>  | Hidróxido de amonio   |
| <i>OSHA</i>              | Administración de Salud y Seguridad Ocupacional                           |
| <i>pH<sub>PZC</sub></i>  | pH en el punto de carga cero  |
| <i>PIRS</i>              | Parque Industrial Rio Seco  |
| <i>ppm</i>               | Partes por millón   |
| <i>RPM</i>               | Revoluciones por minute   |
| <i>SDP</i>               | Semilla Desgrasada de Papaya  |
| <i>SEM-EDX</i>           | Microscopio Electrónico de Barrido - Espectroscopia de energía dispersiva |
| <i>SGOT</i>              | Transaminasa aspartato aminotransferasa                                   |
| <i>SGPT</i>              | Ttransaminasa glutámico-pirúvica  |
| <i>VMA</i>               | Valores Máximos Admisibles  |
| <i>FTU</i>               | Unidad Nefelométrica de Formazina   |
| <i>SST</i>               | solidos suspendidos totales   |

## RESUMEN

En la presente investigación, se obtuvo un biosorbente ecológico a partir del subproducto de semillas papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*). La extracción de lípidos de la biomasa de semillas fue por medio de agitación con solvente éter de petróleo, con el que se obtuvo un rendimiento de 65.17 % de biosorbente denominado SDP.

El cromo puede existir en diferentes estados y se obtiene comercialmente a partir de la cromita. Los estados de oxidación más frecuentes son el trivalente y el hexavalente. El recurso agua es uno de las riquezas naturales más preciadas, no obstante, presenta contaminación antropogénica, como es el caso de la presencia del metal cromo en aguas residuales de la industria del curtido. En la muestra analizada del efluente de un tambor de curtido se determinó una concentración de Cromo total de  $3.49 \pm 0.60$  g/L, con un pH de 4.05 y a 41 °C.

El biosorbente SDP fue usado para la bioremovición de cromo III y VI en aguas sintéticas y agua residual de curtido. La dosis de biosorbente SDP fue de 0.02 g/mL. Se seleccionó un pH de 3.0 para la adsorción de Cromo (III) y un pH 2.0 de Cromo (VI). En cuanto a los modelos de cinética e isoterma en sistemas batch con agua sintética de Cromo (VI) fueron el de pseudo segundo orden y Langmuir, respectivamente.

La constante de velocidad  $k_2$  fue de 4.19 minutos; mientras que la capacidad máxima de sorción fue de  $11.95 \text{ mg}\cdot\text{g}^{-1}$  y una constante de Langmuir  $k_L$  de  $0.23 \text{ L}\cdot\text{mg}^{-1}$ . En sistema batch, se determinó la biorremoción de las especies de cromo (III) con 80.46%, mientras que en cromo (VI) con 77.88%; ambas para aguas sintéticas. Sin embargo, la biorremoción de cromo total en sistema batch con el agua residual de curtido fue de 27.81% y en sistema continuo fue de 72,60% usando el biosorbente SDP, el sistema continuo utilizó como material de soporte a la piedra pómez y un pH de adsorción de 3.0 a temperatura ambiente.

Se investigó también la desorción del SDP ligado a las especies de cromo. Se seleccionó como eluyente con EDTA 0.1M, por ser el que obtuvo un porcentaje de desorción de Cr (VI) alrededor del 55%. Cuando se modificó la temperatura de desorción de 25 a 55 °C, ésta aumentó hasta 71.01%. Sin embargo, cuando se optó por la desorción de la especie de cromo (III) a 55°C con EDTA, ésta sólo llegó a 22.08%.

**Palabras claves:** cromo, biosorción, semilla de papaya, desorción, sistema batch, sistema continuo, pH, eluyente, solvente, desgrasado, curtiembre.



## ABSTRACT

In the present investigation, an ecological biosorbent was obtained from the by-product of papaya arequipeña seeds (*Vasconcellea pubescens*). The lipid extraction from the seed biomass was obtained by stirring with petroleum ether solvent, with a yield of 65.17% of biosorbent called SDP.

Chromium can exist in different states and is found naturally in rocks, animals, plants, and soil. It is obtained commercially from chromite. The most frequent oxidation states of this element are trivalent chromium and hexavalent chromium. The water is one of the most precious natural resources, however it is a victim of anthropogenic contamination, as is the presence of chromium metal, particularly by the tanning industry. In the sample analyzed in the effluent of a tanning drum, a total Chromium concentration was determined,  $3.49 \pm 0.60$  g / L with a pH of 4.05 and at  $41^\circ\text{C}$ . It was also observed that there was a greater presence of hexavalent chromium.

The SDP biosorbent was used for adsorption of chromium III and VI in a synthetic wastewater. The dose of SDP biosorbent was 0.02 g / mL, and a pH of 3.0 was selected for the adsorption of Chromium (III) and a pH 2.0 of Chromium (VI). As for the kinetic and isothermal models in batch systems with chrome synthetic water (VI) they were the pseudo second order and with Langmuir, respectively.

The speed constant  $k_2$  was 4.19 minutes; while the maximum sorption capacity was 11.95 mg.g<sup>-1</sup> Langmuir constant  $k_L$  of 0.23 L.mg<sup>-1</sup>. In batch system, bioremoption of chromium (III) species was determined with 80.46%, in chromium (VI) with 77.88%; both for synthetic waters. While the removal of total chromium in the batch system with the tanned wastewater was 27.81% and in the continuous system it was 72.60% using the SDP biosorbent, the continuous system used as a support material for the pumice stone and a pH of adsorption of 3.0 at room temperature.

Desorption of SDP linked to chromium species was also investigated. The 0.1M EDTA was selected as eluent, since it obtained a percentage of Cr (VI) desorption around 55%. When temperatures desorption was modified from 25 to 55 ° C, it increased to 71.01%. However, when species at 55 ° C with EDTA desorption of the chromium (III) was chosen, it only reached 22.08%.

**Keywords:** chrome, biosorption, papaya seed, desorption, batch system, continuous system, pH, eluent, solvent, defatted, tannery.

## INTRODUCCIÓN

La contaminación de los recursos agua y suelo por metales pesados constituye un significativo problema medioambiental, incluso cuando están presentes en pequeñas cantidades, debido a la persistencia, efectos tóxicos y al fenómeno de bioacumulación a lo largo de la cadena alimenticia. El cromo que no puede ser degradado química ni biológicamente, genera efectos de biomagnificación y ocasiona severos daños a la flora y la fauna, y a la salud humana. En los últimos años se ha registrado un aumento progresivo de la presencia de metales pesados en aguas residuales como consecuencia de su uso extensivo en diversos procesos químicos a escala industrial por causas antropogénicas, una de ellas es la industria del cuero o curtiembres, el cromo hexavalente es mucho más móvil y más tóxico. (1) (2)

La *Vasconcellea pubescens* (papaya arequipeña), más conocida como papaya arequipeña, ha recobrado su interés en los últimos años porque se pueden elaborar distintas presentaciones como en jugos, concentrados, en almíbar, yogurt y mermelada, más como un producto de exportación que de consumo nacional. Así como por ejemplo la empresa Danper que exporta papaya arequipeña en almíbar como producto gourmet a mercados americanos y europeos, existe sin embargo mayor actividad productiva-comercial de esta variedad de papaya en Chile; en este tipo de industrias se descartaría las semillas como subproducto. Un estudio de mercado de la papaya arequipeña en almíbar tuvo una demanda estimada para Arequipa de 1330,5 kg/mes de papaya arequipeña en almíbar (3).

Las semillas de la papaya arequipeña son un subproducto que contiene aproximadamente el 22% del peso de la fruta fresca. Estas semillas tienen distintos usos en farmacéutica. Los aceites de las semillas de papaya poseen altas cantidades de metabolitos secundarios incluyendo ácidos, fenoles, flavonoides, isotiocianatos y alcaloides con actividad antioxidante. (4)

Una vez extraído el aceite con uso la industria farmacéutica y alimentaria se trata de generar valor agregado a los subproductos (torta de extracción de aceites), además de fomentar la producción propagación de papaya arequipeña en la zona. Para la FAO la introducción de *C. papaya* en América del Sur puede suponer que habría impedido el desarrollo del cultivo de *V. pubescens*, la que remota antes que la *C. papaya* (5).

Una alternativa es el uso de subproductos de la industria alimentaria que no tiene costo alguno con propiedades de ser biosorbente. La producción a gran escala de desechos biológicos de bajo o nulo costo en diversas industrias, sobre todo el de la agricultura, es de gran interés para remover metales en soluciones acuosas. Los residuos orgánicos como los subproductos de la industria alimentaria tienen un gran potencial de aplicación. La biosorción es un proceso que constituye una opción a los tratamientos convencionales para los metales pesados en aguas. Dicha tecnología permite la reutilización de residuos procedentes de procesos agroindustriales que son llamados biosorbentes debido a que son efectivos para concentrar y recuperar metales pesados, ya que en su estructura poseen grupos funcionales que permiten la unión entre el absorbente (biomasa) y el adsorbato (metal). (6) (7)

En el presente trabajo de investigación se quiere demostrar la aplicación de la semilla desgrasada de *V. pubescens* como un nuevo biosorbente para remover iones de cromo en aguas residuales de curtido, ello bajo el estudio de los parámetros más importantes como el tipo de sistema estacionario o continuo, pH de adsorción y la concentración del adsorbato. Se tiene como objetivo principal: determinar la biorremoción de Cromo Total del efluente industrial del tambor de curtido de una curtiembre utilizando un biosorbente de semillas de papaya arequipeña.

El Capítulo I trata sobre la revisión bibliográfica, el Capítulo II se muestra la metodología empleada, en el Capítulo III se observa los resultados y discusiones y en el Capítulo IV se muestra las conclusiones del presente trabajo de investigación.

## HIPÓTESIS

Dado que las semillas desgrasadas de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*) son biomasa con capacidad de sorción, es posible que tengan una relación significativa con la biorremoción de Cromo Total en efluentes industriales del tambor de curtido de una curtiembre, Arequipa.

## OBJETIVOS

### Objetivo General

Determinar la biorremoción de Cromo Total del efluente industrial del tambor de curtido de una curtiembre utilizando un biosorbente de semillas de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*), Arequipa.

### Objetivos específicos

- 1) Obtener y caracterizar fisicoquímicamente un biosorbente ecológico a partir del subproducto de semillas papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*) para la remoción de Cromo Total.
- 2) Determinar las propiedades fisicoquímicas y las concentraciones de Cromo Total del efluente del tambor de curtido de una industria de curtiembre, antes de la aplicación del biosorbente de semillas de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*).
- 3) Determinar la dosis, pH, cinética e isoterma adecuados para el proceso de biorremoción del Cromo (VI) en agua sintética, en sistemas batch (sistema estacionario), con el biosorbente de semillas de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*).
- 4) Determinar las concentraciones de Cromo Total en efluentes de una industria de curtiembre, después de la aplicación del biosorbente de semillas de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*) en sistemas batch y continuo.
- 5) Determinar la capacidad de desorción de agua sintética contaminada con Cromo (VI y III) del biosorbente de semilla de papaya (*Vasconcellea pubescens*), en sistemas batch.

## CAPÍTULO I

### 1. MARCO TEÓRICO

#### 1.1. VASCONCELLEA PUBESCENS (PAPAYA AREQUIPEÑA)

##### 1.1.1. Descripción y usos de *Papaya Arequipeña*

Según la FAO (1994), la papaya del monte (*Vasconcellea pubescens*) pertenece al orden violales, familia Caricaceae, género Vasconcellea, existen aproximadamente 22 especies en el mundo, son arbustos o pequeños árboles perennes que alcanzan hasta los 10 m de altura. Son nativos de los territorios de clima tropical en Sudamérica, es decir con climas templado – cálido. Su entorno natural se encuentra entre los 2500 – 3000 metros sobre el nivel del mar, crecen en suelos francos y francos arcillosos, con gran índice de materia orgánica y un pH entre 5.5 a 6.8. En el Perú, en los jardines de Urubamba, se han observado plantas mucho más altas, más robustas y ramificadas que las de Cajamarca. Estas características significan mayor producción y tamaño de fruta en una planta adulta. La papaya del monte posee además los siguientes nombres: **Nombres botánicos:** *Carica pubescens* Linne & Koch, *Vasconcellea pubescens* A.DC., *C. candamarcensis* Hook, *C. cundinamarcensis* J. Linden **Nombres comunes: inglés:** mountain papaw; **español:** chilhuacán, chiglacón, chamburu (Ecuador), huanarpu hembra, papaya de monte, papaya arequipeña, papaya de altura (Peru, Bolivia); papayuela (Colombia). (5)

En Arequipa, la papaya arequipeña se plantaba solamente en los huertos de las casas antiguas mistianas, más para un fin de consumo propio que comercial. Se observó en 2010 una desaparición del cultivo de papaya arequipeña, por lo cual el Instituto Nacional de Innovación Agraria (INIA) inició un proyecto de propagación de semillas de más de 26 variedades de la planta propias de Arequipa, para aumentar la producción. (8)

Las frutas son bastante aromáticas. Si bien es cierto que su consumo nacional es bajo, a nivel latinoamericano es mayor. El fruto es una baya de color amarillo (pulpa y piel), de pericarpio delgado, con alto contenido de agua. El centro se halla totalmente ocupado por las semillas encerradas en un tejido mucilaginoso; presenta una forma ovoide de 5 a 10 centímetros de largo por 3 a 6 centímetros de ancho, con los extremos aguzados. (9)

Muchos empresarios arequipeños se proveen de frutos de papaya arequipeña de ciudades del sur del país (Puno, Cuzco, Arequipa). Aproximadamente se exporta cerca de 400 toneladas de papaya arequipeña por año a diferentes países de Latinoamérica, Europa y otros continentes. Aquí en el Perú también ha tenido buena aceptación bajo la marca Miskichay, término quechua que significa 'Mi dulcecito', gracias a la empresa Danper que se sigue incrementando el cultivo de este fruto. Este tipo de papaya se presta a una inmensa variedad de aplicaciones, desde los populares jugos, hasta mermeladas, yogures, macerados y postres en diversas formas, también para aplicaciones relacionadas con la conservación de la salud y para uso en la gastronomía. (8)

### 1.1.2. Usos de la semilla de papaya arequipeña

Una de las líneas de investigación que se sugieren según la FAO es el establecimiento de cultivos experimentales para definir el comportamiento fenológico y las maneras de cultivo, experimentos de hibridación con otras especies y también el uso de técnicas de micropropagación. (5)

Las semillas de *Vasconcellea pubescens* fueron objeto de estudio para el tratamiento para la infección de *Helicobacter pylori*. Se buscó una alternativa con la determinación de la actividad antibacteriana del Bencil Isotiocianato (BITC) in vitro obtenido de las semillas de *Vasconcellea pubescens* frente a *Helicobacter pylori*. La concentración de este mencionado principio, BITC fue 17,44%. (10)

En el caso de la *Carica papaya Linn*, sus semillas son a menudo descartadas después de comer las frutas. La producción promedio global total de este fruto es alrededor de 10



millones de toneladas métricas, donde los países de India y Brasil son los principales con producción anual de 3.6 y 1.9 millones de toneladas métricas, respectivamente. Este cultivo en su mayor parte es destinado para la producción de consumo fresco y papaína; sin embargo, puede ser procesada en jalea, entre otros, pero lo común es que sus semillas son descartadas. (11)

Respecto a los usos de los principios activos que posee la semilla de *Carica papaya*. Se investigó la actividad insecticida del extracto clorofórmico con principio activo de las semillas de *Carica papaya*, de sus fracciones activas, y de los ácidos grasos mayoritarios que conforman al extracto clorofórmico contra *Spodoptera frugiperda*. La actividad insecticida se debe a la presencia de ácidos grasos: ácido palmítico, esteárico y oleico y que existe un efecto sinérgico entre ellos. (12)

El efecto insecticida producido permite establecer que la planta puede ser una alternativa para el control de *S. frugiperda*, debido a que mostró actividad letal contra esta larva. Se observó el efecto de un extracto acuoso de semillas de la *Carica papaya* sobre ratones masculinos. El cual no manifestó efectos en los niveles de estrógenos en estos roedores, y la dosis letal media (LD<sub>50</sub>) indicó que no es tóxico, además de no influir en la ganancia de peso en los órganos, es decir, no contribuye a la obesidad o la retención de agua y el suero de las transaminasas SGOT, SGPT y niveles de colesterol en un rango normal. Por lo que los extractos acuosos de semillas de la papaya son seguros y podría servir de un anticonceptivo masculino (13).

Por otro lado, se sabe que la composición de las semillas contiene una cantidad importante de aceites y compuestos fenólicos también, Los ácidos grasos fueron identificados y cuantificados; Los ácidos oleicos (n-9) y linoleico (n-6) fueron los ácidos principales en las semillas de papaya. Sin embargo, pocos estudios se han realizado sobre la composición de las semillas de papaya. La composición de estas semillas, revela que son una fuente rica de proteínas (27.3-28.3%), lípidos (28.2-30.7%), y fibras crudas (19,1-22,6%). Marfo, Oke y Afolabi encontraron cantidades apreciables de calcio y fósforo en las semillas; sin embargo, también se observó la presencia de sustancias tóxicas, como los glucosinolatos. (1)

## 1.2. CONTAMINACION POR METALES PESADOS

El recurso agua en el mundo y en el Perú es uno de las riquezas naturales más preciados, pero lamentablemente es también uno de los más aquejados por la contaminación con aguas residuales. Al pasar de los años se observa un aumento gradual de la presencia de metales pesados en mencionadas aguas, ello como resultado de su uso en procesos químicos a escala industrial, como lo es el de la industria curtiembre junto con la presencia de cromo.

### 1.2.1. Generalidades del cromo

El cromo es un elemento relativamente común, químicamente definido por ser un metal clasificado en el grupo de los elementos de transición en la tabla periódica representado por el símbolo Cr, con número atómico 24, masa atómica es 51,9961 g/mol. Los estados de oxidación conocidos van de -2 hasta +6 (14). El cromo elemental ( $\text{Cr}^0$ ) no se encuentra en la naturaleza, este metal en su estado cero tiene como características físicas; ser de color gris, muy duro, resistente e inoxidable. Los dos estados de oxidación con mayor presencia en la naturaleza son: el cromo trivalente Cr (III) o  $\text{Cr}^{+3}$ , que es el estado termodinámicamente más estable, y cromo hexavalente Cr (VI) o  $\text{Cr}^{+6}$ , que es generalmente el más patógeno. (15)

El cromo se encuentra en diferentes estados tanto sólido, líquido y gaseoso, naturalmente existen en las rocas, animales, plantas, polvo volcánico y en gases, esta última forma no es usual de encontrarla. El flujo de polvo continental es la principal fuente de cromo en la atmósfera. Se obtiene comercialmente a partir de la cromita ( $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ). Aproximadamente 12 millones de toneladas del mineral nominado cromita, que son minados globalmente por año. Sobre esta cantidad, aproximadamente el 90% está destinado para la metalurgia, 7% para la producción de químicos, 3% para arenas de fundición, y 1% para retro factorías. (16)

### 1) Química de las soluciones de cromo

El diagrama de pE-pH describe la importancia relativa de Cr (III) y Cr (VI) en el equilibrio y la especie dominante (**Figura 1-1**). Como regla general, se espera que el Cr (VI) predomine en el agua potable altamente oxigenada o cuando fuertes oxidantes como el cloro o incluso moderadamente fuertes oxidantes como cloraminas están presentes en el agua. A bajas concentraciones de Cr en condiciones típicas de agua potable, el Cr (VI) está presente como monovalente  $\text{HCrO}_4^-$  a pH debajo de 6,5 y el  $\text{CrO}_4^{2-}$  divalente pH entre 6,5 a 10. A niveles muy bajos o nada de oxígeno, Cr (III) es la especie dominante, que estaría en su forma catiónica ( $\text{Cr}^{+3}$ ,  $\text{CrOH}^{+2}$ , o  $\text{Cr}(\text{OH})_3^0$ ) dependiendo del pH. El Cr (III) tiende a ser extremadamente insoluble ( $<20 \text{ g / L}$ ) entre pH 7 y pH 10, con solubilidad mínima a pH 8 de alrededor de 1 g/L. (17)

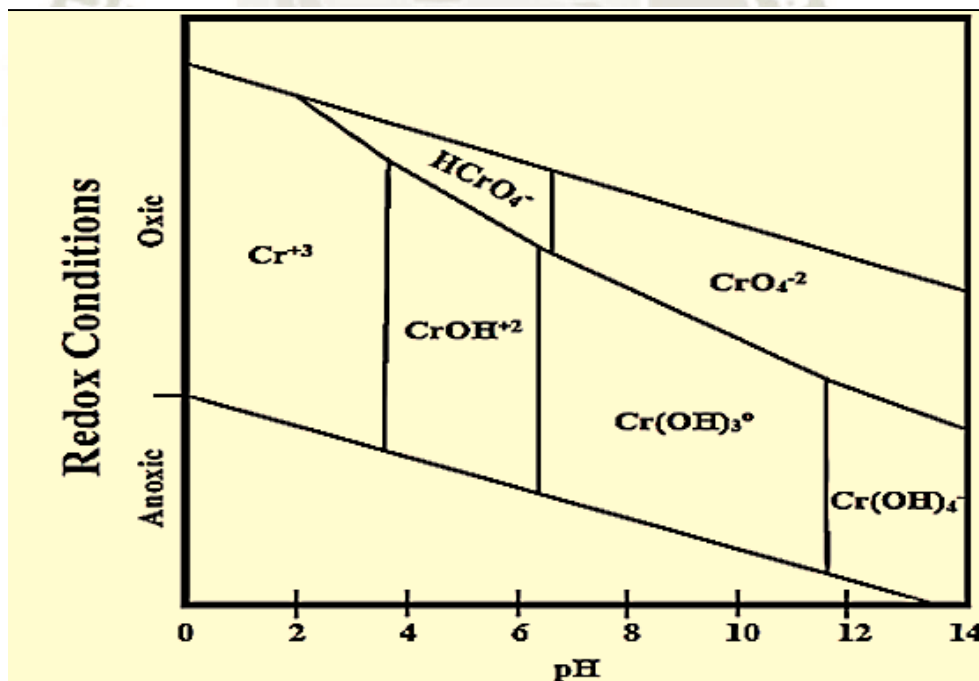


Figura 1-1. Diagrama de especiación para cromo acuoso. (17)

## 2) Química de las soluciones de Cr (III)

El cromo trivalente es termodinámicamente el estado más estable del cromo. En el medioambiente, casi todo lo que ocurre en cromo naturalmente es en la forma trivalente, el cromo (III) es utilizado en el cromado, colorantes y pigmentos, curtido de cuero y preservación de la madera. (15) (16)

El estado de oxidación (III) es el más importante, debido a que forma un gran número de complejos relativamente inertes, una característica rescatable, como el  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , que es de color verde y posee la estructura del corindón. Tanto el óxido, como el hidróxido, son anfóteros; estos se disuelven de manera sencilla en ácidos para dar iones acuosos  $(\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6)^{3+}$ , y en soluciones básicas concentradas para dar cromitos. El  $\text{Cr}_2\text{S}_3$  no puede precipitarse a partir de soluciones acuosas por la prevalencia del proceso hidrolítico, que lo transforma en  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  y  $\text{H}_2\text{S}$ . (18)

El cromo (III) es un oligoelemento esencial para el cuerpo humano ya que no puede ser producido por este. Tiene como función regular el metabolismo de la glucosa, además de ayudar a la insulina a su distribución en las células. También cumple con la función de impedir la formación de coágulos, controlar los niveles de colesterol y triglicéridos en la sangre. Las personas que mueren de males cardíacos han tenido menor presencia de cromo (III). Asimismo, es un mineral sustancial en el correcto desarrollo de los dientes. (19) (20)

## 3) Química de las soluciones de Cr (VI)

Las formas de Cr (VI) pueden ser: iones cromato,  $\text{HCrO}_4^-$  o  $\text{CrO}_4^{2-}$  que son más predominantes a un  $\text{pH} \leq 6.5$ , y como iones dicromato,  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  con predominancia a altas concentraciones ( $>10\text{Mm}$ ) y a  $\text{pH} 2-6$ . (21)

En su estado de oxidación más alto, se forma oxocompuestos, y todos ellos son oxidantes muy potentes. Oxida enérgicamente la materia orgánica en casi todas sus formas. Al añadir ácido sulfúrico a las soluciones acuosas de dicromato de sodio o potasio puede obtenerse

como precipitado de color rojo-naranja  $\text{CrO}_3$  (óxido crómico). A condiciones normales, el cromo puede estar presente escasamente en agua en ambas formas soluble e insoluble. El cromo soluble generalmente es considerado un pequeño porcentaje del cromo total. Mucho del cromo soluble se encuentra presente como cromo (VI) y complejos solubles de cromo (III). El Cr (VI) es fácilmente soluble en agua. (16)

La química en soluciones acuosas de Cr (VI) es muy importante. Por encima de su punto de fusión ( $197^\circ\text{C}$ ) no es térmicamente estable, pierde oxígeno para dar  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . En soluciones de pH básico se encuentra como ion cromato,  $(\text{CrO}_4)^{2-}$ , tetraédrico, de color amarillo. Si se baja el pH, dicha solución tornara a un color anaranjado y generan el dicromato,  $(\text{Cr}_2\text{O}_7)^{2-}$ . (18)

### 1.2.2. Uso de cromo en la industria curtiembre

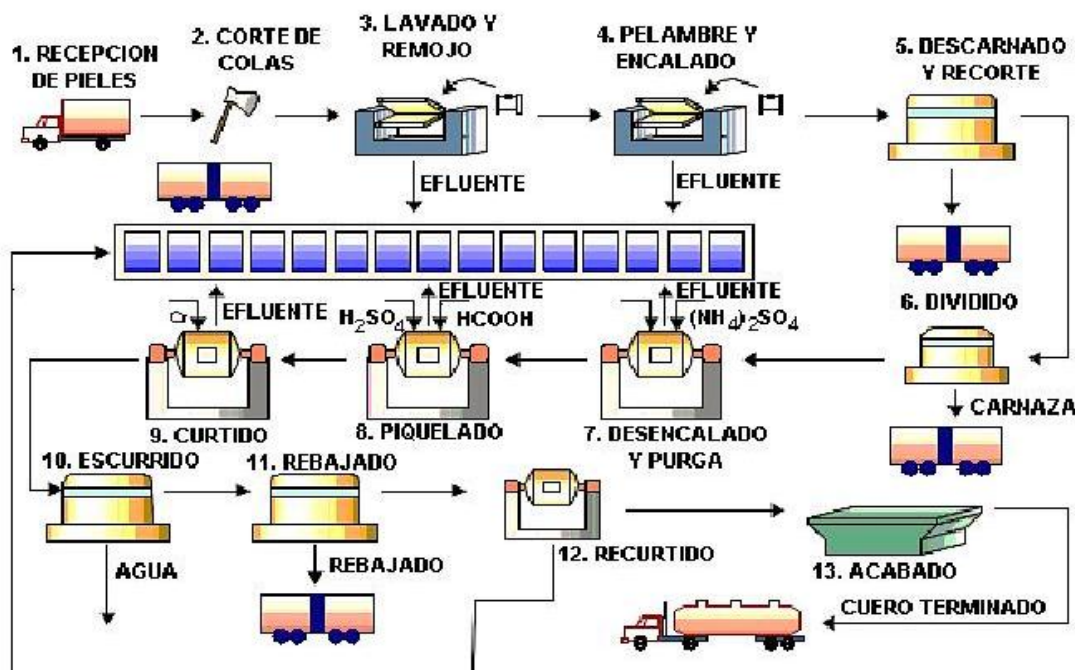
El curtido es una de las aplicaciones más comunes del cromo, es el proceso por el cual una piel es transformada en un material, el cuero, que se conserva a través del tiempo y posee ciertas características como: flexibilidad, resistencia y belleza lo que hace que tome un gran valor comercial y estético. Los químicos curtientes han de poseer la capacidad de mezclarse con uno de los grupos funcionales de la proteína de la piel, formando en enlaces covalentes, puentes de hidrogeno, etc. La alcalinidad de un complejo de cromo, se refiere a la cantidad porcentual de iones hidróxilo  $(\text{OH})^-$  que están dentro de su formulación. El cromo trivalente en solución tiene una gran afinidad por los iones  $(\text{OH})^-$ . Los agentes enmascarantes permiten que al curtir se aumente aún más el pH para potenciar la reactividad de colágeno sin inhibir la penetración de los complejos de cromo (III). (22)

En el curtido al cromo se emplea hidroxisulfato de cromo (III)  $(\text{Cr}(\text{OH})(\text{SO}_4))$ . El proceso tiene dos fases: al inicio el proceso de la penetración del cromo en la piel es rápida, la fibra de colágeno y el cromo en forma de sales no reaccionen inmediatamente, esto se logra disminuyendo el pH al inicio del proceso; luego de que el cromo se haya adsorbido en toda la piel, comienza la segunda fase donde se modifica el pH, aumentándolo para que las sales reaccionen comenzando así la alcalinización, lo cual provoca el curtido de la piel, ya que una

mayor cantidad de iones  $\text{OH}^-$  penetran en el complejo lo que produce el incremento de la reactividad de la proteína.

Finalmente, los iones  $\text{SO}_4^{2-}$  y otros iones enmascarantes son parcialmente desplazados del complejo a medida que la proteína aumenta su afinidad por los complejos de cromo debido a la basicidad alta del complejo. (23)

En la **Figura 1-2** se observa el proceso del curtido de pieles.



**Figura 1-2** Proceso de Curtido y Acabado de cuero. (24)

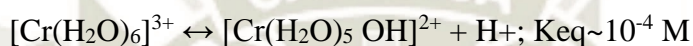
### 1.2.3. La química de curtido al cromo

En química inorgánica, la olación es el proceso en el cual iones metálicos forman óxidos poliméricos en soluciones acuosas. A pH bajo, existen muchos iones metálicos en solución acuosa como complejos de coordinación de agua, a menudo con la fórmula  $[\text{M}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ . Cuando el pH aumenta, un enlace O-H ioniza para dar el complejo de hidróxido,

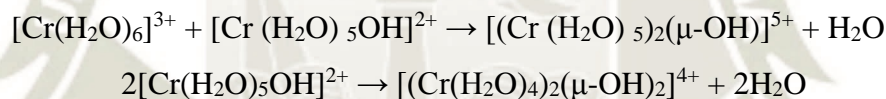
conjugado base del complejo hexahidratado. El sulfato de cromo (III) ( $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]_2(\text{SO}_4)_3$ ) ha sido largamente considerado como el más eficiente y efectivo agente curtiente.

El sulfato de cromo (III) se disuelve para dar el catión cromo (III) hexahidratado,  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$  y aniones sulfato. Y que a pH más alto se somete a procesos de oxalación y dar compuestos de policromo (III) los cuales son activos en el curtido. (25)

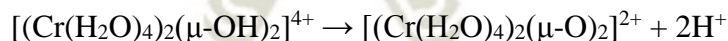
$[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$  actúa como un ácido de acuerdo a la siguiente reacción:



Por lo tanto, a pH más altos favorecen la formación de  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_5\text{OH}]^{2+}$ . Este complejo de hidroxilo puede someterse a oxalación:



El "diol" (segunda reacción) se favorece y se cataliza por el calor y pH alto. El equilibrio de estos dos factores, la temperatura y pH de la solución, junto con la concentración de cromo (III), influye en la polimerización continua de  $[(\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_4)_2(\mu\text{-OH})_2]^{4+}$ . (Schlesinger, 2000). El hidróxido de cromo (III) es susceptible a oxalación: (25)



Productos de oxalación son menos susceptibles a la escisión ácida que el puente hidroxilo.

La basicidad de un complejo de cromo puede definirse como el porcentaje total de valencias primarias del átomo de cromo que están ocupadas por grupos hidroxilo ( $\text{OH}^-$ ). El cromo trivalente en solución tiene una fuerte atracción por los iones ( $\text{OH}^-$ ). Las moléculas de los agentes curtientes deben ser capaces no solamente de combinarse con uno de los grupos funcionales de la proteína de la piel, sino que por lo menos a dos de ellos que pertenezcan a distintas cadenas, ya que de acuerdo al tipo de curtiente se puede pensar en enlaces

electrovalentes, covalentes, coordinados, por puentes de hidrógeno, por uniones bipolares, etc.  
(25)

El enlace covalente semi-polar o coordinado es menos estable que la que tiene lugar por enlace covalente puro. Este tipo de enlace es el que da por ejemplo las sales trivalentes de cromo, aluminio, hierro y las tetravalentes de circonio. (25)

Las agrupaciones resultantes están activas en las reticulaciones de la proteína en el curtido (Harlan, 1977), que implica esencialmente el reticulamiento de las subunidades de colágeno. La química real de  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$  es más compleja en el baño de curtido que en el agua debido a la presencia de una variedad de ligandos. Algunos ligandos incluyen el anión sulfato, grupos carboxilo del colágeno, grupos amino de las cadenas laterales de los aminoácidos, así como agentes de enmascaramiento como los ácidos carboxílicos, tales como ácido acético, que se utiliza para suprimir la formación de cadenas policromo (III). Los agentes enmascarantes permiten que al curtidor aumentar aún más el pH para potenciar la reactividad de colágeno sin inhibir la penetración de los complejos de cromo (III). Los entrecruzamientos formados por las especies policromos son aproximadamente 17 Å de largo. (25)

El colágeno se caracteriza por un alto contenido de glicina, prolina, hidroxiprolina y, por lo general en la repetición Gly-Pro- Hypro-Gly-. Estos residuos dan lugar a la estructura helicoidal del colágeno. Alto contenido de colágeno de hidroxiprolina permite la reticulación significativa mediante enlace de hidrógeno dentro de la estructura helicoidal. Grupos carboxilo ionizadas ( $\text{RCO}^{2-}$ ) se forman por hidrólisis del colágeno por la acción de hidróxido. Esta conversión se produce durante el proceso de encalado, antes de la introducción del agente curtiende (sales de cromo). Los grupos de carboxilo ionizados coordinan como ligandos al cromo (III), centros de los grupos oxo-hidróxido, como se muestra en la **Figura 1-3**. (25)



El curtido aumenta la separación entre cadenas de proteínas en el colágeno del 10 a 17 Å. La diferencia es consistente con la reticulación por especies policromo, de la clase derivada de oxolation y oxolation (22).

Después de la aplicación del agente de cromo, el baño se trata con bicarbonato de sodio para aumentar el pH a 4,0-4,3. Este aumento induce la reticulación entre el cromo y el colágeno. El aumento del pH normalmente se acompaña de un aumento gradual de la temperatura de hasta 40 ° C, y la capacidad para formar cromo estable en enlaces puente explica por qué es considerado uno de los compuestos de curtido más eficientes. Ésta eficiencia se caracteriza por su mayor estabilidad hidrotérmica de la piel, y su resistencia a la contracción en agua caliente. (22) (26)

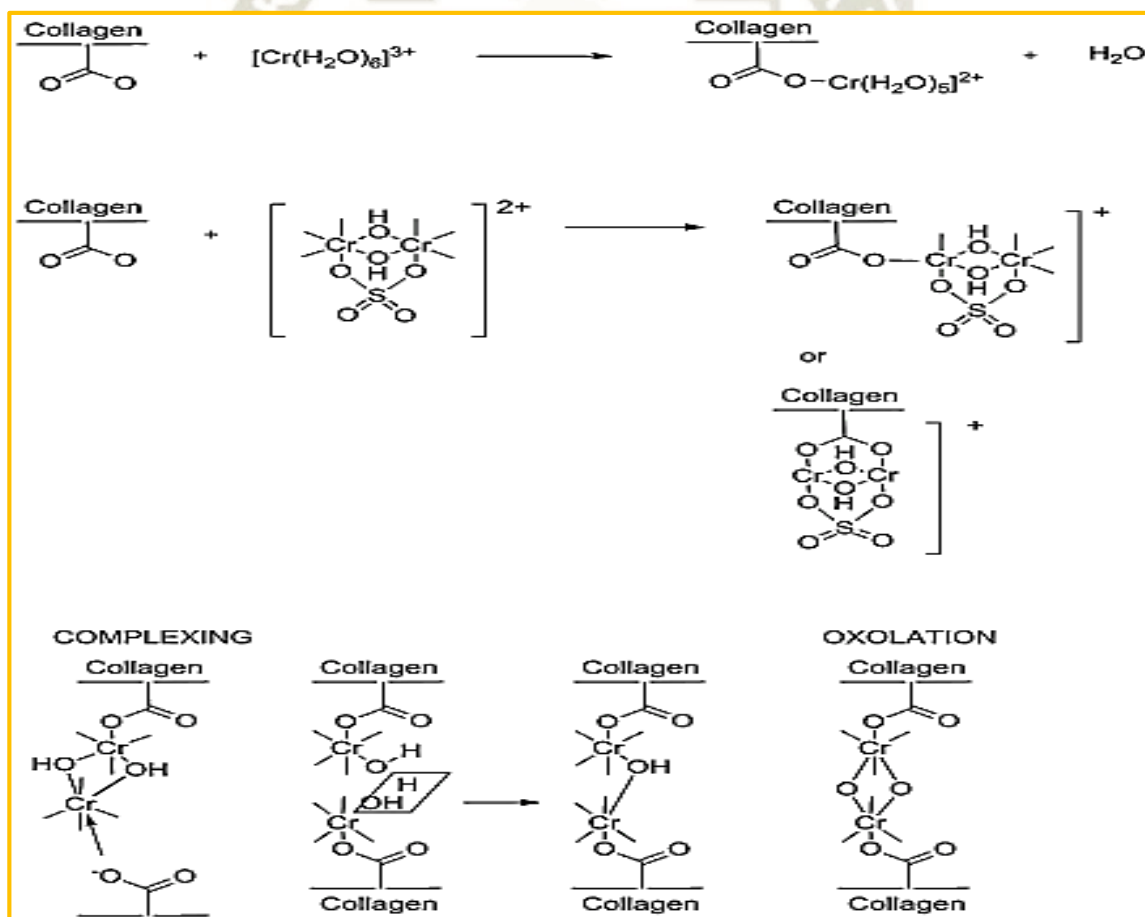


Figura 1-3 Posibles mecanismos en la Curtición con Cromo (III)  
(25)

#### 1.2.4. Reutilización de cromo en la curtiembre

Según lo indicó Huamani en el 2011, industrialmente en la curtiembre, existen dos opciones para recuperar y reutilizar el cromo proveniente de los baños agotados o residuales son: (a) La precipitación del cromo con un álcali y su posterior redisolución con ácido sulfúrico para su reutilización (b) El reciclado de los baños residuales para subsiguientes curtidos. La eficacia de ambos procedimientos depende en gran medida de las características del baño residual. La formación del  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  es predominante en el proceso de recuperación ya que éste se da a pH básico (8 a 10). Donde la concentración promedio total de cromo equivalente 3 g/litro en  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . A pH menores a 7 y mayores a 10, empiezan a predominar especies solubles. La precipitación del  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  ocurre en caliente. La disolución de este precipitado se produce espontáneamente con soluciones de ácido sulfúrico, reacción exotérmica. Obteniendo el sulfato de cromo que se encuentra al 44% es decir como  $\text{Cr}_6(\text{SO}_4)_5(\text{OH})_8$ . (18).

#### 1.2.5. Efectos del cromo (VI) en la salud humana

El Cromo (VI) entra más fácilmente al cuerpo que el Cromo (III), pero rápidamente pasa al estado trivalente (forma estable) por reducción. Los iones dicromato poseen un mayor peligro para la salud que los iones cromato. Debido a la naturaleza aniónica del Cr (VI), su asociación con las superficies del suelo es limitada a intercambiar sitios positivamente cargados, el número de los cuales disminuye al aumentar el pH del suelo. (21)

El cromo hexavalente, Cr (VI), es considerado altamente tóxico, se ha demostrado que es carcinógeno para el hombre cuando se inhala, se ingiere o se tome líquido que lo contenga. Respirar altos niveles de cromo (VI) puede causar irritación de la mucosa de la nariz, las úlceras de la nariz, secreción nasal y problemas respiratorios. Contacto con la piel con ciertos compuestos de cromo (VI) alcanzan a causar úlceras en la piel, además de reacciones alérgicas. Perjuicios en el sistema reproductivo masculino y alteración genética del semen en animales de laboratorio expuestos al cromo (VI) siendo entonces la mayor amenaza los efectos genéticos. (17)

Existe el hecho comprobado de que la especie de cromo (VI) atraviesa la placenta, lo que significa un alto riesgo para los embriones y fetos. Hay una consecuencia carcinógena probada en animales y humanos. En las plantas, puede mencionar lesiones en el sistema radicular, causadas principalmente por el cromo (VI). (15)(18)

#### **1.2.6. Efectos del cromo en el medio ambiente**

La industria de curtiembre genera grandes cantidades de aguas residuales que contienen cromo (III) principalmente, lo que ocasiona serios impactos al medio ambiente. La eficiencia de las sales de cromo con la reacción en la piel es de 60% a 80%, siendo el cromo residual que se pierde un 20% a 40%. Estos efluentes de curtiembre contienen cromo que puede estar en su forma hexavalente. La cantidad de materia orgánica presente en el agua es importante para que el cromo no se mantenga hexavalente, es decir, el cromo (VI) puede reducirse a cromo (III) el cual será absorbido en el material particulado, caso contrario, el cromo (III) formará complejos largos polinucleares insolubles. Mucho del cromo soluble se encuentra presente como cromo (VI) y complejos solubles de cromo (III). Sin embargo la solución de curtimiento, luego de ser utilizada, presenta poca demanda de oxígeno bioquímico (DBO) o químico (DQO), y tiene pocos sólidos suspendidos, a diferencia de un efluente de curtiembre vegetal que exige más presencia de oxígeno bioquímico y tener color más intenso. (16)(23)

#### **1.2.7. Legislación y límites permisibles de cromo en agua residual**

En el Perú según el Decreto Supremo N° 010-2019-Vivienda, el límite máximo permisible (LMP) de efluentes al alcantarillado de las actividades nuevas de curtiembre para el cromo (VI) es 0.4 mg/L y para cromo Total es de 2 mg/L. Sin embargo para las actividades en curso el LMP de efluentes al alcantarillado para Cromo VI es de 0,5 mg/L y para Cromo total es 10 mg/L. (27) (28)

Existen otras normas internacionales que regulan el nivel de contaminación del cromo:

(a) La EPA ha establecido un nivel máximo de contaminación de 0,1 mg / L de cromo total en el agua potable. (b) La FDA ha determinado que la concentración de cromo en el agua en botella no debe exceder de 0,1 mg/L. (c) La Administración de Salud y Seguridad Ocupacional (OSHA) limita la exposición de los trabajadores a un promedio de 0,005 mg/m<sup>3</sup> Cromo (VI), 0,5 mg /m<sup>3</sup> de cromo (III), y 1,0 mg / m<sup>3</sup> de cromo (0) durante una jornada de 8 horas diarias, 40 horas. (15)

### 1.3. TECNOLOGIAS DE SORCIÓN DE CROMO

#### 1.3.1. Biorremoción de cromo con residuos agroindustriales

La remoción y acumulación de metales pesados utilizando el mecanismo de biosorción, ha sido aplicado en muchos estudios teniendo en cuenta diversas ventajas como bajos costos por el uso de los subproductos agroindustriales, que en algunos casos son modificados de forma apropiada demostrando tener una gran capacidad de biosorción. También posee la capacidad de tratar grandes volúmenes de aguas residuales y puede tratar a la vez varios metales, además de incrementar la efectividad en la reducción de residuos peligrosos, Actúa bajo un amplio rango de condiciones fisicoquímicas. (7)

La biorremoción, puede definirse como la captación de elementos contaminantes en este caso metales pesados mediante un material biológico, en una solución acuosa. Ha venido siendo aplicada con éxito de las aguas residuales contaminadas con metales pesados, los cuales son de naturaleza tóxica y bioacumulativa tales como: Pb, Cd, Hg, Cu, Ni, Cr, entre otros. (2)

Puede llevarse a cabo mediante dos mecanismos; *La Bioacumulación*, que se fundamenta en la adsorción de los metales pesados haciéndolo parte de la materia biológica. O la *Bioadsorción*, en donde el metal pesado se adhiere a la parte externa del material biológico,

el cual puede ocurrir ya sea por medio de un intercambio iónico, atracción, precipitación o complejación. (7)

### 1.3.2. Factores que influyen en la adsorción

La eliminación de los metales pesados de un agua residual industrial por medio de la biosorción ha sido planteada como un proceso seguro y rentable, ya que dicho proceso es un fenómeno complejo donde las especies metálicas se unen al biosorbente sólido por medio de la complejación, quelación e intercambio iónico. (29)

#### 1) Influencia del pH de Adsorción

Uno de los factores de mayor relevancia en la biosorción de cationes como de aniones es el pH, cuando éste es controlado en la fase acuosa y que muestra comportamientos distintos si se trata de un catión o un anión.

La influencia del pH en la biosorción va ligada a tres aspectos: (a) La naturaleza química del sitio activo podría verse afectado según el pH. El logaritmo de la constante de disociación del ácido conjugado ( $pK_a$ ) va relacionado directamente en el cálculo del pH óptimo. (b) Los valores extremos de pH, podría perjudicar la estructura del material. (c) El pH genera condiciones para que se presenten diferentes especies de metales, ya que a pH bajos los metales en soluciones acuosas se hallan como iones hidrolizados. En el caso del metal pesado cromo, su actuación ante la biosorción también estará afectado por la forma de especiación en que se encuentre; donde en una disolución el Cr (VI) continuamente aparece en forma aniónica, mientras que el Cr (III) se encuentra en un carácter catiónico. Además se dedujo que mientras una parte del Cr (VI) se adsorbe por la biomasa en esa especie, otra parte del Cr (VI) inicial se reducía a Cr (III), ello hasta alcanzar el equilibrio; donde el valor óptimo de pH de adsorción de cromo total (Cr (III) + Cr (VI)), está en el intervalo de 1 y 3. (29)

## 2) Influencia de la temperatura

La temperatura tiene gran influencia en el proceso de sorción. Su efecto sobre la biosorción depende del calor de adsorción (cambio de entalpía). En el caso que la adsorción sea de tipo físico, el calor en la adsorción es perjudicial, lo que indica que la reacción es exotérmica y se favorece a bajas temperaturas; sin embargo, cuando la adsorción es de tipo químico, el calor de adsorción es positivo, indicando que el proceso es endotérmico y se ve beneficiado por temperaturas superiores a la ambiente. La biomasa contiene prácticamente más de un tipo de sitio activo para la unión del metal, y la temperatura puede contribuir de forma distinta a la unión del metal según el tipo de sitio activo. (29)(30)

## 3) Presencia de otros iones

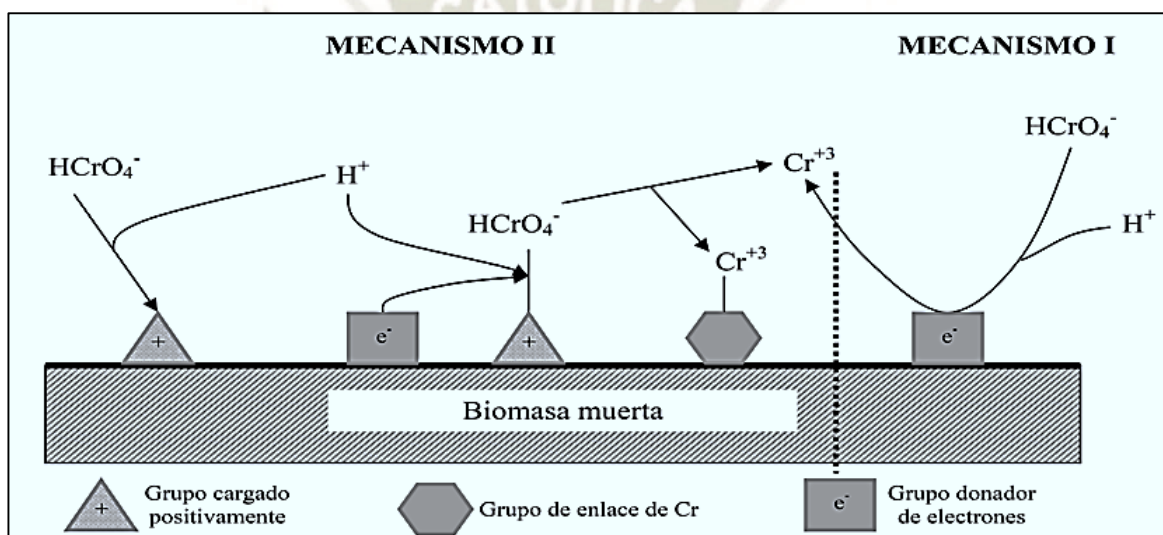
La presencia de otros iones en disolución hace que estos puedan disputar por los sitios de unión con el adsorbato o metal de interés, lo que demandaría en mayor dosificación de adsorbente debido a la retención del metal. Habitualmente, en la biosorción de cationes, los iones de metales ligeros se unen más débilmente en comparación a los iones de metales pesados. (29)

## 4) Sitios de unión

Los biosorbentes se han podido identificar numerosos grupos químicos que podrían contribuir al proceso de retención de metales. Los principios que influyen en la biosorción de cierto metal por una establecida biomasa son: (a) La cantidad de sitios en el biosorbente, (b) La accesibilidad del sitio, (c) El estado químico del sitio y (d) La afinidad entre el sitio y el metal. (29)

En la biosorción, gran parte de los sitios de unión son ácidos. Varios de estos grupos (hidroxilo, carboxilo, sulfhidrilo, sulfonato, fosfonato). Cuando el pH de la solución sobrepasa su pKa los grupos se hacen más disponibles para la atracción del catión. Para la unión covalente

de un metal en un sitio, hay que tener en cuenta su fuerza de enlace y su concentración. Para uniones de metal de tipo electrostático, un sólo sitio está disponible si es ionizado. Coexisten dos mecanismos en el proceso: El *Mecanismo I* transcurre en una sola etapa correspondiente a la reducción por contacto con un grupo donador de electrones; sin embargo, en el *Mecanismo II* tienen lugar tres etapas: una primera consistente en una adsorción aniónica, después una reducción por donación de un electrón por un grupo adyacente y finalmente una transferencia por repulsión electrónica o complejación, como se aprecia en la **Figura 1-4**. (29)



**Figura 1-4 Diagrama de especiación para cromo acuoso (29)**

### 1.3.3. Tipos de sistema de biorremoción

La biosorción en un medio sólido-líquido conlleva ciclos de adsorción y desorción del metal. Así, la solución que entraña al metal de interés entra en contacto con la fase sólida del adsorbente mediante un sistema de flujo discontinuo (batch), semicontinúo, o continuo.

### 1) Biorremoción en sistema tipo Batch

El biosorbente se pone en contacto con la disolución que contiene el metal, manteniéndolo en suspensión mediante agitación en un grado tal que asegure la homogeneidad y la buena transferencia de materia entre las fases sólida y líquida. Los criterios en la geometría del tanque y la agitación, son clave en este tipo de sistema, ya que garantizan una mezcla homogénea. El tiempo necesario para retirar el metal deseado dependerá de la cinética del proceso de retención del metal. Una vez que el metal es secuestrado por el biosorbente, ha de ser separado de la suspensión mediante un sistema de separación sólido-líquido, lo que generalmente lo convierte en una desventaja para este tipo de sistema; por lo que requiere de otros procesos alternos como son la centrifugación o filtración, los cuales asumen algunos costos necesarios para el fin del proceso. La regeneración del biosorbente saturado de metal puede realizarse mediante una serie de operaciones de desorción o en caso contrario ser dispuesto en lugares apropiados; ello dependería del valor económico del metal recuperado y su toxicidad. (29)

#### ❖ Cinética de adsorción en sistema tipo Batch

El comportamiento eficiente del sistema y la velocidad del proceso de biosorción son factores muy importantes para el diseño del proceso, su control y alguna otra aplicación práctica. Un buen modelo matemático se convierte en una herramienta muy importante ya que permite describir el comportamiento de todos los metales que son retenidos por un determinado biosorbente. Para ello, el modelo debe incorporar parámetros dinámicos que incluyan los aspectos que controlan la velocidad del proceso. Existen diferentes modelos ampliamente utilizados para analizar la cinética de los procesos de biosorción (primer orden o de Lagergren, segundo orden, pseudo-segundo orden, Elovich, difusión intraparticular, etc.), muchos de los cuales destacan por la sencillez en su aplicación y su fácil interpretación.



**a) Modelo Matemático Pseudo primer Orden**

El modelo matemático de Pseudo primer orden se representa con la ecuación **Ecuación**

**1.1.** (31)

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t \quad \text{Ec.1.1}$$

Dónde:

$k_1$ : Constante de adsorción Pseudo primer orden (minutos)

$q_e$ : Valores de masa absorbida por unidad de masa del adsorbato en equilibrio (mg/g)

$q_t$ : Valores de masa absorbida por unidad de masa del adsorbato a un tiempo t (mg/g).

t: Tiempo (minutos).

**b) Modelo Cinético de Pseudo segundo Orden**

La ecuación de Pseudo segundo orden basado en la ecuación de equilibrio se expresa como se muestra en la ecuación Ec. 1.2: (31)

$$\frac{dq}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad \text{Ec. 1.2}$$

Separando las variables de la ecuación Ec. 1.2 se llega a la ecuación Ec. 1.3:

$$\frac{dq}{(q_e - q_t)^2} = k_2 dt \quad \text{Ec. 1.3}$$

Integrando la ecuación Ec. 1.3 con respecto a las condiciones limites  $q=0$  a  $t=0$  y  $q_t = q_e$  a  $t=t$ , se obtiene la ecuación Ec. 1.4, la cual es ordenada en la Ec. 1.5:

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad \text{Ec. 1.4}$$

$$q_t = \frac{k_2 q_e^2 t}{1 + k_2 q_e t} \quad \text{Ec. 1.5}$$

Donde  $k_2$  es la constante de velocidad de pseudo segundo orden ( $\text{g mg}^{-1} \text{min}^{-1}$ );  $q_t$  es la velocidad inicial de sorción.

### c) Modelo de Elovich

Un modelo que se encuentra fundamentalmente en procesos de quimiadsorción, donde se asume que los sitios activos del biosorbente son heterogéneos y por ello presentan energías de activación variadas. Este modelo en procesos de adsorción de un soluto en fase líquida a partir de un sólido adsorbente ha demostrado poder encontrar el mecanismo controlante más apropiado. (32)

La expresión matemática que rige el comportamiento de este modelo es la siguiente:

$$\frac{dq_t}{dt} = \alpha * e^{-\beta * q_t} \quad \text{Ec. 1.6}$$

Dónde:

$\alpha$  = Es la velocidad inicial de adsorción (mg/g minuto)

$\beta$  = Este índice relacionado con la superficie cubierta y la energía de activación por quimiadsorción (mg/g)

Integrando la ecuación Ec. 1.6 y manteniendo constantes las condiciones de contorno descritas para el Modelo de Primer Orden Reversible, se tiene la **Ec. 1.7**:

$$q_t = \frac{1}{\beta} * \ln(\alpha * \beta) + \frac{1}{\beta} * \ln t \quad \text{Ec. 1.7}$$

### d) Mecánica de adsorción por Difusión intrapartícula (Weber y Morris)

Para determinar la forma como se realiza la adsorción, se usa el modelo de difusión intrapartícula basado en la teoría propuesta por Weber y Morris, la cual es una relación práctica común en la mayoría de procesos de adsorción, ya que esta varía proporcionalmente con  $t^{1/2}$  más que con el tiempo de contacto  $t$ . De acuerdo con esta teoría se tiene la **Ec. 1.8**:

$$q_t = K_{pi}t^{1/2} + C_i \quad \text{Ec. 1.8}$$

Dónde:

$K_{pi}$  = Parámetro de velocidad para cada etapa ( $\text{mg g}^{-1} \text{minuto}^{-1/2}$ )

$qt$  =  $\text{mg/g}$

$t$  = tiempo (minutos)

$C_i$  = es el intercepto de la etapa  $i$  dando una idea del grosor de la capa limite.

Si la difusión intrapartícula ocurre, entonces el ploteo de  $q_t$  versus  $t^{1/2}$  será lineal; si la gráfica pasa por el origen, lo que se debía a la velocidad ahora se debe a la difusión intrapartícula. De lo contrario, está involucrado otro mecanismo junto con la difusión intrapartícula. (33)

#### ❖ **Isotermas de adsorción**

La biosorción del metal pesado ha sido calculada mediante la utilización de isotermas que puntualizan el equilibrio del proceso. Los modelos de isotermas de Langmuir y Freundlich son únicamente aplicables a los sistemas de adsorción batch, donde se suministra tiempo suficiente para admitir el equilibrio entre el contaminante en solución (metal pesado de interés) y el contaminante adsorbido en el medio donde se promueva. En la isoterma de adsorción es esencialmente significativo describir como el adsorbato interactúa con el adsorbente, y es clave en la optimización del uso de adsorbentes. (34)

Los modelos de Langmuir (1918) y Freundlich (1926) han sido posiblemente los más utilizados para describir con éxito el equilibrio de biosorción. Aunque ambos modelos son prácticos, las constantes del modelo de Langmuir son más fácilmente interpretables. Las ecuaciones que corresponden a las mencionadas isotermas se muestran en la **Tabla 1.1**. El modelo de Langmuir fue aplicado originalmente para la adsorción de un gas sobre carbón activado, admitiendo la formación de una monocapa. Para la biosorción de metales pesados, la retención aumenta inicialmente de una forma lineal con la concentración en el equilibrio; esta conservación está restringida por el número de sitios activos. (29)

**Tabla 1.1. Modelos matemáticos de isotermas (Langmuir y Freundlich)**

| <b>Ecuación No Linealizada Isoterma<br/>Langmuir</b> | <b>Ecuación No Linealizada<br/>Isoterma Freundlich</b> |
|--|--|
| $q_e = \frac{Q_m K_L C_e}{1 + K_L C_e}$              | $q_e = K_F C_e^{1/n}$                                  |

Las constantes de Langmuir  $q_m$  (mg/g) y  $K_L$  (L/mg) son aquellas relacionadas a la capacidad de adsorción y a la energía de adsorción, respectivamente. Las constantes  $q_m$  y  $K_L$  pueden ser calculadas a partir del ploteo de entre  $C_e/Q_e$  versus  $C_e$ ; donde  $C_e$  (mg/L) y  $q_e$  (mg/g) son la concentración en equilibrio, y la cantidad de metal adsorbido al equilibrio, respectivamente. De igual forma las constantes de la isoterma de Freundlich  $K_F$  y  $1/n$  pueden ser calculadas del ploteo de  $\ln(q_e)$  versus  $\ln(C_e)$ .  $K_F$  y  $n$  son las constantes de Freundlich, los cuales son indicadores de la capacidad e adsorción y la intensidad de adsorción, respectivamente. (29).

## 2) Biorremoción en sistema continuo

El sistema de lecho fijo consiste en una columna donde el biosorbente granulado se deposita en su interior como un lecho; el líquido atraviesa la columna en sentido ascendente o descendente. El granulado del biosorbente ha de tener un tamaño adecuado para evitar una presión interna excesiva en la columna. En el caso de flujo descendente, en la parte superior del lecho se encuentra la mayor concentración en el líquido por lo que el biosorbente se satura primero ahí. La parte inferior de la columna, relativamente más descargada, retiene el metal residual de la solución con baja concentración. Cuando el lecho entero queda saturado, la columna deja de estar en servicio para la retención y el biosorbente puede ser regenerado “in situ” o por separado. Sistemas de dos o más columnas para procesos de sorción pueden ser creados con el fin de aumentar la eficiencia de trabajo. Ello es una operación en serie de columnas que sirve además para llevar un mejor control sobre el rendimiento del biosorbente

o también en paralelo para incrementar la capacidad del sistema, pudiendo ser usadas tantas columnas como sea necesario para optimizar el diseño del proceso completo. (29)

#### **1.3.4. Desorción de cromo de un biosorbente**

Adicionalmente las nuevas investigaciones han añadido el proceso de desorción que consiste en separar una molécula adherida en una superficie por medio de agentes eluyentes o procesos físicos, los cuales modifican los puntos de unión de grupos funcionales con el metal, liberando a una fase líquida el metal o su forma en complejo. Luego de estos procesos de desorción, el material biosorbente puede ser reutilizado para otro ciclo de trabajo con metales pesados, no obstante se observa que la recuperación en dichos ciclos posteriores va disminuyendo.

### **1.4. FUNDAMENTO METODOLÓGICO**

#### **1.4.1. Determinación de cromo por el método de difenilcarbazida:**

Para Santonen et al., 2009, los análisis de cromo (VI) para agua subterránea, agua superficial, agua potable o agua residual, de acuerdo a la Organización Internacional para Estandarización (ISO 18412: 2005), se basa en el método espectrofotométrico con 1,5 difenilcarbazida como un agente acomplejante. La determinación espectrofotométrica de cromo (VI) como un complejo colorido con 1,5-difenilcarbazida todavía es ampliamente utilizada para la especiación. El cromo trivalente se puede medir de manera similar al complejo difenilcarbazida después de la oxidación al estado hexavalente. En muchos de los casos la especiación se basa en la determinación de cromo hexavalente y cromo total, siendo la diferencia el cromo trivalente. El mayor problema analítico en la especiación es la inestabilidad del cromo hexavalente durante la conservación de la muestra. (16)

#### 1.4.2. Espectrofotometría de absorción atómica para cromo total

La espectrofotometría de absorción en la región visible de radiación electromagnética es la técnica usada para diferenciar la estructura molecular de las especies solubles que tienen cromo (III). El análisis se basa en que los electrones 3d ( $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^3$ ) pasan de sus 3 orbitales del subconjunto de menor energía a otros de mayor energía. Mediante cálculos teóricos fue determinado que las mencionadas transiciones d-d habrían acontecer a: 575 nm, 403 nm y 270 nm. (35)

#### 1.4.3. Determinación de cromo por ICP –AES:

Este método por ICP-AES según la US EPA (2007) describirá determinaciones multielemental usando sistemas ópticos secuencial o simultánea y axial o radial para la visualización de plasma. El instrumento mide características de los espectros de emisión mediante espectrometría óptica. Las muestras deben ser nebulizadas y el aerosol resultante se transportará a la antorcha de plasma. Los espectros de emisión específicos de elementos serán producidos por un radio de frecuencia de plasma acoplado inductivamente. Antes de este análisis, las muestras deberán digeridas en medio ácido. Para una solución patrón de cromo, se disolverá 1,9231 g de  $\text{CrO}_3$  (fracción elemento Cr = 0,5200), exactamente pesados, en agua para reactivos. Luego se acidifica con  $\text{HNO}_3$  concentrado y se diluye con un volumen de agua. La longitud de onda recomendada es 267.716 nm y los Límites de Detección Instrumental estimados ( $\text{IDL}_b$ ) para el Cromo es de 4.7  $\mu\text{g/L}$ . (36)

## CAPÍTULO II

### 2. MATERIALES Y MÉTODOS

#### 2.1. CAMPO DE INVESTIGACIÓN

##### 2.1.1. Lugar de Experimentación

La presente investigación se llevó a cabo en los laboratorios H-101, H-104 de la Universidad Católica de Santa María (UCSM).

##### 2.1.2. Unidad de Estudio

En este trabajo se utilizaron semilla de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*) en su forma natural la cual fue molida y tamizada obteniendo diferentes tamaños de partícula. Subproducto que fue recolectado de una industria alimentaria en el distrito de Yanahuara, en la ciudad de Arequipa.

#### 2.2. MATERIALES

##### 2.2.1. Equipos e instrumentación:

Agitador Vortex marca Genie II, Balanza Kern ABJ-N/ABS-N ABS 220-4N, Bisturí y pinzas, Campana extractora de gases químicos, Desecador, Equipo de filtración al vacío (Bomba al vacío, Matraz Kitasato y Embudo Bushner), Equipo de Jarras, Espectrofotómetro de plasma acoplado inductivamente (ICP – OES) Perkin Elmer 5300, Espectrofotómetro FT-IR Shimadzu Mod. IR Affinity-1 FT-IR Spectroscopy, Espatula, Espectrofotómetro Shimadzu

UV-PharmaSpec-1700, Estufa marca Memmert, Licuadora marca Oster, Micropipeta de 100-1000 $\mu$ l marca DLAB, Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), Modulo de sistema de columnas para ensayos de adsorción, Molino marca Molinex, Mufla marca Thermoline, Multiparametro HANNA HI9828, Potenciómetro marca Hanna modelo HI2215, Procesador de alimentos Marca Bullet Express, Refrigeradora marca LG, Shaker Rotaterm marca Selecta HNK, Tamices Norma ASTM E -11/95 Malla 60 y 100), Termobalanza Sartorius MA35, Termómetro de ambiente marca Boeco, Termómetro digital marca TP3001(-50-+300°C), Vernier marca Litz professional (150\*0,05 mm o 6\*1/28 in)

### 2.2.2. Material vegetal

Se utilizó semilla de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*) en su forma natural la cual recolectada de una industria alimentaria en el distrito de Yanahuara, en la ciudad de Arequipa.

### 2.2.3. Material de vidrio:

Baguetas, Buretas (25 mL, 50 mL), Crisoles, Envases de vidrio color ámbar (100, 250, 500, 1000 mL), Equipo de reflujo SOXHLET, Fiolas (10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL, 250 mL, 500 mL y 1000 mL), Frascos de vidrio color ámbar de 150 mL, Frascos de vidrio transparentes de 250ml con tapas, Lunas de reloj, Matraces Erlenmeyer (50 mL, 100 mL, 250 mL, y 500 mL), Mortero de cerámica, Peras de decantación (500 mL), Pipetas graduadas (1 mL, 5 mL, 10 mL), Pipetas volumétricas (1 mL y 10 mL), Probetas graduadas (10 mL, 50 mL, 100 mL y 250 mL), Tubos de ensayo, Vasos de precipitados (50 mL, 100 ml, 250 mL, y 500 mL).

### 2.2.4. Reactivos:

Acetona (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O). P.A., Ácido Clorhídrico (HCl) P.A., Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>) P.A., Ácido Sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) P.A., Agua destilada, Almidón, Azida sódica (NaN<sub>3</sub>) P.A., Bicarbonato de sodio (NaHCO<sub>3</sub>) P.A., Carbonato de sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) P.A., Cloroformo



(CHCl<sub>3</sub>) P.A., Cloruro de potasio (KCl) P.A., Cloruro de sodio (NaCl) P.A., Cupferron (C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>) P.A., Dicromato de Potasio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) P.A., Difenilcarbazona (C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O) P.A., Etanol 96 % , Éter de petróleo P.A., Fenolftaleína (3,3-bis(4-hidroxifenil)-2-benzofuran-1(3H)-ona), Hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH) P.A., Hidróxido de sodio (NaOH) P.A., Ioduro de potasio (IK) P.A., Naranja de metilo (C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>3</sub>NaO<sub>3</sub>S) P.A., Nitrato de níquel (Ni (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) P.A., Nitrógeno (gas), Permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub>) P.A., Peróxido de hidrogeno 20 vv., Rojo de metilo (Ácido dimetilamino-4 Fenilazo-2 benzoico), Sal de nitrato de cromo, Cr (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>•9H<sub>2</sub>O P.A., Soluciones Buffer para calibración de pH en el potenciómetro, Tiosulfato de sodio (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) P.A.

#### 2.2.5. Materiales de Escritorio

Bolsas de plástico (polietileno), Bolsas herméticas para alimentos marca U-Thíl, Cámara de fotos, Cronometro, Frascos de plástico de 150 mL, Papel aluminio marca U-Thíl, Papel filtro Wathman (Grado 1, 5 y 6), Papel mantequilla marca U-Thíl, Tijera.

#### 2.2.6. Software

Microsoft Office Professional Plus 2013 (Microsoft Corporation, Redmon, Whashington, EEUU); Statgraphics Centurion XVI. Version 16.1.18 © StatPoint Technologies In. 1982-2012; Sketchup Pro 2015 version 15.2.685 © 2014 Trimble Navigation Limited Patent 6, 628-279; Origin Pro 8SR0 Version 8.0724. Copyright © 1991-2007 Origin Lab Corporation; irAnalyze Version 3.4.1.0 Copyright © 2004-2015 LabCognition GmbH & Co.KG

#### 2.2.7. Otros

Bandeja de Plástico, Caja de tecnopor/plástico poliestireno, Centrifuga de legumbres Marca Basa, Cinta de pH de marca Aldrich, Colador de plástico, Jarras de plástico de 1000 mL, Jeringas (3 mL, 10 mL), Portafiltros de jeringa.

## 2.3. MÉTODOS

### 2.3.1. Obtención de un biosorbente a partir de semillas desgrasadas de papaya arequipeña (SDP).

Las semillas de *Vasconcellea Pubescens* (papaya arequipeña), fueron recolectadas de la empresa arequipeña de Mermeladas llamada SILVIA S.R.L. Las cuales fueron donadas por dicha empresa ya que les representa un subproducto sin utilidad alguna. Se registró el peso de la biomasa recolectada.

Las semillas se lavaron y enjuagaron con agua destilada. Luego, se las colocó en bandejas cubiertas previamente con papel kraft para ser secadas por tres métodos diferentes: a) expuestas indirectamente al sol por una semana, simulando la temperatura máxima de un invernadero a 42°C, b) en estufa de laboratorio marca Memmert a 40 °C por 48 horas, c) secado a temperatura ambiente. Luego de los tres tipos de secado, se registró la humedad de las semillas, las que fueron pesadas y almacenadas en bolsas de polietileno Ziploc, para luego ser conservadas a 4 °C. La humedad se determinó de la semilla seca por dos métodos: el primero por medio del peso constante en la estufa a 110 °C por 2 horas con 2 g de muestra y el segundo método, utilizando una Termobalanza a 137 °C por 5 minutos. (37)

#### 1) La caracterización física de las semillas.

Se evaluó mediante una selección de semillas al azar de un determinado conjunto de semillas. Para la medición en longitud y grosor se utilizó un Vernier Litz professional, para ello las partes de la semilla fueron separadas con una pinza y bisturí. En la balanza analítica de Marca Kern ABJ-N/ABS-N ABS 220-4N, fueron registrados los masas de cada semilla entera, así como su pericarpio y su endospermo por separado.

## 2) Molienda de Semillas y extracción de aceites de la semilla molida.

La biomasa de semilla seca, fue molida con un procesador marca Bullet Express Trio TM Modelo BE-110. Se utilizó una cuchilla tipo plana, el tiempo de molienda fue de 15 segundos, moliendo lotes de 300 gramos y así se obtuvo fragmentos uniformes. La potencia máxima del equipo fue 700 watts, pero se colocó a baja potencia (400 watts) para evitar sobrecalentamiento de la biomasa. Consecutivamente la biomasa fue tamizada con malla 20, almacenada y rotulada en bolsas de polietileno de cierre hermético marca Zipp U-Thíl, conservada a 4 °C hasta su utilización en los próximos ensayos

Luego de la molienda, se procedió a la extracción de aceites. Como una selección previa de solventes para el presente estudio. Solventes como el éter de petróleo, y por otro lado según Brossard-González, Ferrari, Pighinelli, & Park (2010), quienes usaron al etanol, siendo la relación Semilla y Solvente: 1 g de semilla por 8 mL de solvente. Se evaluaron cuatro tipos de extracción: a) extracción por reflujo en Soxhlet por 2 horas, b) la extracción por ultrasonido basado en el método de Samaram, Mirhosseini, Tan, & Ghazali (2013) con una frecuencia de 60 Hz y por 15 minutos, y c) extracción por agitación (500 RPM) a temperatura ambiente por 4 horas y d) extracción por agitación (500 RPM) a temperatura de 50 °C por 4 horas. (38) (39) (40) (41) (42)

Consecutivamente de la extracción de aceites, se pasó por el equipo de filtración al vacío con papel filtro Whatman grado 6. El filtrado (solvente y aceite) que se obtuvo por agitación, fue separado por destilación en equipo de Soxhlet. Los rendimientos de lípidos fueron determinados por gravimetría. La torta húmeda (semilla desgrasada), fue secada en una estufa a 40 °C por 2 horas para remover el solvente residual; la muestra opcionalmente fue secada a temperatura ambiente por 18 horas (Campana extractora de gases químicos). El biosorbente, semilla desgrasada de *Papaya Arequipeña*, fue llamado (SDP). El biosorbente SDP pasó por selección usando dos tamices: Malla 60 (0.25 mm) y Malla 100 (0.15 mm). Finalmente el SDP se almacenó y conservó a 4°C en una bolsa de polietileno con cierre hermético.

### 3) **Determinación del pH en el punto cero para el biosorbente SDP**

El método usado para calcular el pH en el punto cero ( $\text{pH}_{\text{PZC}}$ ) del biosorbente SDP ha sido descrito como sigue: 50 mL de 0.01M KCl previamente preparado y añadido en una serie de botellas con corcho. Sus valores de pH fueron ajustados, utilizando soluciones de 0.01M HCl o 0.01M NaOH, en un rango entre 3 y 11 a un intervalo de 0.5. El pH inicial de las soluciones fue medido con potenciómetro Jenway 3510 pHmeter, previamente calibrado, registrándolos como  $\text{pH}_{\text{inicial}}$ . Luego, se añadió 0.15 g de biosorbente de SDP a cada botella y el valor constante de  $\text{pH}_{\text{inicial}}$  habría de variar y después fueron selladas con tapa de corcho. Estos sistemas fueron agitados por 48 h en un Shacker a 150 RPM. Pasados los dos días, se midió con el mismo potenciómetro el segundo pH de las suspensiones y fueron registrados como  $\text{pH}_{\text{final}}$ . Éste ensayo fue realizado por duplicado. Un ploteo de los datos obtenidos de  $\text{pH}_{\text{inicial}}$  en el eje-x versus la diferencia entre  $\text{pH}_{\text{inicial}}$  y  $\text{pH}_{\text{final}}$  para el eje-y fue graficada para cada caso. El  $\text{pH}_{\text{pzc}}$  es el punto donde la curva corta el eje-x, es decir cuando el punto de  $\text{pH}_{\text{inicial}}$  y el punto de  $\text{pH}_{\text{final}}$  sean iguales. (43)

### 4) **Análisis del SDP con Espectrofotometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FT-IR).**

Se analizó la estructura del biosorbente SDP con Espectrofotometría Infrarroja con Transformada de Fourier (FT-IR) en el equipo de marca Shimadzu modelo IR Affinity-1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy. El FT-IR fue empleado principalmente como una técnica cualitativa con la que se obtuvo el espectro del adsorbente virgen SDP y el espectro del adsorbente SDP luego de la adsorción de una solución compuesta por cromo (III y VI) con una proporción de 1:1 a una concentración de 300 ppm cada una. Se empleó el rango de longitud de onda entre  $4000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ . Los espectros FT-IR del adsorbente SDP (antes y después de la adsorción de cromo) fueron utilizados para determinar los cambios de frecuencia de vibración en los grupos funcionales del adsorbente.

### 5) **Análisis de microscopia electrónica de barrido y microanálisis por dispersión de energía (SEM-EDX).**

Se realizó una microscopia electrónica de barrido (SEM) al biosorbente SDP virgen con un microscopio electrónico de barrido de marca TESCAN Vega II. Se seca las muestras a 373 °K y se almacenan en un desecador por 12 horas antes de su análisis. Además se realizó un microanálisis por dispersión de energía (SEM-EDX) del SDP con el adsorbato. Se utilizó un micro analizador de marca OXFORD Modelo INCA PentaFETx3 y se obtuvo una microfotografía del biosorbente post adsorción con una solución compuesta de Cromo (III y VI) en una proporción de 1:1 con una concentración de 300 ppm cada una, la muestra fue fijada sobre una cinta de carbón para su análisis.

### 6) **Características físicas del adsorbente SDP**

- **Densidad aparente ( $\rho_a$ ).** Fue determinada por el método de desplazamiento de líquido, utilizando una probeta de 10 mL (con una precisión de 0.10 mL), la cual se llenó con 5 mL de agua destilada; en seguida, se sumergieron 0.5 gramos de SDP esperando un tiempo de 10 segundos, evitando absorbiera agua. El volumen de agua que se desplazó se registró por lectura directa en la escala de la probeta. Se realizó 3 repeticiones, la densidad aparente relaciona la masa del SDP (g) y el volumen (mL) del agua desplazada. (44)

- **Densidad a granel ( $\rho_b$ ).** Se utilizó una probeta de 10 mL (precisión 0.10 mL) previamente pesada, a la cual se le puso biomasa de SDP sin compactar hasta su enrase, luego se pesó la probeta con el SDP en una balanza electrónica Kern ABJ- 220-4N de 0.2 mg de precisión. La densidad a granel se determinó con la relación masa (el peso de SDP que ocupó los 10 mL) dividido entre el volumen. Se realizó tres repeticiones en diferentes probetas pero de la misma capacidad y marca. (45)

- **Porosidad ( $\epsilon$ ).** Fue calculada a partir de los valores de la densidad aparente y la densidad a granel obtenidos precedentemente y utilizando la **Ecuación 2.1**. La porosidad de un material biológico se definió como un factor de empaque. Los espacios vacíos que quedan por la biomasa es denominada como porosidad. Se expresa como la relación entre el volumen de mencionados espacios vacíos y el volumen total. (46) (47)

$$\epsilon = \left(1 - \frac{\rho_b}{\rho_a}\right) * 100 \quad \text{Ec.2.1}$$

Dónde:

$\epsilon$ : Porosidad, %

$\rho_b$ : Densidad a granel, ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )

$\rho_a$ : Densidad aparente, ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )

### 2.3.2. Determinación de las propiedades fisicoquímicas y las concentraciones de Cromo Total del efluente de una industria de curtiembre

El agua residual recolectada para los análisis de cromo total y hexavalente, procedió del agua final del proceso en el tambor de curtido con hidroxisulfato de cromo (III). Considerándolo como un efluente del equipo, ya que la empresa curtiembre utilizaba esta agua con alto contenido en cromo para un agotamiento del mismo en una próxima etapa de recurtido o para recuperación de cromo por el método de precipitación química con hidróxido de calcio.

## 1) **Análisis de las propiedades fisicoquímicas del efluente de una industria de curtiembre**

Para la toma de muestras se consideró la metodología establecida por DIGESA. Se tomó las medidas de seguridad necesarias por medio del correcto uso de guantes y barbijo por tratarse de efluentes industriales potencialmente tóxicos. Las muestras de agua residual de curtiembre fueron rotuladas como ARC. Se recolectaron muestras representativas del agua residual del tambor de curtido de diferentes lotes de producción en una curtiembre localizada en el Parque Industrial Río Seco (PIRS) (48).

La cantidad de muestra tomada fue aproximadamente de 1000 mL en frascos nuevos de PVC blanco de boca ancha con cierre hermético de doble tapa de un litro de capacidad. Para la preservación de los metales en las muestras se añadió un mililitro de  $\text{HNO}_3$  al 50% para los análisis que correspondieron al método de ICP-AES. En el caso de la muestra para el análisis de cromo hexavalente no requirió de la adición de  $\text{HNO}_3$  al 50%, las muestras fueron analizadas inmediatamente. Las muestras fueron conservadas a  $4^\circ\text{C}$  aproximadamente. Todas las muestras fueron selladas inmediatamente y debidamente rotuladas, hasta el momento de su utilización en ensayos de adsorción. (48)

Como pre tratamiento del ARC, para los ensayos de adsorción. Se filtró la materia orgánica, generalmente restos de cuero, con papel filtro Whatman Grado 6. Para determinar el cromo de forma preliminar, se realizó la cuantificación de óxido de cromo por valoración yodométrica, también se realizó un análisis fisicoquímico de la muestra inicial (DQO, Turbidez, Sólidos suspendidos y sólidos totales, pH, temperatura). Para la determinación de cromo total, se utilizó el método de absorción atómica. El cromo hexavalente, fue determinado por espectrofotometría en aguas. Para determinar la composición de metales en el ARC, se realizó un análisis de espectroscopia de emisión atómica (ICP-AES). (48)

### ❖ Cuantificación de óxido de cromo por valoración yodométrica

Se utilizó el método de cuantificación por valoración yodométrica basado en la NTP-ISO 5398-1 y el estudio del Ing. Gumercindo Huamaní T. (2011) “Estudio técnico para la Recuperación del Sulfato de Cromo III en la Industria Curtiembre del Perú”. (18)

Los tres primeros muestreos ARC, fueron analizados por yodometría. Se prepararon las respectivas soluciones intervinientes en dicha valoración. El principio del método se basa en la solubilización del cromo presente en el ARC en el estado hexavalente, (49). Se utilizó como titulante al tiosulfato de sodio 0.1 M; donde un mililitro del titulante equivale exactamente a 0.00253 g de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . (18)

El ARC previamente filtrado con papel filtro Whatman Grado 6 se diluyó 1:4 y se tomó una alícuota de 10 mL para determinar la cantidad de óxido de cromo en el ARC.

La alícuota de 10 mL, se colocó en un Erlenmeyer de 250 mL. Luego se agregó 12 mL de NaOH al 40% y se esperó a que precipite. Se agregó 8 ml de Peróxido de hidrogeno 20 volúmenes y se dejó hervir por 10 minutos. Después se procedió al enfriamiento de la muestra con corriente de agua fría. Luego se agregó 3 mL de Nitrato de níquel al 5% y volvió a hervir por 10 minutos y nuevamente se enfrió con agua corriente. Se agregó 6 mL de ácido clorhídrico concentrado, hasta el cambio de coloración de amarillo a naranja. Se dejó enfriar al ambiente y se agregó 10 mL de Ioduro de potasio al 10 %, dejándolo reposar por 10 minutos en un lugar oscuro. Se tituló la solución con Tiosulfato de sodio 0,1 M, usando 3 gotas de indicador almidón al 1% (w/v). (18) (49)



## 2) **Dicromatometría para cuantificación de Cromo (VI) y (III).**

Se aplicó éste método para los ensayos Batch de adsorción de Cromo (III y VI) del presente estudio, el cual fue seleccionado debido a que es un método rápido, económico y referenciado en la mayoría de trabajos de adsorción de cromo, además que la ISO 18412:2005, se basa en el método espectrofotométrico con 1,5 difenilcarbazida para la determinación de cromo en agua. (16)

### a) **Preparación de soluciones**

- **Solución stock de 500 ppm de Cromo (VI)**, se preparó a partir de la sal de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ). En la estufa se secó 2 g de Dicromato de Potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) a una temperatura de  $105^\circ C$  por un periodo de  $15 \pm 3$  horas y posteriormente se dejó enfriar en el desecador. Luego con mucho cuidado se pesó 727.5 mg de dicromato de potasio y se disolvió en una fiola de 500 mL con agua destilada, el pH de este fue regulado con Ácido Nítrico 1N hasta pH 2.0. (49)

- **Solución stock de 500 ppm de Cromo (III)** se preparó a partir la sal de nitrato de cromo,  $Cr(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  grado reactivo, se pesó 1.924 g y se disolvió en una fiola de 500 mL con agua destilada, el pH de esta solución fue regulado con Ácido Nítrico hasta pH 3. (50)

- **Solución de difenilcarbazida 0.5 %**, se pesó 50 mg de 1-5 difenilcarbazida y se disolvió con 10 mL de acetona. Se almacenó en un frasco de color ámbar con doble tapa y recubierta de teflón a  $4^\circ C$ ; ya que esta solución es transparente al momento de prepararla, pero con el tiempo se torna de color amarillo claro (49).

### **b) Determinación de Cromo Hexavalente.**

El principio del método se basó en una reacción de óxido reducción, donde el Cromo (VI) reaccionó con la 1,5-difenilcarbazida en medio ácido, que forma Cromo<sup>+3</sup> y 1,5-difenilcarbazona de color violeta, el cual se lee en el espectrofotómetro. (51)

La dicromatometría requiere de condiciones ácidas, por lo que fueron reguladas con la adición de 0.5 mL de Ac. Sulfúrico 50% a la muestra casi enrasada, para luego verificar que el pH de la solución sea cercano a 1.0. Luego se añadió 1 mL de Difenilcarbazida, se enrasó con agua destilada y se agitó. Se dejó 10 minutos en reposo para que se forme totalmente el color violeta y el cual se midió en una celda de cuarzo de 1 cm a una longitud de onda de 540 nm, como lo menciona. (52)

### **c) Determinación de Cromo Trivalente.**

El principio para la determinación de Cromo total, se basa en la oxidación del cromo trivalente con un potente agente oxidante como es el permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub>); el cual oxida al cromo de estado trivalente a hexavalente. Una vez que todo el cromo pase a estado hexavalente se continuó con el método ya descrito anteriormente en la determinación de cromo hexavalente. (53)

La alícuota fue tomada con una micropipeta de marca DLAB y se llevó a un volumen de aproximadamente de 10 mL en un matraz de 250 mL, al cual se le añadió tres gotas de naranja de metilo dando un color salmón, luego tres gotas de hidróxido de amonio hasta que la solución cambio de color a amarillo, se añadió gota a gota ácido sulfúrico hasta que la solución vuelve a cambiar de color a rosa en este punto se le agregó 20 gotas en exceso, se llevó a un volumen de aproximadamente 40 mL con agua destilada y se colocó en la estufa hasta la ebullición, seguidamente se le añadió dos gotas permanganato de potasio y la solución se tornó

violeta, se dejó en ebullición por un minuto; luego se le agregó un mililitro de azida sódica hasta que la solución empezó a transparentar, se dejó enfriar para que la solución se torne totalmente transparente; se enrasó en fiola de 100 mL; se añadió un mililitro de solución de difenilcarbazida y se mezcló; se dejó 10 minutos en reposo para que forme totalmente el color. Los reactivos utilizados para la determinación de cromo trivalente se muestran en la **Tabla 2.1**. Para la determinación de cromo trivalente, se calculó el volumen alícuota de la muestra inicial.

**Tabla 2.1 Reactivos utilizados en la determinación de Cromo Trivalente**

| Reactivos   | Concentración |
|---|---------------|
| Difenilcarbazida                                  | 0.5 %         |
| Naranja de metilo                                 | 1%            |
| Permanganato de potasio (KMnO <sub>4</sub> )      | 0.04 g/mL     |
| Azida Sódica                                      | 0.005 g/mL    |
| Hidróxido de amonio                               | Concentrado   |
| Ácido Sulfúrico (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) | Concentrado   |

**Fuente:** American Public Health Association, American Water Works Association, (54)

Finalmente se midió la muestra en el espectrofotómetro UV a una longitud de onda de 540 nm. (54). La curva de calibración que se utilizó para este método fue la misma que se utilizó para el cromo hexavalente.

#### d) Preparación de la curva de calibración

La curva de calibración requirió los siguientes reactivos para ser preparadas, que se muestran en la **Tabla 2.2**.

**Tabla 2.2 Reactivos utilizados en la curva de calibración**

| Reactivos                     | Concentración |
|-------------------------------|---------------|
| Difenilcarbazida              | 0.5%          |
| Solución stock de Cromo VI    | 500 mg/L      |
| Solución estándar de Cromo VI | 10 mg/L       |
| Ácido sulfúrico               | 50 %          |

Para la preparación de la Solución estándar de Cromo (VI) 10 mg/L, se tomó una alícuota de 2 mL de la solución stock de Cromo (VI) y se colocó en una fiola de 100 mL que fue aforada con agua destilada, 1 mL de esta solución equivale a 10  $\mu\text{g}$  de Cromo (VI). (55)

#### Curva de calibración:

Para realizar la curva de calibración, se procedió a la preparación de las soluciones de cromo a diferentes concentraciones, partiendo de la solución estándar de Cromo (VI) 10 mg/L en un rango de 0 a 1,6 mg/L, para lo cual previamente se realizaron los cálculos correspondientes determinando el volumen alícuota para cada concentración. Para la preparación de la curva de calibración se usó Ácido Sulfúrico 50% para alcanzar un pH ácido y Difenilcarbazida 0.5 % para formar el complejo difenilcarbazona, todo se colocó en fiolas de 25 mL, por último se dejó reposar por 10 minutos para el desarrollo del color y fueron enrasadas con agua destilada como se muestra en la **Tabla 2.3**.

**Tabla 2.3. Alícuotas para la curva de calibración de Cromo (VI)**

| <b>Alícuota de Sol.<br/>Std. 10 ppm de Cr<br/>(VI)</b> | <b>Concentración<br/>final mg/L</b> | <b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub><br/>50 %</b> | <b>Difenilcarbazida<br/>0,5 %</b> |
|--|-------------------------------------|---|-----------------------------------|
| <b>0 mL</b>  | 0                                   |   |                                   |
| <b>0.5 mL</b>  | 0.2                                 |   |                                   |
| <b>1 mL</b>  | 0.4                                 | 0.5 mL                                      | 1 mL                              |
| <b>2 mL</b>  | 0.8                                 |   |                                   |
| <b>3 mL</b>  | 1.2                                 |   |                                   |
| <b>4 mL</b>  | 1.6                                 |   |                                   |

Para la medición en el espectrofotómetro, se preparó el blanco en una fiola de 25 mL se colocó 0,5 mL de Ácido Sulfúrico 50% y 1 mL de Difenilcarbazida 0.5 %, luego se dejó reposar por 10 minutos, y se enrazó con agua destilada. Las mediciones de las absorbancias de cada solución fueron hechas en una celda de cuarzo de 1 cm de ancho y una longitud de onda de 540 nm. (55)

**e) Validación del método por Dicromatometría**

La verificación del método por dicromatometría en el espectrofotómetro se ha adjuntado en el **Anexo 1** del presente trabajo.

### 2.3.3. Determinación de la dosis, pH, cinética e isoterma adecuados para el proceso de biorremoción del Cromo (VI) en agua sintética, en sistemas batch, con el biosorbente de semillas de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*)

#### 1) Determinación de la dosis de adsorbente SDP con solución de cromo (VI)

Para la evaluación de la dosis de SDP, se estableció las siguientes condiciones en un equipo test de jarras: tiempo de agitación 120 minutos, temperatura de 25 °C, velocidad de agitación de 674 RPM. El volumen de solución de cromo (VI) fue de 50 mL a 250 ppm y con un pH de 2.0 regulado con una solución de Ácido Nítrico 0.01M en el potenciómetro Hanna HI2215, previamente calibrado; la dosis de SDP en gramos fue: 0.1, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 y 3.0. (56). Donde se obtuvo la siguiente relación de masa SDP (g) y volumen de solución de Cromo (VI) en mL: 0.002, 0.01, 0.02, 0.03, 0.04 y 0.06 g/ mL respectivamente.

Para realizar el análisis de Cromo (VI), se tomó una alícuota de 0.3 µL la cual fue diluida en fiola de 50 mL, tomada de cada uno de los vasos, al inicio y al final del ensayo. La diferencia entre la concentración inicial y final de cromo (VI), correspondió a la cantidad de Cromo (VI) adsorbido en el biosorbente SDP. Para la determinación de la eficiencia de adsorción de cada ensayo realizado, se definió el porcentaje de adsorción de acuerdo a la siguiente **Ecuación 2.2** (57).

$$\% \text{ Adsorción} = \left( \frac{C_i - C_f}{C_i} \right) * 100 \quad \text{Ec.2.2}$$

Dónde:

$C_i$ : Concentración inicial de cromo (VI) en la solución y  $C_f$ : Concentración final de cromo (VI) en la solución.

## 2) **Determinación del pH ideal para adsorción de cromo (VI y III) con SDP**

### a. **Estimación de pH para la adsorción de Cr (VI)**

Para la evaluación del pH en la adsorción de Cromo (VI), se estableció las siguientes condiciones en un equipo de jarras: tiempo de 120 minutos, temperatura de 25°C, velocidad de agitación de 674 rpm. Para el ensayo de adsorción de cromo (VI) a 300 ppm se seleccionó el siguiente rango de pH (2.0, 3.0, y 4.0). El pH de cada solución fue regulada con Ácido Nítrico 0.01 M, respectivamente. La dosis de SDP para cada solución de cromo (VI) fue de 0.02 g/ mL. Por dicromatometría se determinó la presencia de cromo (VI) a partir de la alícuota seleccionada post-adsorción. (50).

### b. **Estimación de pH para la adsorción de Cr (III)**

Para la determinación de la capacidad de unión del cromo (III) al biosorbente SDP en función del pH, se configuró el equipo de jarras con las mismas condiciones del ensayo anterior. Las soluciones de cromo (III) a 500ppm se ajustaron a pH (3.0, 4.0 y 5.0), la dosis de SDP para los ensayos fue de 0.02 g/ mL. Luego del proceso de adsorción, se filtró con papel Whatman Grado 6 y se tomó una alícuota para su análisis, se registró el pH final y se determinó la concentración final de cromo (III) en el espectrofotómetro de UV, por medio de la dicromatometría.

## 3) **Cinética del proceso de adsorción.**

Para el estudio de la cinética de adsorción, el equipo de jarras utilizado en los ensayos anteriores fue configurado bajo estas condiciones, temperatura a 25°C, pH 2, y 674 rpm. La capacidad del equipo de jarras fue de 6 vasos, por lo que para éste estudio se dividió en tres rondas de pruebas. En total, se realizó 18 pruebas, cada uno a un tiempo diferente, la distribución de los ensayos con el equipo se observa en la **Tabla 2.4**, (58) (55) a partir de una solución de Cr (VI) 500 ppm se tomaron alícuotas de 13 mL y se pusieron en contacto con 260 mg de SDP, respetando la dosis de 0.02 g/ mL. El tiempo de estudio en la cinética fue de 340 minutos.

**Tabla 2.4. Distribución de ensayos de cinética en el equipo de jarras**

| Tiempos de contacto entre SDP y solución de Cr (VI), minutos |     |     |     |     |     |     |
|--|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Agitador \ N° de Ronda                                       | I   | II  | III | IV  | V   | VI  |
| <b>Primera</b>   | 3   | 5   | 10  | 15  | 20  | 25  |
| <b>Segunda</b>   | 40  | 55  | 70  | 85  | 100 | 115 |
| <b>Tercera</b>   | 145 | 175 | 205 | 250 | 295 | 340 |

Para los muestreos, según el tiempo determinado de cada ensayo de adsorción se utilizaron jeringas con toma adaptada y se filtró la mezcla con papel Whatman Grado 6, el filtrado fue rotulado y debidamente conservado para su posterior análisis. Se procedió con el siguiente ensayo donde se colocó nuevamente el mismo volumen de solución y dosis del adsorbente. Las alícuota para el análisis al espectrofotómetro fue de 0.12 mL diluidos en fioles de 50 mL. Al final de cada ensayo, se limpió el equipo de jarras para continuar con el siguiente, esto se realizó para evitar alteraciones de concentraciones entre el adsorbente y el adsorbato durante el ensayo.

Para la cinética de adsorción se evaluaron los siguientes modelos matemáticos; Pseudo Primer Orden, Pseudo Segundo Orden, Elovich y Difusión intrapartícula de Weber & Morris, como se puede ver en la **Tabla 2.5**, éstos modelos permitieron determinar cuál fue el que se ajustó mejor. Para el análisis de datos se utilizó la herramienta Solver de Microsoft Excel. (59)



**Tabla 2.5. Modelos matemáticos de cinética de adsorción**

| Modelo Matemático              | Ecuación linealizada  | Ploteo                          | Referencia |
|--------------------------------|---|---------------------------------|------------|
| <b>Pseudo primer orden</b>     | $\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1 t$                                    | $\ln(q_e - q_t) \text{ vs. } t$ | (43)       |
| <b>Pseudo segundo orden</b>    | $\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e}$                 | $\frac{t}{q_t} \text{ vs } t$   | (56),      |
| <b>Elovich</b>                 | $q_t = \frac{1}{\beta} * \ln(\alpha * \beta) + \frac{1}{\beta} * \ln$ | $q_t \text{ vs. } \ln t$        | (60)       |
| <b>Difusión intrapartícula</b> | $q_t = K_{pi} t^{1/2} + C_i$  | $q_t \text{ vs. } t^{1/2}$      | (33)       |

Dónde:

$$q_e = \left[ \frac{C_0 - C_e}{M} \right] * V$$

**Ec.2.3**

En la cual  $q_e$  (mg/g),  $C_0$  y  $C_e$  son la concentración inicial y final de cromo en la solución respectivamente.  $V$  es el volumen de solución en litros (L) y  $M$  es la masa del adsorbente usado (en gramos) (60).

**Parámetros:**

$q_e$  : Capacidad de adsorción en equilibrio (mg.g<sup>-1</sup>)

$q_t$  : Valores de masa adsorbida por unidad de masa del adsorbato en equilibrio (mg.g<sup>-1</sup>)

$C_i$ : Intercepto de la etapa que da idea del grosor de la capa límite, (mg.g<sup>-1</sup>)

$t$ : Tiempo (minutos)

$k_1$ : Constante de Pseudo Primer Orden (minutos)

$k_2$ : Constante de Pseudo Segundo Orden ( $\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{minutos}^{-1}$ )

$\alpha$ : Constante de Elovich representa la velocidad inicial de adsorción ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{minutos}^{-1}$ )

$\beta$ : Exponente de la ecuación de Elovich ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ ), relacionado con la superficie cubierta y la energía de activación por quimiadsorción

$K_{pi}$ : Parámetro de velocidad para cada etapa ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{minutos}^{-1/2}$ )

#### 4) Isotermas del proceso adsorción.

Dentro de los modelos de isotermas de adsorción se utilizaron; el modelo de Langmuir (Isoterma de tipo I) y el modelo de Freundlich, las ecuaciones linealizadas y no linealizadas son mostradas en la **Tabla 2.6**.

**Tabla 2.6. Modelos matemáticos de Isotermas de adsorción (43)**

| Isoterma   | Ecuación No<br>Linealizada              | Ecuación<br>Linealizada                                 | Ploteo                      |
|------------|---|---|-----------------------------|
| Langmuir   | $q_e = \frac{Q_m K_L C_e}{1 + K_L C_e}$ | $\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{Q_m K_L} + \frac{C_e}{Q_0}$ | $\frac{C_e}{q_e}$ vs. $C_e$ |
| Freundlich | $q_e = K_F C_e^{1/n}$                   | $\ln q_e = \ln K_F + \frac{1}{n} \ln C_e$               | $\ln q_e$ vs. $\ln C_e$     |

#### Parámetros:

$q_e$ : Máxima cantidad de Cr adsorbida al equilibrio ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )

$C_e$ : Concentración en equilibrio de Cr ( $\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$ )

$Q_m$ : Constante relacionada con la capacidad del adsorbente en su monocapa ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )

$K_L$ : Constante relacionada con la energía de adsorción ( $\text{l} \cdot \text{mg}^{-1}$ )

$K_F$ : Constante que indica la capacidad de adsorción ( $\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$ )

$n$ : Constante que indica la intensidad de adsorción

En el primer modelo se consideró, que la adsorción se favorece si el parámetro de equilibrio de Langmuir ( $R_L$ ), ecuación descrita en la **Ecuación 2.4**, es menor que uno. Donde  $C_0$  corresponde a la concentración inicial de cromo en  $\text{mg.L}^{-1}$ .

$$R_L = \frac{1}{1+(K_L * C_0)} \quad \text{Ec. 2.4}$$

El parámetro  $R_L$  indica la forma de la isoterma como sigue en la **Tabla 2.7** (61):

**Tabla 2.7. Parametro de equilibrio en la Isoterma de Langmuir**

| Valor de $R_L$          | $R_L > 1$    | $R_L = 1$ | $0 < R_L < 1$ | $R_L = 0$    |
|-------------------------|--------------|-----------|---------------|--------------|
| <b>Tipo de Isoterma</b> | No Favorable | Lineal    | Favorable     | Irreversible |

Para el segundo modelo de isoterma, Freundlich, si la intensidad de adsorción ( $n$ ) es mayor a uno, favorece la adsorción (62).

#### 2.3.4. Determinación de las concentraciones de Cromo Total en efluentes de una industria de curtiembre, después de la aplicación del biosorbente de semillas de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*) en sistemas batch y continuo.

##### 1) Adsorción de Cromo (VI), Cromo (III) y cromo total en ARC

Para el presente ensayo adsorción de cromo, se utilizó el equipo de jarras bajo las siguientes condiciones: 25 °C, tiempo de agitación de 120 minutos y 674 RPM y la dosis de 0.02 g/mL de SDP, los volúmenes para cada solución fue de 50mL.

Los dos primeros agitadores del equipo de jarras, fueron dispuestos para el estudio de cromo (VI) con una concentración de 50 ppm y 500 ppm, ambas soluciones se regularon a pH 2.0 y fueron rotulados como SDPCR6-I y SDPCR6-II, respectivamente. Para los siguientes dos agitadores se utilizó el producto químico Turkrom (curtiente), que contiene cromo en su forma trivalente a una concentración de 300 y 3000 ppm; el pH fue regulado a 3 y fueron rotulados como SDPCR3-III y SDPCR3-IV respectivamente.

**Tabla 2.8. Condiciones iniciales para la adsorción en Batch de Cromo (VI), Cromo (III) y Cromo total en ARC**

| Agitador | Rótulo     | Estado de oxidación del Cromo | Con., ppm | pH  |
|----------|------------|-------------------------------|-----------|-----|
| 1        | SDPCR6-I   | Hexavalente                   | 50        | 2.0 |
| 2        | SDPCR6-II  | Hexavalente                   | 500       | 2.0 |
| 3        | SDPCR3-III | Trivalente                    | 300       | 3.0 |
| 4        | SDPCR3-IV  | Trivalente                    | 3000      | 3.0 |
| 5        | SDPARC-V   | Ambos (3 & 6)                 | 64.26     | 4.0 |
| 6        | SDPARC-VI  | Ambos (3 & 6)                 | 965.20    | 4.0 |

En el penúltimo agitador se colocó el vaso con el agua que correspondió a un ARC al cual se le realizó un tratamiento de recuperación química de cromo utilizando Hidróxido de calcio y Ácido Sulfúrico, luego de filtrar el precipitado de óxido de cromo, ésta fue tratada con SDP para la adsorción del cromo restante, cuyo rótulo fue SDPARC-V.

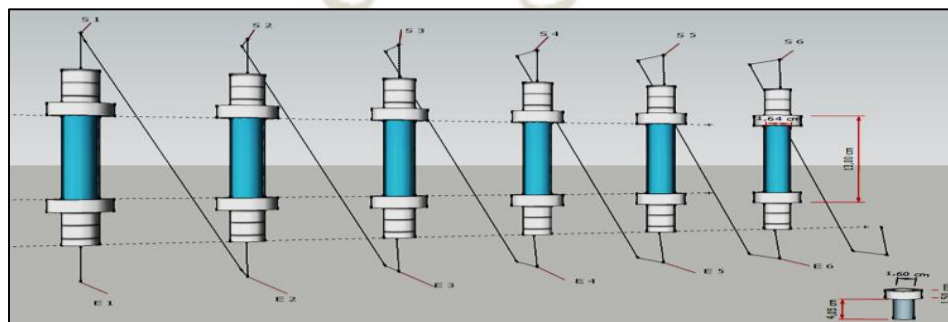
Finalmente, en el sexto agitador, se colocó a la SDPARC-VI que correspondió a una ARC diluida 1:4 con agua destilada. Como puede apreciarse en la **Tabla 2.8**, se observa los respectivos rótulos y los pH de cada solución evaluada.

## 2) Estudio del Sistema Continuo en Columnas para la adsorción y desorción de Cromo total.

### a) Configuración experimental del sistema continuo de biosorción.

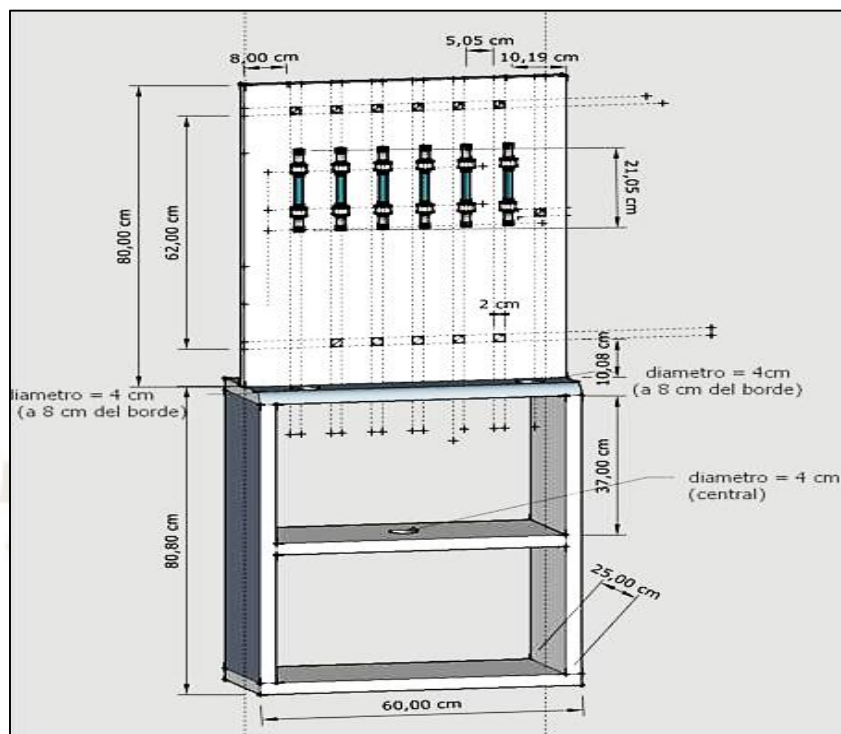
Para el presente estudio se evaluó la adsorción de cromo en un sistema continuo de columnas, donde se utilizaron seis columnas con las siguientes dimensiones: diámetro interno de 1.6 cm (5/8”) y altura 13 cm, en material de boro silicato Pírex. Para poder evaluar el comportamiento del sistema, las columnas fueron unidas en serie, las uniones se realizaron con manguera marca Euroflex de grado alimentario y de 1/2” de diámetro interno. Se incorporaron adaptadores de conexión de material de poliamida en ambos extremos de cada columna y en su interior a manera de filtro se colocó esponja aproximadamente de 0.5cm de grosor.

El diseño en columnas del sistema continuo fue desarrollado como se aprecia en la **Figura 2-1**, donde las entradas están representadas por la letra “E1, E2, E3, E4, E5y E6”; mientras que las salidas son representadas por la letra “S1, S2, S3, S4, S5 y S6”. Para el empaquetamiento de las columnas, se cargó cada una con el biosorbentes SDP (Malla 60) y un material de soporte previamente seleccionado, pumita o piedra pómez (Malla 18 y 20). En la **Figura 2-2** se observa el diseño del soporte del sistema continuo con las medidas establecidas para el montaje del sistema, el cual fue construido sobre una base de melanina.



**Figura 2-1 Configuración experimental del sistema continuo de biosorción.**

**Fuente:** Elaboración Propia. Skeetchup Pro 2015.



**Figura 2-2. Diseño del módulo para el sistema continuo de biosorción.**

**Fuente:** Elaboración Propia. Sketchup Pro 2015.

**b) Proceso de adsorción del Cromo en el sistema continuo.**

La muestra de ARC fue colocada en un recipiente con una capacidad de un litro, cuya temperatura fue 25 °C y pH regulado a 3.0. Luego se procedió al montaje del equipo, para lo cual las columnas fueron cargadas con el biosorbente SDP (Malla 60) y un material de soporte piedra pómez (Malla 18 y 20) con el fin de evitar el apelmazamiento del SDP, la proporción en peso entre SDP y piedra pómez fue de 2:27, colocándose primero el 50% (13.5 g) de la piedra pómez sola y luego el 50% restante previamente mezclado con los 2 g de SDP.

El ARC se hizo circular por el sistema continuo de columnas de biosorción con ayuda de una bomba presurizadora automática marca Pedrollo de 0.8 HP. Para dicha circulación se midió el flujo de ARC a la entrada del sistema, a partir del momento en que ingresó el ARC a la columna 1, se contabilizó el tiempo de circulación de ARC en el sistema y se observó la

retención de la muestra en cada columna, desde el ingreso a la columna 1 hasta la salida de la columna 6, midiéndose además el flujo de salida en la columna 6. Se colectaron muestras a la salida de cada columna, aproximadamente de 15 mL, las que fueron analizadas por el método espectrofotometría de absorción atómica para la determinación de cromo total. Se realizó un análisis ICP-AES antes y después de la circulación del sistema.

### **2.3.5. Determinación de la capacidad de desorción de agua sintética contaminada con Cromo (VI y III) del biosorbente de semilla de *Papaya Arequipeña* en sistemas batch.**

#### **1) Determinación del eluyente adecuado y parámetros para la desorción de Cromo (VI y III).**

Con el objeto de lograr las mejores condiciones para la desorción de cromo (VI), se realizaron ensayos previos con cinco agentes eluyentes escogidos por referencias anteriores, que fueron: Hidróxido de sodio 0.2 M, Mucilago de papaya arequipeña (Filtrado con P. F. Whatman Grado 1), Ac. Nítrico 0.1 M, EDTA 0.1 M y Cloruro de sodio 0.2 M. El volumen utilizado de cada eluyente fue de 30 mL para una dosis teórica aproximada de 0.4 g de SDP post adsorción con 20 ppm de Cr (VI). Finalizado el proceso de adsorción de cromo (VI) en Batch con el adsorbente SDP; se formó el sistema [SDP-Cromo (VI)], el cual fue filtrado con papel Wathman grado 6 previamente pesado y el filtrado se lavó con agua destilada regulada a pH 4.2 para eliminar el cromo (VI) no adsorbido. (63)

Luego el filtrado fue secado a 45 °C, y luego pesado para determinar la masa inicial del SDP-Cr (VI) previa a la desorción. Luego este fue traspasado a un beacker de 50 mL, donde se le adicionó el volumen del agente eluyente, con una concentración ya definida, para lograr la desorción del cromo (VI). El sistema [SDP-Cromo (VI)] se mantuvo en contacto con el agente eluyente por 150 minutos, con agitación 500 RPM, 25 °C; luego se procedió al filtrado y se realizó el análisis de cromo total, para determinar el porcentaje de desorción. Para la desorción

de Cromo (III) se consideró al mejor eluyente en el proceso de desorción de Cromo (VI), en este caso fue el eluyente EDTA 0.1 M. (64)(65)

## 2) Determinación de la capacidad de desorción del Cromo (VI).

Se analizó la concentración de cromo total del remanente por el método de espectroscopía de absorción atómica y dicromatometría. Para evaluar el porcentaje de desorción, se utilizó la **Ecuación 2.5:** (66)

$$\text{Desorción (\%)} = \frac{\text{cantidad de Cr desorbido}}{\text{cantidad de Cr adsorbido}} * 100 \quad \text{Ec.2.5}$$

### Análisis estadístico

De acuerdo con los datos obtenidos en los procedimientos anteriores, se realizaron análisis estadístico utilizando el material software de Microsoft Office Excel Professional Plus 2010 y Statgraphics Centurion XVI. Versión 16.1.18 © StatPoint Technologies In. 1982-2012. Basándose en los valores conseguidos del análisis estadístico se obtuvieron las tablas y gráficas que expresan los resultados obtenidos del presente estudio. Las pruebas se realizaron por duplicado y para el análisis se tomaron muestras significativas.



## CAPÍTULO III

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

#### 3.1. Obtención y caracterización del Adsorbente de semillas de *Papaya Arequipeña* (SDP).

##### 3.1.1. Recolección de semillas de papaya arequipeña.

Se observó que las semillas recolectadas conservaban su bolsa mucilaginosa junto con algunos restos de pulpa de fruta, de cascaras y de papayas descartadas, dentro de las cuales se tenía la presencia de algunas papayas inmaduras o verdes; todos éstos restos pueden deberse a una mala eficiencia del equipo perteneciente a la empresa, el cual se encarga del despulpado. Para Moya-León, Moya, & Herrera, 2004 la enzima aminociclopropanocarboxilato oxidasa (ACC oxidasa) ayuda a formar etileno, quien a su vez requiere de oxígeno para la acción ACC oxidasa. En la maduración de la fruta, puede ocurrir una percepción débil de etileno ya que esta vía podría estar bloqueada por 1-metilciclopropeno-(1-MCP), dando un desarrollo retardado, también se debe a las modificaciones en pH entre otras condiciones que influyen en la maduración de la *Vasconcellea Pubescens* o papaya de montaña. Con el uso de 1-MCP en esta fruta se retarda la maduración, un uso sobre todo con fines comerciales, es decir, prolongar eficazmente la durabilidad de esta fruta. (67)

Cada recolección tuvo registrada su respectiva masa inicial ( $M_0$ ); como puede verse en la **Tabla 3.1**, se obtuvo un rendimiento promedio de masa de semilla seca de  $1.08 \pm 0.32$  kg/día el cual expresado en porcentaje corresponde al  $21.53 \pm 1.6$  % proveniente de una masa promedio recolectada de  $5.1 \pm 1.35$  kg/día de semilla de *Vasconcellea pubescens*, datos detallados en el **Anexo 2**.

**Tabla 3.1. Rendimiento en peso seco de semillas de *Vasconcellea pubescens*.**

|                      | <b>Recolección de Masa inicial (<math>M_0</math>), kg/día</b> | <b>Masa seca final (<math>M_F</math>), semilla limpia, kg/día</b> | <b>Rendimiento (%), <math>(M_F/M_0 \times 100)</math></b> |
|----------------------|---|---|---|
| Promedio $\pm$ D. E. | 5.10 $\pm$ 1.35   | 1.08 $\pm$ 0.32   | 21.53 $\pm$ 1.60  |

Según el manual de Remuzgo J. en el 2011, los frutos destinados a la extracción de semillas de *Carica papaya* deben estar libres de daños físicos, plagas o enfermedades, se debe coleccionar frutos con madurez completa de preferencia de plantas femeninas por ser más productivas. Para extraer la semilla, se debe cortar el fruto con cuidado de no lastimar las semillas, seguido del desprendimiento del mucílago y lavado con abundante agua. Luego dejar escurrir y poner sobre papel para su secado en sombra. (68)

Según lo reporta Oyeleke, Isola, Salam, & Ajao, 2013, respecto a los cambios fisicoquímicos en semilla de *Carica papaya* durante las etapas que maduran en un almacenamiento normal. Los carbohidratos son los que más presencia tienen y más aún en estado de madurez, seguido de la grasa y finalmente la proteína que aumentan cuando están más maduras. Los elementos determinados incluyen preponderantemente por hierro, luego el manganeso y finalmente cinc. Las semillas en las diversas etapas de maduración, principalmente en muestras de sobre maduración, son una fuente barata e interesante de minerales y grasa que puede ser destinada en animales y humanos. (69)

### 3.1.2. Proceso de secado de semillas de papaya arequipeña.

Todo material orgánico derivado de la industria alimentaria posee agua, ya sea en su forma libre o ligada. Con el secado se busca reducir la mayor cantidad de agua en la semilla. Para el secado de la semillas de *Vasconcellea Pubescens* se evaluó tres diferentes condiciones de secado: la primera fue bajo sol indirecto por una semana y cuya temperatura máxima fue de 42 °C, la cual fue determinada por medio de una curva de secado mostrada (ver **Anexo 3**), la segunda se realizó bajo sombra en una habitación a temperatura ambiente por una semana, y finalmente la tercera que fue realizada bajo estufa de laboratorio por 48 horas. Para los cuales se analizó el porcentaje de humedad final, el cual fue realizado por los métodos de peso constante en estufa y el de Termobalanza, de los que se consiguió los resultados presentes en la **Tabla 3.2**.

Se realizó una sola repetición con el método de peso constante; mientras que por el método de Termobalanza se pudo realizar dos repeticiones, ello debido a la rapidez del equipo. Los resultados obtenidos en la **Tabla 3.2** se encuentran detallados en los anexos del presente estudio (ver **Anexo 4**).

**Tabla 3.2. Determinación de la humedad post-secado de semilla**

| Condición de Secado                   | Humedad (%)<br>por Mét. 1 -<br>Peso Constante | Humedad (%) ±<br>D.E. por Mét. 2 -<br>Termobalanza |
|---------------------------------------|---|--|
| a) Sol indirecto (≈ 42°C por 7 días). | 4.35  | 5.3 ± 0.03   |
| b) Amb. cerrado (≈ 25°C por 7 días)   | 6.36  | 6.76 ± 0.09  |
| c) Estufa (40°C por 48 horas).        | 4.22  | 4.85 ± 0.22  |

Se puede observar que el secado **b)** Ambiente cerrado a 25°C demostró presentar mayores porcentajes de humedad. Mientras que el secado **a)** Sol indirecto por una semana y el

secado c) Estufa por 48 horas resultaron con porcentajes de humedad similares. El resto de la semilla recolectada fue secada al sol directo, para mejorar su grado de preservación.

Se seleccionó las semillas en condiciones de secado al Sol indirecto por presentar un buen porcentaje de humedad ( $5.3 \pm 0.03 \%$ ) lo que garantiza un menor riesgo de contaminación, como se aprecia en la (**Figura 3-1**), además se realizó en un ambiente cerrado en comparación al realizado bajo sol directo que estuvo expuesto a la intemperie. A pesar que la condición de secado en estufa de laboratorio obtuvo un menor porcentaje de humedad en ambos métodos, no fue seleccionada para éste estudio debido al costo energético que demanda y la reducida capacidad de este equipo para secar la semilla, requiere mayor tiempo para secar debido a su disponibilidad; sin embargo con este método se encontró el mejor porcentaje de humedad ( $4.85 \pm 0.22 \%$ ).

La determinación de secado en estufa se fundamenta en la pérdida de peso agua de una muestra, sin embargo las técnicas de secado en estufa son inadecuadas para los productos con gran presencia de compuestos volátiles diferentes del agua, además de considerar que la temperatura no es igual en los distintos puntos de la estufa. En el método de Termobalanza, tiene como principio la evaporación de manera continua del agua de la muestra y la pérdida de peso, hasta que la muestra se situó a peso constante, convirtiéndolo en un método semiautomático y con error de pesada al mínimo.(37)

En el caso de las semillas de *Carica papaya*, estas se retiraron manualmente de los frutos, se lavaron ligeramente con agua destilada y se secaron a temperatura ambiente durante aproximadamente dos semanas, luego se empaquetaron en recipientes de polietileno negro sellados y se almacenaron a temperatura ambiente. De manera similar se hizo con las semillas de *Vasconcellea pubescens*.(11)



**Figura 3-1. Semilla seca de *Vasconcellea pubescens*.**

### **3.1.3. Caracterización física de semillas de papaya arequipeña.**

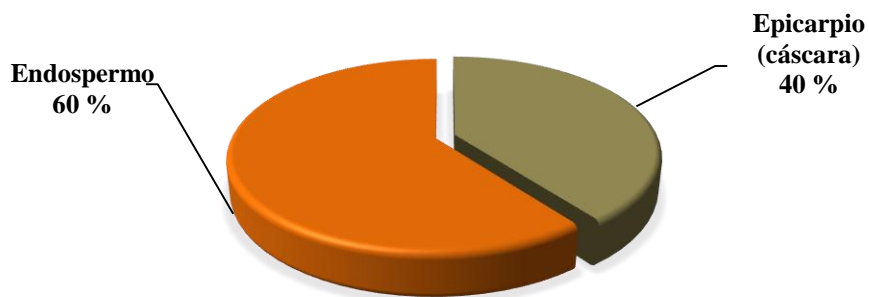
En las semillas se diferencian fundamentalmente dos partes: el germen y el núcleo. En el germen o embrión donde predominan las proteínas de alto valor biológico, que contiene además grasas insaturadas ricas en ácidos grasos esenciales y vitaminas E y B1. (70)

Fueron registrados los resultados de la caracterización física de la semilla de *Vasconcellea pubescens* seleccionando al azar 10 semillas secas. Encontrando una masa promedio de 60% correspondiente al endospermo, mientras que el 40% de masa restante correspondió al epicarpio para una semilla, la **Figura 3-2** y la **Tabla 3.3** muestran los resultados de la caracterización de la semilla.

El promedio obtenido de las medidas de cada semilla en longitud fue de  $0.653 \pm 0.08$  cm y en grosor fue de  $0.3444 \pm 0.09$  cm. Los resultados obtenidos en la **Tabla 3.3** se encuentran detallados en el (**Anexo 5**) del presente estudio.

**Tabla 3.3. Características físicas de la semilla de *Vasconcellea pubescens***

| Propiedades físicas         | Promedio ± D.E. |
|-----------------------------|-----------------|
| Longitud (cm)               | 0,653 ± 0,08    |
| Grosor (cm)                 | 0,344 ± 0,09    |
| Masa de Semilla entera (mg) | 26,32 ± 2,09    |
| Masa de Epicarpio (mg)      | 10,63 ± 0,84    |
| Masa de Endospermo (mg)     | 15,8 ± 1,47     |



**Figura 3-2. Porcentaje sobre el peso seco de semillas de *Vasconcellea pubescens***

El resultado del análisis de la composición de la semilla permitió determinar que si solo se hubiera considerado utilizar el epicarpio, tendríamos un equivalente al 40% del peso de la semilla para elaborar el biosorbente y en consecuencia una menor cantidad del mismo.

Siendo el caso ideal, desde un punto de vista biotecnológico, con el motivo de utilizar el endospermo para fines de propagación de la papaya arequipeña, se requeriría de un equipo especial que sea capaz de quitar la cascara de cada semilla sin dañar el endospermo, aprovechando al máximo el subproducto. En dicho caso solo sería útil la cascara como biosorbente. En un estudio realizado, sobre la germinación de semillas de *Carica papaya*, el cual compara la germinación in vivo e in vitro, se obtuvo un promedio máximo de 95.5% de

germinación en medio Murashige and Skoog's (MS) para embriones desnudos en un periodo de 7-8 días a 30°C, por lo que las condiciones in vitro mejoran el incremento de germinación de estas semillas. (71)

Sin embargo por fines de obtener mejores rendimientos y no contar aún con la mencionada tecnología se optó por utilizar la semilla entera, en la elaboración del biosorbente, por lo que la masa seca de semilla de *Vasconcellea pubescens* fue molida obteniendo 600 gramos aproximadamente de masa, la que fue tamizada obteniendo tamaños de partícula menores a 850 µm. Para la obtención del material lipídico se tuvo como pasos: el pre-tratamiento de la muestra, la separación de la grasa vegetal y la valoración gravimétrica de esta.

#### **3.1.4. Extracción de lípidos de semillas de *Vasconcellea Pubescens*.**

En la extracción de lípidos de las semillas de *Vasconcellea pubescens*, se realizaron las pruebas preliminares ya descritas en la metodología: La extracción por solventes en agitación, extracción por reflujo en Soxhlet y Ultrasonido, ello permitió seleccionar el mejor método de extracción de lípidos, apropiado para el presente estudio. Si bien la extracción por reflujo en Soxhlet se reporta como la más eficiente, se requiere considerar el material de vidrio especializado y que los lípidos pueden estar en continuo recalentamiento. Los lípidos son fácilmente solubles en disolventes orgánicos. (72)

Para la selección de los solventes, se tomó en cuenta algunas características como se observa en la **Tabla 3.4**, los solventes pre seleccionados en la extracción de aceite de éste estudio, fueron el éter de petróleo y el etanol. (72)

Se debe considerar que el disolvente tiene que poseer un alto grado de extracción, ser selectivo y evitar la degradación del material extraído por este. El tipo de disolvente tiene sus limitaciones, como son la toxicidad del mismo y de las técnicas utilizadas para su tratamiento

posterior a su empleo. De ahí la importancia de investigar métodos nuevos y/o alternativos para la obtención de extractos y aceites esenciales (73).

**Tabla 3.4 Comparación de las características de dos solventes: Etanol y Éter de petróleo.**

| Características del solvente                        | Éter de petróleo | Etanol  |
|---|------------------|---------|
| Facilidad de separación, Tem. Destilación, °C       | 54               | 74      |
| Precio, Soles/Litro                                 | 54               | 12      |
| Riesgo Salud, NFPA 704*                             | 1                | 1       |
| Inflamabilidad, NPFA 704*                           | 4                | 3       |
| Calidad cualitativa de aceite                       | Bueno            | Regular |
| Calidad cualitativa de torta                        | Bueno            | Regular |
| Cuidado del ambiente,<br>% de Recuperación solvente | 78               | 80      |

(\*) Standard System for the identification of the Hazards of Materials for Emergency Reponse. National Fire Protection Association. (72)

El éter de petróleo en realidad no es del tipo de químicos éteres, ya que se conocía como éter por sus propiedades volátiles. Su composición es a partir de una fracción de petróleo con un punto bajo en ebullición menos que las naftas, es decir, está formado principalmente por hexano, pentano, metil pentano y dimetil butano. El solvente de la marca Merck, el cual se utilizó, refiere un punto de ebullición en el intervalo comprendido entre 40 - 60 °C. Sin embargo, la desventaja del éter de petróleo solubiliza menos glicéridos de grasas que de aceites y extrae impurezas no polares como la clorofila y resinas. (74). En un estudio, el aceite de semilla de *Carica papaya*, se extrajo con éter de petróleo (40-60 °C). (75).



Se observó que el éter de petróleo presenta mayor porcentaje de eficiencia de extracción que el etanol, así mismo se obtiene una mejor calidad de aceite y torta al finalizar la extracción de lípidos. Debido a que el interés para la presente investigación es la torta, la cual será utilizada como el biosorbente, se seleccionó al éter de petróleo como solvente.

En un trabajo de investigación se determinó el rendimiento en la extracción de aceite por método de solvente de las semillas de (*Carica papaya*), dicha extracción se realizó en dos grupos, el primero fue con la semilla sin desprendimiento de mucílago, y el otro con la ausencia del mucílago. Estos fueron secados y sometidos a molienda, se utilizó como solvente la mezcla de hexano - alcohol en maceración, luego a esta mezcla se le realizó un filtrado, la solución aceite – solvente fue sometida a baño maría para la separación de estos compuestos, obteniendo aceite crudo. Con el desarrollo de esta investigación se demostró que el mucílago tiene en su estructura un porcentaje de aceite lo que mejora su rendimiento en la extracción de este. (76)

La cantidad de lípidos depende de la materia prima y el disolvente usado en la extracción, en cuanto a las semillas, como materia prima, estas tendrían una fracción lipídica mayor que otras partes de la planta. Las resinas y lípidos actúan como fijadores naturales de los compuestos más volátiles de los aceites esenciales. Los aceites esenciales en las semillas son los responsables de su sabor y aroma. La mayoría de los aceites esenciales de semillas tienen la propiedad de inhibir el crecimiento de ciertos microorganismos, siendo esto una actividad bactericida o anti fúngica principalmente, las cuales son aprovechadas por la industria farmacéutica. Otra propiedad funcional de los aceites esenciales es la de actuar como antioxidantes, retrasando o inhibiendo la oxidación de aceites y lípidos en general. (73)

Los lípidos fueron cuantificados por medio del porcentaje de rendimiento de aceite extraído fue determinado por el método de gravimetría y se muestra en la **Tabla 3.5**, calculados con los pesos inicial y final según se muestra en el **Anexo 6**. Este método permitió seleccionar el mejor rendimiento de extracción de aceites ajustable al presente estudio cuyos resultados

correspondieron a las pruebas preliminares de la extracción de aceites. Se puede apreciar que el rendimiento de aceites extraídos es mayor utilizando el solvente Éter de Petróleo en comparación con el solvente etanol.

El procedimiento de extracción utilizado fue de tipo intermitente con muestra seca y un solo disolvente. La extracción por agitación y a temperatura ambiente utilizando el solvente Éter de Petróleo fue el método seleccionado; donde se obtuvo un rendimiento en lípidos de 27.21 %. La difusión del disolvente al interior de la muestra y del disolvente-lípido hacia el exterior se ve facilitado por la agitación. La selección de este solvente fue debido a que se puede realizar lotes de extracción con mayor cantidad de semilla y no requiere de temperaturas altas, permitiendo así que el solvente no se volatilice durante la extracción y exista una mejor recuperación del solvente luego de la extracción.

Se observó que la extracción de aceites a temperatura de 50°C muestra un rendimiento de 27.93 %, el cual es ligeramente superior al método seleccionado, debido a que no existe una diferencia significativa y a la mayor demanda de energía, este método no fue seleccionado. Sin embargo, el calor antes del punto de ebullición facilita la extracción lo que optimizaría un diseño más adecuado para esta operación; aunque en las extracciones Batch el calentamiento es opcional.

El extracto fue recuperado por decantación y filtración al vacío. Y luego se recuperó el disolvente por destilación, purificando el extracto.

**Tabla 3.5. Rendimiento de aceites de semilla de *Vasconcellea pubescens* utilizando diferentes tipos de extracción y solventes.**

| <b>Tipo de Extracción</b> | <b>Rendimiento de Ext. - Éter de Petróleo (%)</b> | <b>Rendimiento de Ext. - Etanol (%)</b> |
|---------------------------|---|---|
| Ext. por Reflujo Soxhlet  | 25.14   | <b>24.29</b>                            |
| Ext. por ultrasonido      | 15.41   | 10.22                                   |
| Ext. por agitación a 25°C | 27.21   | 20.11                                   |
| Ext. por agitación a 50°C | <b>27.93</b>                                      | 23.58                                   |

Con el método y solvente seleccionado, extracción por agitación a temperatura ambiente se procedió a realizar la extracción de aceite de semilla de *Vasconcellea pubescens*.

Con el fin de evaluar el rendimiento de torta y aceite se realizaron siete lotes de extracción de aceites, como puede observarse en la **Tabla 3.6**, dando como resultado un rendimiento promedio porcentual de  $65.17 \pm 2.17$  de torta, el rendimiento promedio porcentual de aceite es de un  $30.96 \pm 1.62$ , demostrando la presencia de un alto contenido de aceites, lo cual indica su posible uso en otros propósitos ya sea como farmacéuticos, alimentarios, etcétera.

Un método de extracción que puede revalorizar la calidad del aceite para consumo humano es a través de fluidos supercríticos.

**Tabla 3.6. Rendimientos porcentuales promedio de aceite y torta de semilla de *Vasconcellea pubescens* con éter de petróleo como solvente.**

| Ext.                    | Peso inicial de Semilla (g) | Peso final aceite (g) | Torta, SDP, g | Rendimiento en Torta, SDP (%) | Rendimiento en Aceite (%) |
|-------------------------|-----------------------------|-----------------------|---------------|-------------------------------|---------------------------|
| 1                       | 62.60                       | 20.56                 | 38.72         | 61.85                         | 32.84                     |
| 2                       | 37.53                       | 11.18                 | 25.38         | 67.63                         | 29.79                     |
| 3                       | 50.09                       | 14.2                  | 34.11         | 68.10                         | 28.35                     |
| 4                       | 62.51                       | 20.2                  | 40.21         | 64.33                         | 32.31                     |
| 5                       | 40.72                       | 12.45                 | 26.41         | 64.86                         | 30.57                     |
| 6                       | 62.58                       | 19.11                 | 41.77         | 66.75                         | 30.54                     |
| 7                       | 68.02                       | 21.96                 | 45.00         | 66.16                         | 32.28                     |
| <b>Promedio ± D. E.</b> |                             |                       |               | <b>65.17 ± 2.17</b>           | <b>30.96 ± 1.62</b>       |

En el caso de las semillas de papaya (*Carica papaya L.*) variedad Formosa, el rendimiento de aceite fue 29.16 %. Se muestra altas concentraciones de lípidos por lo que puede considerarse económicamente atractivo para la extracción industrial, especialmente en comparación con los cultivos convencionales de semillas oleaginosas tales como el maíz y la soja. El aceite que obtuvieron tuvo alta resistencia de oxidación (77.97 horas). Los ácidos grasos principales en lípido total fueron oleico (71.30 %), palmítico (16.16 %), linoleico (6.06 %), y ácido esteárico (4.73 %). Por consiguiente, el potencial uso de la producción de aceite de semilla de papaya parece favorable, debido a sus aceites no saturados. Dicho aceite se obtuvo por extracción Soxhlet utilizando Éter de petróleo a 40-60 °C y el aceite obtenido se mantuvo en botellas de vidrio ámbar, almacenándose en un congelador (-18°C). (11)

Un trabajo realizado por Jorge & Malacrida (2008), sobre la evaluación la actividad antioxidante de extractos de semillas de papaya en aceite de soja. Utilizaron una extracción secuencial con éter etílico, etanol y agua. Estos extractos etéreos de semillas de papaya

demonstraron tener un efecto protector contra la oxidación lipídica sobre el aceite de soja a una temperatura de 60 °C. En el caso de la *Carica papaya* Linn, sus semillas son también a menudo descartadas después de comer las frutas.

El aceite de estas posee un alto contenido (26.66 %), carbohidratos (72.69 %) y los valores de energía (524.913 kcal/100g). Su aceite es estable y de baja toxicidad, es un buen antioxidante por la presencia de poli fenoles que le pueden dar características de comercialización para su uso medicinal. (77)

El aceite podría también ser usado con propósitos de biocombustibles. La cascara de semilla también puede ser desarrollada en nuevos materiales como empaques biodegradables. (38)

La semilla de *Carica papaya* es una rica fuente de nutrientes. La semilla es una rica fuente de proteína (26,78 %) y fibra cruda (21,4 %) y lípidos (30,1 %) por medio de Soxhlet y éter de petróleo. Además existe la presencia de los siguientes minerales: K, Na, Ca, P y Mg, destacando el Ca y P. (39)

En un estudio para la determinación del valor proteico de las semillas secas y molidas de *Carica papaya* de frutos maduros provenientes de estados de Nigeria; fueron desengrasadas en Soxhlet con éter de petróleo (40-60 ° C) por 12h y se encontró los productos de papaya tienen propiedades proteicas inferiores que la *Glycine max* o soya. (78)

El ácido oleico fue el ácido graso predominante en el aceite de semillas crudo y fermentado, siendo su contenido del 77,7% y el 80,7% respectivamente, seguido del ácido palmítico y el ácido esteárico. Al igual que el aceite de oliva, el aceite de semilla de papaya

puede servir como una excelente fuente de ácido oleico puro. Se encontró que la fermentación tiene un efecto positivo en el aumento de ácido oleico. (75)

Existe un potencial en el aceite de la semilla de papaya fermentada que no ha sido explotado. La fermentación de las semillas de papaya podría mejorar la utilización de las semillas en lugar de permitir que se desechen. En Perú, sin embargo, las semillas además de ser usadas para germinar las plántulas se consideran como parte de la basura orgánica.

Los aceites esenciales son sustancias aromáticas pueden encontrarse además en otras partes de las plantas. Luego pueden ser extraídos, por ejemplo, a partir de hojas, tallos, flores, raíces y semillas. En la industria alimentaria, las especias y condimentos son cada vez más utilizados en la industria de los alimentos y gastronomía, sin descartar también sus usos medicinales. Una investigación con semillas de *V. pubescens* (papaya de monte) para la obtención del bencilisotiocianato (BITC) requirió primero adquirir el aceite, por lo que se desengrasó polvo de semilla en un equipo Soxhlet utilizando hexano. Se eligió trabajar con las semillas porque hay mayor concentración de glucosinolatos en éstas en comparación con la pulpa, cáscara, hojas y látex. (10)

Normalmente la extracción de un principio activo obedece un orden estipulado, es decir, primero se pasa por una etapa a escala laboratorio y luego a una etapa industrial; ello permite experimentar tipos de reactivos y sobre todo costos, en este caso, el disolvente. Además existe la probabilidad de generar residuos en el proceso, por lo que existe la consideración del riesgo de accidentes por la volatilidad que posee dicho disolvente. El uso de la técnica de ultrasonido como un pre-tratamiento es recomendable para la extracción de aceites esenciales. Los métodos clásicos para la extracción de aceites esenciales son sencillos, pero suelen tener rendimientos bajos. Los métodos fluidos supercríticos y microondas son tecnologías que no ahorran tiempo y consumo energético, pero requieren de gran inversión inicial, por ello son utilizados más para investigaciones farmacéuticas (73).

Cuando se elige uno de estos métodos, es necesario saber el destino final, es decir, para consumo alimenticio se debería restringir uso de químicos, siendo preferible uso de lipasas.

En un estudio sobre la extracción de grasa de la semilla del aguacate (*Persea americana* cv. *Hass*), se encontró que con hexano y CO<sub>2</sub> supercrítico se extrajo aproximadamente la misma cantidad de grasa, mientras que con etanol se extrajo menor cantidad. Al extracto obtenido con etanol se le extrajo la grasa con éter etílico (grado reactivo) y se cuantificó por gravimetría, García, Ramos, & Mora, 1999 (79).

Un estudio sobre optimización de la extracción de aceite de semillas oleaginosas de guanábana (*Annona muricata*) mostró que las propiedades fisicoquímicas del aceite extraído es de grado alimenticio y podría servir como materia prima para muchas aplicaciones industriales. Esto puede proporcionar información útil sobre el desarrollo de procesos económicos y eficientes utilizando el método de extracción con disolvente n-hexano. (80)

Otra investigación sobre extracción de aceite de la semilla del mango (*Mangifera indica*) que usa solventes orgánicos, obteniendo nuevos productos utilizables a partir de desechos. La elección del solvente adecuado, a temperatura ambiente, fue la mezcla acetona-etanol (1:1). (81)

Se estudiaron diferentes solventes orgánicos (éter de petróleo, etanol y hexano) para extraer los lípidos de las semillas de *Cucurbita pepo*.L. Parámetros como la agitación y el tiempo de extracción no ocasionaron consecuencias significativas en la extracción de los a. La cantidad de aceites extraídos con disolvente etanol fue similar al extraído con hexano, sin embargo el ácido linoléico se extrae en igual proporción en etanol y éter de petróleo y mucho menor en hexano. (82)

Por otro lado, la extracción de aceite de quínoa (*Chenopodium quínoa willd*) con etanol como solvente, se vio que no es posible realizar esta extracción, se observó que el disolvente etanol extrae además otros componentes no grasos como ceras, fosfátidos, azúcares, pigmentos, etc. Por lo que el aceite de quínoa se realizó extracción con hexano y éter de petróleo, pero recomienda como proceso de extracción de aceite, el prensado en frío, mediante una prensa de tornillo, para mejorar los rendimientos. (83)

Los extractos obtenidos del subproducto de papaya chilena (semilla) muestran características antioxidantes como los fenoles, flavonoides y sulfurforanos, con potenciales nutraceuticos y ser más económicos que los convencionales. Estas semillas representan un valor agregado y menor impacto en caso de ser vertidas al medio ambiente. Por otro lado, el aceite de la semilla de papaya también tiene el potencial de ser explotado por su calidad en ácido oleico. Se ha probado que el método de extracciones a alta presión hidrostática y ultrasonido es más efectivo que los métodos tradicionales. Dicho método puede ser aplicado a la extracción de compuestos bioactivos, además el método tiene un costo promedio de 10-15 centavos de dólares por kg de producto. (4)

### 3.1.5. Caracterización del Biosorbente SDP.

En un estudio comparativo realizado con las semillas desgrasadas y no desgrasadas de papaya (*Carica papaya*) en cuanto a su composición proximal, tóxicos, la composición de azúcar, minerales, características del aceite de la semilla y su espectro de ácido grasos del aceite de la semilla. Se infiere que la semilla es una fuente sustanciosa de proteínas y fibra cruda. De los tóxicos estimados, los glucosinolatos son los están en la proporción más alta. La semilla está baja en monosacáridos, siendo la sacarosa el azúcar predominante, el contenido mineral está generalmente bajo, sin embargo, Ca y P son más representativos. (84)

Existe la dificultad de analizar sus propiedades químicas de superficie procedentes de la naturaleza especial propia del adsorbente, que es un cuerpo negro y tiene componentes



complejos en superficie, por lo que se proponen y utilizan los diferentes métodos de caracterización. Para caracterizar la química de la superficie del adsorbente, existe una variedad de métodos de caracterización se complementan para adquirir información de superficie más precisa y más completa. Eso se predice que con el desarrollo de la ciencia y la tecnología, estos métodos serán continuamente desarrollados y mejorados y se entenderá mejor la naturaleza de la química superficial de un adsorbente. (85)

La semilla desgrasada de *Vasconcellea pubescens* (SDP) que toma el rol biosorbente en el presente estudio, demandó su respectiva caracterización, comprobando primeramente la existencia de los grupos funcionales en la superficie del SDP por medio de la variación del pH en el punto cero ( $\text{pH}_{\text{PZC}}$ ). Luego se analizó estudios de espectros FT-IR), así como las microscopias electrónicas de barrido (SEM) del SDP virgen y ligado al Cromo (III y VI).

#### a) Variación del pH en el punto de carga cero.

Dado que el  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  corresponde a un punto de equilibrio de cargas sobre el adsorbente, un pH en el cual  $\text{H}^+$  y los  $\text{OH}^-$  están en proporción, valores de pH mayores que  $\text{pH}_{\text{PZC}}$ , genera una superficie cargada negativamente, en tanto que un pH menor que  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  una superficie cargada positivamente.

La titulación potenciométrica fue propuesta por Y. Matsura y diseñada para determinar la química superficial se basa en el principio de que la carga superficial del adsorbente es una función del valor de pH de las soluciones acuosas. En la actualidad, es un método de análisis conveniente para la química superficial del adsorbente. (85)

Para el presente ensayo con el SDP, el  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  promedio fue de  $6.075 \pm 0.0919$  como se observa en la **Tabla 3.7**. Los valores de pH inicial y pH final para dicha tabla se encuentran detallados en el **Anexo 7**. De allí que la determinación de este parámetro sea de gran ayuda para establecer las condiciones propicias en cuanto al valor del rango de pH que permite alcanzar

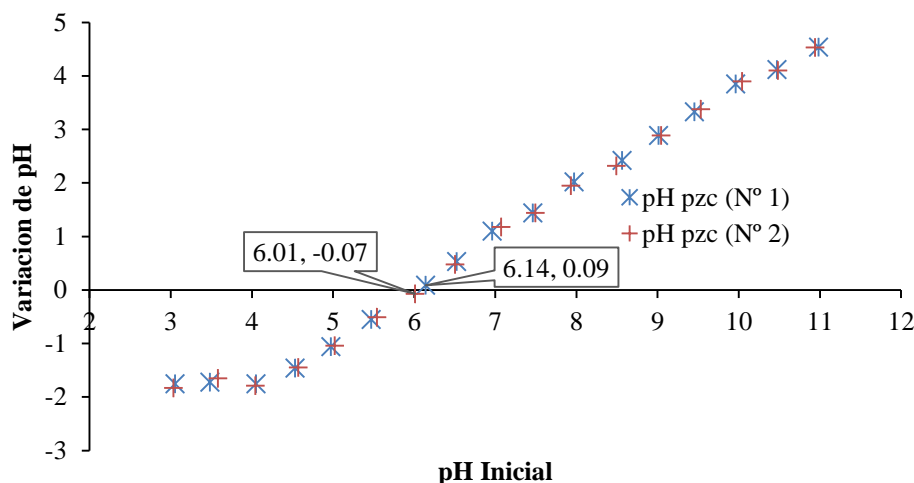
una remoción eficiente de cromo. En la **Figura 3-3**, se observa el ploteo de  $pH_{inicial}$  en el eje x versus la variación de pH ( $pH_{inicial}$  y el  $pH_{final}$ ) en el eje y, donde se puede apreciar los  $pH_{PZC}$  para los dos ensayos.

El valor del pH, al cual la carga superficial es cero, se llama punto de carga cero (PZC). El denominado punto isoeléctrico, PIE, se designa como valor de pH de potencial cero. En la práctica,  $pH_{PIE}$  está generalmente cerca de  $pH_{PZC}$ , pero en realidad está más bajo que  $pH_{PZC}$  del adsorbente. Si el potencial de un adsorbente es menor que cero, indica que la superficie de este es ácida; si el potencial del adsorbente es mayor que cero, indica que la superficie de este es básica.

Se observa comúnmente que para el  $pH < pK_a$  la adsorción de compuestos orgánicos no ionizados no depende de la carga superficial del adsorbente. Sin embargo, para  $pH > pK_a$  los compuestos fenólicos están disociados y la adsorción de su forma iónica depende de la carga superficial. Las ventajas del uso del  $pH_{PZC}$  son que se requiere menos muestras, es de bajo costo y sus resultados son indirectos. Como desventajas se tiene la incapacidad de identificar tipos y grupos, no se puede cuantificar, es un proceso lento y la muestra se desnaturaliza. (85)

**Tabla 3.7 Determinación del pH en el punto cero ( $pH_{pzc}$ ).**

|                        | <b>pH Drift 1</b> | <b>pH Drift 2</b> |
|------------------------|-------------------|-------------------|
| <b>pH pzc</b>          | 6.14              | 6.01              |
| <b>Promedio ± D.E.</b> | 6.075 ± 0.0919    |                   |



**Figura 3-3 Ploteo de  $pH_{pzc}$  para la adsorción de Cromo en adsorbente SDP.**

**Fuente: Elaboración Propia. Microsoft Office Excel 2013.**

**b) Análisis FT-IR de muestras SDP con y sin cromo (VI).**

El método perteneciente al espectroscopio de Fourier infrarrojo se originó en el principio del siglo XX y fue muy desarrollado hasta la actualidad. Combinando el interferómetro de Michelson con la tecnología computacional, tiene muchas ventajas tales como tiempo corto de la medida, alta sensibilidad y resolución, amplia gama de la medida del espectro. Por lo general, los espectros de absorción infrarroja de moléculas son distribuciones energéticas de vibración/rotación de moléculas, es decir, la transición del nivel de energía que se da. En comparación con los espectros estándar, la información de los grupos funcionales de las muestras puede determinarse por la frecuencia de la banda de absorción. (85)

Se identificó que la lignina de la biomasa tiene un rol importante en la adsorción de metales pesados, su capacidad va depender de la cantidad de grupos superficiales como: los hidroxilo, carboxilo, fenólico, entre otros. Las ventajas que se buscan en la biomasa como material adsorbente se refieren al bajo costo, gran capacidad de carga y su competitividad. (86)

Se realizaron los análisis FT-IR para identificar los grupos funcionales presentes en las muestras: adsorbente SDP virgen y el SDP post-adsorción con cromo (III y VI). Los espectros resultantes fueron ploteados usando la misma escala en el eje de transmitancia; el espectro FT-IR de SDP virgen mostrado en la **Figura 3-4** presenta picos de adsorción en el rango de 4000-500  $\text{cm}^{-1}$ .

En la **Tabla 3.8** se presenta los picos fundamentales del adsorbente antes y después de su uso. En el SDP virgen, el pico alrededor de 3282.29  $\text{cm}^{-1}$  indica la existencia de grupos hidroxilo intermolecular, unido y libre. El pico observado a 2924.21  $\text{cm}^{-1}$  es asignado al grupo C-H. Se encuentra el pico a 1631.85  $\text{cm}^{-1}$  que indica la presencia del grupo C=O lo que puede atribuirse a la presencia de los grupos aromáticos de lignina. Los siguientes picos prominentes son de los grupos  $-\text{CH}_3$  y C-OH encontrándose a 1396.52 y 1238.35, 1049.32  $\text{cm}^{-1}$  respectivamente. El pico adicional a 898,87 y 790.85  $\text{cm}^{-1}$  es asignado a los compuestos aromáticos de flexión o vibraciones plegadas.

Sin embargo, en el espectro FT-IR del adsorbente SDP post-adsorción con cromo (III y VI); se encontró cambios en las posiciones y formas de los grupos: C-H,  $-\text{CH}_3$ , C=O y O-H (**Figura 3-5**) ver **Tabla 3.8**. De manera similar los grupos de los compuestos aromáticos de flexión han sido afectados siendo un indicativo de asociación con anillos aromáticos. Es posible que la adsorción sea de tipo físico como la formación de complejos con grupos funcionales, el intercambio iónico y las reacciones químicas con algunos sitios de la superficie. Los cambios en el espectro FT-IR confirman la formación de complejos de Cr (III y VI) con los grupos funcionales presentes en el adsorbente SDP.

Los resultados del análisis por el equipo FT-IR Shimadzu Mod. IR Affinity-1 FT-IR Spectroscopy, así como el procesamiento de éstos bajo el software irAnalyze Versión 3.4.1.0 © LabCognition, para su interpretación están en el **Anexo 8**.

**Tabla 3.8. Longitudes de onda en los Espectros FT-IR del adsorbente virgen y el adsorbente tratado con cromo**

| Longitudes de onda de los Grupos Funcionales , $\text{cm}^{-1}$ |         |         |         |                  |                     |                      |
|---|---------|---------|---------|------------------|---------------------|----------------------|
| Adsorbente  | O-H     | C-H     | C=O     | -CH <sub>3</sub> | C-OH                | Vibraciones plegadas |
| <b>SDP (virgen)</b>   | 3282.29 | 2924.21 | 1631.85 | 1396.52          | 1238.35,<br>1049.32 | 898.87,<br>790.85    |
| <b>SDP-Cr (III y VI)</b>  | 3279.13 | 2955.07 | 1635.71 | 1381.51          | 1230.64,<br>1045.46 | 895.01               |

La reflectancia difusa de la espectroscopia infrarroja de la transformada de Fourier (DRIFTS) se aplica en la determinación de las muestras con propiedades de dispersión y fuerte capacidad de adsorción. Las ventajas de un análisis por DRIFTS: determina grupos funcionales, determina grupos que contienen nitrógeno, menor cantidad de muestras, menor costo, operación fácil, muestras intactas y resultados directos. Como desventaja tiene el no poder atribuir alguna absorción y cuantificación aproximada para un posible grupo funcional. (85)

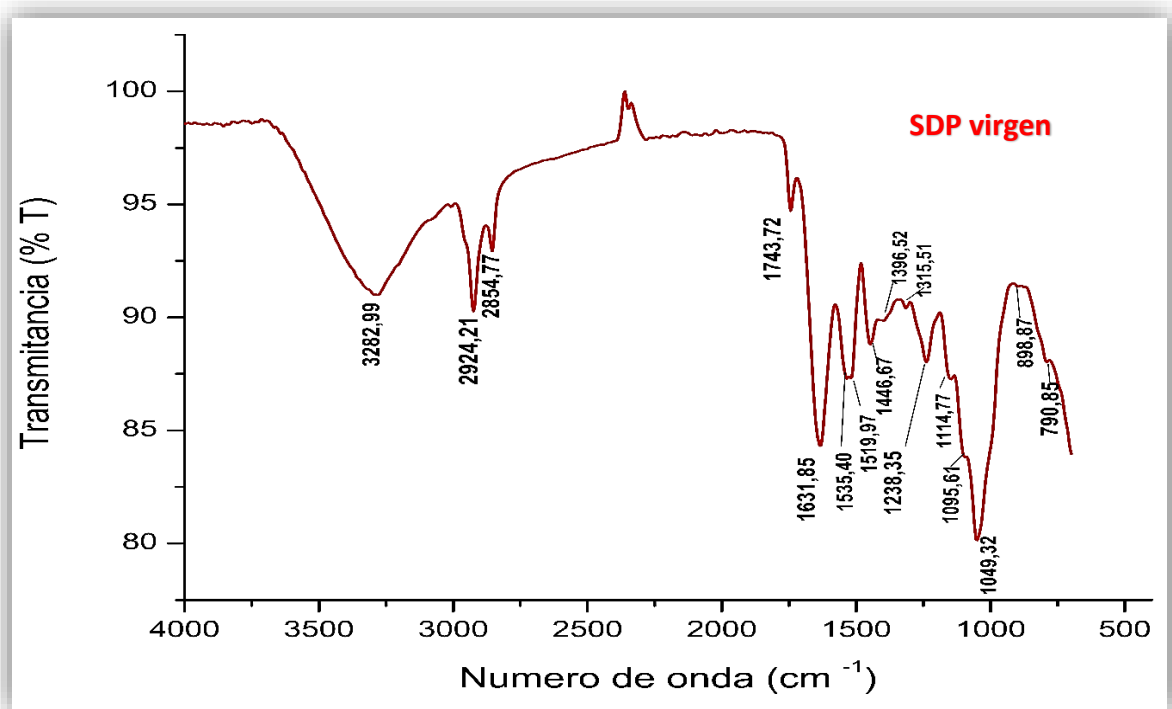


Figura 3-4. Espectro FT-IR de adsorbente SDP virgen.

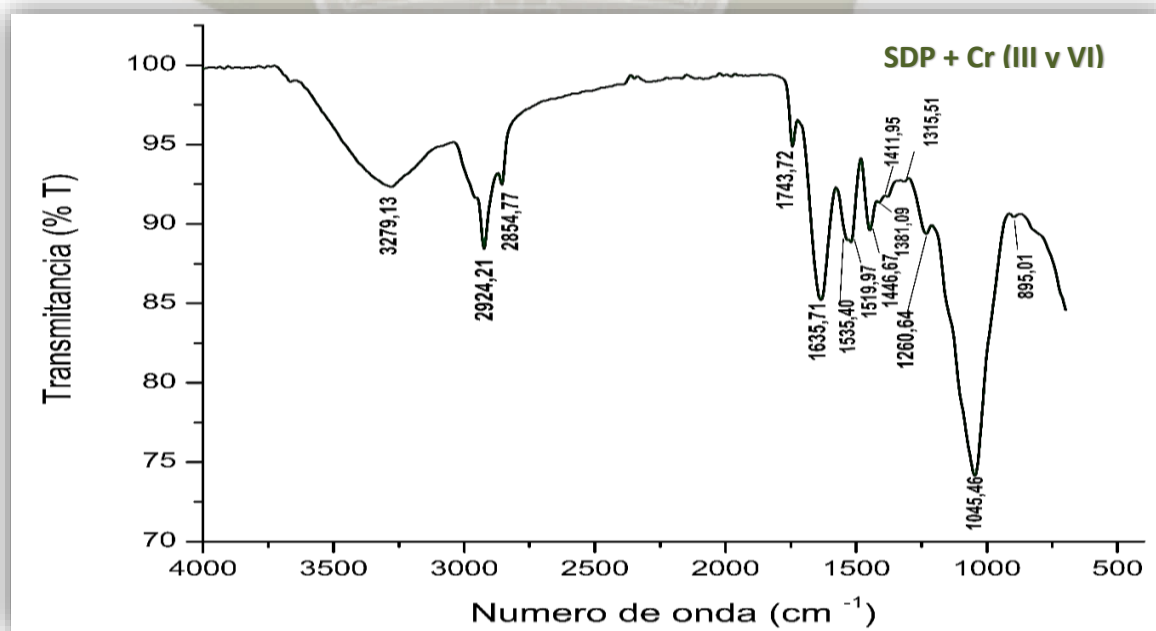
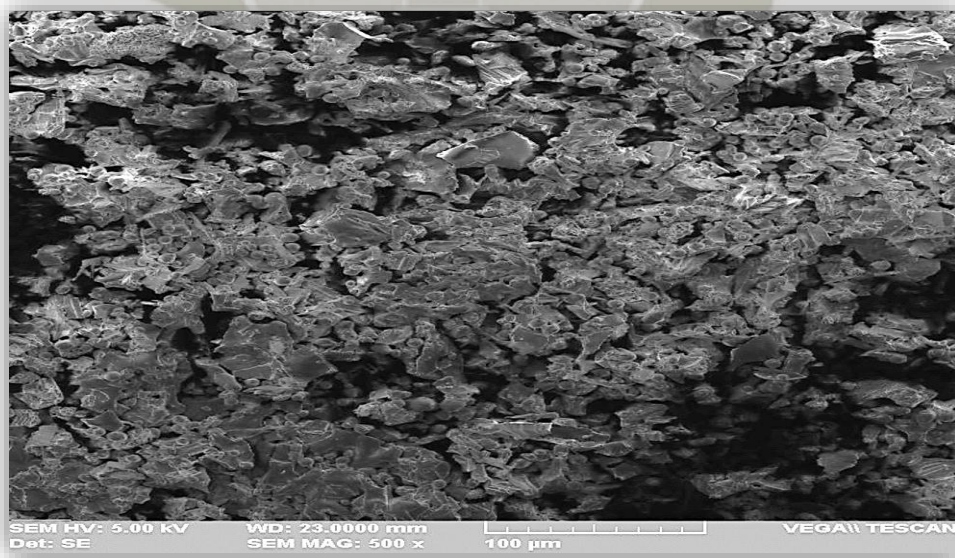


Figura 3-5. Espectro FT-IR del adsorbente SDP tratado con Cromo (III y VI)

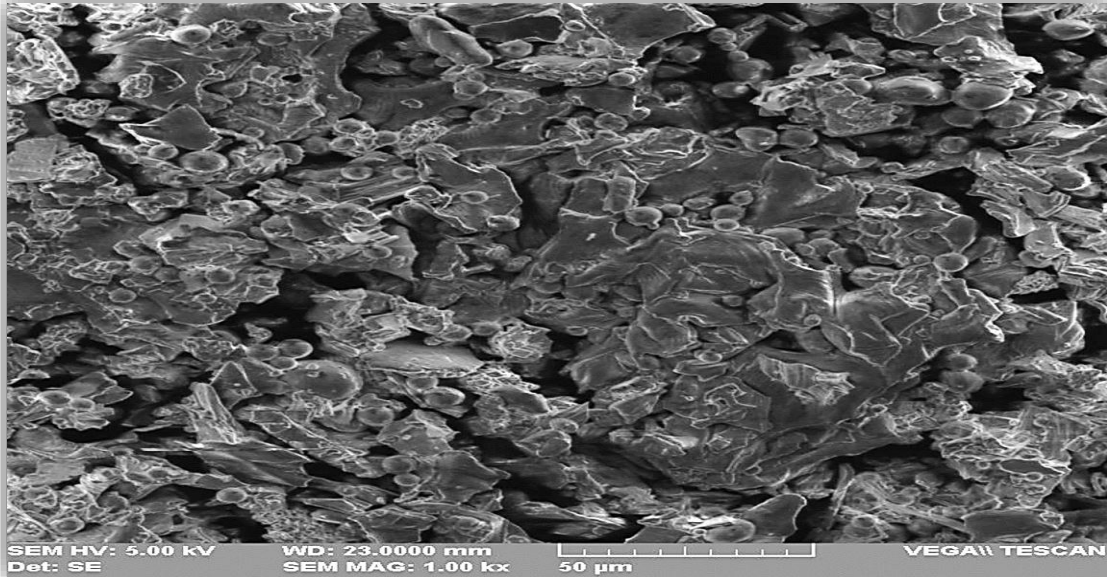
**c) Análisis Microscopia de Barrido SEM de muestras SDP antes y después de la adsorción de cromo.**

El análisis SEM determina la estructura y morfología del poro pero no puede identificar su distribución. (85) Las fotografías provenientes del análisis SEM permitió la observación directa de la superficie de adsorbente SDP en su estado virgen. La correcta selección del tipo y estado del microscopio electrónico de barrido, la preparación de la muestra, y la destreza del analista, son los puntos clave para obtener resultados exitosos en este ensayo. La muestra de adsorbente SDP en estado virgen no fue recubierta con ningún elemento metálico, es decir que fue analizada tal cual. Mientras que la muestra SDP post adsorción de cromo fue recubierta por hilos de carbono y analizada por SEM-EDX. Para el presente estudio se obtuvieron fotografías SEM del adsorbente SDP sin adsorbato Cromo (**Figuras 3-6 y 3-7**) y las fotografías después de la adsorción de Cr (VI), como lo muestra la **Figura 3-8**, en la fotografía D se observan áreas blancas, lo que significa que existe un alto contenido de electrones debido a la falta de conductividad en la muestra. A continuación se muestran las imágenes de microscopio SEM para SDP:

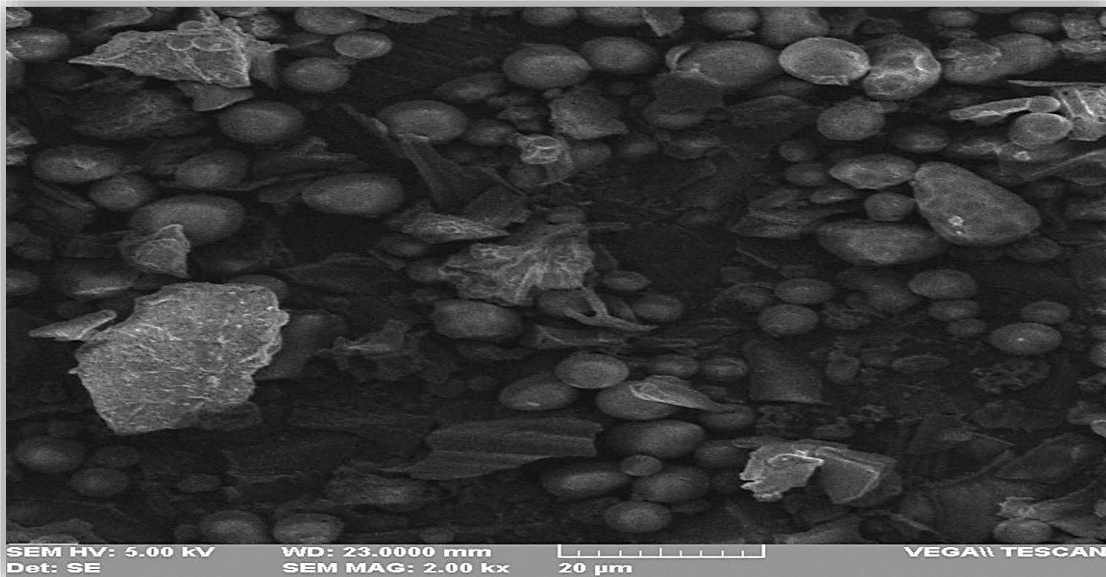


(A)

**Figura 3-6. Imagen SEM de SDP a un aumento de 500X (A).**



(B)



(C)

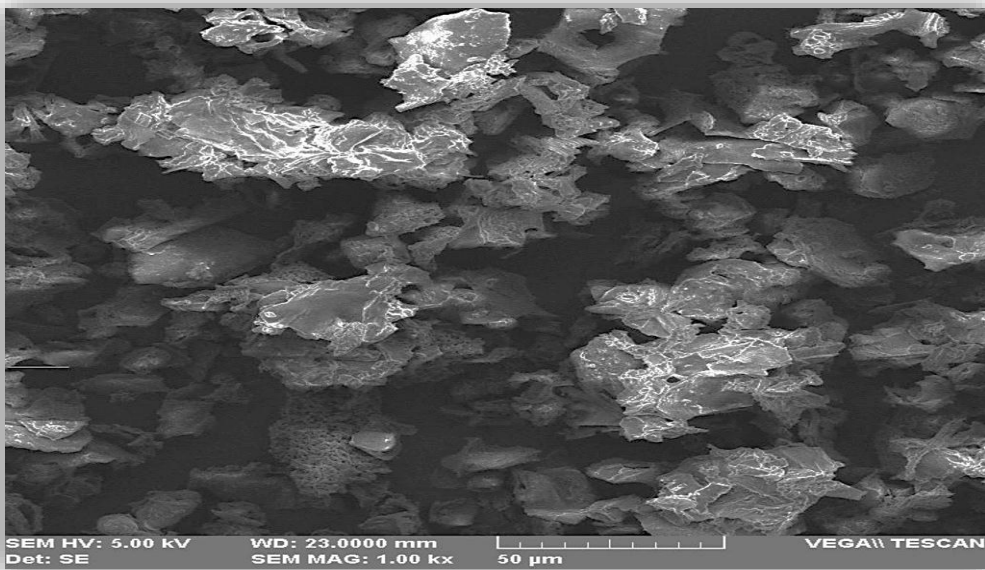
**Figura 3-7. Imágenes SEM de SDP a un aumento de 1000X (B) y 2000X (C).**



Imágenes de microscopio SEM para SDP-Cromo:



(D)



(E)

**Figura 3-8. Imágenes SEM de SDP – Cromo con aumentos de 400X (D) y 1000X (E).**

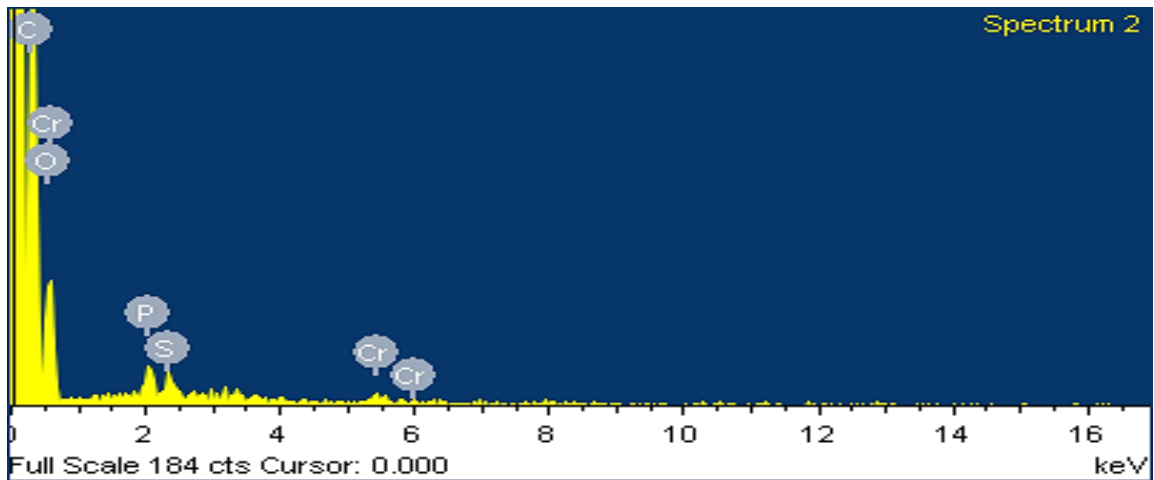
El análisis SEM-EDX del adsorbente SDP post adsorción de Cr (III y VI) realizado por medio del micro analizador con tres espectros y en diferentes zonas de la muestra, identificadas como SDP-Cr-a, SDP-Cr-b y SDP-Cr-c, dieron como resultados en su composición la presencia de los siguientes elementos C, O, P, S y Cr, los que fueron expresados en forma de porcentaje peso, como se puede observar en la **Tabla 3.9**.

Debido a que la muestra es una materia orgánica los resultados presentan un mayor porcentaje peso de carbono, siendo éste de  $62.83 \pm 3.29$  %. En el caso del cromo observamos que el promedio es de  $0.92 \pm 0.24$  %. Así mismo se observó valores promedio significativos de O, P y S.

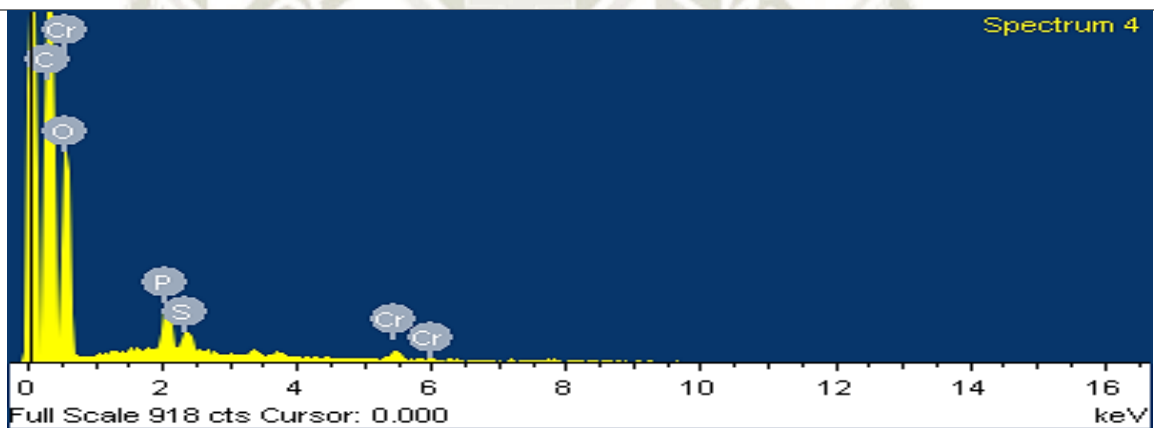
**Tabla 3.9. Análisis SEM-EDX para SDP-Cr (VI).**

| <b>MUESTRA: SDP-Cr</b> |  |  |  |   |
|------------------------|--|--|--|---|
| <b>Elemento</b>        | <b>Espectro<br/>SDP-Cr-<br/>a, Peso,<br/>%</b> | <b>Espectro<br/>SDP-Cr-<br/>b, Peso,<br/>%</b> | <b>Espectro<br/>SDP-Cr-<br/>c, Peso,<br/>%</b> | <b>Promedio de<br/>Peso.<br/>(%) <math>\pm</math> D.S</b> |
| <b>C</b>               | 66.59  | 60.49  | 61.42  | $62.83 \pm 3.29$  |
| <b>O</b>               | 29.99  | 36.49  | 35.2   | $33.89 \pm 3.44$  |
| <b>P</b>               | 1.68   | 1.44   | 1.42   | $1.51 \pm 0.14$   |
| <b>S</b>               | 1.04   | 0.69   | 0.79   | $0.84 \pm 0.18$   |
| <b>Cr</b>              | 0.7  | 0.89   | 1.17   | $0.92 \pm 0.24$   |

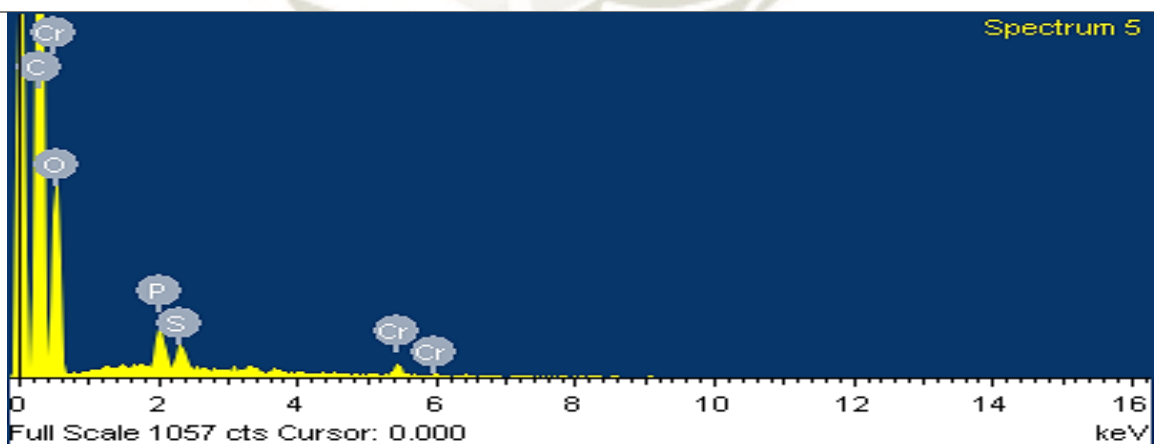
En la **Figura 3-9**, se puede apreciar las gráficas de los espectros: SDP-Cr-a, SDP-Cr-b y SDP-Cr-c. Donde se observa la presencia del metal Cromo a diferentes niveles de energía: 0.5, 5.5 y 6.0 keV; observándose que la mayor presencia de cromo está en el tercero. El promedio del porcentaje peso de la muestra, SDP post adsorción de cromo, fue de  $0.92 \pm 0.24$  % Peso. Los espectros del análisis SEM-EDX se encuentran detallados en el **Anexo 9**.



*ID Muestra: SDP-Cr-a*



*ID Muestra: SDP-Cr-b*



*ID Muestra: SDP-Cr-c*

**Figura 3-9. Espectros de análisis SEM-EDX en la muestra SDP-Cr**

Dentro de las propiedades físicas, se evaluaron la densidad a granel, la densidad aparente, lo que permitió obtener la porosidad de la semilla desgrasada (SDP) con un resultado de  $84.18 \pm 1.35$  %, como puede apreciarse en la **Tabla 3.10**, lo que indica que la biomasa resultante luego de los procesos físicos y químicos es lo bastante porosa como para permitir la absorción de líquidos o gases, además es lo suficiente porosa para considerarla como un filtro una membrana semipermeable, en este caso las aguas residuales de curtiembre y que puedan interactuar con la biomasa para una mejor adsorción. Ver **Anexo 10**.

**Tabla 3.10. Propiedades físicas del SDP**

| <b>Car. Físicas</b>             | <b>Promedio <math>\pm</math> D. E.</b> |
|---------------------------------|--|
| Volumen, mL                     | $10 \pm 0.1$                           |
| Masa de SDP, g                  | $2.5035 \pm 0.0056$                    |
| <b>Densidad granel, g/ mL</b>   | $0.2503 \pm 0.0006$                    |
| Volumen desplazado, mL          | $0.3167 \pm 0.0289$                    |
| Masa de SDP, g                  | $0.5009 \pm 0.0021$                    |
| <b>Densidad aparente, g/ mL</b> | $1.5899 \pm 0.1315$                    |
| <b>Porosidad, %</b>             | $84.18 \pm 1.35$                       |

### **3.2. Determinación de las propiedades fisicoquímicas y las concentraciones de Cromo Total del agua residual de curtido (ARC)**

Las lagunas de oxidación del Parque industrial de Río Seco tienen un alto grado de contaminación, donde los principales parámetros se encuentran muy por encima de los Estándares de Calidad Ambiental para el agua y de los Límites Máximo Permisibles de efluentes industriales como las curtiembres (87)

Los metales pesados que se obtienen de diversos procesos industriales principalmente tienen como consecuencia dos fenómenos en función del tiempo, los cuales son bioacumulación y biomagnificación; el primero se debe a la carencia de poder metabolizados dentro del organismo que recibió la contaminación, mientras que el segundo se refiere al incremento de concentración del metal pesado por la cadena trófica. (88)

Se observa que una parte de la logística cero en la industria curtiembre es la reutilización del cromo trivalente a partir de los efluentes que la misma industria genera. Donde se ponen en marcha diversos procesos como la sedimentación y decantación, la ultrafiltración, precipitación alcalina, osmosis inversa y adsorción. Por ejemplo, se observó que cuando se aplican las mencionadas tecnologías, se logra obtener una composición química en el efluente de: 0,99 g.l-1 de cromo (III); 12,51 g.l-1 de sodio, 11,20 g.l-1 de cloruro, 11,53 g.l-1 de sulfato, 0,18 g.l-1 de grasas, 0,26 g.l-1 de proteínas desnaturalizadas y pH 3,63. (35)

### **3.2.1. Análisis Físicoquímico y caracterización de Agua Residual de Curtido**

Se analizaron las aguas muestreadas de efluente del tambor de curtido de una curtiembre que utilizó como mordiente en su proceso de curtición al cromo bajo su forma de sulfato de cromo. Ello sirvió para conocer sus características físicas más principales así como su composición en cromo, pues con estos resultados de caracterización se podría conocer los niveles de cromo en el efluente a tratar por medio de la adsorción con el biosorbente SDP.

### **3.2.2. Cuantificación de óxido de cromo por valoración yodométrica**

El agua residual del tambor de curtido (ARC) que provinieron del tratamiento de curtición de 2.5 toneladas en pieles, para cada lote dentro del tambor de curtido. El contenido de cromo inicial utilizado en éste fue del 6% del peso de las pieles.

Se realizó el análisis in-situ de algunos parámetros físicos y se observó que el pH promedio de las muestras fue de  $4.05 \pm 0.13$  y una temperatura promedio de salida del tambor de curtido igual a  $41.10 \pm 1.24$  °C, ambos parámetros fueron medidos inmediatamente se tomó la muestra a diferentes días de muestreo. Mientras que el contenido promedio de cromo total de las muestras dieron un valor de  $3.49 \pm 0.60$  g/l de Cromo total, su conductividad promedio fue de  $41.82 \pm 2.06$  mS/cm y la concentración promedio de solidos disueltos fue de  $83.73 \pm 2,19$  g/l (**Tabla 3.11**). Los registros de los valores de los cinco muestreos de ARC se pueden observar en el **Anexo 11**.

**Tabla 3.11. Caracterización fisicoquímica de ARC**

|                | <b>pH</b>       | <b>Temperatura<br/>(°C)</b> | <b>Con.<br/>Eléctrica,<br/>mS/cm</b> | <b>Solidos<br/>Disueltos<br/>SDT, g/l</b> | <b>Cromo total<br/>en forma de<br/>Cr, g/l</b> |
|----------------|-----------------|-----------------------------|--------------------------------------|---|--|
| Pro. ±<br>D.E. | $4.05 \pm 0.13$ | $41.10 \pm 1.24$            | $41.82 \pm 2.06$                     | $83.73 \pm 2,19$                          | $3.49 \pm 0.60$                                |

La turbidez es una característica óptica que en términos generales describe la claridad u opacidad del agua, lo que se debe a las partículas en suspensión. Tiene un impacto en los ecosistemas acuáticos por disipar la luz solar y reducir la concentración de oxígeno, afectando la fotosíntesis y como a la respiración aeróbica de algunos organismos vivos.

Según el análisis de la turbidez de la muestra ARC 4, esta fue mayor a 461 FTU (Unidad Nefelométrica de Formazina) y una presencia de solidos suspendidos totales (SST) de 0.45 g/l, Se entiende por turbidez a la falta de transparencia del ARC debido a la presencia de partículas en suspensión; por otro lado se observa un DQO mayor a 10000 mg de O<sub>2</sub>/l; éstos valores muestran un altísimo nivel de mala calidad de agua. Como lo muestra la **Tabla 3.12**.

**Tabla 3.12. Calidad fisicoquímica de muestras de agua ARC 4 y ARC 5**

| Muestra ARC 4 |         | Muestra ARC 5             |
|---------------|---------|---------------------------|
| Turbidez FTU  | SST g/L | DQO, mg O <sub>2</sub> /L |
| >461          | 0.45    | > 10000                   |

La cuantificación promedio de cromo (VI) fue de  $3.64 \pm 0.57$  g/l mientras que la cuantificación de cromo total fue de  $4.05 \pm 0.62$  g/l; ambos determinados en los muestreos de las ARC 4 y ARC 5. Se puede inferir una relación entre cromo hexavalente y cromo total, la cual fue de  $0.8986 \pm 0.0016$ ; los datos pueden apreciarse en la **Tabla 3.13**.

**Tabla 3.13. Determinación de la relación de cromo (VI) y cromo total en ARC 4 y 5**

| Nombre de muestra      | Cr (VI), g/L    | Cr Total, g/L   | Relación: Cr(VI)/Cr Total |
|------------------------|-----------------|-----------------|---------------------------|
| ARC 4                  | 4.04            | 4.49            | 0.8998                    |
| ARC 5                  | 3.24            | 3.61            | 0.8975                    |
| <b>Promedio ± D.E.</b> | $3.64 \pm 0.57$ | $4.05 \pm 0.62$ | $0.8986 \pm 0.0016$       |

El curtiente mineral más empleado es el cromo, bajo la presentación de sulfato de cromo III. La utilización este curtiente, ha traído como consecuencia, la contaminación más desmedida de los efluentes, debido al cromo residual del proceso de curtido. La curtiembre es una industria que genera una importante carga contaminante pero ésta puede disminuirse usando una mezcla de controles de prevención y mitigación ambiental, logrando optimización de los recursos. La reutilización del cromo en la misma industria reduciendo el impacto ambiental negativo por los efluentes contaminados.

La recuperación del curtiente promueve además, un ahorro económico; el fomento de esta industria, la cual está ligada a la industria del calzado y al beneficio del ganado en camales. Los procesos de la industria de curtido de pieles generan aguas residuales que albergan concentraciones altas de cromo, ya que el 30% de dicho metal no es fijado en las pieles. (89)

Se determinó los niveles de concentración de cromo en las aguas residuales de la industria curtiembre limeña, fue en promedio de 10,13 g/L bajo su forma estable de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . La técnica más apropiada para su recuperación del sulfato de cromo, es separando primero el cromo en forma de hidróxido añadiendo un álcali, que según su estudio el precipitante más adecuado fue es el hidróxido de calcio; y luego formar el sulfato de cromo (33.3% de basicidad), utilizando el ácido sulfúrico. En Europa, hay curtiembres cuya presencia depende del cumplimiento de sus límites permisibles de cromo en sus efluentes. (18)

Moisés Villalobos, quien fue empleado en la curtiembre “Las Américas”, de propiedad de Pedro P. Díaz y con ubicación céntrica en Arequipa, recuerda el auge de las curtiembres, de aquel cuero mistiano, un producto estrella entre 1950 y 1990. Además de su elevada calidad, su proceso de elaboración, era menos contaminante pues se usaba los taninos del extracto de Quebracho (*Schinopsis lorentzii*) en lugar del cromo, sulfuro y cal. Recién desde el año 1990 todas las curtiembres se trasladaron al distrito de Cerro Colorado. Existen en Arequipa un promedio de 400 empresas de curtiembres (grandes, pequeñas y medianas), agrupadas en 60 asociaciones. Según explicó el presidente de la Asociación de Pequeños y Microempresarios de Curtiembres (ASPEMICUR), Alejandro Céspedes. Allí se reemplazó el Quebracho por los químicos actuales, sobre todo por ser mucho más baratos. Actualmente, la actividad de esta industria ha sido considerada como una de las más tóxicas para el ambiente, según lo indicó el presidente de Aspemicur. (90)

Arequipa sigue siendo la primera productora de cuero del país con una generación de 600 mil pies. Sin embargo los empresarios se veían obligados a importar odre semiprocesado



de Bolivia, para no contaminar la ciudad con residuos sólidos y líquidos usados para su transformación. Los cueros que salen de Arequipa, van principalmente a Lima, donde se elaboran los productos, que luego son exportados a Europa, Brasil y China. (91)

Los microorganismos bacterianos *Corynebacterium aquaticus* y *Streptococcus*, que fueron aislados de las lagunas de oxidación del parque industrial Rio Seco, mostraron una depuración de 44.42% y 40.47 % respectivamente para la especie de cromo hexavalente a partir de una concentración inicial de 5 ppm, en ese estudio la remoción porcentual aumenta con el tiempo de cinco días y al utilizar cromo trivalente en sistemas Batch.(92)

### **3.3. Resultados de los Ensayos de Adsorción de metal cromo (VI) en sistema discontinuo o Batch**

La Unión Europea promueve el uso de tecnologías limpias y limita la cantidad de metales pesados, sobre todo los que pueden verterse hacia medios hídricos. Una de estas tecnologías es el uso de biosorbentes, los que captan pasivamente iones metálicos por mecanismos fisicoquímicos; es una alternativa con gran potencial por su capacidad y coste. Los principales parámetros de operación como son el pH, la temperatura, el tiempo de contacto, la concentración de metal en disolución y la dosis de biosorbente. Luego la cinética y el equilibrio de biosorción completan la caracterización del proceso en discontinuo. (88)

#### **3.3.1. Determinación de la dosis.**

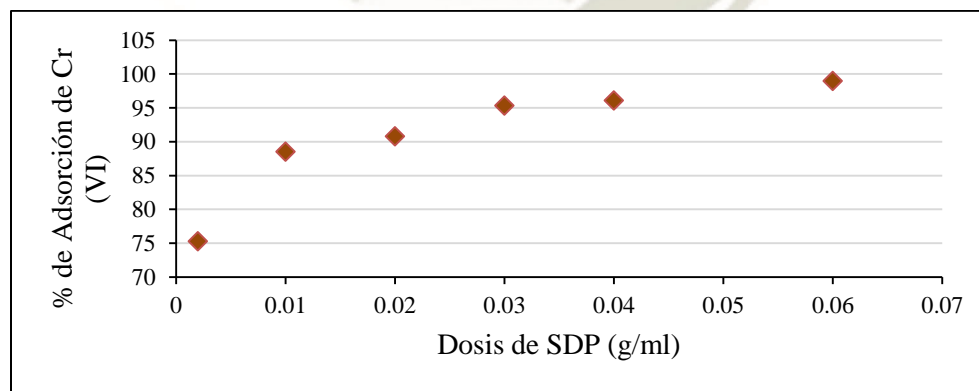
La dosis de SDP seleccionada para la adsorción de solución de cromo hexavalente a 250 ppm fue de 0.02 g/ mL, como puede observarse en la **Tabla 3.14.**; de los cuales los resultados detallados se encuentran en el **Anexo 12.**

#### **Tabla 3.14. Determinación de la remoción de cromo en función a la dosis de SDP**

| Dosis de SDP (g) | Dosis de SDP (g/ mL) | Absorbancia Promedio | Con. Final, mg/L | % Adsorción |
|------------------|----------------------|----------------------|------------------|-------------|
| 0                | 0                    | 1.081                | 249.765          | Control     |
| 0.1              | 0.002                | 0.271                | 61.778           | 75.27       |
| 0.5              | 0.01                 | 0.128                | 28.590           | 88.55       |
| 1                | 0.02                 | 0.104                | 23.020           | 90.78       |
| 1.5              | 0.03                 | 0.055                | 11.648           | 95.34       |
| 2                | 0.04                 | 0.047                | 9.791            | 96.08       |
| 3                | 0.06                 | 0.016                | 2.597            | 98.96       |

Se muestra también el porcentaje de adsorción de cromo para los seis tipos de dosis seleccionados en el ensayo, donde la dosis de 0.06 g/ mL proporciona el más alto porcentaje de adsorción con 98.96%; la dosis de 0.02 g/ mL que se seleccionó alcanzó una adsorción de 90.78 %.

En la **Figura 3-10** se observa el efecto de la dosis de SDP en la adsorción de cromo, observándose una proporción directa.



**Figura 3-10. Adsorción de cromo (VI) en función de la dosis de SDP.**

**Fuente: Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.**

### 3.3.2. Determinación del pH ideal para la adsorción de cromo (VI y III) con SDP

En un estudio sobre biosorción del cromo hexavalente, se observó el efecto conjunto de retención de Cr (VI) y de reducción a Cr (III) por la semilla de aceituna. El pH es uno de los factores que más afectan al proceso de biosorción, el pH óptimo para la biosorción de Cr (III) en discontinuo se encuentra comprendido entre 4 y 6 mientras que para el Cr (VI) un pH igual o inferior a 2. También en experiencias con la presencia de las dos especies (Cr (III) y Cr (VI)) en disolución, se obtuvo resultados que indican que la presencia de ambas especies en disolución no parece modificar su comportamiento durante el proceso con respecto a lo obtenido en el estudio realizado por separado, siendo de nuevo el pH el parámetro determinante de la operación.(82)

El pH del medio tiene un efecto importante en la adsorción de en los iones del metal cromo con el adsorbente SDP, esto es debido al factor que el mismo ion hidrogeno compite con el adsorbato, y especialmente debido a la especiación química de iones metálicos bajo la influencia del pH de la solución. A pH ácido, la especie predominante de Cr son  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{-2}$ ,  $\text{HCrO}_4^{-1}$ ,  $\text{H}_2\text{CrO}_4$ ,  $\text{Cr}_3\text{O}_{10}^{-2}$  y  $\text{Cr}_4\text{O}_{13}^{-2}$  . (93)

La adsorción de iones metálicos está ligada a la naturaleza de la superficie del adsorbente y la forma de distribución de las especies de iones metálicos en la solución que se estudia, es decir, una solución valorada o de una muestra de agua residual. En el estudio de la influencia del pH en la adsorción de cromo (III y VI), cuyos cálculos para las concentraciones de cromo tanto inicial como final en la presente estimación se encuentran detallados en el **Anexo 13**.

#### **a) Estimación del pH para la adsorción de Cr (III)**

Para la estimación de adsorción de cromo trivalente en función del pH, se observa que a mayor pH menor es el porcentaje de adsorción de cromo (III). A un pH de 3.0 se obtuvo un promedio porcentual de adsorción alrededor de  $93.47 \pm 0.92$  % (**Tabla 3.15**).

Mientras que a un pH igual a 5.0 se aprecia que la adsorción desciende a  $85.29 \pm 1.94$  % (**Figura 3-11**).

**b) Estimación de pH para la adsorción de Cr (VI)**

Para la adsorción de Cr (VI), prosiguiendo la metodología, donde el pH fue variado entre 2, 3 y 4. Los resultados se muestran en la **Figura 3-12**, lo que indica que la remoción de Cr (VI) es considerablemente afectada por el pH. La máxima adsorción de Cr (VI) fue observada a pH 2.0 para el adsorbente SDP, con un promedio porcentual de  $86.12 \pm 0.84$ .

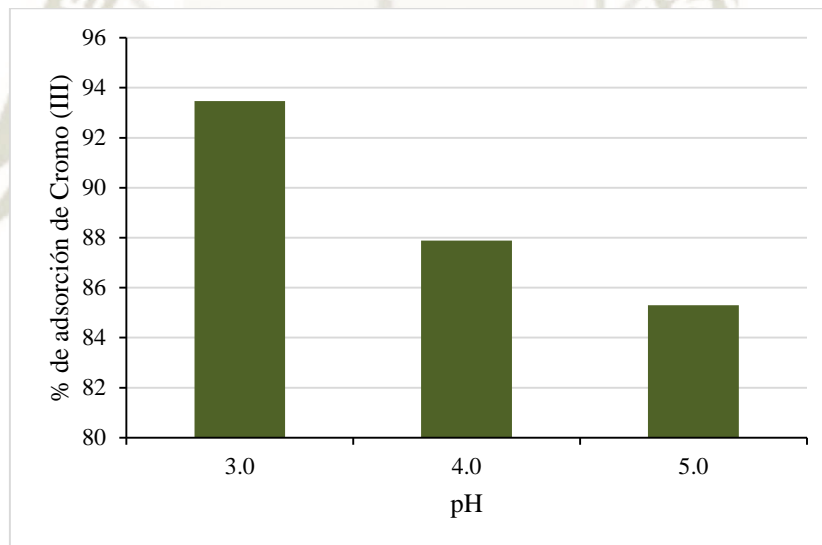
Ya que el pH incrementa luego de la adsorción, hay competencia entre iones  $\text{OH}^-$  e iones cromato, cuando el pH inicial de la solución de Cr (VI) fue incrementando luego del tiempo de adsorción (2h). Con el incremento de pH, el grado de protonación en la superficie reduce gradualmente y la adsorción decrece (94). El pH incrementa debido a la hidrólisis del adsorbente en el agua (**Tabla 3.16**), lo cual crea sitios cargados positivamente (95).

**Tabla 3.15. Adsorción de cromo trivalente en función del pH**

| Adsorción de Cromo (III) |          |                                      |                                      |                                 |
|--------------------------|----------|--------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|
| pH Inicial               | pH Final | % Adsorción de Cr (III) – 1er ensayo | % Adsorción de Cr (III) – 2do ensayo | % Adsorción Promedio $\pm$ D.E. |
| 3.0                      | 4.0      | 94.12                                | 92.81                                | $93.47 \pm 0.92$                |
| 4.0                      | 4.5      | 88.29                                | 87.47                                | $87.88 \pm 0.58$                |
| 5.0                      | 5.5      | 86.67                                | 83.92                                | $85.29 \pm 1.94$                |

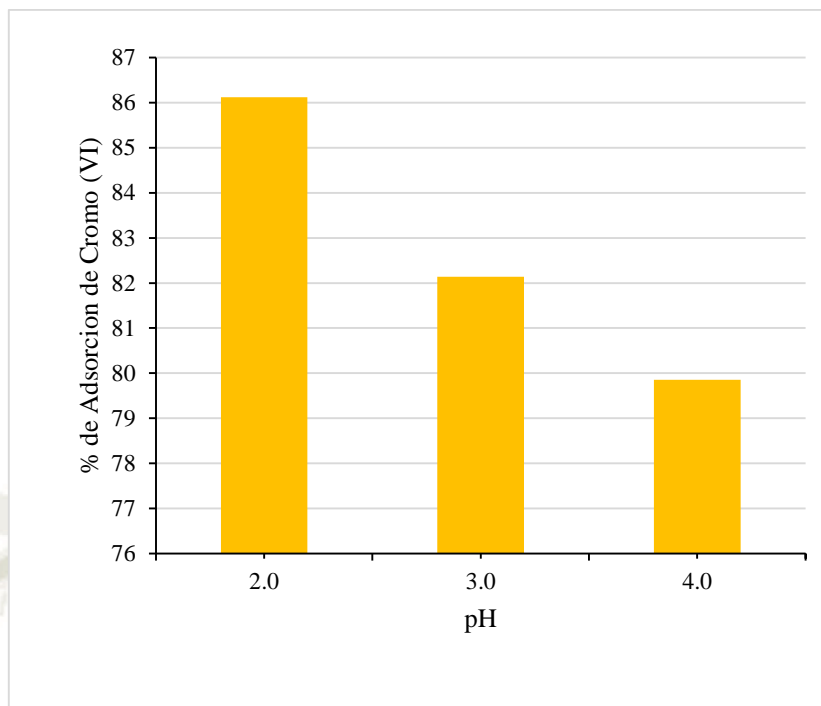
**Tabla 3.16. Adsorción de cromo (VI) en función del pH**

| Adsorción de Cromo (VI) |          |                                     |                                     |                                 |
|-------------------------|----------|-------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|
| pH Inicial              | pH Final | % Adsorción de Cr (VI) – 1er ensayo | % Adsorción de Cr (VI) – 2do ensayo | % Adsorción Promedio $\pm$ D.E. |
| 2.0                     | 5.5      | 85.53                               | 86.72                               | 86.12 $\pm$ 0.84                |
| 3.0                     | 6.0      | 83.08                               | 81.20                               | 82.14 $\pm$ 1.33                |
| 4.0                     | 6.2      | 79.53                               | 80.18                               | 79.85 $\pm$ 0.46                |



**Figura 3-11. Adsorción en Cr (III) en función del pH.**

**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

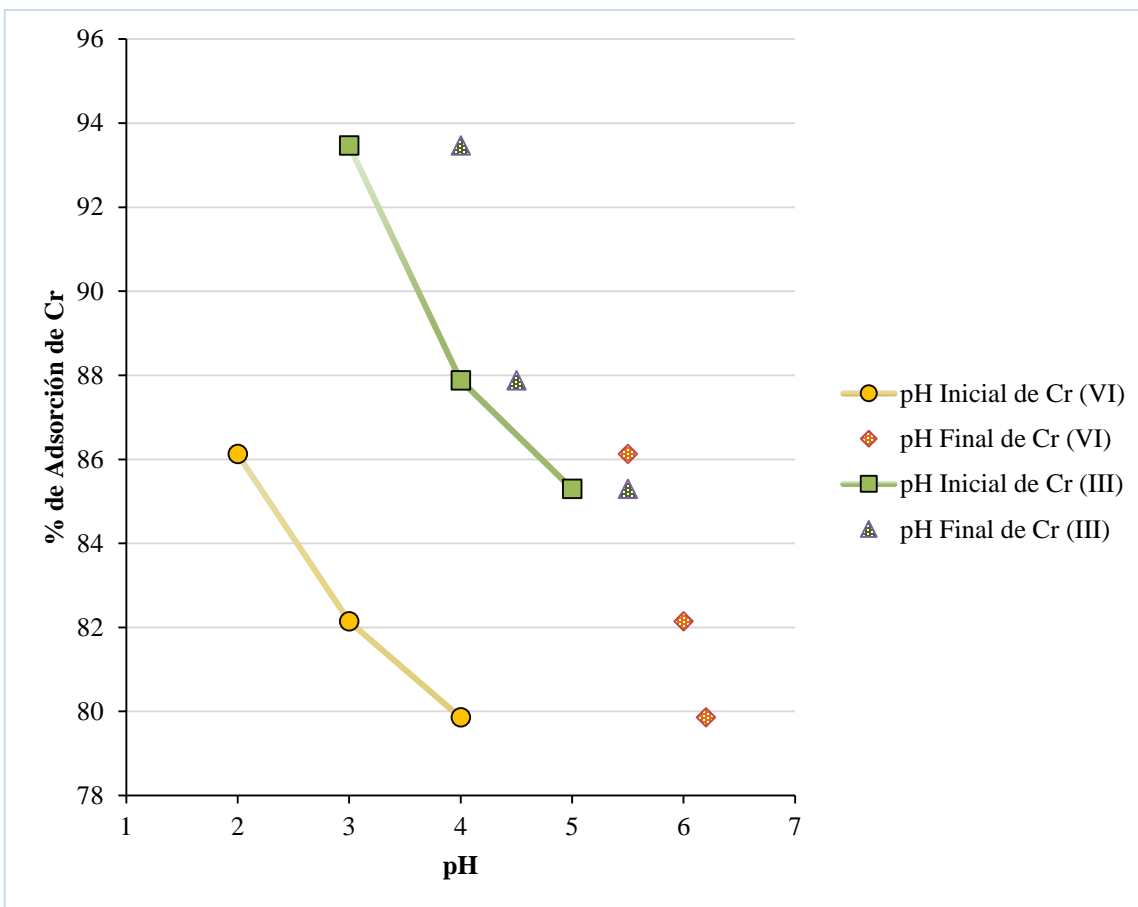


**Figura 3-12. Porcentaje de Remoción en Cr (VI) en función del pH**

**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

### c) Evaluación de pH para cromo total (III y VI)

Como se observa en la **Figura 3-13**, se compara ambas adsorciones de los estados de oxidación del cromo trivalente y hexavalente. Ya que la muestra de ARC presenta mayor presencia de cromo trivalente, se seleccionó el pH de 3.0 como su pH de adsorción. Así mismo se puede observar el pH final de cada ensayo de adsorción estudiado para las dos especies de cromo, es decir, ese pH final se muestra como el estabilizado luego del tratamiento con el adsorbente SDP.



**Figura 3-13. Adsorción de cromo (III y VI) en función del pH.**

**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

### 3.3.3. Cinética del proceso de adsorción

La interacción del adsorbato-adsorbente y las condiciones Batch, centró la afinidad del Cromo (VI) en forma de  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  hacia la superficie de semilla desgrasada de papaya o SDP, favoreciendo de esta manera la adsorción, que se controló tomando alícuotas a diferentes tiempos (minutos) para conocer la eficiencia del biosorbente (**Tabla 3.17**).

**Tabla 3.17. Estimación de cromo (VI) adsorbido con SDP durante la cinética de adsorción**

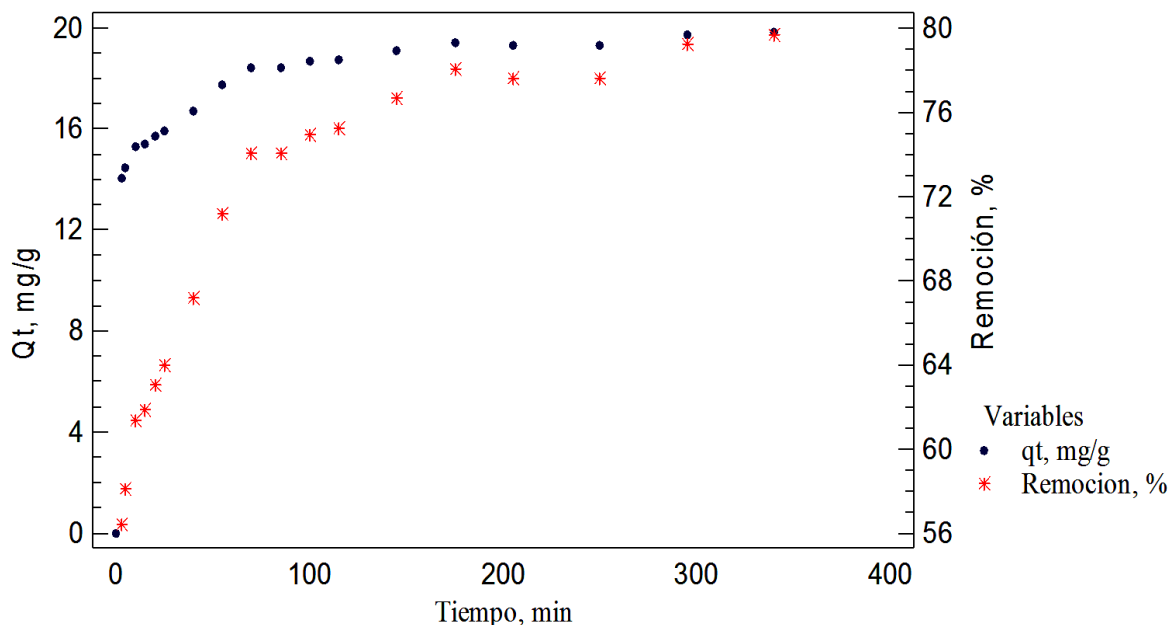
| Tiempo (minutos) | Con. (Cr VI) ( $C_e$ ), ppm | Adsorción, % | $q_t, \frac{mg Cr (VI)}{g de SDP}$ |
|------------------|-----------------------------|--------------|------------------------------------|
| 0                | 497.8259 <sup>1</sup>       | -            | 0.0000                             |
| 3                | 217.1095                    | 56.39        | 14.0358                            |
| 5                | 208.6268                    | 58.09        | 14.4600                            |
| 10               | 192.3517                    | 61.36        | 15.2737                            |
| 15               | 189.8861                    | 61.86        | 15.3970                            |
| 20               | 184.1653                    | 63.01        | 15.6830                            |
| 25               | 179.4308                    | 63.96        | 15.9198                            |
| 40               | 163.4518                    | 67.17        | 16.7187                            |
| 55               | 143.5275                    | 71.17        | 17.7149                            |
| 70               | 129.1267                    | 74.06        | 18.4350                            |
| 85               | 129.1267                    | 74.06        | 18.4350                            |
| 100              | 124.7867                    | 74.93        | 18.6520                            |
| 115              | 123.2086                    | 75.25        | 18.7309                            |
| 145              | 116.3041                    | 76.64        | 19.0761                            |
| 175              | 109.3996                    | 78.02        | 19.4213                            |
| 205              | 111.3723                    | 77.63        | 19.3227                            |
| 250              | 111.3723                    | 77.63        | 19.3227                            |
| 295              | 103.2842                    | 79.25        | 19.7271                            |
| 340              | 101.3115                    | 79.65        | 19.8257                            |

Los resultados detallados de la Tabla 4.18, respecto a las absorbancias se pueden ver en (Anexo 14).

En la **Figura 3-14**, se observa al porcentaje de remoción y a la relación de masas entre adsorbente y adsorbato ( $q_t$ ) en función del tiempo expresado en minutos.

<sup>1</sup> Concentración inicial ( $C_0$ ), ppm a tiempo de cero minutos





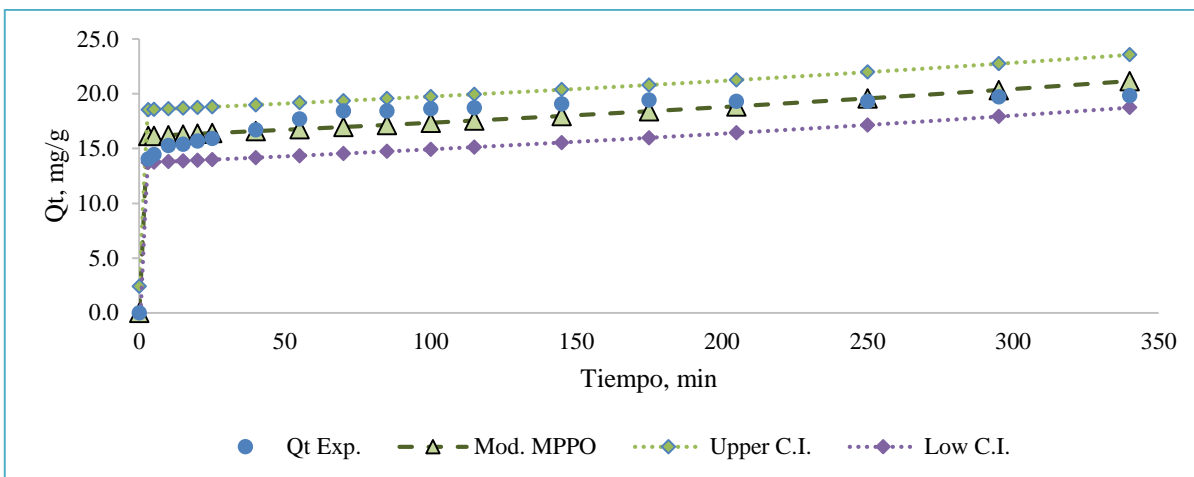
**Figura 3-14. Cinética y porcentaje de adsorción de cromo (VI) utilizando SDP.**

**Fuente:** Elaboración propia - Statgraphics Centurion XVI.

A continuación se reporta los modelos cinéticos seleccionados para el presente estudio de la cinética, los detalles de los cálculos pueden ser observados también en el **Anexo 14**.

**a) Modelo cinético de Pseudo Primer Orden (MPPO)**

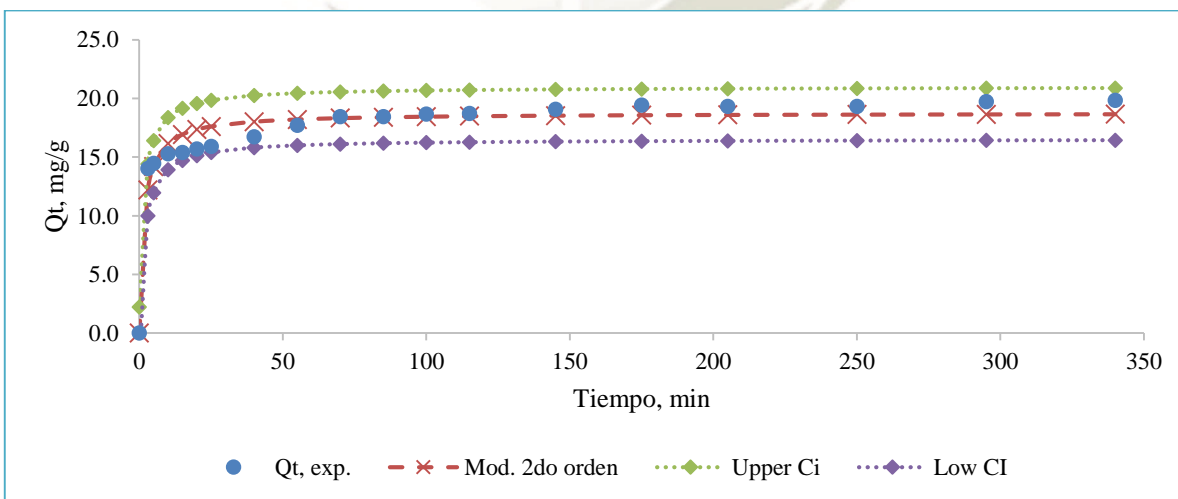
En el modelo cinético de primer orden se obtuvo valores ajustados de  $Q_e$  de 8.0554  $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$  y un  $K_1$  de 0.0014 minutos, utilizando la herramienta Solver de Microsoft Office Professional Plus 2013. En la **Figura 3-15**, se observa al  $q_t$ , tanto el experimental como el modelado, en función del tiempo. Así como los límites de confianza superior e inferior.



**Figura 3-15. Modelo cinético de Pseudo Primer Orden**  
**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

**b) Modelo cinético de Pseudo Segundo Orden (MPSO)**

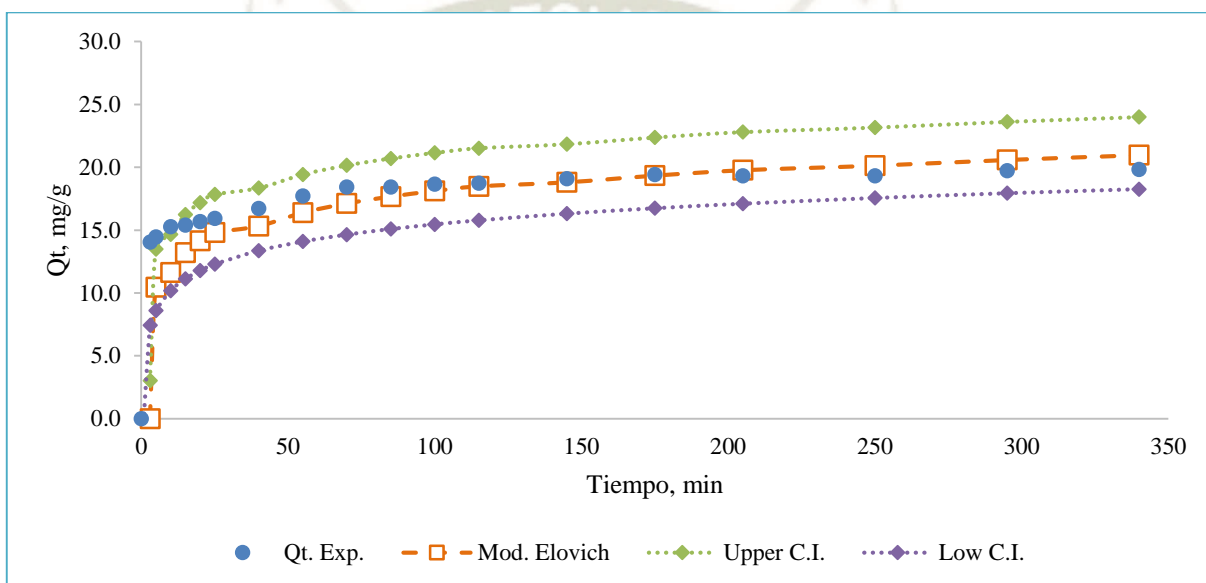
En el modelo cinético de segundo orden se obtuvo valores ajustados de  $Q_e$  de 18,7454  $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$  y un  $K_2$  de 0,6218 minutos, utilizando la herramienta Solver de Microsoft Office Professional Plus 2013. En la **Figura 3-16**, se observa al  $q_t$ , tanto el experimental como el modelado, en función del tiempo. Así como los límites de confianza superior e inferior.



**Figura 3-16. Modelo cinético de Pseudo Segundo Orden (MPSO) para SDP con Cr (VI)**  
**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

**c) Modelo de Elovich**

En el modelo cinético de Elovich se obtuvo valores ajustados de  $\alpha$  de  $73.4517 \text{ mg.g}^{-1} \cdot \text{minutos}^{-1}$  y un  $\beta$  de  $0.4367 \text{ mg.g}^{-1}$ , utilizando la herramienta Solver de Microsoft Office Professional Plus 2013. En la **Figura 3-17**, se observa al  $q_t$ , tanto el experimental como el modelado, en función del tiempo. Así como los límites de confianza superior e inferior.

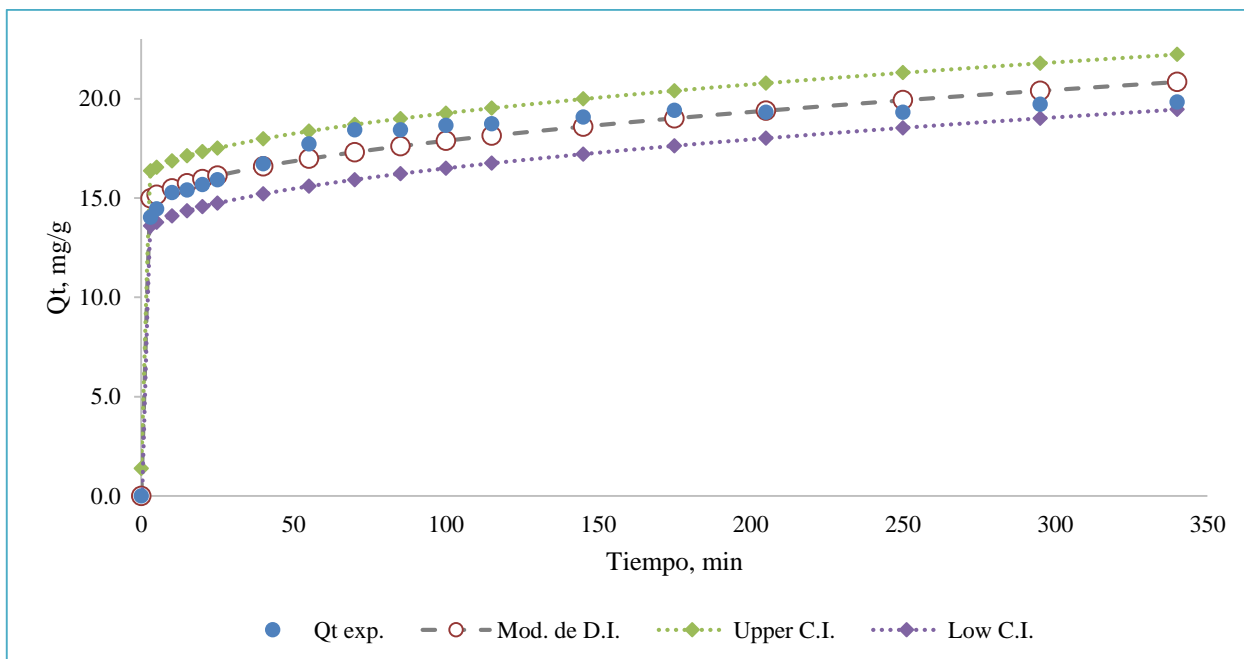


**Figura 3-17. Modelo cinético de Elovich para SDP con Cr (VI)**

**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

**d) Mecánica de adsorción Difusión intrapartícula (Weber y Morris)**

En el modelo cinético de Mecánica de adsorción por difusión intrapartícula se obtuvo valores ajustados de  $k_{pi}$  igual a  $0.3506 \text{ mg.g}^{-1} \cdot \text{minuto}^{-1/2}$  y un  $C_i$  de  $14.3783 \text{ mg.g}^{-1}$ , utilizando la herramienta Solver de Microsoft Office Professional Plus 2013. En la **Figura 3-18**, se observa al  $q_t$ , tanto el experimental como el modelado, en función del tiempo. Así como los límites de confianza superior e inferior.



**Figura 3-18. Modelo de Mecánica de adsorción Difusión intrapartícula (Weber y Morris) para SDP con Cr (VI)**

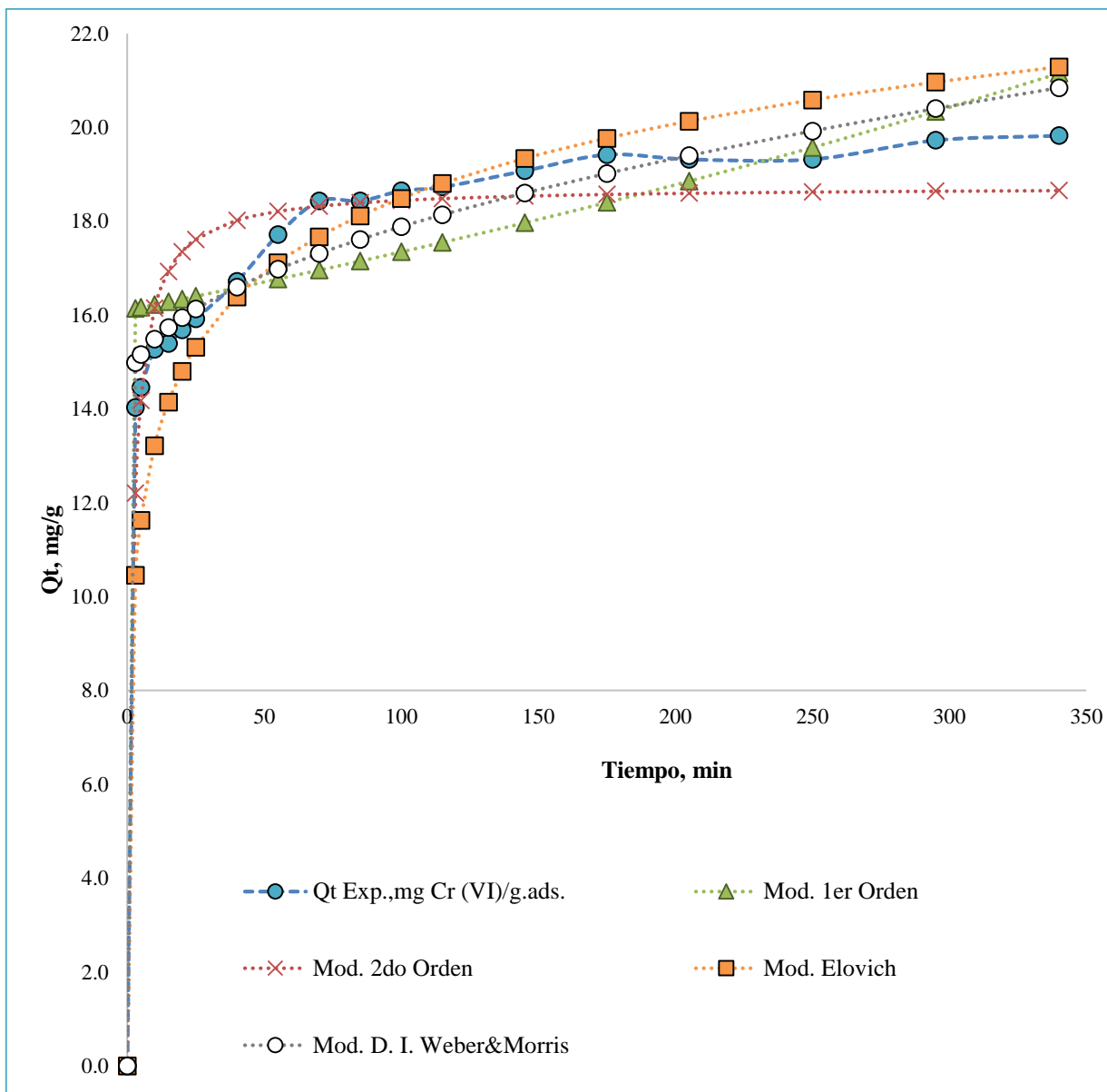
**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

Como se aprecian en las gráficas anteriores para los diferentes modelos de cinética del SDP con Cromo (VI), el modelo de Mecánica de adsorción Difusión intrapartícula presenta la menor amplitud en el límite de confianza comparado con los otros modelos. Mientras que con el modelo de primer orden sucedió lo contrario, es decir, presenta un límite de confianza mayor. Se aprecia que por el análisis de gráficas el modelo cinético que se ajusta más al experimental sería el modelo de segundo orden seguido del modelo de Mecánica de adsorción Difusión intrapartícula.

En la **Tabla 3.18**, se aprecia los datos del  $q_t$ , en comparación con los modelos cinéticos y el modelo experimental. Del mismo modo, en la **Figura 3-19**, se muestra en conjunto a los modelos cinéticos estudiados junto con el modelo experimental.

**Tabla 3.18. Modelos cinéticos en la adsorción de Cr (VI) con SDP**

| <b>Tiempo<br/>(minutos)</b> | <b>Ct Exp.,<br/>mgCr/g.ads.</b> | <b>Pseudo<br/>1st Orden</b> | <b>Pseudo<br/>2nd<br/>Orden</b> | <b>Elovich</b> | <b>Weber<br/>&amp;<br/>Morris</b> |
|-----------------------------|---------------------------------|-----------------------------|---------------------------------|----------------|-----------------------------------|
| <b>0</b>                    | 0.0                             | 0.0                         | 0.0                             | 0.0            | 0.0                               |
| <b>3</b>                    | 14.0358                         | 16.1455                     | 12.2035                         | 10.4570        | 14.9856                           |
| <b>5</b>                    | 14.4600                         | 16.1687                     | 14.1835                         | 11.6267        | 15.1623                           |
| <b>10</b>                   | 15.2737                         | 16.2269                     | 16.1484                         | 13.2139        | 15.4871                           |
| <b>15</b>                   | 15.3970                         | 16.2856                     | 16.9303                         | 14.1423        | 15.7363                           |
| <b>20</b>                   | 15.6830                         | 16.3446                     | 17.3503                         | 14.8010        | 15.9463                           |
| <b>25</b>                   | 15.9198                         | 16.4041                     | 17.6124                         | 15.3120        | 16.1314                           |
| <b>40</b>                   | 16.7187                         | 16.5852                     | 18.0209                         | 16.3882        | 16.5958                           |
| <b>55</b>                   | 17.7149                         | 16.7701                     | 18.2129                         | 17.1174        | 16.9786                           |
| <b>70</b>                   | 18.4350                         | 16.9591                     | 18.3244                         | 17.6696        | 17.3118                           |
| <b>85</b>                   | 18.4350                         | 17.1522                     | 18.3973                         | 18.1142        | 17.6109                           |
| <b>100</b>                  | 18.6520                         | 17.3495                     | 18.4487                         | 18.4863        | 17.8846                           |
| <b>115</b>                  | 18.7309                         | 17.5510                     | 18.4869                         | 18.8063        | 18.1383                           |
| <b>145</b>                  | 19.0761                         | 17.9673                     | 18.5398                         | 19.3371        | 18.6004                           |
| <b>175</b>                  | 19.4213                         | 18.4019                     | 18.5747                         | 19.7677        | 19.0167                           |
| <b>205</b>                  | 19.3227                         | 18.8555                     | 18.5995                         | 20.1300        | 19.3985                           |
| <b>250</b>                  | 19.3227                         | 19.5735                     | 18.6256                         | 20.5844        | 19.9222                           |
| <b>295</b>                  | 19.7271                         | 20.3392                     | 18.6438                         | 20.9634        | 20.4005                           |
| <b>340</b>                  | 19.8257                         | 21.1558                     | 18.6572                         | 21.2885        | 20.8435                           |



**Figura 3-19. Modelos cinéticos para la adsorción de Cr (VI) con SDP**

**Fuente: Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.**

En la **Tabla 3.19**, se aprecia el resumen comparativo de los parámetros encontrados para cada modelo cinético en la adsorción de Cr (VI) con SDP.

**Tabla 3.19. Resumen de los parámetros más importantes de los modelos cinéticos estudiados.**

| Modelo cinético                | Parámetros                                       | Para SDP con Cr (VI) | Minigráficas |
|--------------------------------|--|----------------------|--------------|
| <b>Primer orden</b>            | $q_e, \text{mg.g}^{-1}$                          | 5.3645               |              |
|                                | $k_1, \text{minutos}$                            | 0.021                |              |
|                                | $R^2$  | 0.9842               |              |
|                                | <i>Error estándar,</i><br>$\text{mg.g}^{-1}$     | -0.5514              |              |
|                                |  |                      |              |
| <b>Segundo orden</b>           | $q_e, \text{mg.g}^{-1}$                          | 19.920               |              |
|                                | $k_2, \text{g/mg.min}$                           | 0.0095               |              |
|                                | $k_2, \text{minutos}$                            | 4.1888               |              |
|                                | $R^2$  | 0.9473               |              |
|                                | <i>Error estándar,</i><br>$\text{mg.g}^{-1}$     | -0.2045              |              |
| <b>Elovich</b>                 | $\beta, \text{mg.g}^{-1}$                        | 0.4367               |              |
|                                | $\alpha, \text{mg.g}^{-1}.\text{minutos}^{-1}$   | 73.4517              |              |
|                                | $R^2$  | 0.9017               |              |
|                                | <i>Error estándar,</i><br>$\text{mg.g}^{-1}$     | 3.5523               |              |
|                                |  |                      |              |
| <b>Difusión intrapartícula</b> | $k_{pi}, \text{mg.g}^{-1}.\text{minutos}^{-1/2}$ | 0.3506               |              |
|                                | $C_i, \text{mg.g}^{-1}$                          | 14.3783              |              |
|                                | $R^2$  | 0.9794               |              |
|                                | <i>Error estándar,</i><br>$\text{mg.g}^{-1}$     | 0.6576               |              |
|                                |  |                      |              |

### 3.3.1. Modelos de isotermas del proceso adsorción para la SDP

En esta investigación, se obtuvieron tres isotermas de adsorción: la isoterma de Langmuir, y Freundlich para la adsorción de Cr (VI) en el adsorbente SDP mediante la utilización del análisis de regresión no lineal en el software Microsoft Excel 2013®, los cuales fueron optimizadas con la herramienta Solver.

Luego de realizada la parte experimental, se obtuvo tres modelos de isotermas de adsorción ya mencionados, Langmuir y Freundlich en la adsorción de Cr (VI) con SDP, se seleccionó como modelo más adecuado al de Langmuir, por el valor del Chi Cuadrado mas optimo que el de la Isoterma de Freundlich. Los resultados más detallados que corresponden a los modelos de isotermas para la adsorción de Cr (VI) con SDP se encuentran en el **Anexo 15**.

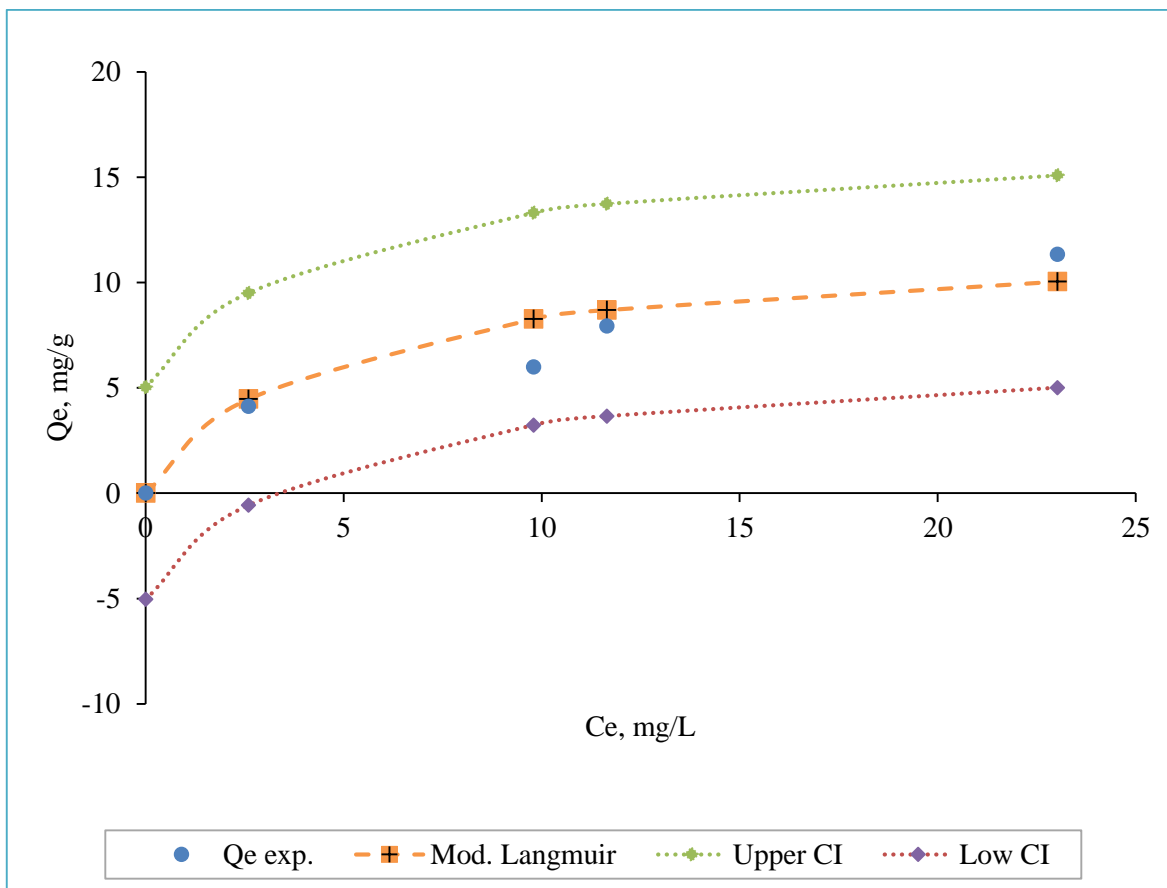
#### a) Isoterma de Langmuir

En el modelo de isoterma de Langmuir se obtuvo valores ajustados de  $q_{max}$  igual a 11.95 mg.g<sup>-1</sup> y un  $K_L$  igual a 0.2298 L. mg<sup>-1</sup> utilizando la herramienta Solver de Microsoft Office Professional Plus 2013. Mientras que se estimó el parámetro de equilibrio en el *Rango*  $R_L$  de 0.0171 a 0.27.

Así como los límites de confianza superior e inferior. El valor del *Rango*  $R_L$  está entre 0 y 1, lo que indica que la adsorción de Cr (VI) en el SDP es favorable en las condiciones establecidas.

En la **Figura 3-20**, se observa al  $q_e$ , tanto el experimental como el modelado, en función a la concentración  $C_e$ . Así como sus respectivos límites de confianza superior e inferior.





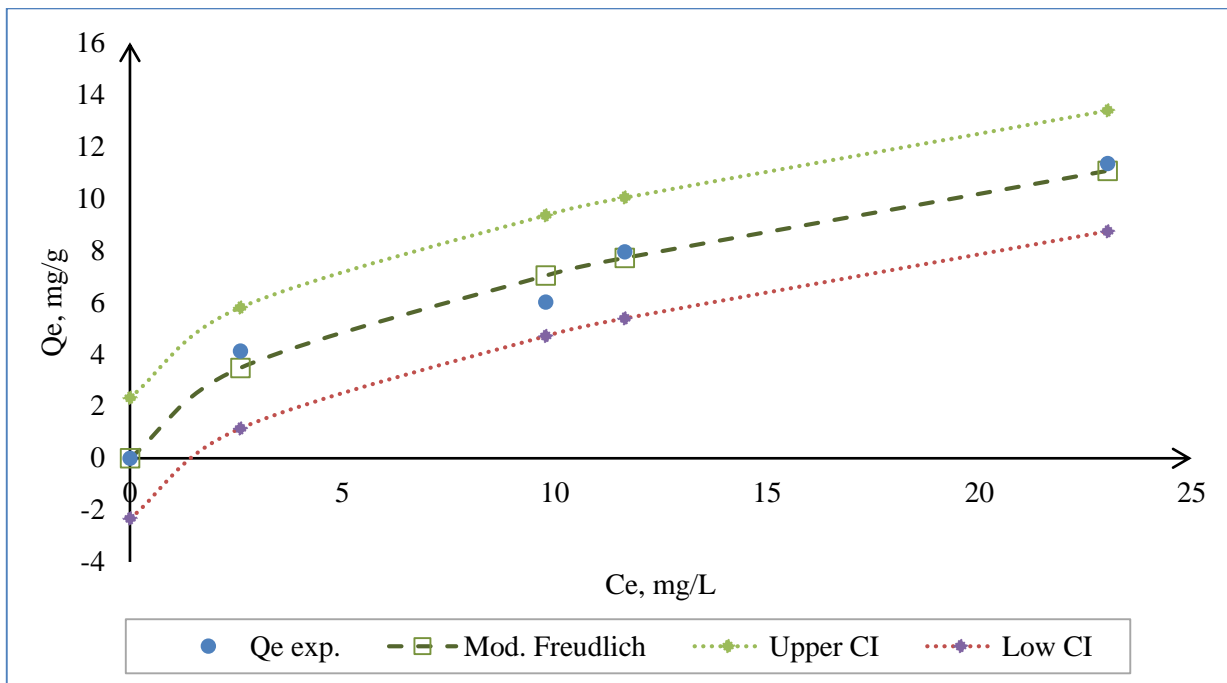
**Figura 3-20. Modelo de Isoterma de Langmuir para la adsorción de Cr (VI) con SDP.**

**Fuente: Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.**

### b) Isoterma de Freundlich

En el modelo de isoterma de Freundlich se obtuvo valores ajustados de  $K_F$  igual a  $2.09 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  y un  $n$  igual a 1.88, datos calculados con la ayuda de la herramienta Solver de Microsoft Office Professional Plus 2013.

En la **Figura 3-21**, se observa al  $q_e$ , tanto el experimental como el modelado, en función a la concentración  $C_e$ . Así como sus respectivos límites de confianza superior e inferior.



**Figura 3-21. Modelo de Isoterma de Freundlich para la adsorción de Cr (VI) con SDP.**

**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

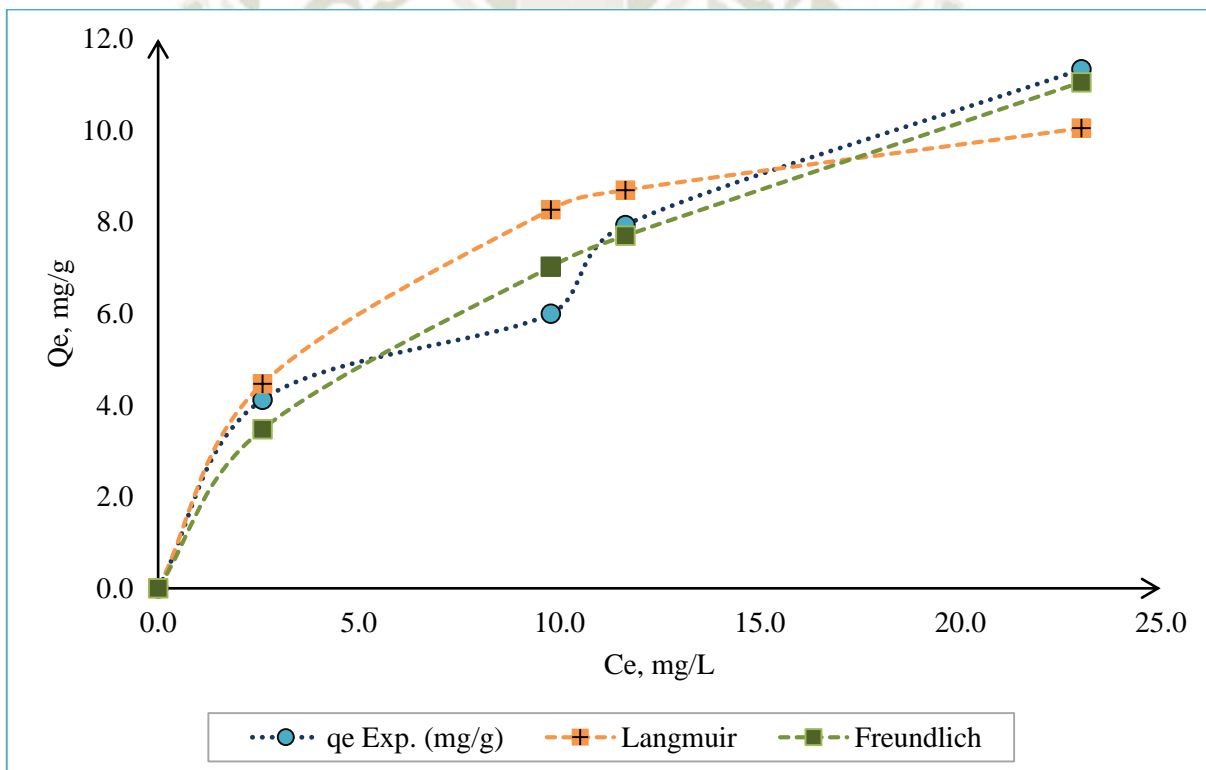
Como se aprecian en las gráficas anteriores para los diferentes modelos de isoterma del SDP con Cromo (VI), el modelo de Freundlich presenta la menor amplitud como límite de confianza comparado con los otros modelos. Mientras que con el modelo de primer orden sucedió lo contrario, es decir, presenta un límite de confianza de mayor amplitud.

Se aprecia que por el análisis de graficas el modelo de isoterma, el que se ajusta más al experimental sería el modelo de Freundlich. En la **Tabla 3.20**, se aprecia los datos del  $q_e$ , en comparación con los modelos de isoterma y el modelo experimental.

Del mismo modo, en la **Figura 3-22**, se muestra en conjunto a los modelos cinéticos estudiados junto con el modelo experimental.

**Tabla 3.20. Modelos de Isotherma para la adsorción de Cr (VI) con SDP**

| Dosis de SDP (g/ mL) | $C_e$ (mg/L) | $q_e$ Exp. (mg/g) | Langmuir | Freundlich |
|----------------------|--------------|-------------------|----------|------------|
| 0                    | 0.0          | 0.0               | 0.0      | 0.0        |
| 0,06                 | 2.5967       | 4.1195            | 4.4659   | 3.4720     |
| 0,04                 | 9.7913       | 5.9994            | 8.2722   | 7.0229     |
| 0,03                 | 11.6479      | 7.9373            | 8.6988   | 7.7008     |
| 0,02                 | 23.0200      | 11.3373           | 10.0486  | 11.0552    |

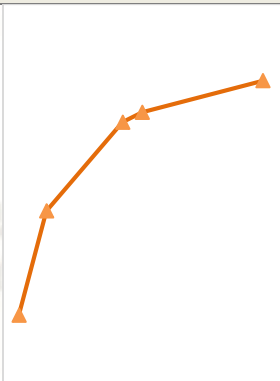


**Figura 3-22. Modelos de Isotherma para la adsorción de Cr (VI) con SDP**

**Fuente:** Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

En la **Tabla 3.21**, se resumen los parámetros de las isoterma así como los valores de los coeficientes de correlación y el error relativo.

**Tabla 3.21. Resumen de los parámetros más importantes de los modelos de isoterma estudiados.**

| Isotermas                          | Parámetros                         | SDP                        | Minigráficas  |
|------------------------------------|------------------------------------|----------------------------|---|
| <b>Langmuir</b>                    | $q_{max}$ , mg.g <sup>-1</sup>     | 11.9474                    |  |
|                                    | $K_L$ , L. mg <sup>-1</sup>        | 0.2298                     |   |
|                                    | $R^2$                              | 0.8950                     |   |
|                                    | Rango $R_L$                        | 0.0171 a<br>0.27           |   |
|                                    | Raíz cuadrada de la varianza, RMSE | 1.08934                    |   |
|                                    | Chi cuadrado, $X^2$                | 0.9489                     |   |
|                                    | <b>Freundlich</b>                  | $K_F$ , mg.g <sup>-1</sup> |   |
| $n$                                |                                    | 1.4108                     |   |
| $R^2$                              |                                    | 0.9721                     |   |
| Raíz cuadrada de la varianza, RMSE |                                    | 0.7308                     |   |
| Chi cuadrado, $X^2$                |                                    | 0.2844                     |   |

En este estudio, del análisis por regresión no lineal para las tres isotermas de adsorción: la isoterma de Langmuir y Freundlich para la adsorción de Cr (VI) en el adsorbente SDP, se infiere que basados en el promedio de valores de los parámetros estadísticos para cada modelo, lo que puede concluir que el modelo de isoterma de Langmuir presenta los más altos valores de  $R^2$ , RMSE y Chi cuadrado. La máxima capacidad de adsorción ( $q_{max}$ ) obtenida del modelo isoterma Langmuir fue de 11.95 mg/g. El valor  $R_L$  está comprendido entre 0 y 1 lo que indica que la adsorción de Cr (VI) con el adsorbente SDP es favorable en las condiciones establecidas.

Los dos primeros tipos de isotermas son excluyentes, por lo que seleccionar una de ellas debe conllevar al descarte de la otra. Los modelos de Isoterma más complejos tienen en cuenta la intensidad de las interacciones entre las especies adsorbidas, ya sean de tipo I o tipo II.

### **3.3.2. Determinación de la sorción de cromo total (III y VI) en ARC tratado con SDP en sistemas batch y continuo**

#### **1) Adsorción de cromo (III), cromo (VI) y cromo total de ARC en sistema batch**

En la **Tabla 3.22** se observa los resultados de la adsorción de cromo en sus diferentes especies o estados de oxidación y a partir de concentraciones iniciales también distintas, es decir, se consideró una baja y una alta concentración de cromo; en el caso del Cromo (VI) se partió de una concentración inicial de 473.228 ppm para llegar a una concentración final post-adsorción de 92.457 ppm, lo que indica una remoción de 80.46%.

Mientras que en el caso de la solución de Cromo (III), la cual fue una elaborada con el curtiente utilizado en el proceso, se observa que se obtuvo una remoción de 77.88% a partir de una concentración inicial de 312.94 ppm de Cr (III). Sin embargo, se observó que cuando se aumentó la concentración inicial hasta 3174.09 ppm de Cr (III), la cual representa un promedio de la concentración del efluente de agua residual de curtiembre (ARC) en este proceso, la remoción de cromo (III) en dicho caso descendió hasta un 14.86 %, utilizando las mismas condiciones de los procesos anteriores mencionados.

Finalmente, en el caso de solo utilizar ARC a menores concentraciones o diluida, existe un aumento de la remoción de cromo total con 43.43 % y 27.81% para concentraciones iniciales de Cromo total de 64.26 ppm y 965.2 ppm respectivamente. En este proceso de adsorción en Batch, no se decidió aumentar la dosis del adsorbente ya que dicho estudio anteriormente visto concluye que la dosis de SDP y la adsorción son directamente proporcional, esto en el sentido

de acrecentar la adsorción en los dos últimos casos con ARC. En el **Anexo 16** se puede apreciar los datos de las absorbancias para determinar los cálculos de concentración.

**Tabla 3.22. Adsorción de cromo (III y VI) en solución valorada y ARC utilizando SDP**

| <b>Rotulo</b>  | <b>SDP<br/>CR6-I</b> | <b>SDP<br/>CR6-II</b> | <b>SDP<br/>CR3-<br/>III</b> | <b>SDP<br/>CR3-<br/>IV</b> | <b>SDP<br/>ARC-V</b> | <b>SDP<br/>ARC-VI</b> |
|--|----------------------|-----------------------|-----------------------------|----------------------------|----------------------|-----------------------|
| <b>Resultados</b>  |                      |                       |                             |                            |                      |                       |
| <b>Especie prevalente de Cromo (estado de oxidación)</b> | 6                    | 6                     | 3                           | 3                          | 6 y 3                | 6 y 3                 |
| <b>Concentración Inicial de cromo, ppm</b>               | 42.648               | 473.23                | 312.94                      | 3174.09                    | 64.26                | 965.2                 |
| <b>Concentración final de cromo, ppm</b>                 | 0.0                  | 92.457                | 69.23                       | 2702.50                    | 36.35                | 696.8                 |
| <b>Adsorción de Cromo, %</b>                             | <b>100</b>           | <b>80.46</b>          | <b>77.88</b>                | <b>14.86</b>               | <b>43.43</b>         | <b>27.81</b>          |

**2) Adsorción de cromo total de ARC en sistema continuo**

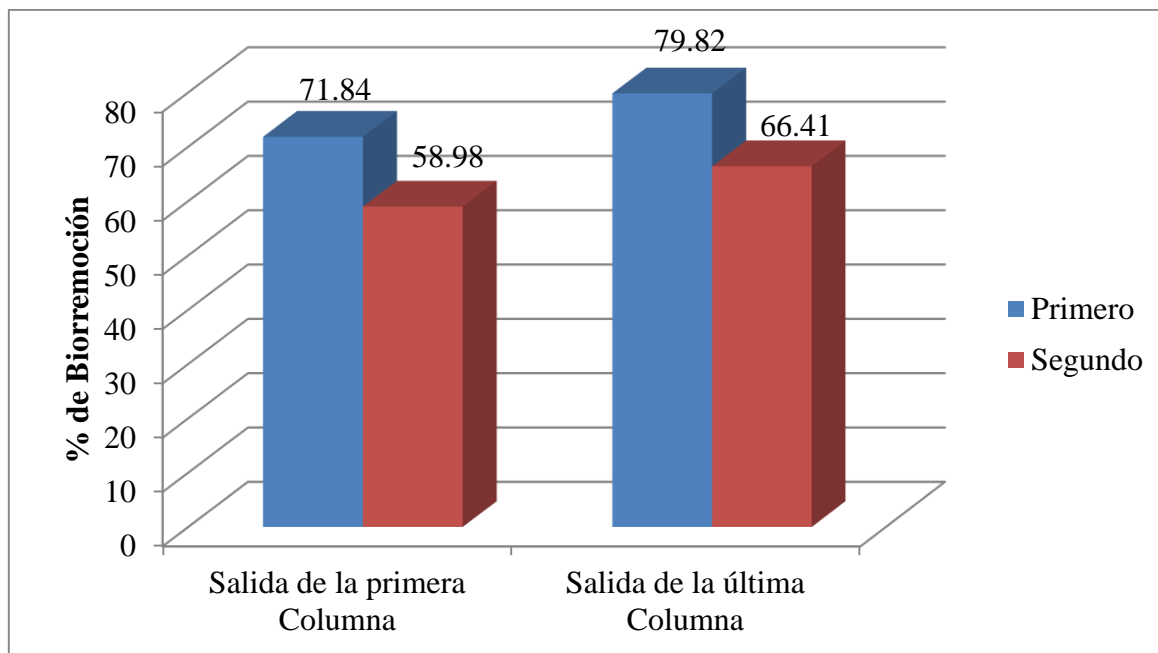
En el ensayo de biosorción en sistema continuo se utilizó agua residual del tambor de curtido (ARC) cuya concentración de cromo total fue de 3608 ppm, luego de ajustar el pH a 3,0 con buffer ácido a base de ácido sulfúrico. El flujo de ARC se hizo recorrer, con la ayuda de una bomba, por el sistema de columnas empacadas con el biosorbente SDP; dicho flujo fue regulado para que su paso por el sistema sea lento y permita así más tiempo de contacto entre el adsorbente y el sorbato. La concentración final promedio de cromo total fue de 988.67 ppm, como pueden apreciarse en el **Anexo 17**.

En la **Tabla 3.23**, se aprecia los resultados del tratamiento del ARC a la salida de las columnas de número par (2, 4 y 6); así mismo se puede observar una tendencia similar en ambas experiencias (**Figura 3-23**), sobre la segunda toma de muestra, como pico máximo de remoción de cromo total.

**Tabla 3.23. Adsorción de cromo total de ARC en sistema continuo**

| % de Adsorción de Cr (total)                 |                                 |                                |
|--|---------------------------------|--------------------------------|
| Nº Ensayo                                    | Salida de la primera<br>Columna | Salida de la última<br>Columna |
| Primero                                      | 71,84                           | 79,82                          |
| Segundo                                      | 58,98                           | 66,41                          |
| $\bar{X}$ del % de remoción de Cr<br>(total) | 65,41                           | 73,115                         |

En los ensayos se realizó ensayos previos para poder determinar el tipo de flujo más adecuado regulándolo mediante el uso de llaves de paso a la salida de la bomba y que lo convirtió en un flujo lento de alimentación al sistema de columnas.



**Figura 3-23. Modelos de Adsorción de cromo total de ARC en sistema continuo**

**Fuente: Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.**

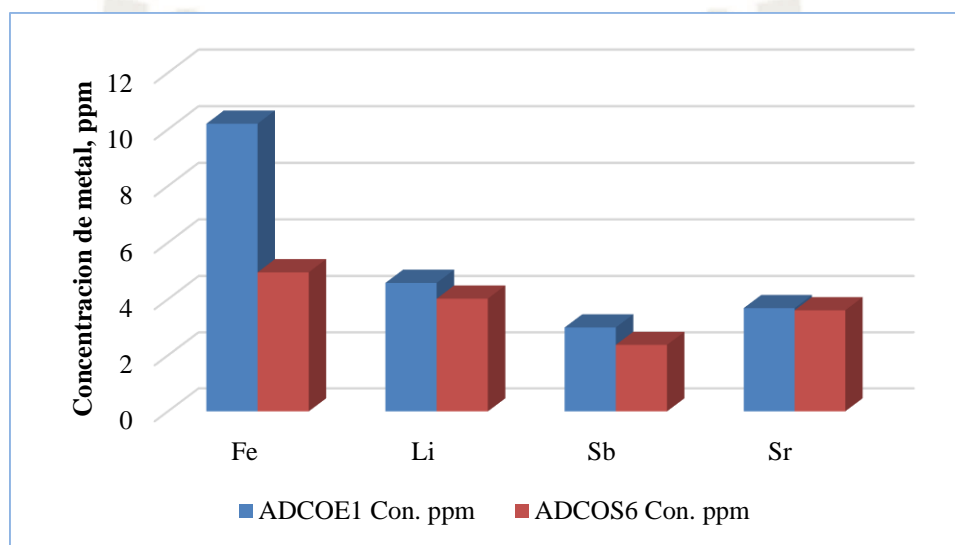
Se realizó un análisis de metales presentes en el ARC por medio del método de ICP AES, tanto para la muestra al inicio y al final, ello para establecer comparaciones entre algunos metales presentes en este tipo de agua residual.

Como resultados se obtuvo que los metales como el boro, calcio, cromo, potasio, magnesio y sodio; logran pasar los límites superiores detectables configurados para el equipo utilizado (ICP-AES). Por lo que no fue posible establecer las comparaciones respectivas del antes y después en los metales ya antes mencionados. En el caso particular del cromo, este fue determinado por el método de absorción atómica.

Sin embargo, existieron metales presentes en el agua ARC que disminuyeron su concentración luego del tratamiento en el sistema continuo, y la remoción de estos otros



elementos en orden descendente fueron: fierro, litio, antimonio, estroncio, aluminio, zinc, bario, talio, titanio, níquel, plata y cadmio. En la **Figura 4-24**, se observa los metales con mayor adsorción, donde ADCOE1 significa Adsorción en la entrada de la columna 1 y ADCOS6 significa Adsorción en la salida de la columna 6.



**Figura 3-24. Comparación de metales que se removieron a parte del cromo.**

**Fuente: Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.**

### 3.4. Determinación de la capacidad de desorción de agua sintética contaminada con Cromo (VI y III) del biosorbente SDP, en sistemas batch

#### 3.4.1. Adsorción y desorción de Cr (VI) con SDP

##### a) Adsorciones de Cromo (VI) con SDP para una posterior desorción

En la **Tabla 3.24**, se muestra que la adsorción de Cromo (VI) tuvo como resultado a una concentración final igual a 0.035 ppm a partir de una inicial de 20.89 ppm de Cr (VI), la cual fue adsorbida por el SDP bajo las condiciones ya estudiadas anteriormente. Del mismo modo

se procedió a lavar con agua destilada a pH 4.2 el SDP post-adsorción. No se obtuvo también una concentración significativa de cromo (VI), 0.027 de Cr (VI), presente en dicha agua de lavado. La  $C_s$  calculado en el ensayo sería de 1.041 mg/g. Ver el **Anexo 18**.

**Tabla 3.24. Adsorción de Cr (VI) con SDP para estudios de desorción**

| <b>Adsorción de Cr (VI) a concentración de 20.89 ppm</b> |                                     |                                   |                       |  |
|--|-------------------------------------|-----------------------------------|-----------------------|--|
|  | Con. Final de Cr (VI) o $C_L$ , ppm | Con. de Cr (VI) en el lavado, ppm | % Remoción de Cr (VI) | Con. de Cr (VI) en el SDP o $C_s$ , mg/g |
| <b>Prom. ± D.E.</b>                                      | 0.035 ± 0.002                       | 0.027 ± 0.006                     | 99,83 ± 0.01          | 1.041 ± 0.001                            |

**b) Desorción de Cromo (VI) en el adsorbente SDP con diferentes eluyentes**

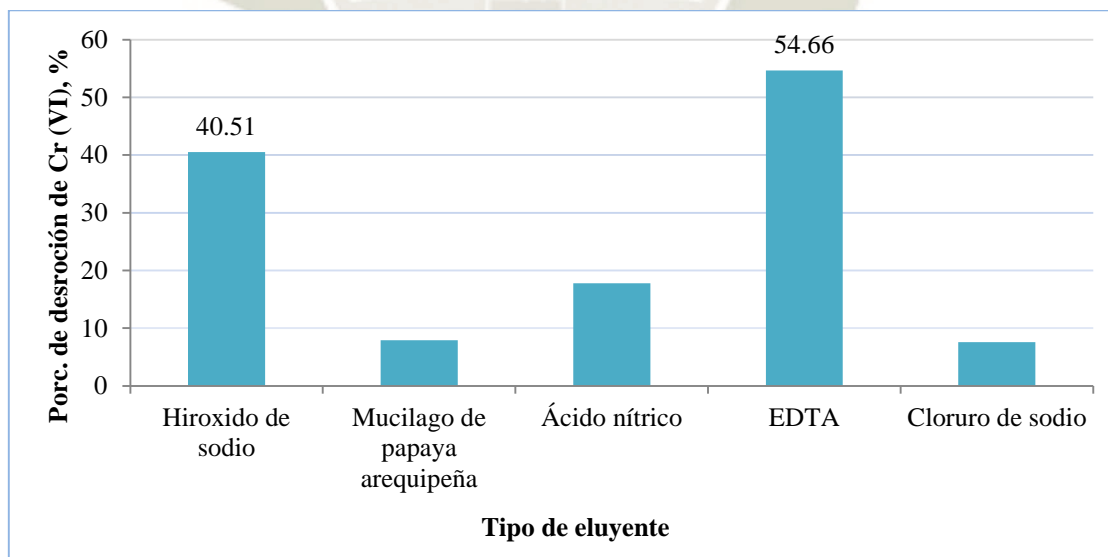
Para los ensayos de desorción con cinco diferentes tipos de eluyentes, los que fueron: Hidróxido de sodio a 0.2 M, Mucilago de papaya arequipeña, Ácido nítrico a 0.1 M, Ácido etilendiaminotetraacético (EDTA) a 0.1 M, Cloruro de sodio a 0.2 M. Ello siguiendo las condiciones mencionadas en el marco metodológico, donde la dosis de adsorbente SDP ligado con cromo (VI) fue de 0.5 g, y con un tiempo de contacto de 180 minutos y temperatura ambiente para lo que respecta al estudio de la desorción de la mencionada especie de cromo.

En la **Tabla 3.25**, se puede apreciar los resultados del proceso de desorción con los eluyentes mencionados, donde se destaca al eluyente EDTA, seguido del NaOH. Cabe mencionar que el pH usado en el EDTA fue de 4.2.

**Tabla 3.25. Desorción de Cromo (VI) en el adsorbente SDP con diferentes eluyentes**

| <b>Resultados de los ensayos de desorción de Cromo (VI)</b>              |                     |
|--|---------------------|
| <b>Tipo de eluyente para desorción de Cr (VI) del Sistema SDP-Cr(VI)</b> | <b>Prom. ± D.E.</b> |
| <b>NaOH a 0,2M</b>   | 40.51 ± 0.66        |
| <b>Mucilago de Papaya arequipeña</b>                                     | 7.90 ± 0.76         |
| <b>HNO<sub>3</sub> a 0,1M</b>  | 17.85 ± 1.38        |
| <b>EDTA a 0,1M</b>   | 54.66 ± 3.05        |
| <b>NaCl a 0,2 M</b>  | 7.60 ± 2.14         |

En la **Figura 3-25**, se aprecia de manera comparativa los resultados de los eluyentes utilizados en el estudio de la desorción de Cr (VI) con el adsorbente SDP. Donde también puede diferenciarse como el EDTA se perfila como el apropiado para el proceso de la desorción de Cr (VI), con un porcentaje de desorción alrededor del 55%.



**Figura 3-25 Desorción de Cr (VI) con diferentes tipos de eluyentes.**

### c) Mejoramiento de la desorción de cromo (VI) con SDP con el eluyente EDTA

En la etapa anterior se seleccionó al EDTA como el eluyente de desorción que obtuvo mejores resultados en el tratamiento del cromo hexavalente. Sin embargo con fines de mejorar aún más el porcentaje de desorción, se varió los parámetros de concentración de cromo (VI) en el adsorbente SDP, temperatura, tiempo.

Por lo que se trabajó primeramente desde la adsorción con una concentración de Cr (VI) alrededor de los 300 ppm para poder obtener una concentración ( $C_s$ ) de cromo (VI) promedio de 10.5 mg/g en el adsorbente SDP. En segundo lugar, se consideró comparar la influencia de la temperatura para la desorción utilizando en un sistema la temperatura ambiente de 25 °C y en otro sistema la temperatura de 55°C.

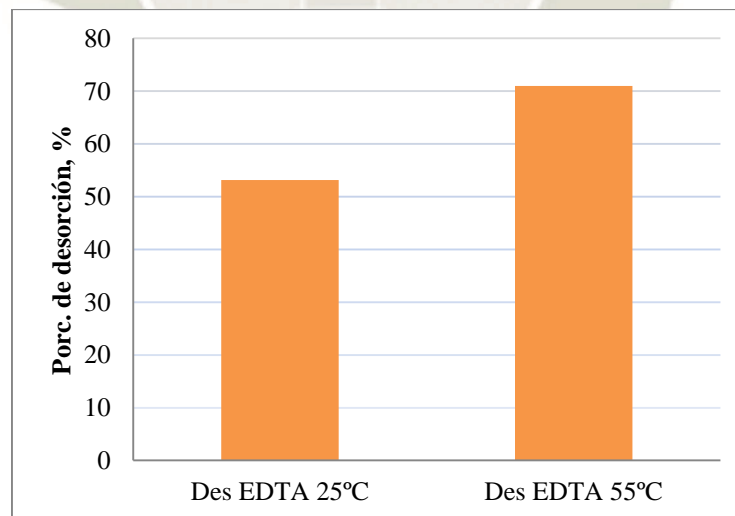
Finalmente para estos dos ensayos se consideró un tiempo de desorción de 15 horas, en constante homogenización por agitación de una pastilla magnética y bajo el pH de 4.2. En la **Tabla 3.26** se aprecia los resultados del mejoramiento de la desorción, en la cual se muestra que desorción aumenta en función de la temperatura hasta un 71.01 %.

Los resultados más detallados de la tabla anterior se encuentran en el **Anexo 19**. La influencia de la temperatura en la desorción es una condición fundamental para la optimización de dicho proceso, como se muestra en la **Figura 3-26**.

Por otro lado, se observa que el tiempo de contacto entre la desorción para el SDP con Cr (VI) no sería muy influyente, ya que el porcentaje de desorción (53.15%) bajo temperatura ambiente y con tiempo de 15 horas sería similar al porcentaje de desorción de ensayos anteriores cuyo tiempo fue de 3 horas con 55% de desorción.

**Tabla 3.26 Resultados de desorción de Cr (VI) con mejoras en algunos parámetros**

| <b>Resultados de desorción de Cromo (VI) en el SDP usando EDTA 0.1 M</b> |   |   |
|--|---|---|
|  | <b>Des. Cr (VI)<br/>con EDTA a<br/>25°C</b> | <b>Des. Cr (VI)<br/>con EDTA a<br/>55°C</b> |
| <b>Concentración inicial de Cr (VI), ppm</b>                             | 295.62                                      | 295.62                                      |
| <b>Temperatura de adsorción, °C</b>                                      | 25  | 25  |
| <b>Remoción de Cr (VI), %</b>  | 76.995                                      | 73.552                                      |
| <b>Conc. de Cr (VI) en el SDP (Cs), mg/g</b>                             | 10.291                                      | 10.872                                      |
| <b>Temperatura de desorción, °C</b>                                      | 25  | 55  |
| <b>Dosis de SDP –Cr para desorción, g</b>                                | 1   | 1   |
| <b>Tiempo, h</b>   | 15  | 15  |
| <b>Concentración de cromo total en Sol. Desorbida, mg</b>                | 5,47  | 7,72  |
| <b>Desorción de Cromo total con EDTA, %</b>                              | 53.15                                       | 71.01                                       |



**Figura 3-26 Desorción de Cr (VI) con eluyente EDTA a diferentes condiciones.**

### 3.4.2. Adsorción y desorción de Cr (III) con SDP

La adsorción de Cromo (III) se realizó según las condiciones ya establecidas anteriormente, se partió de una concentración alta de 496,38 ppm, de la cual se removió el 99.99 % con el adsorbente SDP. Ello dio lugar a que la concentración en el adsorbente fuera de 24.82 mg de Cr (III) por cada gramo de SDP.

Se decidió configurar el sistema de desorción bajo la temperatura de 55 °C y el tiempo de 15 horas. Luego de este proceso se obtuvo como resultado una desorción de cromo trivalente de 22.08 %, como puede observarse en la **Tabla 3.27** y cuyos resultados detallados se encuentran en el **Anexo 20**.

**Tabla 3.27 Resultados de desorción de Cr (VI) con mejoras en algunos parámetros**

| <b>Resultados de desorción de Cromo (III) en el SDP usando EDTA 0.1 M</b> |        |
|---|--------|
| <b>Concentración inicial de Cromo (III), ppm</b>                          | 496,38 |
| <b>Concentración de Cr (III), con tratamiento SDP, ppm</b>                | 0,027  |
| <b>Remoción de Cr (III), %</b>  | 99,99  |
| <b>Conc. de Cr (III) en el SDP (Cs), mg/g</b>                             | 24,82  |
| <b>Temperatura desorción, °C</b>  | 55     |
| <b>Tiempo de desorción, h</b>   | 15     |
| <b>Concentración de cromo total en Sol. Desorbida, mg</b>                 | 5,48   |
| <b>Desorción de Cr (III) con EDTA, %</b>                                  | 22,079 |

La biomasa de microorganismos como la de levaduras, hongos, algas, bacterias y también de flora acuática, las cuales poseen la capacidad de adsorber metales dentro de sus estructuras, como parte de su metabolismo y supervivencia. Las tecnologías biológicas más eficientes utilizan a la biosorción y la bioprecipitación, el primer término es usado para abarcar la utilización por la biomasa ya sea que este viva o muerta; mediante mecanismos fisicoquímicos tales como la adsorción y el intercambio iónico. (96)

A partir de un residuo como es la borra del café trato los efluentes en una curtiembre de Lima para encontrar que a pH de 5 y con un tiempo de tres horas de adsorción en un sistema Batch con agitación para obtener una remoción de 94.1% a partir de una concentración inicial de 2462 ppm de Cr total, en su estudio además recomienda el uso de la precipitación previa de cromo. (89)

La alga parda *Sargassum sp.*, con un pH de 4 y con concentración inicial de 20 ppm de Cromo total en condiciones de laboratorio, logró remover 85% de cromo, mientras que cuando uso efluentes reales de curtiembre la remoción descendió a 51%. (97)

Las condiciones óptimas para una adsorción eficiente de Cromo (VI) en Lechos Acuoso utilizando la cáscara de garbanzo como adsorbente, son un medio ácido (pH 2); granulometría menor a 150  $\mu\text{m}$  y 25 ° C. La cinética de Segundo orden fue la que se ajustó mejor con 0.304-0,521(mg/g). Los datos experimentales los analizó usando las isothermas de Langmuir y Freundlich; donde el primero se ajustó mejor con un valor de 0.571 mg Cr (VI)/g cáscara de garbanzo. (55)

Los efluentes con alto nivel de toxicidad a partir de un relave minero, se debe a la presencia de metales pesados como el cobre, cadmio, plomo y cromo. Un sistema de tratamiento desarrollado en un biorreactor tipo tanque agitado con consorcio de microorganismos

bacterianos reductores de sulfato del genero *Desulfovibrio*, bajo condiciones de pH 7.0-7.5 y a 30°C y usando piedra pómez como soporte para inmovilizarlos y lograr precipitar metales como Cu 94%, Cd 83%, Pb 65% y Cr 44% (98). Es así, que además de los efluentes de curtiembre, se puede citar entonces la presencia de cromo hexavalente en residuos minero-metalúrgicos producto de la extracción de Ni-Co, por ejemplo. Cuando se realizó ensayos de adsorción de la mencionada especie de cromo, se observó que la isoterma de Cr se ajusta bien a la ecuación de Freundlich usando otros residuos, como los suelos producto de la lixiviación con ácido sulfúrico, donde la acidez del medio favorecería la adsorción del cromo hexavalente, inmovilizándolo y evitando que esta especie de cromo se lixivie hacia la napa freática. (99)

En un estudio comparativo de dos fuentes de biomasa: serrín de pino y cenizas de combustión de biomasa de roble; para la adsorción y desorción de cromo. Pero ambos materiales presentaron bajos porcentajes de adsorción, 23% y 17% respectivamente. Aunque los porcentajes de desorción del cromo previamente adsorbido fueron de 98% en el serrín de pino y 66% en las cenizas de roble. (100)

El adsorbente, semillas desgrasadas de *Carica papaya*, con el colorante (azul de metileno). Él observó que los grupos ácidos fueron los responsables de la absorción del colorante desde una solución acuosa. Se observó la adsorción del colorante sobre el adsorbente es muy rápida y que probablemente podría ser debido a la presencia de múltiples grupos funcionales presentes en la superficie adsorbente (43).

Un estudio asevera que bajo condiciones experimentales en procesos Batch, se obtiene la isoterma de adsorción tipo Langmuir con las soluciones acuosas de azul de metileno usando la semilla de papaya como adsorbente con la máxima capacidad de adsorción de 555.557 mg/g. La cinética de adsorción puede ser predicha por el modelo cinético de pseudo-segundo-orden. (101)



Las semillas desgrasadas de *Carica papaya*, en la adsorción de  $Pb^{2+}$  y  $Cd^{2+}$  muestra una capacidad de adsorción de 1666.67 mg/g y 1000.00 mg/g respectivamente. Por esa capacidad, el biosorbente tiene un fuerte potencial a partir de una solución acuosa. (56)

El uso de biofiltros para remover cromo (III) de soluciones acuosas en sistemas de flujo continuo usando biomasa de sorgo. Los parámetros que se usó fueron pH 4.5-5, 15 minutos de contacto, y una capacidad de saturación de aproximadamente 10 mg/g de biomasa seca. Una columna con 6 mL de biomasa inmovilizada pudo remover aproximadamente 1,020 mg de cromo (III) y recuperar un 88% de iones de cromo (III) con desorción ácida. (50)

En Venezuela se diseñó un adsorbente a base de Aminopropilgel para la eliminación del cromo de un efluente real, en su diseño se tuvo en cuenta tres etapas: Adsorción de cromo, Desorción de cromo y Regeneración del material adsorbente, todo esto en un sistema continuo mediante columnas de lecho fijo. (102)

Una opción natural para el tratamiento de contaminantes en efluentes es mediante humedales artificiales de flujo sub-superficial, es decir, metales como el cromo son removidos a través de procesos físicos, químicos y biológicos. En dicho sistema logro obtener una eficiencia de remoción de cromo total entre 88 y 92%. (103)

## CAPÍTULO IV

### 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 4.1 CONCLUSIONES

1. Se obtuvo y se caracterizó fisicoquímicamente un biosorbente ecológico a partir del subproducto de semillas papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*) para la remoción de Cromo Total. La extracción de lípidos de la biomasa de semillas fue por medio de agitación con solvente éter de petróleo, con el que se obtuvo un rendimiento porcentual de  $65.17 \pm 2.17$  de biosorbente SDP.
2. Se determinó una concentración promedio de Cromo total en el efluente de un tambor de curtido de  $3.49 \pm 0.60$  g/L, donde el pH registrado fue de  $4.05 \pm 0.13$  y la temperatura fue de  $41.10 \pm 1.24$ °C. Además se observó que existía 89.86% de cromo hexavalente respecto al cromo total, en las muestras ensayadas.
3. Se determinó que la dosis seleccionada para los ensayos fue de 0.02 g/ mL, respecto al pH para la adsorción de Cromo (III) fue elegido el de 3.0 y para la adsorción de Cromo (VI) se eligió al pH 2.0. El modelo cinético que más se ajustó al ensayo fue el de segundo orden con un  $K_2$  de 4.1888 minutos y un  $R^2$  de 0.9473; mientras que la isoterma seleccionada fue la de Langmuir con un  $q_{max}$  igual a  $11.95 \text{ mg.g}^{-1}$ , un  $K_L$  de  $0.2298 \text{ L.mg}^{-1}$  y un  $R^2$  de 0.9721 ambos ajustados bajo la herramienta Solver de Excel, los cuales fueron adecuados para el proceso de biorremoción del Cromo (VI) en agua sintética, en sistemas batch (sistema estacionario), con el biosorbente SDP.
4. Se determinó tres biorremociones, para las especies trivalente, hexavalente y cromo total. En el primer caso la biorremoción fue de 80.46% a partir de una concentración inicial de 473.228 ppm del Cromo (VI); mientras que en el segundo caso existió una

biorremoción de 77.88% a partir de una concentración inicial de 312.94 ppm de Cr (III); en el último caso, donde se utilizó el agua residual de curtido a partir de una concentración de 965.2 ppm se logró solo remover el 27.81% de cromo total, todas ellas utilizando el biosorbente SDP en sistemas batch. Sin embargo, la adsorción de cromo total en sistema continuo fue de 72,60% a partir de una concentración inicial de cromo total de 3608 ppm.

5. Se determinó la capacidad de desorción de agua sintética contaminada con Cromo (VI y III) del biosorbente de semilla de papaya (*Vasconcellea pubescens*), en sistemas batch. Se seleccionó como eluyente al EDTA 0.1M, por ser el que obtuvo un porcentaje de desorción de Cr (VI) alrededor del 55%. Cuando se modificó la temperatura de 25 a 55 °C la desorción con este eluyente aumento hasta 71.01%. Sin embargo cuando se optó por la desorción de la especie de cromo trivalente a 55°C con EDTA, ésta sólo llegó a 22.08%.
6. En conclusión general, se determinó que existe una relación significativa entre la biorremoción de Cromo Total del efluente industrial del tambor de curtido de una curtiembre con la utilización del biosorbente a base de semillas de papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*),

## 4.2 RECOMENDACIONES

1. Se recomienda seleccionar biomasa como subproducto industrial local que sea similar al biosorbente SDP estudiado para complementarlo y/o compararlo y así establecer diferencias. Además se sugiere utilizar otros métodos de extracción de aceites, como la extracción por fluidos supercríticos o la utilización de lipasas subproducto de semillas papaya arequipeña (*Vasconcellea pubescens*) para la remoción de Cromo Total.
2. Se recomienda determinar la concentración de cromo hexavalente en las lagunas de oxidación localizadas en Río Seco, y realizar estudios sobre dichas aguas usando el biosorbente SDP.
3. Se sugiere utilizar dosis más altas del adsorbente SDP para ensayos de adsorción de Cromo total, así como también estudiar este adsorbente en la biorremoción de otros metales pesados o metales de interés económico en minería.
4. Se recomienda optimizar los estudios en columna, utilizando la técnica de inmovilización del adsorbente SDP. Así mismo se recomienda investigar en el diseño del sistema continuo que sea económicamente viable en comparación a un sistema batch.
5. Se recomienda indagar en más factores que sirvan para optimizar la desorción del SDP sin que se alteren sus propiedades en los grupos funcionales de su superficie para que así pueda ser reutilizado.

## 5. REFERENCIAS

- 1 Prieto Méndez J, González Ramírez C, Román Gutierrez A, Prieto García F. Contaminación y fitotoxicidad en plantas por metales pesados provenientes de suelos y agua. *Trop Subtrop Agroecosystems* [Internet]. 2009;10(1):29–44. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=93911243003>
- 2 Chávez Porras Á. Descripción de la nocividad del cromo proveniente de la industria curtiembre y de las posibles formas de removerlo. *Rev Ing Univ Medellín*. 2010;9228(17):41–50.
- 3 Díaz Rodríguez, Jorge Luis; Cabrera Mendigure EW. Estudio de factibilidad para el procesamiento y comercialización de papaya arequipeña en almibar. Universidad Católica San Pablo; 2012.
- 4 Briones V, Plaza M, Giovagnoli C. High hydrostatic pressure and ultrasound extractions of antioxidant compounds, sulforaphane and fatty acids from Chilean papaya (*Vasconcellea pubescens*) seeds: Effects of extraction conditions and methods. *LWT - Food Sci Technol*. 2015;60:525–34.
- 5 FAO. Andean fruits. En: Hernández JE, León J, editores. *Neglected crops 1492 from a different perspective* [Internet]. Primera. Roma: Botanical Garden of Córdoba (Spain); 1994. p. 1–10. Disponible en: [http://www.fao.org/docrep/t0646e/T0646E0i.htm#Mountain papaw \(Carica pubescens\)](http://www.fao.org/docrep/t0646e/T0646E0i.htm#Mountain papaw (Carica pubescens))
- 6 Chávez Porras Á, Rodríguez González A. Aprovechamiento de residuos orgánicos agrícolas y forestales en Iberoamérica. *Acad y Virtualidad*. 2016;9(2):90–107.
- 7 Tejada Tovar C. Biosorción de cromo ( VI ) en aguas usando material lignocelulósico modificado. 2014;9(Vi):86–97.
- 8 Podestá L. Mil usos de la papaya arequipeña: En su día recordaron que sirve no solo para jugos sino para hacer pasta dental [Internet]. Blogger. 2013 [citado el 1 de febrero de 2017]. p. 1–5. Disponible en: <http://www.podestaprensa.com/2013/12/mil-usos-de-la-papaya-arequipena.html>
- 9 Repo de Carrasco R, Encina C. Determinación de la capacidad antioxidante y compuestos bioactivos de frutas nativas peruanas. *Rev Soc Quím Perú*. 2008;2(1):108–24.
- 10 Rodriguez L. Determinacion de la actividad antibacteriana in vitro del Bencil Isotiocianato de Carica Pubescens frente a *Helicobacter pilory*. *Rev Medica Basadrina*. 2011;5(1):4–9.
- 11 Malacrida C, Kimura M, Neuza J. Characterization of a high oleic oil extracted from papaya (*Carica papaya L.*) seeds. *Ciência e Tecnol Aliment Campinas*. 2011;31(4):929–34.

- 12 Martínez D. Actividad insecticida del extracto clorofórmico de *Carica papaya* L (CARICACEAE) contra *Spodoptera frugiperda* Smith (LEPIDOPTERA: NOCTUIDAE). Igarss 2014. Xochimilco; 2014.
- 13 Chinoy N, Souza J, Padman P. Effects of crude aqueous extract of *Carica papaya* seeds in male albino mice. *Reprod Toxicol.* 1994;8(1):75–9.
- 14 Independent Environmental Technical Evaluation Group (IETEG). Chromium VI Handbook [Internet]. Primera ed. Guertin J, Jacobs J, Avakian C, editores. Florida: CRC PRESS; 2004. 668 p. Disponible en: [www.crcpress.com](http://www.crcpress.com)
- 15 ATSDR. Chromium - ToxFAQs™ [Internet]. Atlanta; 2012. Disponible en: <http://www.atsdr.cdc.gov/toxfaqs/tf.asp?id=61&tid=1>
- 16 Santonen T, Zitting A, Riihimaki V. Inorganic Chromium III compounds. Ottawa: World Health Organization; 2009.
- 17 McNeill L, Mclean J, Edwards M, Parks J. State of the Science of Hexavalent Chromium in Drinking Water. *Water Res Found* [Internet]. 2012;1(May):36. Disponible en: [www.waterrf.org](http://www.waterrf.org)
- 18 Huamaní G. Estudio técnico para la recuperación de Cromo III en la industria curtiembre del Perú. Universidad Nacional del Callao; 2011.
- 19 Alvarado A, Blanco R, Mora E. El cromo como elemento esencial en los humanos. *Scielo* [Internet]. 2002;23(1–2):55–68. Disponible en: [http://www.scielo.sa.cr/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0253-29482002000100006&lng=en&tlng=es](http://www.scielo.sa.cr/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0253-29482002000100006&lng=en&tlng=es).
- 20 Moreno R. Importancia del cromo en el organismo de personas con diabetes tipo II. *Boliv Tecnociencia Univ* [Internet]. 1999;1(1):3–7. Disponible en: <http://www.revistasbolivianas.org.bo/pdf/rtc/v5n5/v5n5a02.pdf>
- 21 Boulding JR. EPA Environmental Assessment Sourcebook. Boulding JR, editor. Michigan: Ann Arbor Press, Inc.; 1996. 288 p.
- 22 Covington A. Tanning Chemistry: The Science of Leather. Primera ed. Covington T, editor. Cambridge: The Royal Society of Chemistry; 2009. 483 p.
- 23 Córdova H, Vargas R, Téllez L, Cesare M, Becker R, Figueroa L. Influencia del uso de AComplejantes en el Baño de Curtido Sobre La Calidad Final Del Cuero. *Rev Soc Quím Perú.* 2013;79(4):388–97.
- 24 Ministerio del Ambiente del Ecuador. La industria de los cueros [Internet]. Quito; 2013. Disponible en: <https://en.wikipedia.org/wiki/Olation>
- 25 Holleman A, Wiberg E. Olation [Internet]. Vol. 2. p. 5–6. Disponible en: <https://en.wikipedia.org/wiki/Olation>
- 26 Curtici PDE, Sales CON, Como DEC, Asociados C, Curticion LA, Cromo AL, et al. Cueronet, flujograma del proceso del cuero:curtido

- <http://www.cueronet.com/flujiograma/curtido7.htm>. 2015;3–4.
- 27 Ministerio de Vivienda. DECRETO SUPREMO N° 010-2019. El Peruano [Internet]. el 11 de marzo de 2019;27. Disponible en: <https://busquedas.elperuano.pe/normaslegales/decreto-supremo-que-aprueba-el-reglamento-de-valores-maximos-decreto-supremo-n-010-2019-vivienda-1748339-3/>
  - 28 Diario Oficial de la Republica del Perú. Reglamento del Decreto Supremo N° 021-2009-Vivienda. Diario Oficial El Peruano [Internet]. el 22 de mayo de 2011;1–26. Disponible en: <http://www3.vivienda.gob.pe/dns/preguntas-frecuentes-valores-maximos-admisibles.html>
  - 29 Tenorio G. Caracterización de la biosorción de cromo con hueso de aceituna. Universidad de Granada; 2006.
  - 30 Sánchez D. Reducción de Cr VI y biosorción de cromo por materiales biológicos inactivos. Instituto politécnico nacional escuela nacional de ciencias biológicas; 2008.
  - 31 Amuda OS, Adelowo FE, Ologunde MO. Kinetics and equilibrium studies of adsorption of chromium(VI) ion from industrial wastewater using *Chrysophyllum albidum* (Sapotaceae) seed shells. *Colloids Surfaces B Biointerfaces*. 2009;68(2):184–92.
  - 32 El Nemr A, Khaled A, Abdelwahab O, El-Sikaily A. Treatment of wastewater containing toxic chromium using new activated carbon developed from date palm seed. *J Hazard Mater* [Internet]. 2008;152(1):263–75. Disponible en: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0304389407009752>
  - 33 Murillo Y, Giraldo L, Moreno J. Determinación de la cinética de adsorción de 2,4-dinitrofenol en carbonizado de hueso bovino por espectrofotometría de UV-VIS. *Rev Colomb Quim*. 2011;40(1):91–103.
  - 34 Demirbas A. Heavy metal adsorption onto agro-based waste materials : A review. *J Hazard Mater*. 2008;157(1):220–9.
  - 35 Hintermeyer B, Lacour N, Tavani E. Reutilización del cromo(iii) contenido en el líquido residual de curtido [Internet]. San Luis, Argentina; 2013. Disponible en: [etavani@netverk.com.ar](mailto:etavani@netverk.com.ar)
  - 36 US EPA. EPA Method 6010C: Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry - 6010c.pdf. EPA Method 6010C [Internet]. 2007;(February):34. Disponible en: <http://www.epa.gov/osw/hazard/testmethods/sw846/pdfs/6010c.pdf>
  - 37 UNAM. Analisis de Alimentos, Fundamentos y Técnicas [Internet]. 2a ed. Mexico D.F.: Facultad de Química; 2014. 85 p. Disponible en: <http://depa.fquim.unam.mx/amyd/>
  - 38 Jorge N, Malacrida C. Extratos de Sementes de Mamão (Carica Papaya L.) Como Fonte De Antioxidantes Naturais. *Alim Nutr, Araraquara*. 2008;19(3):337–40.
  - 39 Bouanga-Kalou G, Kimbonguila A, Nzikou J, Ganongo-Po F, Moutoula F, Panyoo-Akdowa E, et al. Extraction and characteristics of seed oil from Papaya ( Carica papaya ) in Congo-Brazzaville. *Asian J Agric Sci*. 2011;3(2):132–7.

- 40 Malacrida CR, Kimura M, Jorge N. Characterization of a high oleic oil extracted from papaya (*Carica papaya* L.) seeds. *Food Sci Technol Res*. 2011;31(4):929–34.
- 41 Brossard-González CO, Ferrari RA, Pighinelli AL, Park KJ. Evaluación preliminar del etanol anhidro como solvente en la extracción de aceite de semillas de jatrofa (*Jatropha curcas* L.). *Grasas y Aceites*. 2010;61(3):295–302.
- 42 Samaram S, Mirhosseini H, Tan C, Ghazali H. Ultrasound-Assisted Extraction (UAE) and Solvent Extraction of Papaya Seed Oil: Yield, Fatty Acid Composition and Triacylglycerol Profile. *Molecules* [Internet]. 2013;18(10):12474–87. Disponible en: <http://www.mdpi.com/1420-3049/18/10/12474/>
- 43 Unuabonah E, Adie G, Onah L, Adeyemi O. Multistage optimization of the adsorption of methylene blue dye onto defatted *Carica papaya* seeds. *Chem Eng J*. 2009;155:567–79.
- 44 Olajide JO, Ade-Omowaye BIO. Some Physical Properties of Locust Bean Seed. *J Agric Eng Res* [Internet]. 1999;74(2):213–5. Disponible en: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0021863497902432>
- 45 Singh KK, Goswami TK. Thermal properties of cumin seed. *J Food Eng*. 2000;45(4):181–7.
- 46 Altuntaş E, Yıldız M. Effect of moisture content on some physical and mechanical properties of faba bean (*Vicia faba* L.) grains. *J Food Eng*. 2007;78:174–83.
- 47 Barahona A. Caracterización físico-mecánica de la semilla de vitabosa (. Universidad Nacional de Colombia, Sede Medellín; 2010.
- 48 Fernández Estela A et C. R.D. N° 2254/2007/DIGESA/SA. Protocolo de Monitoreo de la calidad sanitaria de los recursos hídricos superficiales. Lima: Ministerio de Salud; 2007. p. 1–14.
- 49 Indecopi. NTP-ISO 5398-1 Cuero. Determinación química del contenido en óxido de cromo. Parte 1: Cuantificación por valoración. Lima, Perú; Indecopi, 2013. p. 1–9.
- 50 Cano I, Pérez J, Gutiérrez M, Gardea J. Remoción y recuperación de cromo (III) de soluciones acuosas por biomasa de Sorgo. *Rev Mex Ing Química* [Internet]. 2002;1(003):97–103. Disponible en: [amidiq@xanum.uam.mc](mailto:amidiq@xanum.uam.mc)
- 51 Ojeda-Suarez T. Manual de análisis de aguas. 2010. 129 p.
- 52 Severiche C. Verificación analítica para las determinaciones de cromo hexavalente en aguas por espectrofotometría. Vol. 4, Ing. USBMed. Cartagena; 2013.
- 53 AENOR A. UNE 77061 - Calidad del agua. Determinación de cromo Método colorimétrico. En: Norma Española. 2002. p. 3–8.
- 54 American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation DM. 3500-Cr Chromium\*(1). En: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 1999. p. 2–7.

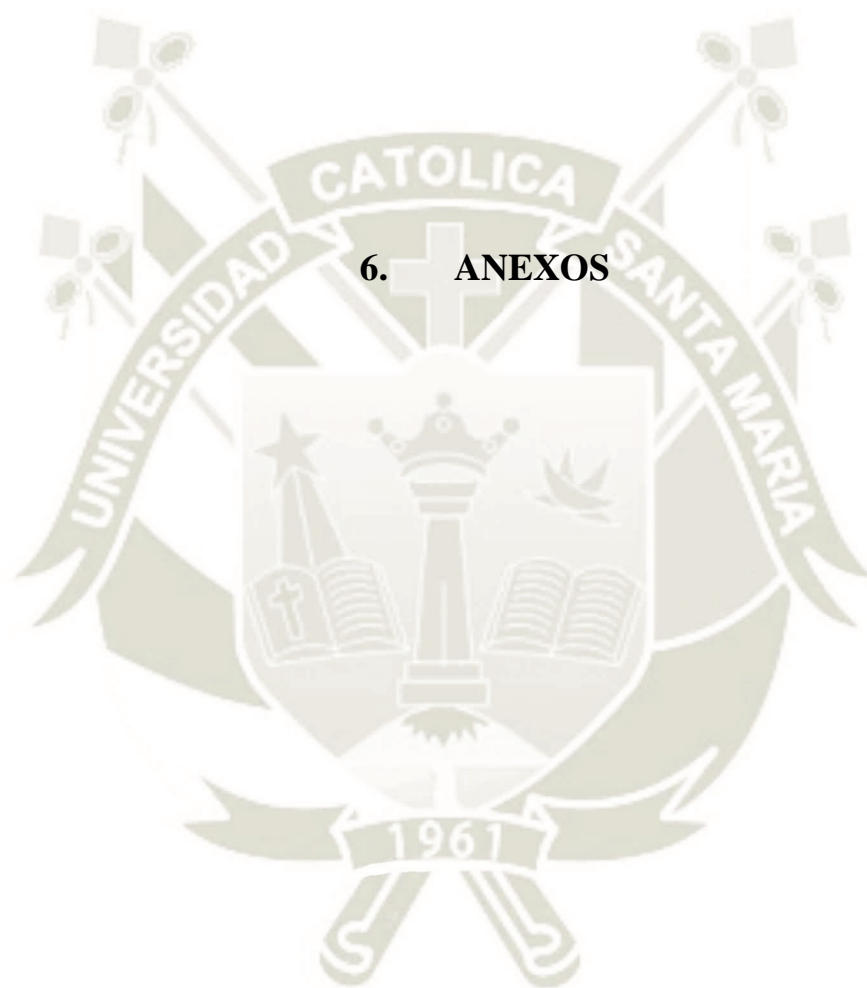


- 55 Benegas RC. Adsorción de cromo (VI) usando residuo agroindustrial “cascara de arroz”, aplicando análisis factorial para determinación de las condiciones óptimas. [Arequipa]: Universidad Católica de Santa María; 2012.
- 56 Adie G, Unuabonah E, Adeyemo A, Adeyemi O. Biosorptive removal of Pb 2 D and Cd 2 D onto novel biosorbent : Defatted Carica papaya seeds. *Biomass and Bioenergy* [Internet]. 2011;35(7):2517–25. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.02.024>
- 57 Higuera O, Flores L, Arroyave J. Estudio de la biosorción de cromo con hoja de café. *Rev Ing e Investig.* 2009;29(2):59–64.
- 58 Sauer RT. Repaso de Cinética química. En: Capítulo 7. 1999. p. 1–22.
- 59 Hossain A, Ngo HH, Guo W. Introductory of Microsoft Excel SOLVER Function - Spreadsheet Method for Isotherm and Kinetics Modelling of Metals Biosorption in Water and Wastewater. *J water Sustain.* 2013;3(4):223–37.
- 60 Tejada C, Villabona A, Ruiz E. Cinética de adsorción de Cr ( VI ) usando biomasa residuales modificadas químicamente en sistemas por lotes y continuo. *Rev ION.* 2015;28(1):29–41.
- 61 Aly Z, Graulet A, Scales N, Hanley T. Removal of aluminium from aqueous solutions using PAN-based adsorbents: characterisation, kinetics, equilibrium and thermodynamic studies. *Environ Sci Pollut Res Int* [Internet]. 2014;21(5):3972–86. Disponible en: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/24297464>
- 62 Başar CA. Applicability of the various adsorption models of three dyes adsorption onto activated carbon prepared waste apricot. *J Hazard Mater.* 2006;135(1–3):232–41.
- 63 Bernardo G, Rangel J, Alfaro CM. Chromium (III) uptake by agro-waste biosorbents: Chemical characterization , sorption – desorption studies , and mechanism. *J Hazard Mater.* 2009;170(1):845–54.
- 64 Blanchard J, Stamnes R. Engineering Forum Issue Paper : Thermal Desorption Implementation Issues. 1997;10:1–8.
- 65 Ma X, Yang S, Tang H, Liu Y, Wang H. Journal of Colloid and Interface Science Competitive adsorption of heavy metal ions on carbon nanotubes and the desorption in simulated biofluids. *J Colloid Interface Sci* [Internet]. 2015;448(1):347–55. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2015.02.042>
- 66 Gupta V, Rastogi A. Sorption and desorption studies of chromium ( VI ) from nonviable cyanobacterium *Nostoc muscorum* biomass. *J Hazard Mater.* 2008;154(1):347–54.
- 67 Moya-León A, Moya M, Herrera R. Ripening of mountain papaya ( *Vasconcellea pubescens* ) and ethylene dependence of some ripening events. *Postharvest Biol Technol.* 2004;34(1):211–8.
- 68 Remuzgo J. Manual del cultivo de Papayo de altura [Internet]. Iquitos: Instituto de Investigaciones de la Amazonía Peruana - IIAP; 2011. p. 25. Disponible en:

- <http://www.iiap.org.pe/upload/Publicacion/PUBL1253.pdf>
- 69 Oyeleke G, Isola A, Salam M, Ajao F. Evaluation of Some Chemical Composition of Pawpaw (Carica \nPapaya) Seeds under Normal Storage Ripening. IOSR J Environ Sci Toxicol Food Technol [Internet]. 2013;4(6):18–21. Disponible en: <http://www.iosrjournals.org/iosr-jestft/pages/v4i6.html>
  - 70 Salas M, Ferrer V, Avalos A, Escalera V, Rocha A, Toledo J. Análisis de cereales [Internet]. Monografías DGEST ITJ. 2010 [citado el 30 de junio de 2016]. p. 1–6. Disponible en: <http://www.monografias.com/trabajos94/analisis-cereales/analisis-cereales.shtml>
  - 71 Bhattacharya J, Khuspe SS. In vitro and in vivo germination of papaya ( Carica papaya L .) seeds. Sci Hortic (Amsterdam). 2001;91(1):39–49.
  - 72 Giraldo H, Velásquez J, Cuartas P. Extracción con solventes y purificación de aceite a partir de semillas de Jatropha curcas. Rev Investig Apl [Internet]. 2010;4(2):77–86. Disponible en: <http://revistas.upb.edu.co/index.php/investigacionesaplicadas/article/view/719>
  - 73 Peredo H, Palou E, López A. Aceites esenciales: métodos de extracción. Vol. 3, Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos. Puebla: Universidad de las Américas Puebla; 2009. p. 8.
  - 74 Núñez CE. Comentarios Sobre Solventes Y Solubilidades De Sustancias Orgánicas [Internet]. cenunez.com.ar. Buenos Aires; 2008. p. 8. Disponible en: <http://www.cenunez.com.ar/archivos/51-Comentariosobresolventesysolubilidades.pdf>
  - 75 Dakare M, Ameh D, Agbaji A, Nathan H. Effect of fermentation on physico-chemical, properties and fatty acid composition of oil from pawpaw (Carica papaya) seeds. African J Food Sci [Internet]. 2013;7(6):120–7. Disponible en: <http://academicjournals.org/journal/AJFS/article-abstract/1B0ACB412414>
  - 76 Salgado W. Extracción de Aceite de las Semillas de (Carica Papaya) con la Presencia de Mucílago y con la Separación de Mucílago [Internet]. E.A.P. Ingeniería de Alimentos. Lima; 2014. Disponible en: <https://es.scribd.com/doc/59021029/Extraccion-de-Aceite-de-las-Semillas-de-Carica-Papaya-con-la-Presencia-de-Mucilago-y-con-la-Separacion-de-Mucilago>
  - 77 Afolabi I, Ofobrukweta K. Physicochemical and nutritional qualities of Carica papaya seed products. J Med Plants Res. 2011;5(14):3113–7.
  - 78 Marfo, E.K., Oke, O.L., Afolabi OA. Some Studies on the Proteins of Carica papaya Seeds. Food Chem. 1986;22(April):267–77.
  - 79 García J, Ramos M, Mora R. Estructura De La Semilla De Aguacate Y Cuantificación De La Grasa Extraída Por Diferentes Técnicas. Rev Chapingo Ser Hortic. 1999;5(1):123–8.
  - 80 Adepoju T, Olawale O, Okunola A, Olatunji E. Solvent extraction of oil from soursop oilseeds & its quality characterization. Int J Sustain Energy Environ Res. 2014;3(2):80–

- 9.
- 81 Rojas A, Marín L, Oropeza Y. Extracción del aceite de la semilla de mango utilizando solventes orgánicos. República Bolivariana de Venezuela. El Tigre; 2010.
- 82 López O, Márquez T, Suslebys S. Extracción de lípidos de las semillas de Cucurbita pepo L. ( calabaza ) Lipid extraction from seeds of Cucurbita pepo L. ( pumpkin ). Rev Cuba Plantas Med. 2009;14(2):1–6.
- 83 Rubio Y. Extracción de aceite de quinoa ( *Chenopodium quinoa* Willd ) y su caracterización de dos ecotipos. Universidad de Chile; 2005.
- 84 Marfo E, Oke O, Afolabi O. Chemical composition of papaya (*Carica papaya*) seeds. Food Chem [Internet]. 1986;22(4):259–66. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0308814686900841>
- 85 Li B. Charaterization of Pore Structure and Surface Chemistry of Activated Carbons – A Review. En: Salih S, editor. Fourier Transform - Materials Analysis [Internet]. Primera. Shanghai: InTech; 2012. p. 165–90. Disponible en: <http://www.intechopen.com/books/fourier-transform-materials-analysis/charaterization-of-pore-structure-and-surface-chemistry-of-activated-carbons-a-review%0AInTech>
- 86 Gomez V, Velásquez J, Quintana G. Lignina como adsorbente de metales pesados. Rev Investig Apl. 2013;7(2):74–85.
- 87 Gamero-Andrade P, Paredes J. Optimización del Bioproceso de Adsorción de Cromo de Efluentes Industriales Utilizando Quitosano de Origen Fúngico, Carbón Activado Obtenido de Residuos Orgánicos y una Mezcla de ellos. 2011.
- 88 Tenorio G. Caracterización de la biosorción del cromo con hueso de aceituna [Internet]. Universidad de Granada; 2006. Disponible en: <http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:Caracterizaci?n+de+la+biosorci?n+de+cromo+con+hueso+de+aceituna#0>
- 89 Lagos L. Bioadsorción de cromo con borra de café en efluentes de una industria curtiembre local. Pontificia Universidad Católica del Peru; 2016.
- 90 Mamani E. Curtiembres arequipeñas inauguran hoy su planta para tratar aguas negras. Grupo La republica [Internet]. el 28 de mayo de 2014;1–2. Disponible en: <http://larepublica.pe/29-05-2014/curtiembres-arequipenas-inauguran-hoy-su-planta-para-tratar-aguas-negras>
- 91 Condori Z. Arequipa sigue siendo la primera productora de cuero del país. PrenSmart, Grupo Epena: Diario el Correo [Internet]. el 20 de mayo de 2013;8–11. Disponible en: <http://diariocorreo.pe/ciudad/arequipa-sigue-siendo-la-primera-productora-97966/>
- 92 Prado D, Ruiz de Somocurcio F. Factibilidad de Biosorción de Cromo (III y VI) en Aguas Residuales Industriales - ARI's contaminadas utilizando microflora nativa aislada y caracterizada en su hábitat proveniente del Parque Industrial Rio Seco- PIRS Arequipa, Perú. Universidad Católica de Santa María; 2013.

- 93 Mijaylova P, López S, Ramírez E, Cardoso L. Tecnología para la remoción y recuperación del cromo trivalente en efluentes de curtido de pieles Petia. Ing hidráulica en México [Internet]. 2003;XVIII(1):21–37. Disponible en: <http://repositorio.imta.mx:8080/cenca-repositorio/bitstream/123456789/188/1/0240.pdf>
- 94 Anandkumar J, Mandal B. Removal of Cr ( VI ) from aqueous solution using Bael fruit ( Aegle marmelos correa ) shell as an adsorbent. Hazard Mater. 2009;168(1):633–40.
- 95 Sud D, Mahajan G, Kaur MP. Agricultural waste material as potential adsorbent for sequestering heavy metal ions from aqueous solutions – A review. Bioresour Technol. 2008;99(1):6017–27.
- 96 Cañizares R. Biosorción de metales pesados mediante el uso de biomasa microbiana. Rev Latinoam Microbiol. 2000;42:131–43.
- 97 Higuera O, Escalante H, Laverde D. Reducción del cromo contenido en efluentes líquidos de la industria del cuero, mediante un proceso adsorción - desorción con algas marinas. Sci Tech [Internet]. 2005;XI(29):115–7. Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=84911948020>
- 98 Valdivia F. Bioprecipitación de metales pesados utilizando bacterias reductoras de sulfato (BRS) para su aplicación en un bioreactor sulfidogénico. Universidad Católica de Santa María; 2017.
- 99 Rodríguez R, Linares R, Guadalupe E. Adsorción y desorción de cromo hexavalente en relaves mineros. Rev del Inst Investig FIGMMG [Internet]. 2009;12(24):108–17. Disponible en: [http://revistas.concytec.gob.pe/scielo.php?pid=S1561-08882009000200011&script=sci\\_arttext](http://revistas.concytec.gob.pe/scielo.php?pid=S1561-08882009000200011&script=sci_arttext)
- 100 Reigosa NS. Adsorción y desorción de Cr ( VI ) en serrín de pino y cenizas de combustión de biomasa de roble. 2013;(Vi):673–6.
- 101 Hameed B. Evaluation of papaya seeds as a novel non-conventional low-cost adsorbent for removal of methylene blue. J Hazard Mater J. 2009;162(1):939–44.
- 102 Serrano I. Diseño y simulación de columnas de adsorción de cromo de aguas tratadas de tenerías utilizando adsorbentes desarrollados en países iberoamericanos. 2004.
- 103 Vera L, Gonzales F. Eliminación de cromo utilizando humedales de flujo sub-superficial horizontal. Cuenca; 2015.
- 104 Cárdenas J. Introducción al Diseño Experimental. 3a ed. Arequipa; 2008. 1–75 p.



## 6. ANEXOS

## ANEXO 1

### Verificación del método de Dicromatometría por el Espectrofotómetro

Se realizó una verificación del método de dicromatometría en el Espectrofotómetro de marca Shimadzu UV-PharmaSpec y modelo 1700 del laboratorio H-103 de la UCSM.

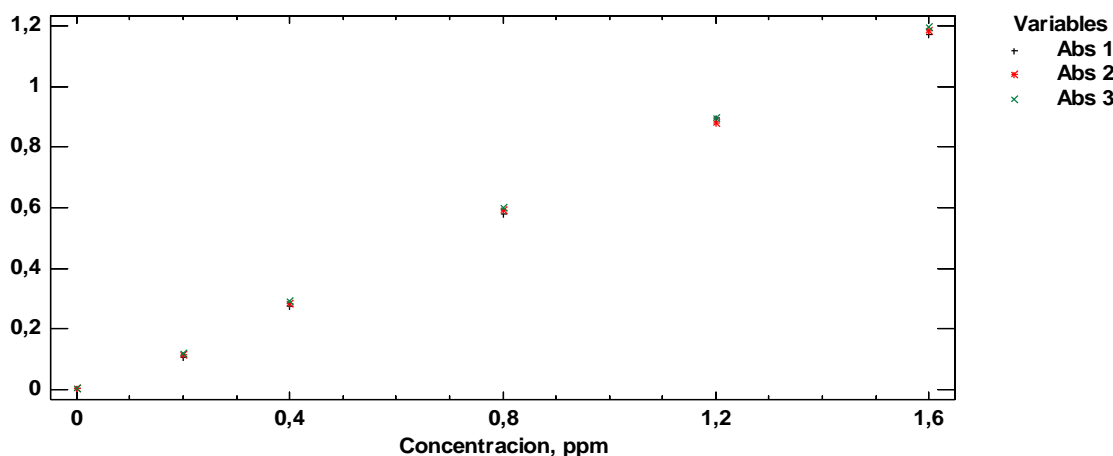
Primero se determinó la curva de calibración, para ello se realizó tres repeticiones de curva de calibración con concentraciones previamente determinadas de Cromo (VI), los datos de las lecturas de absorbancias de dichas curvas de calibración se detallan en la **Tabla 6.1**.

**Tabla 6.1 Datos de la curva de calibración 1, 2 y 3 para el método de dicromatometría.**

| Con. de Cr (VI),<br>ppm | Cur. Cal. 1<br>(Abs) | Cur. Cal. 2<br>(Abs) | Cur. Cal. 3<br>(Abs) | Promedio de<br>Absorbancias | D.E.   |
|-------------------------|----------------------|----------------------|----------------------|-----------------------------|--------|
| 0                       | 0.002                | 0.002                | 0.001                | 0.00167                     | 0.0006 |
| 0.2                     | 0.105                | 0.113                | 0.116                | 0.11133                     | 0.0057 |
| 0.4                     | 0.274                | 0.282                | 0.289                | 0.28167                     | 0.0075 |
| 0.8                     | 0.579                | 0.592                | 0.599                | 0.59000                     | 0.0102 |
| 1.2                     | 0.897                | 0.881                | 0.898                | 0.89200                     | 0.0095 |
| 1.6                     | 1.174                | 1.186                | 1.196                | 1.18533                     | 0.0110 |

Fuente: Elaboración propia. Microsoft Excel 2013.

**Curvas de calibración**



**Figura 6-1. Gráficas de las curvas de calibración 1, 2 y 3 para el método de dicromatometría.**

Fuente: Elaboración propia/Los autores. Statgraphics Centurion XVI.

Los datos de las absorbancias para las tres curvas de calibración fueron ploteados bajo en el programa Statgraphics como se muestra en la **Figura 6-1**. Dichos datos también fueron analizados en una hoja de cálculo Excel, para encontrar la ecuación de la recta (**Figura 6-2**), lo que representa la relación Concentración/Absorbancia y se representó por la siguiente ecuación:

$$y = bx + a$$

Donde se obtuvo los siguientes parámetros:  $a= 0.0165$   $b= 0.7526$   $R^2= 0.9991$

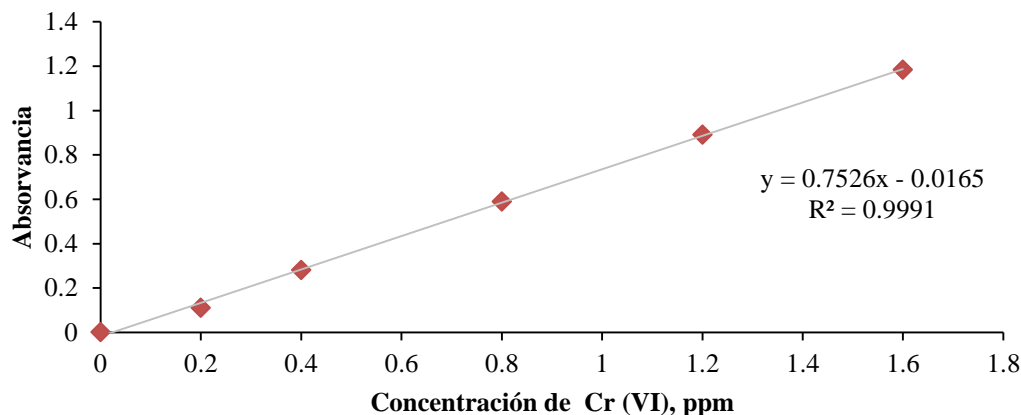


Figura 6-2. Curva de Calibración promedio seleccionada para los ensayos.

Fuente: Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

### 1. Límite de detección y cuantificación

Se calculó el límite de detección (LOD) y el límite de cuantificación (LOQ) con los datos de la pendiente de las curvas de calibración. Se utilizaron las siguientes **Ecuaciones 6.1** y **6.2** para la determinación de dichos límites.

$$LOD = \frac{Y_{bl} + 3 \cdot S_{bl}}{b} * \frac{1}{\sqrt{n}} \quad \text{Ec.6.1}$$

$$LQD = \frac{Y_{bl} + 10 \cdot S_{bl}}{b} * \frac{1}{\sqrt{n}} \quad \text{Ec.6.2}$$

Donde,  $Y_{bl}$  es la ecuación de la recta cuando la concentración es cero;  $S_{bl}$  es la desviación estándar de las respuestas en el origen de la recta y  $n$  es el número de muestras. (55)

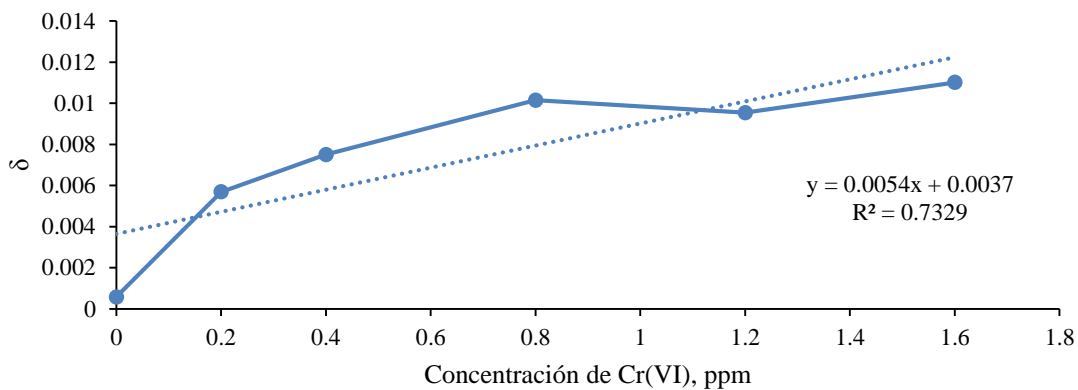


Figura 6-3. Gráfico de la desviación estándar en función de la concentración de Cr (VI) para la determinación de LOD y LQD.

Fuente: Elaboración propia - Microsoft Office Excel 2013.

El gráfico de calibración obtenido para la cuantificación de cromo hexavalente muestra un límite de detección de 0.015 mg/L y un límite de cuantificación de 0.029 mg/L; lo que indica que valores por debajo de estas concentraciones no son detectables ni cuantificables con el método utilizado. La determinación de los límites de cuantificación y detección requieren de parámetros ( $Y_{bl}$ ,  $S_{bl}$ ) que son calculados a partir de la gráfica mostrada en la **Figura 6.3**.

Para la determinación de los límites de detección y cuantificación se procedió de la siguiente manera:

A concentración cero ( $x=0$ ), la ecuación de la recta se obtiene de esta forma

$$y = 0.7526x - 0.0165$$

$$y = 0.7526(0) - 0.0165$$

$$y = 0.0165$$

Es decir:

$$Y_{bl} = 0.0165$$

Para el cálculo de la desviación estándar ( $\delta$ ), se debe construir la recta calculada tomando como eje de ordenadas las desviaciones estándar de las respuestas y como eje de abscisas las concentraciones estudiadas. De esta forma se obtiene una recta de ecuación:

$$y = 0.0054x + 0.0037$$

$$R^2 = 0.7329$$

Se considera que la desviación estándar de las respuestas corresponderá al valor de la ordenada en el origen de esta recta:

$$S_{bl} = (0.0054)(0) + 0.0037$$

$$S_{bl} = 0.0037$$

Una vez calculado los valores, se puede calcular los límites teóricos de detección y cuantificación:

Límite de Detección para el Cromo Hexavalente (LOD):

$$LOD = \frac{Y_{bl} + 3 \cdot S_{bl}}{b} * \frac{1}{\sqrt{n}}$$

$$LOD = \frac{0.0165 + (3 * 0.0037)}{0.7526} * \frac{1}{\sqrt{6}}$$

$$LOD = 0.01497 \text{ mg/L}$$

Límite de Cuantificación para Cromo Hexavalente (LQD):

$$LQD = \frac{Y_{bl} + 10 \cdot S_{bl}}{b} * \frac{1}{\sqrt{n}}$$

$$LQD = \frac{0.0165 + (10 * 0.0037)}{0.7526} * \frac{1}{\sqrt{6}}$$

$$LQD = 0.029 \text{ mg/L}$$



El gráfico de calibración obtenido para la cuantificación de cromo hexavalente muestra un límite de detección de 0.015 mg/L y un límite de cuantificación de 0.029 mg/L; lo que indica que valores por debajo de estas concentraciones no son detectables ni cuantificables con el método utilizado.

En resumen los límites de detección y cuantificación son:

$$Y_{bl} = 0.0165$$

$$S_{bl} = 0.0037$$

$$LOD = 0.015 \text{ mg/L}$$

$$LQD = 0.029 \text{ mg/L}$$

## 2. Linealidad

Según la Farmacopea de Estados Unidos (USP), la linealidad de un método analítico, es la capacidad para obtener resultados de prueba que sean proporcionales. En este estudio la linealidad ha sido calculada utilizando la herramienta de regresión lineal del software Statgraphics Centurion XVI con los datos de la curva de calibración.

Dentro los procedimientos para verificar la linealidad se encuentran:

### a. Significación estadística de la desviación estándar de la pendiente

A partir de la **Ecuación 6.3** comprobamos que existe una pendiente significativamente distinta de cero mediante la prueba de *t* de Student.

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \hat{y})^2}{n-2}} \quad \text{Ec. 6.3}$$

Donde  $S_{y/x}$  es el resultado del error típico, un valor importante pues permitirá calcular la desviación estándar de la pendiente ( $S_b$ ) usando la **Ecuación 6.4**, así como la desviación estándar del intercepto ( $S_a$ ) usando la **Ecuación 6.5**. (104).

Donde  $S_b$  se obtiene del cálculo de la variancia residual  $S_{x,y}^2$  a partir de la siguiente ecuación:

$$S_b = \frac{S_{y/x}}{\sqrt{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}} \quad \text{Ec. 6.4}$$

Para obtener intervalos de confianza utilizamos la siguiente expresión:

$$b \pm t_{(n-2)} * S_b \quad \text{Ec. 6.5}$$

Donde la *t* es el valor de la distribución de Student para *n*-2 grados de libertad y un grado de significancia  $\alpha$  igual a 0.05 y dos colas, siendo su valor de 2.776. Se realizó el test de verificación de la pendiente o de linealidad con intervalos de confianza que no contienen al cero (55). Dicho test se cumple cuando:

$$t_{exp} > t_{tablas}$$

### ▪ Resultados de la significación estadística de la desviación estándar de la pendiente:

$$S_{\frac{y}{x}} = 0.0152821 \rightarrow \text{error típico}$$

$$t_{exp} = 67.88$$

$$S_b = 0.01108$$

Para obtener intervalos de confianza se utilizó la siguiente la expresión:

$$b \pm t_{(n-2)} * S_b$$

$$0.7526 \pm 0.031$$

Donde la  $t$  es el valor de la distribución de Student para  $n-2$  grados de libertad y un grado de significancia  $\alpha$  igual a 0.05 y dos colas, siendo su valor de 2.776.

**El test de verificación de la pendiente o de linealidad se agrupa a continuación:**

$$b \rightarrow 0.7526$$

$$S_b \rightarrow 0.01108$$

$$t_{exp} \rightarrow 67.88$$

$$t_{tablas} \rightarrow 2.776$$

Cumple con el test de Student de la pendiente ya que  $t_{exp} > t_{tablas}$

Intervalos de confianza:  $b = 0.7526 \pm 0.031$  (-0.020; 0.042)

Dados los intervalos de confianza estos no incluyen al cero, por lo cual se comprobó que existe una pendiente significativa distinta de cero.

**b. Test de Proporcionalidad**

Se evaluó éste test recurriendo a una prueba de significación  $t$  de Student ( $n-2$  grados de libertad,  $\alpha = 0.005$ ), de manera similar que en el test precedente. Se utilizó la **Ecuación 6.6**:

$$t_{exp} = \frac{|a|}{S_a} \quad \text{Ec. 6.6}$$

Donde  $S_a$  se obtuvo del cálculo de la variancia residual  $S_{x,y}^2$  a partir de la **Ecuación 6.7**:

$$S_a = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2}} \quad \text{Ec. 6.5}$$

Para obtener intervalos de confianza utilizamos la **Ecuación 7**:

$$a \pm t_{(n-2)} * S_a \quad \text{Ec. 6.7}$$

Donde la  $t$  es el valor de la distribución de Student para  $n-2$  grados de libertad y un grado de significancia  $\alpha$  igual a 0.05 y dos colas. El test de la variable independiente o de proporcionalidad entre dos intervalos de confianza que contienen al cero, desde un punto de vista estadístico, un valor de la ordenada en el origen igual a cero (55). Se cumple con el test de Student de la variable independiente cuando:

$$t_{exp} < t_{tablas}$$

▪ **Resultados del test de proporcionalidad:**

Para llevar este test se recurre como en el caso anterior a una prueba de significación  $t$  de Student ( $n-2$  grados de libertad,  $\alpha = 0.005$ ), con la siguiente ecuación:

$$t_{exp} = 1.657027$$

$$S_a = 0.009957596$$

Para obtener intervalos de confianza se utilizó la siguiente expresión:

$$a \pm t_{(n-2)} * S_a$$

$$0.0165 \pm 0.028$$

Donde la  $t$  es el valor de la distribución de Student para  $n-2$  grados de libertad y un grado de significancia  $\alpha$  igual a 0.05 y dos colas, siendo su valor de 2.776.

**Test de verificación de la pendiente o de linealidad se agrupan a continuación:**

$$a \rightarrow 0.0165$$

$$S_a \rightarrow 0.009957$$

$$t_{exp} \rightarrow 1.657027$$

$$t_{tablas} \rightarrow 2.776$$

Cumple con el test de Student de la pendiente ya que  $t_{exp} < t_{tablas}$

Intervalos de confianza:  $a = 0.0165 \pm 0.028$  (-0.018; 0.038)

Dados los intervalos de confianza estos no incluyen al cero, con lo cual cumple el test de proporcionalidad ya que la ordenada en el origen es estadísticamente cero para el grado de significación escogido.

**Tabla resumen de regresión realizada en Microsoft Excel © 2013**

t student G.L.:(6-2 =4) y 0,05  $\rightarrow$  2,776

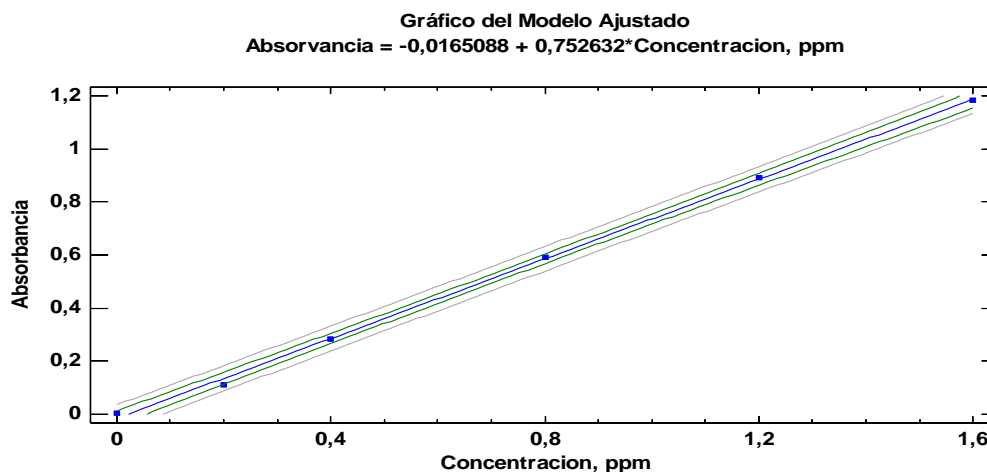
|   | Error típico | Int. de Con. | Rango inferior | Rango superior | t experimental |
|---|--------------|--------------|----------------|----------------|----------------|
| <b>S<sub>a</sub></b><br><b>(intercepto)</b> | 0,009957596  | 0,0165±0,028 | -0,018         | 0,038          | 1,657026532    |
| <b>S<sub>b</sub></b><br><b>(pendiente)</b>  | 0,011086831  | 0,7526±0,031 | -0,020         | 0,042          | 67,88233737    |

Luego de los cálculos en Statgraphics Centurion XVI, se tiene una ecuación de línea recta o ecuación de regresión, que es como sigue:

$$y = (0.7526 \pm 0.031)x - (0.0165 \pm 0.028)$$

Que equivale a decir:

$$Absorbancia = (0.7526 \pm 0.031)Concentración - (0.0165 \pm 0.028)$$



**Figura 6-4** Gráfico del modelo ajustado.

**Fuente:** Elaboración propia - Statgraphics Centurion XVI.

Continuando con los en Statgraphics Centurion XVI, para la confirmación de los cálculos y la complementación de los cálculos tradicionales se hizo una regresión lineal de los valores que influyen en la selección de la curva de calibración. Donde se puede destacar el Coeficiente de Correlación = 0,999566.

**Regresión Simple - Absorvancia vs. Concentración, ppm**

Variable dependiente: Absorvancia

Variable independiente: Concentración, ppm

Lineal:  $Y = a + b \cdot X$

**Coefficientes**

|                  | <i>Mínimos Cuadrados</i> | <i>Estándar</i> | <i>Estadístico</i> |                |
|------------------|--------------------------|-----------------|--------------------|----------------|
| <i>Parámetro</i> | <i>Estimado</i>          | <i>Error</i>    | <i>T</i>           | <i>Valor-P</i> |
| Intercepto       | -0,0165088               | 0,0099576       | -1,65791           | 0,1727         |
| Pendiente        | 0,752632                 | 0,0110868       | 67,8852            | 0,0000         |

**Análisis de Varianza**

| <i>Fuente</i>        | <i>Suma de Cuadrados</i> | <i>Gl</i> | <i>Cuadrado Medio</i> | <i>Razón-F</i> | <i>Valor-P</i> |
|----------------------|--------------------------|-----------|-----------------------|----------------|----------------|
| Modelo               | 1,07626                  | 1         | 1,07626               | 4608,40        | 0,0000         |
| Residuo              | 0,000934175              | 4         | 0,000233544           |                |                |
| <b>Total (Corr.)</b> | <b>1,0772</b>            | <b>5</b>  |                       |                |                |

Coeficiente de Correlación = 0,999566

R-cuadrada = 99,9133 por ciento

R-cuadrado (ajustado para g.l.) = 99,8916 por ciento

Error estándar del est. = 0,0152821

Error absoluto medio = 0,00942105

Estadístico Durbin-Watson = 2,41669 (P=0,4752)

Autocorrelación de residuos en retraso 1 = -0,39561

**El StatAdvisor**

La salida muestra los resultados de ajustar un modelo lineal para describir la relación entre Absorvancia y Concentración, ppm.

La ecuación del modelo ajustado es

$$\text{Absorvancia} = -0,0165088 + 0,752632 * \text{Concentración, ppm}$$

Puesto que el valor-P en la tabla ANOVA es menor que 0,05, existe una relación estadísticamente significativa entre Absorvancia y Concentración, ppm con un nivel de confianza del 95,0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo ajustado explica 99,9133% de la variabilidad en Absorvancia. El coeficiente de correlación es igual a 0,999566, indicando una relación relativamente fuerte entre las variables. El error estándar del estimado indica que la desviación estándar de los residuos es 0,0152821. Este valor puede usarse para construir límites de predicción para nuevas observaciones, seleccionando la opción de Pronósticos del menú de texto.

El error absoluto medio (MAE) de 0,00942105 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el que se presentan en el archivo de datos. Puesto que el valor-P es mayor que 0,05, no hay indicación de una autocorrelación serial en los residuos con un nivel de confianza del 95,0%.

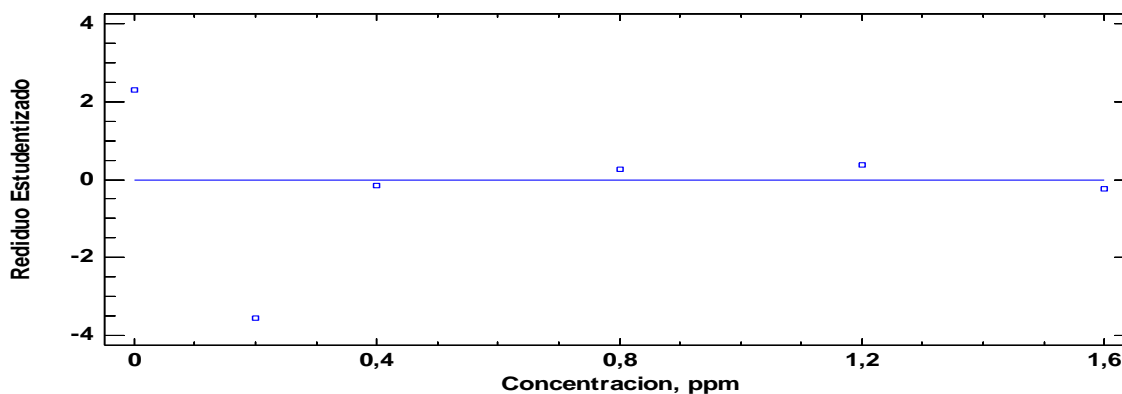
#### Residuos Atípicos

| Fila | X   | Y     | Predicciones | Residuos   | Residuos      |
|------|-----|-------|--------------|------------|---------------|
|      |     |       | Y            | Residuos   | Studentizados |
| 1    | 0   | 0,002 | -0,0165088   | 0,0185088  | 2,30          |
| 2    | 0,2 | 0,111 | 0,134018     | -0,0230175 | -3,56         |

#### El StatAdvisor

La tabla de residuos atípicos enlista todas las observaciones que tienen residuos Estudentizados mayores a 2, en valor absoluto. Los residuos Estudentizados miden cuántas desviaciones estándar se desvía cada valor observado de Absorvancia del modelo ajustado, utilizando todos los datos excepto esa observación. En este caso, hay 2 residuos Estudentizados mayores que 2, pero ninguno mayor que 3. Es conveniente examinar detenidamente las observaciones con residuos mayores a 3 para determinar si son valores aberrantes que debieran ser eliminados del modelo y tratados por separado.

**Gráfico de Residuos**  
**Absorvancia = -0,0165088 + 0,752632\*Concentracion, ppm**



**Figura 6-5. Residuos atípicos de los valores de la curva de calibración.**

**Fuente:** Elaboración propia - Statgraphics Centurion XVI.

#### c. Precisión

La precisión fue verificada evaluándose las condiciones de repetitividad del método. Fue expresada matemáticamente por el coeficiente de variación a una serie de medidas y la utilización de la **Ecuación 6.8**:

$$CV (\%) = \frac{s}{x} * 100 \quad \text{Ec.6.8}$$

Dónde: % CV: Porcentaje de coeficiente de varianza, s: Desviación Estándar, x: media aritmética de los resultados

▪ **Resultados de precisión**

Por medio de los valores de las lecturas por triplicado de tres muestras de diferente concentración de cromo hexavalente, utilizando la dicromatometría en el espectrofotómetro. De dichas absorbancias se obtuvieron las respectivas medias aritméticas y desviaciones estándar para las tres muestras, obteniendo así el coeficiente de variación.

**Tabla 6.2. Valores orientativos del coeficiente de variación para la repetividad del método**

| Concentración de Cromo (VI) |                   |                    |                    |
|-----------------------------|-------------------|--------------------|--------------------|
| Lectura de Abs.             | Muestra 1: 68 ppm | Muestra 2: 103 ppm | Muestra 3: 285 ppm |
| 1                           | 0.196             | 0.179              | 0.807              |
| 2                           | 0.196             | 0.178              | 0.807              |
| 3                           | 0.197             | 0.181              | 0.808              |
| <b>Prom. (X)</b>            | 0.19633           | 0.17933            | 0.80733            |
| <b>D.E. (S)</b>             | 0.00058           | 0.00153            | 0.00058            |
| <b>CV %</b>                 | 0.29407           | 0.85178            | 0.07151            |

Del análisis utilizado por el espectrofotómetro, muestra las absorbancias obtenidas para cada concentración de Cromo VI (68 ppm, 103 ppm, 285 ppm), se observa que los valores de coeficiente de variación obtenidos en la **Tabla 7.2** no superan el 2%, límite establecido, para metodologías analíticas (ICH, USP). Véase también que cuando se trabaja con concentraciones altas se aceptan coeficientes de variación más bajos. Consecuentemente los valores mostrados cumplen las especificaciones establecidas. Gracias a dichos valores estudiados en la curva de calibración promedio se registró estos en el espectrofotómetro Shimadzu UV-PharmaSpec-1700, creándose así un programa que fue guardado dentro de su memoria. La ecuación para encontrar la concentración en función de la absorbancia, obtenida de la gráfica que creo el equipo fue:  $C = K * ABS + b$

$$C = 1.3925 * ABS - 0.0067$$

Donde  $C$  es la concentración de cromo expresada en ppm y  $ABS$  como la absorbancia,  $K$  y  $b$  son constantes que provienen del despeje de la ecuación de la recta de la curva de calibración.

Para hallar la concentración real ( $C_f$ ) de la muestra se multiplicó la ecuación por un factor ( $F$ ) de dilución que corresponde a la relación entre la alícuota ( $V_a$ ) tomada y el volumen final ( $V_f$ ) de la muestra diluida. En concentraciones altas de cromo, las alícuotas fueron previamente calculadas para que las absorbancias estén dentro de la curva de calibración, porque concentraciones muy altas son poco posibles de cuantificar por el equipo.

$$C_f = (K * ABS + b) * F$$

Dónde:  $F = \frac{V_f}{V_a}$

## ANEXO 2

Tabla 6.3. Recolección y estudio de rendimiento de las semillas de *Vasconcellea Pubescens*.

| Recolección          | Masa inicial ( $M_0$ ),<br>kg | Masa final ( $M_F$ ),<br>kg | Red. (%) - Peso seco<br>( $M_F/M_0 \times 100$ ) |
|----------------------|-------------------------------|-----------------------------|--|
| 1                    | 6,30                          | 1,27                        | 20,11  |
| 2                    | 4,20                          | 0,93                        | 22,05  |
| 3                    | 4,90                          | 1,03                        | 21,00  |
| 4                    | 5,45                          | 1,08                        | 19,90  |
| 5                    | 5,21                          | 1,07                        | 20,50  |
| 6                    | 4,55                          | 1,10                        | 24,18  |
| 7                    | 8,20                          | 1,89                        | 23,00  |
| Promedio $\pm$ D. E. | 5,10 $\pm$ 1,351              | 1,08 $\pm$ 0,321            | 21,53 $\pm$ 1,604                                |

ANEXO 3

Tabla 6.4. Temperaturas de secado bajo sol indirecto de la de semilla de papaya arequipeña

| Hora  | Temperatura (°C) |            |            |             |
|-------|------------------|------------|------------|-------------|
|       | Primer día       | Tercer día | Quinto día | Séptimo día |
| 5:30  | 15               | 16         | 16         | 17          |
| 7:30  | 27               | 27         | 26         | 26          |
| 8:30  | 32               | 33         | 33         | 32          |
| 9:00  | 36               | 36         | 35         | 36          |
| 9:30  | 38               | 39         | 38         | 39          |
| 10:00 | 40               | 39,5       | 38         | 38          |
| 10:30 | 41               | 39         | 40         | 39          |
| 11:00 | 39,5             | 39         | 39         | 40,5        |
| 12:00 | 34               | 35         | 36         | 37          |
| 13:00 | 31               | 30         | 33         | 32          |
| 15:00 | 36               | 35         | 37         | 38          |
| 17:00 | 40,5             | 41,5       | 42         | 40,5        |
| 19:00 | 28               | 27         | 27         | 27,5        |

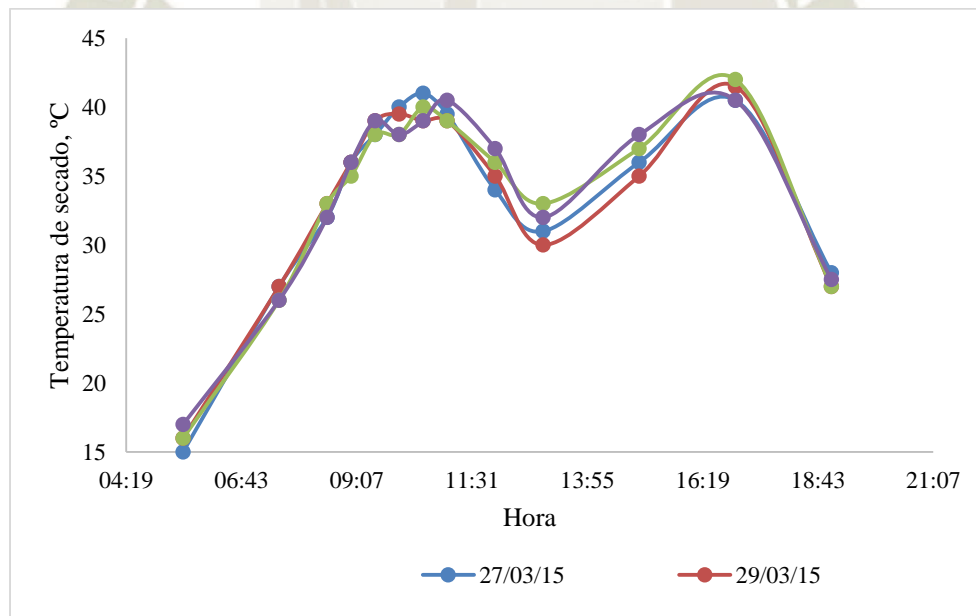


Figura 6-6. Temperatura de secado de semilla de *Vasconcellea pubescens* bajo sol indirecto.

Fuente: Elaboración propia – Microsoft Excel.



## ANEXO 4

Tabla 6.5. Método 1- Peso constante: Realizado en Estufa a 110°C por 2 horas.

| CONDICIÓN DE SECADO |   | MÉTODO 1 - PESO CONSTANTE (Estufa 110°C * 2h) |                 |                 |                  | Humedad (%) |
|---------------------|---|---|-----------------|-----------------|------------------|-------------|
|                     |   | Peso inicial (g)                              | Peso final (g)  |                 |                  |             |
|                     |   |   | (1)<br>+ 60 min | (2)<br>+ 90 min | (3)<br>+ 120 min |             |
| a)                  | Secado en sol indirectamente (1 semana)         | 2,0013  | 1,9243          | 1,9243          | 1,9143           | 4,35        |
| b)                  | Cuarto a temperatura ambiente (25°C) (1 semana) | 2,0008  | 1,8836          | 1,8736          | 1,8736           | 6,36        |
| c)                  | Estufa (40°C 48h)                               | 2,0263  | 1,9608          | 1,9408          | 1,9408           | 4,22        |

Tabla 6.6 Método 2 - Termobalanza: Se realizó a temperatura de 131°C durante 4 min.

| CONDICIÓN DE SECADO |   | MÉTODO 2 - TERMOBALANZA (131°C * 4 min) |                |               |                  |                | Humedad ± D.E. |               |
|---------------------|---|---|----------------|---------------|------------------|----------------|----------------|---------------|
|                     |   | Primera Medición                        |                |               | Segunda Medición |                |                |               |
|                     |   | Masa inicio (g)                         | Masa final (g) | Humedad 1 (%) | Masa inicio (g)  | Masa final (g) |                | Humedad 2(%)  |
| a)                  | Secado en sol indirectamente (1 semana) | 0,284                                   | 0,269          | 5,28          | 0,301            | 0,285          | 5,32           | 5,3 ± 0,0282  |
| b)                  | Ambiente a (25°C * 1 semana)            | 0,305                                   | 0,284          | 6,89          | 0,370            | 0,345          | 6,76           | 6,76 ± 0,0919 |
| c)                  | Estufa (40°C 48h)                       | 0,440                                   | 0,418          | 5,00          | 0,320            | 0,305          | 4,69           | 4,845 ± 0,219 |

## ANEXO 5

Tabla 6.7 Composición de semilla de *Vasconcellea pubescens* después de pasar por el proceso de secado

| Semilla            | Peso de Semilla completa (mg) | Peso de Epicarpio (mg) | Peso de Endospermo (mg) | Longitud (cm) | Ancho (cm)   |
|--------------------|-------------------------------|------------------------|-------------------------|---------------|--------------|
| 1                  | 25,1                          | 10,6                   | 13,9                    | 0,62          | 0,27         |
| 2                  | 26,2                          | 10,5                   | 15,8                    | 0,59          | 0,27         |
| 3                  | 25,9                          | 10,6                   | 16,3                    | 0,59          | 0,36         |
| 4                  | 29,9                          | 12,3                   | 18,1                    | 0,78          | 0,49         |
| 5                  | 23,7                          | 9,6                    | 14                      | 0,62          | 0,32         |
| 6                  | 24,5                          | 9,8                    | 14,7                    | 0,61          | 0,27         |
| 7                  | 25,3                          | 10                     | 15,4                    | 0,6           | 0,29         |
| 8                  | 27,1                          | 11,1                   | 16,3                    | 0,75          | 0,42         |
| 9                  | 25,6                          | 10,2                   | 15,4                    | 0,6           | 0,28         |
| 10                 | 29,9                          | 11,6                   | 18,1                    | 0,77          | 0,47         |
| <b>Pro. ± D.E.</b> | 26,32 ± 2,09                  | 10,63 ± 0,84           | 15,8 ± 1,47             | 0,653 ± 0,08  | 0,344 ± 0,09 |

## ANEXO 6

Tabla 6.8. Ensayos preliminares de extracción de aceites de semilla de papaya arequipeña

| Tipo de extracción                             | Determinación de lípidos por gravimetría<br>- Éter de petróleo |                           |  | Determinación de lípidos por gravimetría -<br>Etanol |                           |  |
|--|--|---------------------------|--|--|---------------------------|--|
|  | Peso inicial<br>semilla (g)                                    | Peso final<br>lípidos (g) | Rto. de<br>Lípidos<br>extraídos<br>(%) | Peso inicial<br>semilla (g)                          | Peso final<br>lípidos (g) | Rto. de<br>Lípidos<br>extraídos<br>(%) |
| 1. Ext. por<br>Reflujo<br>Soxhlet              | 7,05   | 1,7124                    | 25,14                                  | 7,01   | 1,7623                    | 24,29                                  |
| 2. Ext. por<br>ultrasonido                     | 3,02   | 0,4654                    | 15,41                                  | 3,03   | 0,3097                    | 10,22                                  |
| 3. Ext. por<br>agitación a<br>Tem.<br>ambiente | 15,12  | 4,1142                    | 27,21                                  | 15,23  | 3,028                     | 20,11                                  |
| 4. Ext. por<br>agitación a<br>50°C             | 14,16  | 3,9550                    | 27,93                                  | 14,21  | 3,3507                    | 23,58                                  |

**ANEXO 7**

**Determinación del pH en el punto cero (pH<sub>Pzc</sub>)**

**Tabla 6.9. Determinación de pH<sub>Pzc</sub> en el SDP**

|             | pH Drift 1            |          |       | pH Drift 2 |          |       |
|-------------|-----------------------|----------|-------|------------|----------|-------|
|             | pH Inicial            | pH Final | Δ pH  | pH Inicial | pH Final | Δ pH  |
| <b>1</b>    | 3,05                  | 4,8      | -1,75 | 3,03       | 4,86     | -1,83 |
| <b>2</b>    | 3,48                  | 5,2      | -1,72 | 3,58       | 5,23     | -1,65 |
| <b>3</b>    | 4,05                  | 5,8      | -1,75 | 4,04       | 5,83     | -1,79 |
| <b>4</b>    | 4,53                  | 5,99     | -1,46 | 4,57       | 6,02     | -1,45 |
| <b>5</b>    | 4,97                  | 6,03     | -1,06 | 5,02       | 6,06     | -1,04 |
| <b>6</b>    | 5,47                  | 6,02     | -0,55 | 5,54       | 6,05     | -0,51 |
| <b>7</b>    | 6,14                  | 6,05     | 0,09  | 6,01       | 6,08     | -0,07 |
| <b>8</b>    | 6,52                  | 5,99     | 0,53  | 6,5        | 6,02     | 0,48  |
| <b>9</b>    | 6,96                  | 5,86     | 1,1   | 7,07       | 5,89     | 1,18  |
| <b>10</b>   | 7,46                  | 6,02     | 1,44  | 7,49       | 6,05     | 1,44  |
| <b>11</b>   | 7,97                  | 5,95     | 2,02  | 7,93       | 5,98     | 1,95  |
| <b>12</b>   | 8,56                  | 6,14     | 2,42  | 8,49       | 6,17     | 2,32  |
| <b>13</b>   | 9,01                  | 6,12     | 2,89  | 9,04       | 6,15     | 2,89  |
| <b>14</b>   | 9,45                  | 6,12     | 3,33  | 9,53       | 6,15     | 3,38  |
| <b>15</b>   | 9,96                  | 6,11     | 3,85  | 10,04      | 6,14     | 3,90  |
| <b>16</b>   | 10,47                 | 6,35     | 4,12  | 10,48      | 6,38     | 4,10  |
| <b>17</b>   | 10,98                 | 6,44     | 4,54  | 10,94      | 6,41     | 4,53  |
| pH pzc      | 6,14                  |          |       | 6,01       |          |       |
| Pro. ± D.E. | <b>6,075 ± 0,0919</b> |          |       |            |          |       |

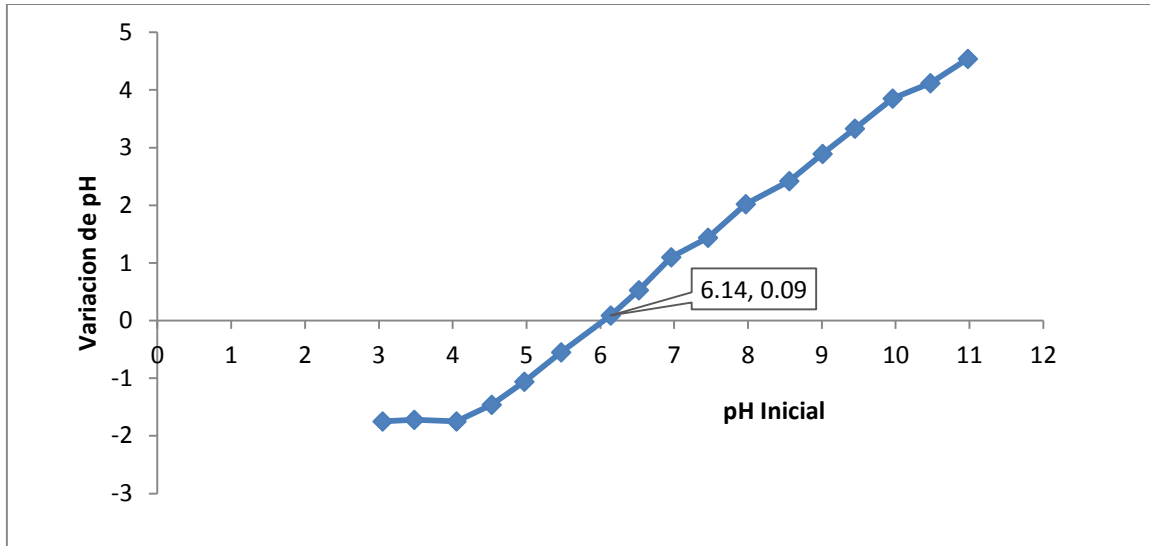


Figura 6-7. Determinación de  $pH_{PZC}$  en el SDP para el primer ensayo

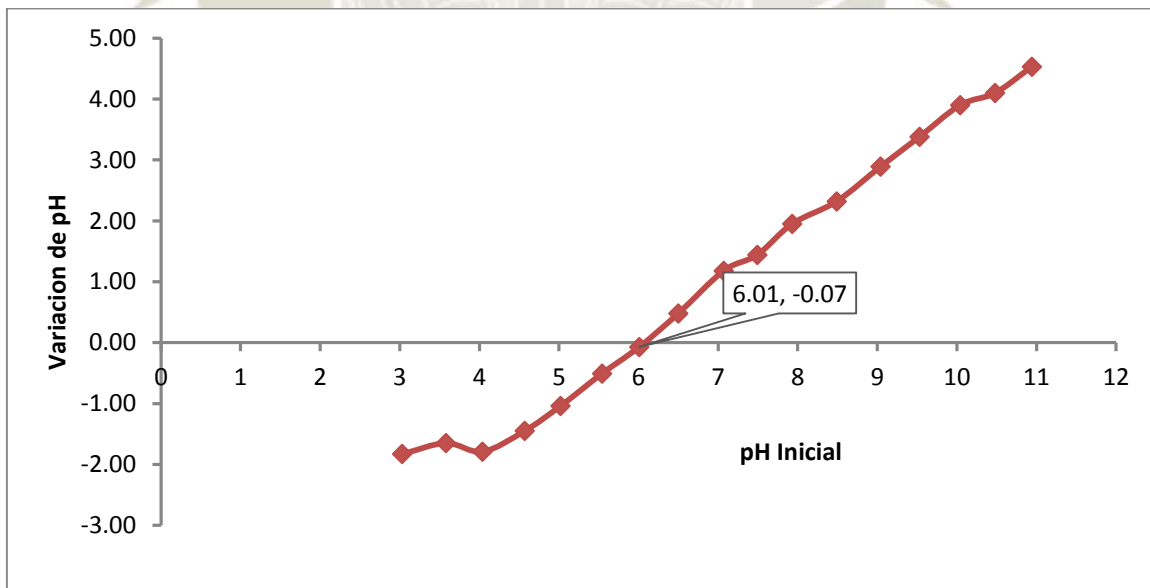
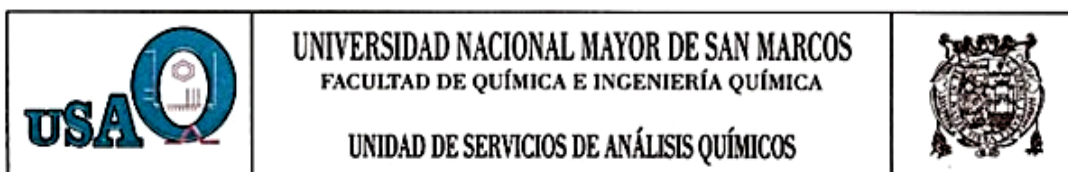


Figura 6-8. Determinación de  $pH_{PZC}$  en el SDP para el segundo ensayo

ANEXO 8



**INFORME DE ENSAYO  
N° 290-2015**

**Cliente :** MIGUEL OCTAVIO MEDINA DELGADO  
**Referencia USAQ :** 240-01/02  
**Muestras :** SEMILLA DESGRASADA DE PAPAYA  
**Cotización :** 277-2015/USAQ-FQIQ  
**Fecha de Recepción :** 14/08/2015  
**Fecha de Emisión :** 18/08/2015

**RESULTADOS DE ANÁLISIS POR ESPECTROFOTOMETRIA INFRARROJA**

| Código de Muestra USAQ | Código y Referencia del Cliente  | Observaciones   |
|------------------------|--|---|
| 240-01                 | <b>MUESTRA # 01</b><br><b>S D P</b><br>(Semilla Desgrasada de Papaya)                | Del análisis FT-IR se observa que el espectro de la muestra presenta los siguientes picos: (cm <sup>-1</sup> )<br>790.85 898.87 1049.32 1095.61 1145.77 1238.35<br>1315.51 1396.52 1446.67 1519.97 1535.40 1631.85<br>1743.72 2854.77 2924.21 3282.99 |
| 240-02                 | <b>MUESTRA # 02</b><br><b>S D P - Cr</b><br>(Semilla Desgrasada de Papaya con Cromo) | Del análisis FT-IR se observa que el espectro de la muestra presenta los siguientes picos: (cm <sup>-1</sup> )<br>895.01 1045.46 1230.64 1315.51 1381.09 1411.95<br>1446.67 1519.97 1535.40 1635.71 1743.72 2854.77<br>2924.21 2955.07 3279.13        |

Muestra Proporcionada por el cliente.

Método: Determinación de Compuestos por FT-IR. USAQ-ME-10

**Quim. María Angelica Rodríguez Best**  
 Directora de la USAQ  
 BILECTORA  
 USAQ  
 COP: 597

Nota: El presente informe sólo es válido en su estado original y no refiere únicamente a la muestra analizada, cualquier corrección o enmienda en el contenido del presente informe lo anula automáticamente.  
 Obsrv.: La muestra podrá ser devuelta después del plazo de 15 días calendario de entregado el Informe de Ensayo, dado el tiempo indicado no se aceptarán reclamos ni devoluciones.

IE-290-2015 UNIV. CATOLICA DE SANTA MARIA AREQUIPA(Página 1 de 1)

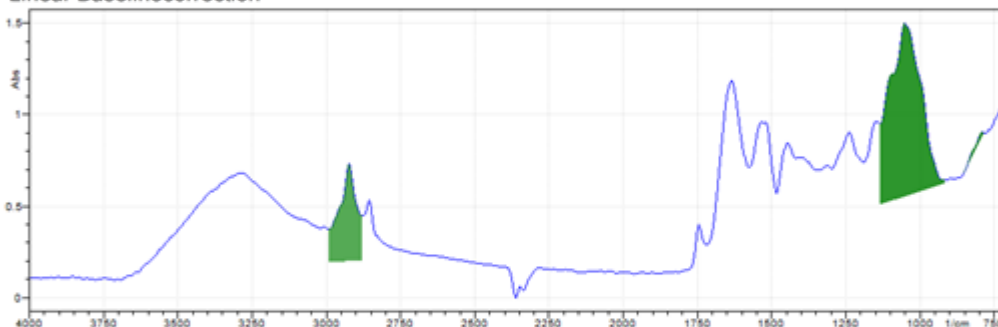
Functional Group Analysis of 'Linear Baselinecorrection'

06:02:26 p.m. 30/10/2015

Operator: Miguel  
Department:

**LabCognition**  
Analytical Software GmbH & Co. KG

Linear Baselinecorrection



#### Matching Functional Groups

| Quality | Functional Group                          | Chemical Sub Class | Chemical Class             |
|---------|---|--------------------|----------------------------|
| 100     | Polysiloxanes                             | Siloxanes          | Aliphatic Silicon Compound |
| 91      | Aliphatic Amido, Possibly Subs. Urea      |                    | Aliphatic Amide            |
| 91      | Hydroxy Compound                          | Substituent Group  | Side Chain or Substituent  |
| 84      | Tertiary Alcohol                          |                    | Aliphatic Alcohol          |
| 80      | Unsaturated Hydrocarbon, Cyclic, > C5     |                    | Alkene                     |
| 78      | Aliphatic Alkoxy, Methoxy                 |                    | Aliphatic Ether            |
| 70      | Aliphatic Secondary Amide                 |                    | Aliphatic Amide            |
| 64      | Aliphatic Ester, Acetate                  |                    | Aliphatic Ester            |
| 64      | CF3 group                                 | Fluorine compounds | Organic Halogen Compounds  |
| 63      | Unsaturated Hydrocarbon, Ether Conjugated |                    | Alkene                     |

#### Corresponding Chemical Classification Rules

Functional Group: 'Polysiloxanes', Chemical Class: 'Aliphatic Silicon Compound', Chemical Sub Class: 'Siloxanes'

| Vibration    | Start WN | End WN | Threshold   | Priority  |
|--------------|----------|--------|-------------|-----------|
| Si-C Stretch | 845      | 780    | Strong      | Mandatory |
| Si-O Stretch | 1100     | 1000   | Very Strong | Mandatory |
| C-H Stretch  | 2975     | 2900   | Variable    | High      |

#### Missing Chemical Classification Rules

Functional Group: 'Polysiloxanes', Chemical Class: 'Aliphatic Silicon Compound', Chemical Sub Class: 'Siloxanes'

| Vibration | Start WN | End WN | Threshold | Priority |
|-----------|----------|--------|-----------|----------|
|-----------|----------|--------|-----------|----------|

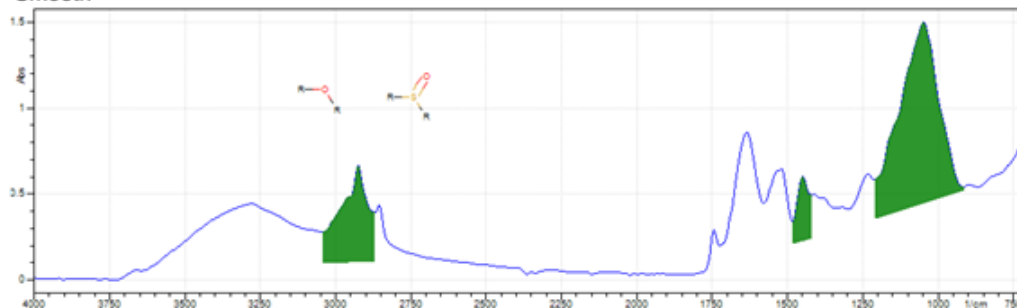
Functional Group Analysis of 'Smooth'

06:07:29 p.m. 30/10/2015

Operator: Miguel  
Department:

**LabCognition**  
Analytical Software GmbH & Co. KG

Smooth



#### Matching Functional Groups

| Quality | Functional Group                             | Chemical Sub Class | Chemical Class            |
|---------|--|--------------------|---------------------------|
| 100     | Aliphatic Ether or Sulfoxide                 | Substituent Group  | Side Chain or Substituent |
| 100     | Hydroxy Compound                             | Substituent Group  | Side Chain or Substituent |
| 60      | Unsaturated Hydrocarbon,<br>Cyclic, > C5     |                    | Alkene                    |
| 55      | Aliphatic Ester, Acetate                     |                    | Aliphatic Ester           |
| 52      | Unsaturated Hydrocarbon,<br>Ether Conjugated |                    | Alkene                    |

#### Corresponding Chemical Classification Rules

Functional Group: 'Aliphatic Ether or Sulfoxide', Chemical Class: 'Side Chain or Substituent',  
Chemical Sub Class: 'Substituent Group'

| Vibration                 | Start WN | End WN | Threshold | Priority  |
|---------------------------|----------|--------|-----------|-----------|
| C-S=O, Sulfoxy Stretch    | 1060     | 1020   | Strong    | Mandatory |
| C-H Bend, CH <sub>2</sub> | 1470     | 1415   | Variable  | Mandatory |
| C-H Stretch, Alkyl        | 3000     | 2855   | Variable  | Mandatory |

#### Missing Chemical Classification Rules

Functional Group: 'Aliphatic Ether or Sulfoxide', Chemical Class: 'Side Chain or Substituent',  
Chemical Sub Class: 'Substituent Group'

| Vibration | Start WN | End WN | Threshold | Priority |
|-----------|----------|--------|-----------|----------|
|-----------|----------|--------|-----------|----------|

## ANEXO 9

Análisis SEM- EDX en el laboratorio de Microscopia Electrónica de la Universidad Nacional Jorge Basadre Grohmann (UNJBG) - Tacna



Figura 6-9 Laboratorio de Microscopia Electrónica de la UNJBG

Tabla 6.10 Características del Microscopio electrónico utilizado en el ensayo

Tabla 6.11 Análisis SEM-EDX de SDP (considerando el carbono)

| Microscopio electrónico de barrido TESCAN Vega II |                 |
|---|-----------------|
| Marca   | TESCAN          |
| Modelo  | VEGA II LMU     |
| Filamento   | Tungsteno.      |
| Resolución  |                 |
| En alto vacío modo SE                             | 3.0 nm - 30 KV  |
| En bajo vacío modo BSE                            | 3.5 nm - 30KV   |
| Aumento continuo                                  | 4x - 1 000 000x |
| Voltaje de aceleración                            | 200 V- 30KV     |
| Probe current                                     | 1Pa - 2μA       |
| Dimensión interna                                 | Ø 230 mm        |
| Puerta  | 148 mm (alto)   |
| Micro analizador                                  |                 |
| Marca:  | OXFORD          |
| Modelo:   | INCA PentaFETx3 |

| Elemento | ID Muestra: SDP-Cr-a |           | ID Muestra: SDP-Cr-b |           | ID Muestra: SDP-Cr-c |           | Prom. Peso ± D.S. | Prom. Atómico ± D.S. |
|----------|----------------------|-----------|----------------------|-----------|----------------------|-----------|-------------------|----------------------|
|          | Peso %               | Atómico % | Peso %               | Atómico % | Peso %               | Atómico % |                   |                      |
| C        | 66,59                | 73,73     | 60,49                | 68,04     | 61,42                | 69,04     | 62,83 ± 3,29      | 70,27 ± 3,04         |
| O        | 29,99                | 24,93     | 36,49                | 30,81     | 35,2                 | 29,71     | 33,89 ± 3,44      | 28,48 ± 4,13         |
| P        | 1,68                 | 0,72      | 1,44                 | 0,63      | 1,42                 | 0,62      | 1,51 ± 0,14       | 0,66 ± ,06           |
| S        | 1,04                 | 0,43      | 0,69                 | 0,29      | 0,79                 | 0,33      | 0,84 ± 0,18       | 0,35 ± ,07           |
| Cr       | 0,7                  | 0,18      | 0,89                 | 0,23      | 1,17                 | 0,3       | 0,92 ± 0,24       | 0,24 ± ,06           |
| Total    | 100                  |           | 100                  |           | 100                  |           |                   |                      |



**Tabla 6.12 Análisis SEM-EDX de SDP (no considerando el carbono)**  
**MUESTRA: SDP-Cr (Sin considerar fijación de muestra con carbono)**

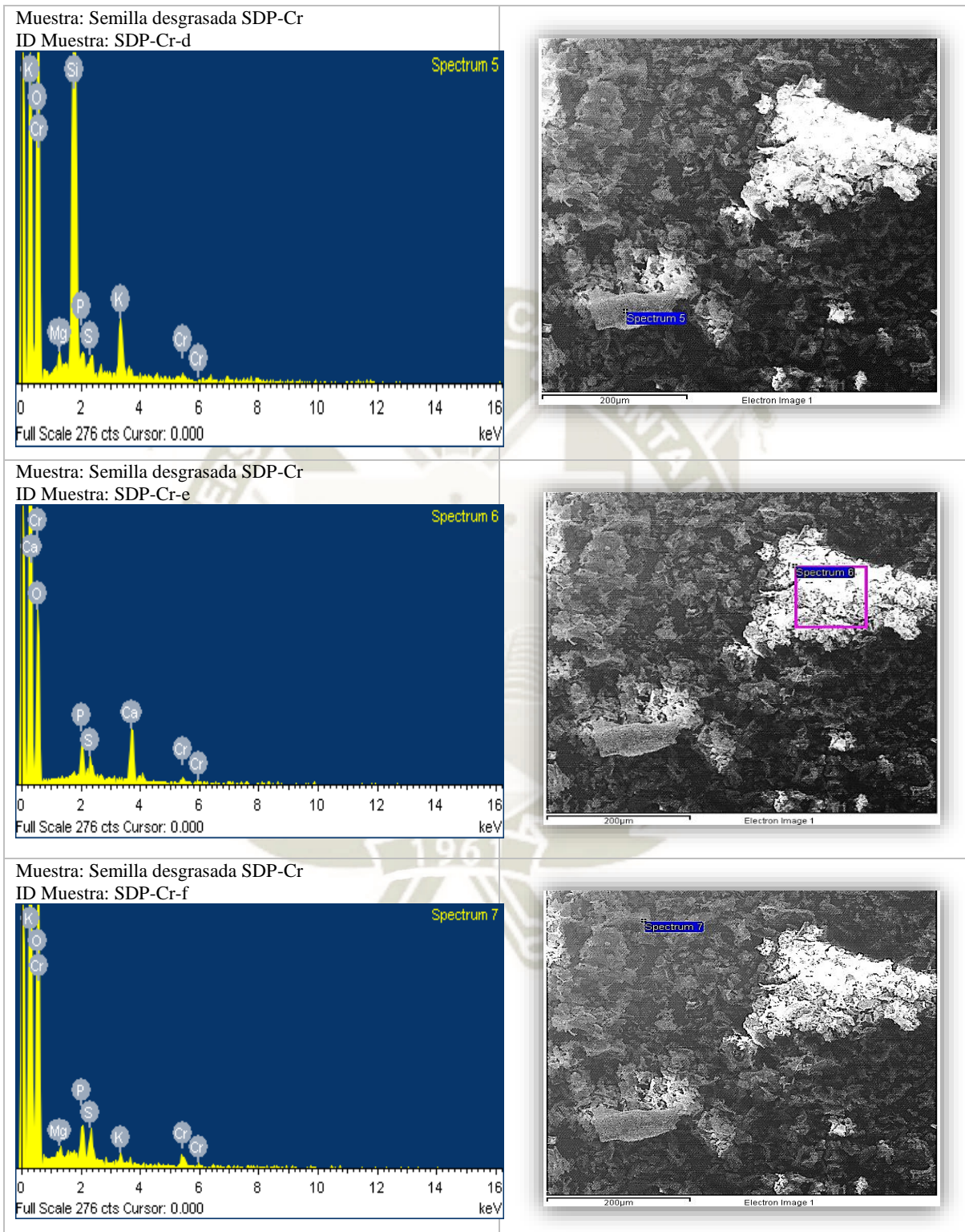
| Elemento     | ID Muestra: SDP-Cr-a |           | ID Muestra: SDP-Cr-b |           | ID Muestra: SDP-Cr-c |           | Prom. Peso (%) ± D.S. | Prom. Atómico (%) ± D.S. |
|--------------|----------------------|-----------|----------------------|-----------|----------------------|-----------|-----------------------|--------------------------|
|              | Peso %               | Atómico % | Peso %               | Atómico % | Peso %               | Atómico % |                       |                          |
| <b>O</b>     | 76,9                 | 87,6      | 79,73                | 89,64     | 77,33                | 88,48     | 77,99 ± 1,53          | 88,57 ± 1,02             |
| <b>P</b>     | 11,3                 | 6,65      | 9,78                 | 5,68      | 9,66                 | 5,71      | 10,25 ± 0,91          | 6,01 ± 0,55              |
| <b>S</b>     | 7,43                 | 4,22      | 4,88                 | 2,74      | 5,63                 | 3,21      | 5,98 ± 1,31           | 3,39 ± 0,76              |
| <b>Cr</b>    | 4,37                 | 1,53      | 5,61                 | 1,94      | 7,38                 | 2,6       | 5,79 ± 1,51           | 2,02 ± 0,54              |
| <b>Total</b> | 100                  |           | 100                  |           | 100                  |           |                       |                          |

Mediante el análisis de espectros puntuales o modo ID point para la misma muestra SDP-Cr como se observa en la **Tabla 7.14**, se comprobó la existencia de otros elementos. En el espectro puntual SDP-Cr-d se observa la presencia de silicio (Si), potasio (K) y magnesio (Mg) donde uno de los porcentajes más significativos fue el de Silicio con 35.86 %. Cuando se observa silicio en forma de sílice generalmente no existe carbono. En el espectro puntual SDP-Cr-e observamos la presencia de Ca; mientras que en el espectro puntual SDP-Cr-f aparecen los elementos K y Mg.

**Tabla 6.13 Espectros puntuales SEM-EDX para SDP-Cr**

| MUESTRA: SDP-Cr |                           |                           |                           |
|-----------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Elemento        | Espectro SDP-Cr-d, Peso % | Espectro SDP-Cr-e, Peso % | Espectro SDP-Cr-f, Peso % |
| <b>O</b>        | 57.22                     | 75.81                     | 84.39                     |
| <b>P</b>        | 1.66                      | 5.95                      | 5.47                      |
| <b>S</b>        | 0.65                      | 2.53                      | 3.43                      |
| <b>Cr</b>       | 0.47                      | 2.18                      | 4.21                      |
| <b>Ca</b>       | -                         | 13.52                     | -                         |
| <b>Si</b>       | 35.86                     | -                         | -                         |
| <b>K</b>        | 3.46                      | -                         | 1.37                      |
| <b>Mg</b>       | 0.67                      | -                         | 1.13                      |

Tabla 6.14 Espectros e imágenes de SDP-Cr (d, e y f)



Miguel-Medina

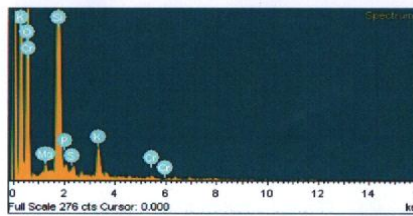
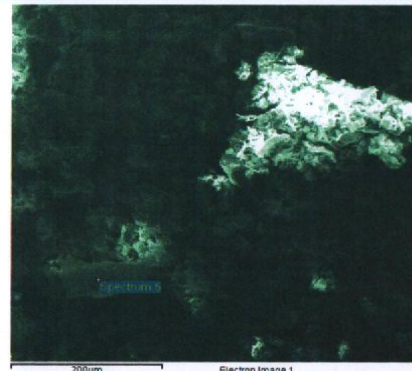
Nº 11-2015-03-30 PM  
UNIC-FCM-ESM

Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-d-ID5

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| O       | 57.22    | 70.78    |
| Mg      | 0.67     | 0.55     |
| Si      | 35.86    | 25.27    |
| P       | 1.66     | 1.06     |
| S       | 0.65     | 0.40     |
| K       | 3.46     | 1.75     |
| Cr      | 0.47     | 0.18     |
| Totals  | 100.00   |          |

COMENTARIO

El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo Point & ID a 400 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 1er análisis puntual de identificación en el campo d, sobre la particular marcada, sin considerar el contenido de carbono, reportado por el equipo.



Inca

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales



Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía



Miguel-Medina

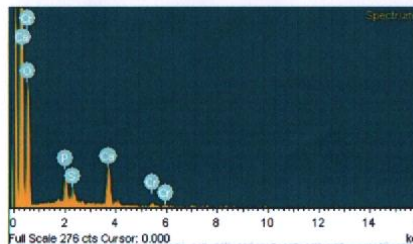
Nº 11-2015-03-30 PM  
UNIC-FCM-ESM

Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-Sp6

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| O       | 75.81    | 87.93    |
| P       | 5.95     | 3.57     |
| S       | 2.53     | 1.47     |
| Ca      | 13.52    | 6.26     |
| Cr      | 2.18     | 0.78     |
| Totals  | 100.00   |          |

COMENTARIO

El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo Point & ID a 400 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 2er análisis puntual de identificación en el campo d, sobre la partícula marcada, sin considerar el contenido de carbono, reportado por el equipo.



UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales



Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía



Inca

Miguel-Medina 8/11/2015 3:31:30 PM  
UNBC-FAR-ESME

Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cer-Sp7

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| O       | 84.39    | 92.20    |
| Mg      | 1.13     | 0.81     |
| P       | 5.47     | 3.09     |
| S       | 3.43     | 1.87     |
| K       | 1.37     | 0.61     |
| Cr      | 4.21     | 1.42     |
| Totals  | 100.00   |          |

**COMENTARIO**  
El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II, en modo Point & ID a 400 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 3er análisis puntual de identificación en el campo d, sobre la partícula marcada, sin considerar el contenido de carbono, reportado por el equipo.

20µm Electron Image 1

Full Scale 275 cts Cursor: 0.000

**Inca**

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales

Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía

Miguel-Medina 8/11/2015 3:59:42 PM  
UNBC-FAR-ESME

SEM HV: 20.00 kV WD: 23.0004 mm SEM MAG: 100 x 500 µm VEGA II TESCAN Det: BSE

Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-a

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| C       | 66.59    | 73.73    |
| O       | 29.99    | 24.93    |
| P       | 1.68     | 0.72     |
| S       | 1.04     | 0.43     |
| Cr      | 0.70     | 0.18     |
| Totals  | 100.00   |          |

**COMENTARIO**  
El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II, en modo **analyser** a 100 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 1er análisis en el campo a, considerando el contenido de carbono, reportado por el equipo.

Full Scale 184 cts Cursor: 0.000

**Inca**

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales

Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía

149

Publicación autorizada con fines académicos e investigativos  
En su investigación no olvide referenciar esta tesis

Miguel-Medina

8/11/2015 3:34:00 PM  
LUNO@FABR-ESMIE

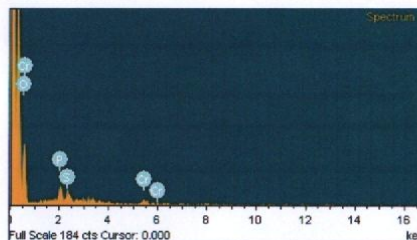


**COMENTARIO**  
El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo **analyser** a 100 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 2do análisis en el campo a, sin considerar carbono.

**Inca**

Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-a1  
Nota: Sin considerar carbono

| Element | Weight% | Atomic% |
|---------|---------|---------|
| O       | 76.90   | 87.60   |
| P       | 11.30   | 6.65    |
| S       | 7.43    | 4.22    |
| Cr      | 4.37    | 1.53    |
| Totals  | 100.00  |         |



UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales

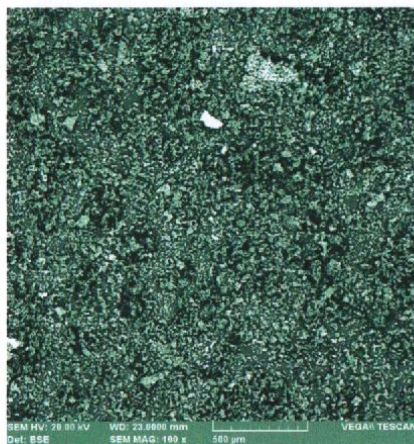


*Julián Nieto Quispe*  
Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía



Miguel-Medina

8/11/2015 4:43:01 PM  
LUNO@FABR-ESMIE

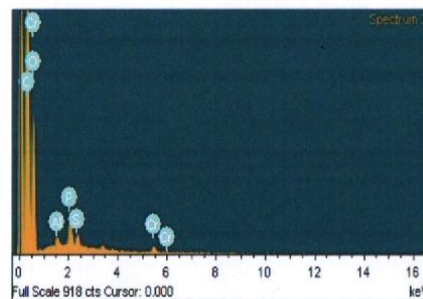


**COMENTARIO**  
El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo **analyser** a 100 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 1er análisis en el campo b, sin considerar carbono.

**Inca**

Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-b

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| C       | 61.71    | 69.18    |
| O       | 35.17    | 29.60    |
| Al      | 0.41     | 0.21     |
| P       | 1.25     | 0.54     |
| S       | 0.58     | 0.25     |
| Cr      | 0.88     | 0.23     |
| Totals  | 100.00   |          |

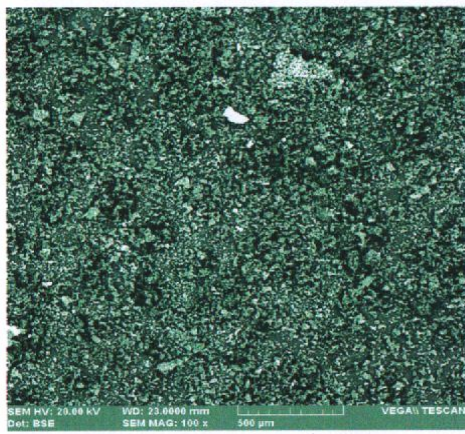


UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales



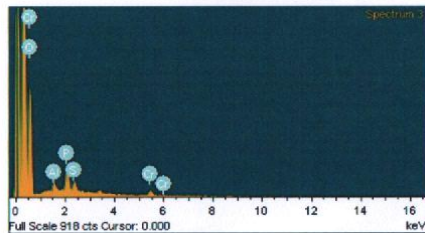
*Julián Nieto Quispe*  
Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía

Miguel-Medina 8/11/2015 4:06:24 PM



Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-b1  
Nota: Sin considerar Carbono

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| O       | 78.29    | 88.48    |
| Al      | 3.05     | 2.05     |
| P       | 8.77     | 5.12     |
| S       | 4.25     | 2.40     |
| Cr      | 5.64     | 1.96     |
| Totals  | 100.00   |          |



**COMENTARIO**  
El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo **analyser** a 100 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 2do análisis en el campo b, sin considerar carbono.

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales  
*Julián Nieto Quispe*  
Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía

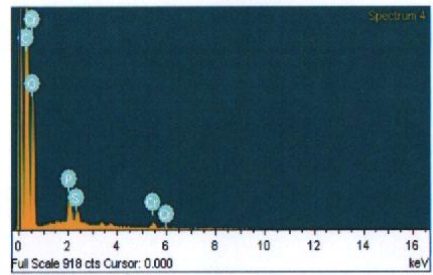


Miguel-Medina 8/11/2015 4:11:45 PM



Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-c

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| C       | 60.49    | 68.04    |
| O       | 36.49    | 30.81    |
| P       | 1.44     | 0.63     |
| S       | 0.69     | 0.29     |
| Cr      | 0.89     | 0.23     |
| Totals  | 100.00   |          |



**COMENTARIO**  
El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo **analyser** a 100 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 1er análisis en el campo c, considerando el contenido de carbono, reportado por el equipo.

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales  
*Julián Nieto Quispe*  
Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía



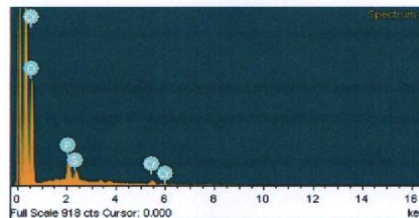
Miguel-Medina

8/11/2015 4:14:08 PM  
UNIBIC FAP-EDM



Muestra: Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-c1  
Nota: Sin considerer carbono

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| O       | 79.73    | 89.64    |
| P       | 9.78     | 5.68     |
| S       | 4.88     | 2.74     |
| Cr      | 5.61     | 1.94     |
| Totals  | 100.00   |          |



**COMENTARIO**  
El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo *analyser* a 100 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 2do análisis en el campo C, sin considerar el contenido de carbono, reportado por el equipo.

**Inca**

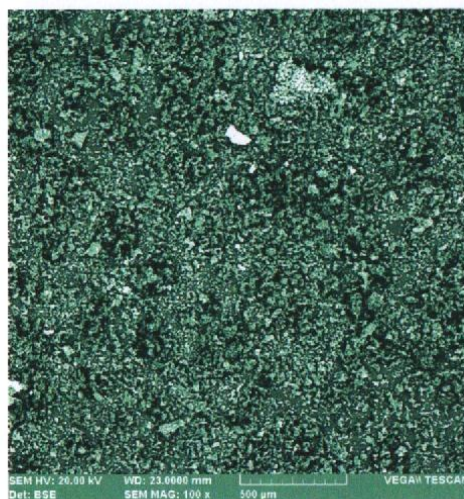
UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales

*Julian Nieto Quispe*  
Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía

JULIÁN NIETO QUISPE  
INGENIERO METALÚRGICO (A)  
CIP 87199

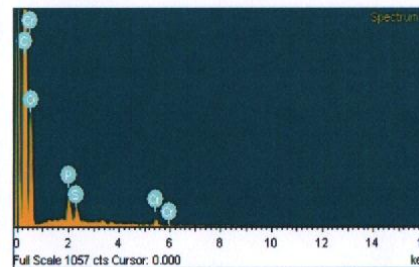
Miguel-Medina

8/11/2015 4:31:03 PM  
UNIBIC FAP-EDM



Muestra: Semilla desgrasada -Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-d

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| C       | 61.42    | 69.04    |
| O       | 35.20    | 29.71    |
| P       | 1.42     | 0.62     |
| S       | 0.79     | 0.33     |
| Cr      | 1.17     | 0.30     |
| Totals  | 100.00   |          |



**COMENTARIO**  
El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo *analyser* a 100 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 1er análisis en el campo d, considerando el contenido de carbono, reportado por el equipo.

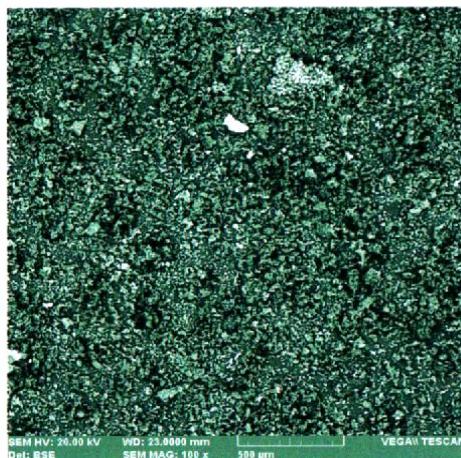
**Inca**

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales

*Julian Nieto Quispe*  
Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía

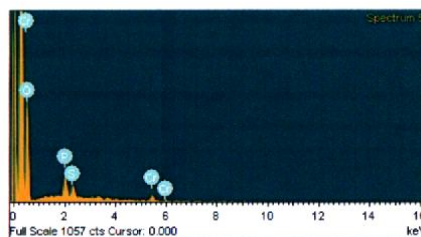
JULIÁN NIETO QUISPE  
INGENIERO METALÚRGICO (A)  
CIP 87199

Miguel-Medina



Muestra; Semilla desgrasada-Cr  
ID Muestra: SDP-Cr-d1  
Nota: Sin considerar carbono

| Element | Weight % | Atomic % |
|---------|----------|----------|
| O       | 77.33    | 88.48    |
| P       | 9.66     | 5.71     |
| S       | 5.63     | 3.21     |
| Cr      | 7.38     | 2.60     |
| Totals  | 100.00   |          |



**COMENTARIO**

El microanálisis se realizó con microscopio electrónico de barrido marca Tescan, modelo Vega II; en modo **analyser** a 100 aumentos, en una muestra seca y pulverizada; 2do análisis en el campo d, Sin considerar el contenido de carbono, reportado por el equipo.



UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN-TACNA  
Facultad de Ingeniería  
Escuela Profesional de Ingeniería metalúrgica y Materiales

Ing. Julián Nieto Quispe  
Responsable del Laboratorio de Microscopía

**ANEXO 10**

**Tabla 6.15. Determinación de la porosidad del adsorbente SDP**

| Nº de ensayo    | Densidad granel |                |                       | Densidad aparente      |                |                         | Porosidad, % |
|-----------------|-----------------|----------------|-----------------------|------------------------|----------------|-------------------------|--------------|
|                 | Volumen, mL     | Masa de SDP, g | Densidad granel, g/mL | Volumen desplazado, mL | Masa de SDP, g | Densidad aparente, g/mL |              |
| 1               | 10              | 2,5097         | 0,25097               | 0,3                    | 0,5            | 1,667                   | 84,94        |
| 2               | 10              | 2,5018         | 0,25018               | 0,3                    | 0,4995         | 1,665                   | 84,97        |
| 3               | 10              | 2,4989         | 0,24989               | 0,35                   | 0,5033         | 1,438                   | 82,62        |
| <b>Promedio</b> | 10              | 2,5035         | 0,2503                | 0,3167                 | 0,5009         | 1,5899                  | <b>84,18</b> |
| <b>D. E.</b>    | 0, 1            | 0,0056         | 0,0006                | 0,0289                 | 0,0021         | 0,1315                  | <b>1,35</b>  |



## ANEXO 11

Tabla 6.16. Propiedades fisicoquímicas del ARC

| Nombre de muestra | pH   | Tem, (°C) | Con. de Cr total g/L | C.E., mS/cm | TDS g/L | Temperatura en la medición de Conductividad, °C |
|-------------------|------|-----------|----------------------|-------------|---------|---|
| ARC 1             | 4,04 | 42        | 3,16                 | 40,2        | 81,82   | 24,12   |
| ARC 2             | 3,92 | 39        | 3,02                 | 39,8        | 82,93   | 22,91   |
| ARC 3             | 4,16 | 41        | 3,19                 | 42,3        | 85,75   | 24,32   |
| ARC 4             | 3,93 | 42        | 4,49                 | 45          | 86,36   | 27,52   |
| ARC 5             | 4,2  | 41,5      | 3,61                 | 41,8        | 81,78   | 26,18   |
| Promedio          | 4,05 | 41,10     | 3,49                 | 41,82       | 83,73   | 25,01   |
| Des. Est.         | 0,13 | 1,24      | 0,60                 | 2,06        | 2,19    | 1,83  |

### Cuantificación de óxido de cromo por valoración yodométrica

Se colocó 10 ml de disolución 1:4 de baño de curtido de un Erlenmeyer de 250 ml. Luego se agregó 12 ml de NaOH al 40% y se esperó a que precipite. Se agregó 8 ml de Peróxido de hidrogeno 20 volúmenes y se dejó hervir por 10 minutos. Después se procedió a un enfriamiento con corriente de agua fría. Luego se agregó 3 ml de Nitrato de níquel al 5% y volvió a hervir por 10 minutos y a enfriar con agua corriente. Se agregó 6 ml de ácido clorhídrico concentrado, hasta el cambio de coloración de amarillo a naranja. Se dejó enfriar al ambiente y se agregó 10 ml de Ioduro de potasio al 10 %, dejándolo reposar por 10 minutos en un lugar oscuro. Se tituló la solución con Tiosulfato de sodio 0,1 M, usando 3 gotas de indicador almidón al 1% (w/v), basado en el estudio de Huamani 2011 (18).

### Cálculos:

#### 1) ARC (02/03/15)

Gasto de tiosulfato de sodio = 4,55 ml

El porcentaje Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se determina según la siguiente formula:

$$\% \text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{(N * V)TS \text{ m. eq Cr}_2\text{O}_3 * 100}{V_{\text{muestra}}}$$

$$\% \text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{(0.1 \text{ N} * 4.55\text{mL}) * 0.02534 * 100}{10}$$

% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0,11529 g Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en 100ml de solución, luego en 1 litro de solución habrá 1,1529 g

Como se hizo una dilución de 1:4

$$1,1529 * 4 = 4,6119 \text{ g Cr}_2\text{O}_3 / \text{l} = 3,1556 \text{ g Cr/l}$$

**2) ARC (06/03/15)**

Gasto de tiosulfato de sodio = 4.35 ml

El porcentaje Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se determina según la siguiente formula:

$$\% \text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{(N * V) \text{TS m. eq Cr}_2\text{O}_3 * 100}{V_{\text{muestra}}}$$

$$\% \text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{(0.1 \text{ N} * 4.35 \text{ mL}) * 0.02534 * 100}{10}$$

% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0.1102 g Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en 100ml de solución, luego en 1 litro de solución habrá 1.10229 g

Como se hizo una dilución de 1:4

$$1.10229 * 4 = \mathbf{4.4092 \text{ g Cr}_2\text{O}_3 / l = 3,0168 \text{ g Cr/l}}$$

**3) ARC (10/03/15)**

Gasto de tiosulfato de sodio = 4.6 ml

El porcentaje Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se determina según la siguiente formula:

$$\% \text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{(N * V) \text{TS m. eq Cr}_2\text{O}_3 * 100}{V_{\text{muestra}}}$$

$$\% \text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{(0.1 \text{ N} * 4.6 \text{ mL}) * 0.02534 * 100}{10}$$

% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 0,1166 g Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en 100ml de solución, luego en 1 litro de solución habrá 1,1656 g

Como se hizo una dilución de 1:4

$$1,1656 * 4 = \mathbf{4,6626 \text{ g Cr}_2\text{O}_3 / l = 3,1902 \text{ g Cr/l}}$$

El sulfato de calcio que es un precipitado blanco se separa por filtración. El líquido contiene al Cr<sub>6</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>6</sub>. Se obtuvo un volumen final del líquido de 180 ml. Para su análisis se consideró lo siguiente:

Alícuota = V<sub>1</sub> = 10 ml de la muestra.

Solución titulante = Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0.1 N)

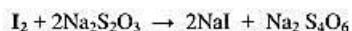
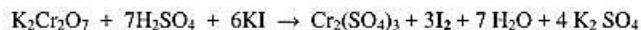
Volumen gastado de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 50.7 ml

Indicador = solución de almidón

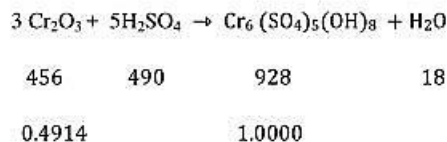
Aplicando la relación:  $\% \text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{(N * V) \text{TS m. eq Cr}_2\text{O}_3 * 100}{V_{\text{muestra}}}$

N= normalidad del  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$   
 v= volumen gastado del  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$   
 $v_1$ = volumen de la muestra  
 $e= 0.0253$

O sus equivalentes como reacciones moleculares:



Con este criterio se toma un litro del efluente del curtido, al cual se le determinó su basicidad (44 % básico=  $\text{Cr}_6(\text{SO}_4)_5(\text{OH})_8$ ) y su concentración (10.02 gr de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ /litro); se diluyó de 1:4 con agua desionizada. Se determina el factor de conversión entre estos:

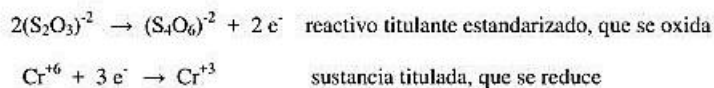
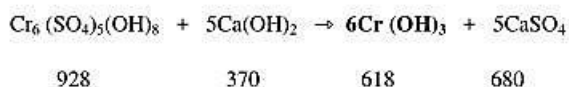


De esta relación se obtiene:

$$\Rightarrow \frac{1\text{ g Cr}_6(\text{SO}_4)_5(\text{OH})_8}{0.4914\text{ Cr}_2\text{O}_3} \times 2.505\text{ g Cr}_2\text{O}_3$$

$$= 5.098\text{ g de Cr}_6(\text{SO}_4)_5(\text{OH})_8$$

Agregamos cal apagada con agitación constante, llevándolo a un pH=9 para producirnos el precipitado de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , según la reacción:



$$\% Cr_2O_3 = \frac{0.1 \times 50.77 \times 0.02534 \times 100}{10}$$

$$\% Cr_2O_3 = 1.287 \frac{Cr_2O_3}{100 \text{ ml solución}}$$

Luego en 1 litro de solución habrá 12.87 g de  $Cr_2O_3$ , y en los 0.180 litros del filtrado, tendremos  $12.87 \times 0.180 = 2.3166$  g  $Cr_2O_3$ . Considerando la dilución se tendrá  $2.3166 \times 4 = 9.2664$  g  $Cr_2O_3$

$$\text{Finalmente el \% de recuperación} = \frac{9.2664}{10.02} \times 100 = 92.50\%$$

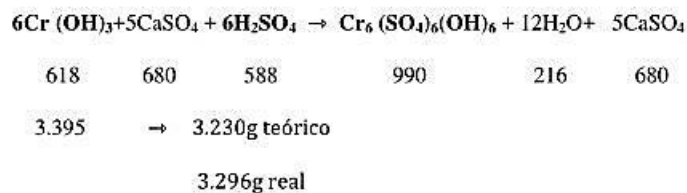
Se realizaron diez muestras cuyo resultados se presentan a continuación en el siguiente capítulo.

$$5.098 \text{ g} \rightarrow 2.033 \text{ g teórico} \rightarrow 3.395 \text{ g} \quad 3.736 \text{ g}$$

El  $Ca(OH)_2$  que se emplea es el industrial, entonces:

$$\text{Real: } \frac{2.033}{0.91} = 2.234 \text{ g}$$

La solución obtenida se decanta, interesándonos el precipitado que contiene  $Cr(OH)_3$ , luego a éste se ataca con ácido sulfúrico:



El sulfato de calcio que es un precipitado blanco se separa por filtración. El líquido contiene al  $Cr_6(SO_4)_6(OH)_6$ . Se obtuvo un volumen final del líquido de 180 ml. Para su análisis se consideró lo siguiente:

## ANEXO 12

### Condiciones de Adsorción:

|                                  |     |                          |     |
|----------------------------------|-----|--------------------------|-----|
| Vol. De solución, mL:            | 50  | Temperatura, °C:         | 25  |
| Vol. Final de fiola, mL:         | 50  | Agitación, RPM:          | 674 |
| Vol. Alícuota para análisis, mL: | 0,3 | Tiempo de contacto, min: | 120 |

### Estudio de la Dosis de SDP

Tabla 6.17. Estudio de la dosis de SDP para la adsorción de Cr (VI)

| Dosis de SDP (g/mL) | Dosis de SDP (g) | Abs 1 | Abs 2 | Abs 3 | Absorbancia Promedio | Concentración, mg/L | Adsorción % |
|---------------------|------------------|-------|-------|-------|----------------------|---------------------|-------------|
| 0                   | 0                | 1.081 | 1.08  | 1.081 | 1.081                | 249.7654            | Control     |
| 0.002               | 0.1              | 0.271 | 0.27  | 0.271 | 0.271                | 61.7779             | 75.27       |
| 0.01                | 0.5              | 0.128 | 0.127 | 0.128 | 0.128                | 28.59               | 88.55       |
| 0.02                | 1                | 0.104 | 0.105 | 0.104 | 0.104                | 23.02               | 90.78       |
| 0.03                | 1.5              | 0.054 | 0.055 | 0.055 | 0.055                | 11.6479             | 95.34       |
| 0.04                | 2                | 0.047 | 0.048 | 0.047 | 0.047                | 9.7913              | 96.08       |
| 0.06                | 3                | 0.016 | 0.016 | 0.015 | 0.016                | 2.5967              | 98.96       |

## ANEXO 13

Se presenta los datos registrados en los ensayos para la determinación del pH de adsorción tanto para el cromo trivalente como para el hexavalente. Luego de los cálculos realizados en Microsoft® Excel 2013. Se determinó el promedio porcentual y su respectiva desviación estándar.

### Condiciones de Adsorción:

|                         |      |                               |     |
|-------------------------|------|-------------------------------|-----|
| ✓ Vol. De solución, mL: | 25   | ✓ Temperatura, °C:            | 25  |
| ✓ Dosis SDP, g:         | 0,5  | ✓ Agitación, RPM:             | 691 |
| ✓ Dosis SDP, g/mL:      | 0.02 | ✓ Tiempo de contacto, minuto: | 120 |

### a. Estimación detallada del efecto del pH en la adsorción del cromo (III)

Tabla 6.18. Determinación de la Concentración inicial de Cromo (III) para la adsorción

| Primer ensayo para la estimación del efecto del pH en la Adsorción de Cromo (III) |            |                                  |       |       |       |       |                   |                |                         |
|---|------------|----------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------------------|----------------|-------------------------|
| Condiciones iniciales   |            |                                  |       |       |       |       |                   |                |                         |
| Rotulo  | pH Inicial | Con. Teórica de Cromo (III), ppm | Abs 1 | Abs 2 | Abs 3 | ABS   | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real, Inicial, ppm |
| CRIII3  | 3          | 500                              | 1,074 | 1,073 | 1,074 | 1,074 | 0,300             | 101,000        | 501,088                 |
| CRIII4  | 4          | 500                              | 1,062 | 1,062 | 1,063 | 1,062 | 0,300             | 101,000        | 495,775                 |
| CRIII5  | 5          | 500                              | 1,054 | 1,054 | 1,053 | 1,054 | 0,300             | 101,000        | 491,712                 |

| Segundo ensayo para la estimación del efecto del pH en la Adsorción de Cromo (III)<br>Condiciones iniciales |            |                                  |       |       |       |          |                   |                |                         |
|---|------------|----------------------------------|-------|-------|-------|----------|-------------------|----------------|-------------------------|
| Rotulo  | pH Inicial | Con. Teórica de Cromo (III), ppm | Abs 1 | Abs 2 | Abs 3 | ABS Pro. | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real, Inicial, ppm |
| CRIII3  | 3          | 500                              | 0,365 | 0,365 | 0,365 | 0,365    | 0,12              | 101            | 422,1484                |
| CRIII4  | 4          | 500                              | 0,353 | 0,354 | 0,353 | 0,353    | 0,12              | 101            | 408,4749                |
| CRIII5  | 5          | 500                              | 0,346 | 0,346 | 0,346 | 0,346    | 0,12              | 101            | 399,8800                |

**Resultados post-adsorción de cromo (III) con SDP**

**Tabla 6.19. Determinación de la Concentración final de Cromo (III) y porcentaje de Adsorción**

| Primer ensayo para la estimación del efecto del pH en la Adsorción de Cromo (III) |            |          |       |       |       |          |                   |                |                       |             |
|---|------------|----------|-------|-------|-------|----------|-------------------|----------------|-----------------------|-------------|
| Rotulo  | pH Inicial | pH Final | Abs 1 | Abs 2 | Abs 3 | ABS Pro. | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real, Final, ppm | % Adsorción |
| CRIII3  | pH 3       | 4        | 0,067 | 0,068 | 0,068 | 0,068    | 0,3               | 101            | 29,4670306            | 94,12       |
| CRIII4  | pH 4       | 4,5      | 0,128 | 0,129 | 0,129 | 0,129    | 0,3               | 101            | 58,0643389            | 88,29       |
| CRIII5  | pH 5       | 5,5      | 0,145 | 0,144 | 0,145 | 0,145    | 0,3               | 101            | 65,5652722            | 86,67       |

| Segundo ensayo para la estimación del efecto del pH en la Adsorción de Cromo (III) |            |          |       |       |       |          |                   |                |                       |             |
|--|------------|----------|-------|-------|-------|----------|-------------------|----------------|-----------------------|-------------|
| Rotulo   | pH Inicial | pH Final | Abs 1 | Abs 2 | Abs 3 | ABS Pro. | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real, Final, ppm | % Adsorción |
| CRIII3   | pH 3       | 4        | 0,329 | 0,328 | 0,328 | 0,328    | 1,5               | 101            | 30,33339              | 92,81       |
| CRIII4   | pH 4       | 4,5      | 0,37  | 0,369 | 0,367 | 0,369    | 1                 | 101            | 51,1735               | 87,47       |
| CRIII5   | pH 5       | 5,5      | 0,462 | 0,462 | 0,462 | 0,462    | 1                 | 101            | 64,3001               | 83,92       |

| Estimación del efecto del pH en la adsorción del cromo (III) |                 |      |
|--|-----------------|------|
| pH   | % Ads. Promedio | D.E. |
| 3,0  | 93,47           | 0,92 |
| 4,0  | 87,88           | 0,58 |
| 5,0  | 85,29           | 1,94 |

b. Estimación detallada del efecto del pH en la adsorción del cromo (VI)

Tabla 6.20 Estimación detallada del efecto del pH en la adsorción del cromo (VI)

| Primer ensayo para la estimación del efecto del pH en la Adsorción de Cromo (VI)  |            |                                 |       |       |       |           |                   |                |                         |
|---|------------|---------------------------------|-------|-------|-------|-----------|-------------------|----------------|-------------------------|
| Condiciones iniciales   |            |                                 |       |       |       |           |                   |                |                         |
| Rotulo  | pH Inicial | Con. Teórica de Cromo (VI), ppm | Abs 1 | Abs 2 | Abs 3 | ABS. PRO. | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real, Inicial, ppm |
| CRVI2   | 2          | 300                             | 0,872 | 0,873 | 0,872 | 0,872     | 0,2               | 51             | 308,0462                |
| CRVI3   | 3          | 300                             | 0,851 | 0,851 | 0,852 | 0,851     | 0,2               | 51             | 300,5893                |
| CRVI4   | 4          | 300                             | 0,82  | 0,821 | 0,821 | 0,821     | 0,2               | 51             | 289,7000                |
| Segundo ensayo para la estimación del efecto del pH en la Adsorción de Cromo (VI) |            |                                 |       |       |       |           |                   |                |                         |
| Condiciones iniciales   |            |                                 |       |       |       |           |                   |                |                         |
| Rotulo  | pH Inicial | Con. Teórica de Cromo (VI), ppm | Abs 1 | Abs 2 | Abs 3 | ABS. PRO. | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real, Inicial, ppm |
| CRVI2   | 2          | 300                             | 0,807 | 0,807 | 0,808 | 0,807     | 0,2               | 51             | 284,965                 |
| CRVI3   | 3          | 300                             | 0,792 | 0,792 | 0,791 | 0,792     | 0,2               | 51             | 279,402                 |
| CRVI4   | 4          | 300                             | 0,758 | 0,758 | 0,758 | 0,758     | 0,2               | 51             | 267,448                 |

**Resultados post-adsorción de cromo (VI) con SDP**

Tabla 6.21 Determinación de la Concentración final de Cromo (VI) y porcentaje de Adsorción

| Primer ensayo para la estimación del efecto del pH en la Adsorción de Cromo (VI)  |            |          |       |       |       |              |                   |                |                       |                |
|---|------------|----------|-------|-------|-------|--------------|-------------------|----------------|-----------------------|----------------|
| Rótulo  | pH Inicial | pH Final | ABS 1 | ABS 2 | ABS 3 | ABS Promedio | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real, final, ppm | % de Adsorción |
| CRVI2   | 2          | 5,5      | 0,13  | 0,131 | 0,13  | 0,130        | 0,2               | 51             | 44,5712               | 85,53          |
| CRVI3   | 3          | 6        | 0,185 | 0,186 | 0,186 | 0,186        | 0,5               | 101            | 50,8718               | 83,08          |
| CRVI4   | 4          | 6,2      | 0,132 | 0,131 | 0,131 | 0,131        | 0,3               | 101            | 59,3145               | 79,53          |
| Segundo ensayo para la estimación del efecto del pH en la Adsorción de Cromo (VI) |            |          |       |       |       |              |                   |                |                       |                |
| Rótulo  | pH Inicial | pH Final | ABS 1 | ABS 2 | ABS 3 | ABS Promedio | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real, final, ppm | % de Adsorción |
| CRVI2   | 2          | 5,5      | 0,271 | 0,272 | 0,271 | 0,271        | 0,5               | 51             | 37,8554               | 86,72          |
| CRVI3   | 3          | 6        | 0,375 | 0,375 | 0,374 | 0,375        | 0,5               | 51             | 52,5324               | 81,20          |
| CRVI4   | 4          | 6,2      | 0,378 | 0,379 | 0,377 | 0,378        | 0,5               | 51             | 53,0058               | 80,18          |

## ANEXO 14

### Estimación de la Cinética BATCH

| Verificación de concentración inicial (control) |       |       |              |                   |                |                    |
|---|-------|-------|--------------|-------------------|----------------|--------------------|
| Abs 1   | Abs 2 | Abs 3 | Abs promedio | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Práctica, ppm |
| <b>0,846</b>                                    | 0,846 | 0,846 | 0,846        | 0,12              | 51             | 497,8259           |

| Tiempo (min) | Abs. 1 | Abs. 2 | Abs. 3 | Absorbancia Promedio | Concentración (C <sub>L</sub> ), ppm | Q <sub>t</sub> Cs,mgCR/g.ads. | Adsorción % |
|--------------|--------|--------|--------|----------------------|--------------------------------------|-------------------------------|-------------|
| <b>0</b>     | 0,846  | 0,846  | 0,846  | 0,846                | 497,8259                             | 0,0000                        |             |
| <b>3</b>     | 0,371  | 0,372  | 0,372  | 0,3717               | 217,1095                             | 14,0358                       | 56,39       |
| <b>5</b>     | 0,356  | 0,358  | 0,358  | 0,3573               | 208,6268                             | 14,4600                       | 58,09       |
| <b>10</b>    | 0,338  | 0,336  | 0,335  | 0,3363               | 192,3517                             | 15,2737                       | 61,36       |
| <b>15</b>    | 0,327  | 0,325  | 0,325  | 0,3257               | 189,8861                             | 15,3970                       | 61,86       |
| <b>20</b>    | 0,316  | 0,316  | 0,316  | 0,3160               | 184,1653                             | 15,6830                       | 63,01       |
| <b>25</b>    | 0,308  | 0,308  | 0,308  | 0,3080               | 179,4308                             | 15,9198                       | 63,96       |
| <b>40</b>    | 0,281  | 0,281  | 0,281  | 0,2810               | 163,4518                             | 16,7187                       | 67,17       |
| <b>55</b>    | 0,248  | 0,247  | 0,247  | 0,2473               | 143,5275                             | 17,7149                       | 71,17       |
| <b>70</b>    | 0,223  | 0,223  | 0,223  | 0,2230               | 129,1267                             | 18,4350                       | 74,06       |
| <b>85</b>    | 0,223  | 0,223  | 0,223  | 0,2230               | 129,1267                             | 18,4350                       | 74,06       |
| <b>100</b>   | 0,216  | 0,216  | 0,215  | 0,2157               | 124,7867                             | 18,6520                       | 74,93       |
| <b>115</b>   | 0,213  | 0,213  | 0,213  | 0,2130               | 123,2086                             | 18,7309                       | 75,25       |
| <b>145</b>   | 0,2    | 0,203  | 0,201  | 0,2013               | 116,3041                             | 19,0761                       | 76,64       |
| <b>175</b>   | 0,189  | 0,189  | 0,191  | 0,1897               | 109,3996                             | 19,4213                       | 78,02       |
| <b>205</b>   | 0,193  | 0,193  | 0,193  | 0,1930               | 111,3723                             | 19,3227                       | 77,63       |
| <b>250</b>   | 0,193  | 0,193  | 0,193  | 0,1930               | 111,3723                             | 19,3227                       | 77,63       |
| <b>295</b>   | 0,179  | 0,178  | 0,181  | 0,1793               | 103,2842                             | 19,7271                       | 79,25       |
| <b>340</b>   | 0,176  | 0,176  | 0,176  | 0,1760               | 101,3115                             | 19,8257                       | 79,65       |



Modelo cinético de Pseudo Primer Orden (MPPO)

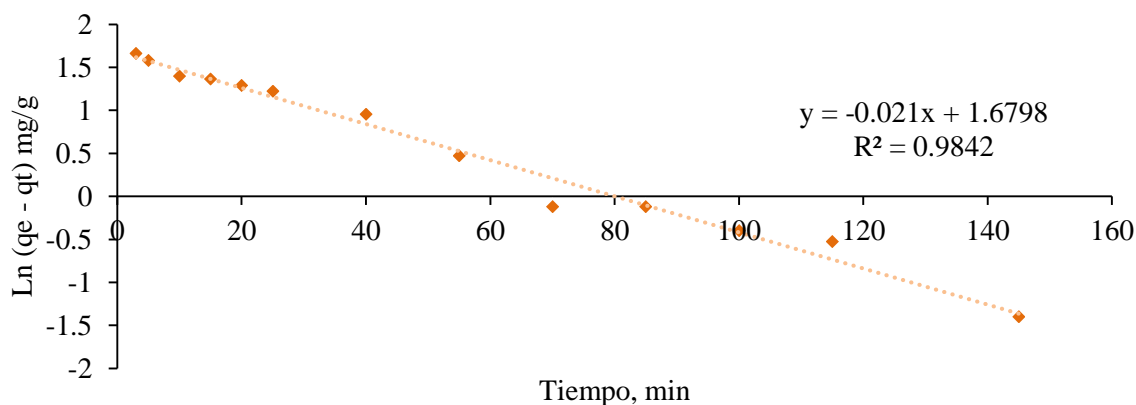


Figura 6-10. Ecuación linealizada del modelo MPPO. Ln (qe - qt) Vs. Tiempo

Fuente: Elaboración propia. Microsoft Excel 2013

| Tiempo (min) | Concentración (CL), ppm | Qt,mgCR/g.ads. | Pseudo 1st Order | Upper CI | Lower CI |
|--------------|-------------------------|----------------|------------------|----------|----------|
| 0            | 497,8259                | 0,0000         | 0,0000           | 2,4141   | -2,4141  |
| 3            | 217,1095                | 14,0358        | 16,1455          | 18,5596  | 13,7314  |
| 5            | 208,6268                | 14,4600        | 16,1687          | 18,5828  | 13,7546  |
| 10           | 192,3517                | 15,2737        | 16,2269          | 18,6410  | 13,8128  |
| 15           | 189,8861                | 15,3970        | 16,2856          | 18,6997  | 13,8715  |
| 20           | 184,1653                | 15,6830        | 16,3446          | 18,7587  | 13,9306  |
| 25           | 179,4308                | 15,9198        | 16,4041          | 18,8182  | 13,9900  |
| 40           | 163,4518                | 16,7187        | 16,5852          | 18,9993  | 14,1711  |
| 55           | 143,5275                | 17,7149        | 16,7701          | 19,1842  | 14,3561  |
| 70           | 129,1267                | 18,4350        | 16,9591          | 19,3732  | 14,5451  |
| 85           | 129,1267                | 18,4350        | 17,1522          | 19,5663  | 14,7381  |
| 100          | 124,7867                | 18,6520        | 17,3495          | 19,7636  | 14,9354  |
| 115          | 123,2086                | 18,7309        | 17,5510          | 19,9651  | 15,1370  |
| 145          | 116,3041                | 19,0761        | 17,9673          | 20,3814  | 15,5533  |
| 175          | 109,3996                | 19,4213        | 18,4019          | 20,8160  | 15,9878  |
| 205          | 111,3723                | 19,3227        | 18,8555          | 21,2696  | 16,4414  |
| 250          | 111,3723                | 19,3227        | 19,5735          | 21,9876  | 17,1594  |
| 295          | 103,2842                | 19,7271        | 20,3392          | 22,7533  | 17,9251  |
| 340          | 101,3115                | 19,8257        | 21,1558          | 23,5699  | 18,7417  |

Tabla 6.22. Parámetros del modelo cinético MPPO para SDP con cromo (VI)

|  | Utilizando Solver | Sin ajustar |
|--|-------------------|-------------|
| Capacidad de adsorción en equilibrio, $Q_e$ , $\text{mg.g}^{-1}$ | 8,0554389         | 5,36448297  |
| Constante de Pseudo Primer Orden , $K_1$ , min                   | -0,00143027       | 0,021       |
| Promedio de $q_t$ , $\text{mg.g}^{-1}$                           | 16,6395359        | 16,6395359  |
| Grados de libertad, df   | 17                | 17          |
| Error estándar, SE of exp. $q_e$ ( $\text{mg.g}^{-1}$ )          | 1,14421523        | 11,6350877  |
| $R^2$  | 0,93766244        | -5,44575369 |
| Critical t   | 2,10981558        | 2,10981558  |
| Intervalo de Confianza, CI                                       | 2,41408312        | 24,5478893  |
| Desviación estándar normalizada, NSD                             | 6,93838309        |             |
| Error relativo promedio, ARE                                     | -0,55144267       |             |

Modelo de Pseudo Segundo Orden (MPSO)

|                     |            |
|---------------------|------------|
| $Q_e$ , mg/g        | 19,9203187 |
| $K_2$ , g/mg.minuto | 0,00954922 |
| $h$ (mg/min g)      | 3,78931413 |
| $C_o$ , mg/Ll       | 497,8259   |
| $q_t$ , mg/g        | 19,4222589 |

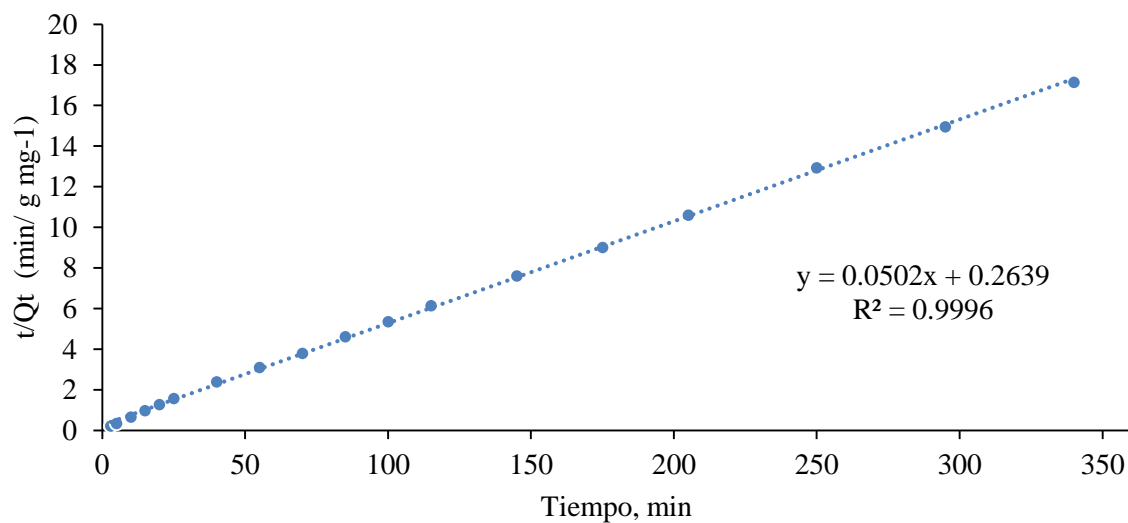


Figura 6-11. Ecuación linealizada del modelo MPSO.  $t/Q_t$  Vs. Tiempo

Fuente: Elaboración propia. Microsoft Excel 2013

| Tiempo (min) | Concentración (CL), ppm | Qt,mgCR/g.ads. | Pseudo 2nd Order | Upper CI | Lower CI |
|--------------|-------------------------|----------------|------------------|----------|----------|
| 0            | 497,8259                | 0,0            | 0,0              | 2,2190   | -2,2190  |
| 3            | 217,1095                | 14,0358        | 12,2035          | 14,4225  | 9,9845   |
| 5            | 208,6268                | 14,4600        | 14,1834          | 16,4024  | 11,9644  |
| 10           | 192,3517                | 15,2737        | 16,1484          | 18,3674  | 13,9294  |
| 15           | 189,8861                | 15,3970        | 16,9302          | 19,1493  | 14,7112  |
| 20           | 184,1653                | 15,6830        | 17,3503          | 19,5693  | 15,1313  |
| 25           | 179,4308                | 15,9198        | 17,6124          | 19,8314  | 15,3934  |
| 40           | 163,4518                | 16,7187        | 18,0209          | 20,2399  | 15,8019  |
| 55           | 143,5275                | 17,7149        | 18,2129          | 20,4319  | 15,9938  |
| 70           | 129,1267                | 18,4350        | 18,3244          | 20,5434  | 16,1054  |
| 85           | 129,1267                | 18,4350        | 18,3973          | 20,6163  | 16,1783  |
| 100          | 124,7867                | 18,6520        | 18,4487          | 20,6677  | 16,2297  |
| 115          | 123,2086                | 18,7309        | 18,4869          | 20,7059  | 16,2679  |
| 145          | 116,3041                | 19,0761        | 18,5398          | 20,7588  | 16,3208  |
| 175          | 109,3996                | 19,4213        | 18,5747          | 20,7937  | 16,3557  |
| 205          | 111,3723                | 19,3227        | 18,5995          | 20,8185  | 16,3805  |
| 250          | 111,3723                | 19,3227        | 18,6256          | 20,8446  | 16,4066  |
| 295          | 103,2842                | 19,7271        | 18,6438          | 20,8628  | 16,4248  |
| 340          | 101,3115                | 19,8257        | 18,6572          | 20,8762  | 16,4381  |

Tabla 6.23. Parámetros del modelo cinético MPSO para SDP con cromo (VI)

|   | Utilizando Solver | Sin ajustar |
|---|-------------------|-------------|
| Capacidad de adsorción en equilibrio, $Q_e$ , $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ | 18,7454001        | 19,92031873 |
| Constante de Pseudo Primer Orden, $K_2$ , min                               | 0,62181259        | 0,009549223 |
| Promedio de $q_t$ , $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$                           | 16,6395359        | 16,63953589 |
| Grados de libertad, df  | 17                | 17          |
| Error estándar, SE of exp. $q_e$ ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )          | 1,05175359        | 10,36294794 |
| $R^2$   | 0,94733011        | -4,11329695 |
| Critical t  | 2,10981558        | 2,109815578 |
| Intervalo de Confianza, CI  | 2,21900611        | 21,863909   |
| Desviación estándar normalizada, NSD  | 6,52048234        |             |
| Error relativo promedio, ARE  | -0,20459662       |             |

Modelo cinético de Elovich

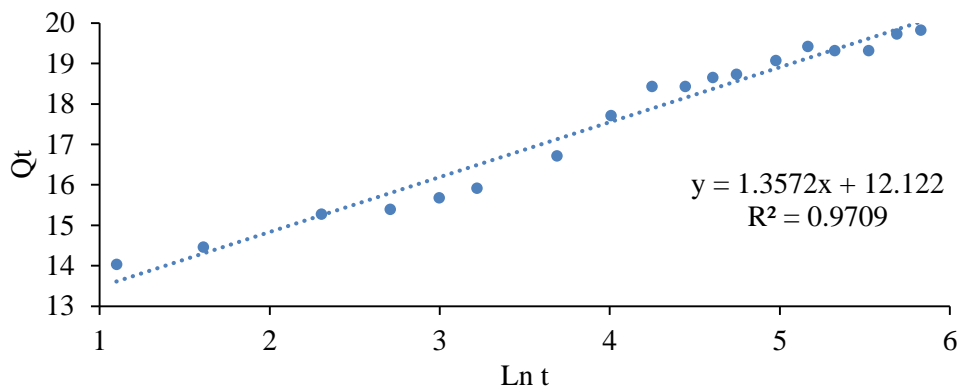


Figura 6-12. Ecuación linealizada del modelo Elovich. Qt Vs. Ln t

Fuente: Elaboración propia. Microsoft Excel 2013

| Tiempo (min) | Concentración (CL), ppm | Qt,mgCR/g.ads. | Elovich | Upper CI | Lower CI |
|--------------|-------------------------|----------------|---------|----------|----------|
| 0            | 497,8259                | 0,0            | 0,0     | 0,7031   | -0,7031  |
| 3            | 217,1095                | 14,0358        | 13,6131 | 14,3163  | 12,9100  |
| 5            | 208,6268                | 14,4600        | 14,3064 | 15,0096  | 13,6033  |
| 10           | 192,3517                | 15,2737        | 15,2472 | 15,9503  | 14,5441  |
| 15           | 189,8861                | 15,3970        | 15,7975 | 16,5006  | 15,0944  |
| 20           | 184,1653                | 15,6830        | 16,1879 | 16,8911  | 15,4848  |
| 25           | 179,4308                | 15,9198        | 16,4908 | 17,1939  | 15,7877  |
| 40           | 163,4518                | 16,7187        | 17,1287 | 17,8318  | 16,4256  |
| 55           | 143,5275                | 17,7149        | 17,5609 | 18,2640  | 16,8578  |
| 70           | 129,1267                | 18,4350        | 17,8882 | 18,5914  | 17,1851  |
| 85           | 129,1267                | 18,4350        | 18,1517 | 18,8549  | 17,4486  |
| 100          | 124,7867                | 18,6520        | 18,3723 | 19,0754  | 17,6692  |
| 115          | 123,2086                | 18,7309        | 18,5620 | 19,2651  | 17,8589  |
| 145          | 116,3041                | 19,0761        | 18,8766 | 19,5797  | 18,1735  |
| 175          | 109,3996                | 19,4213        | 19,1318 | 19,8350  | 18,4287  |
| 205          | 111,3723                | 19,3227        | 19,3466 | 20,0497  | 18,6434  |
| 250          | 111,3723                | 19,3227        | 19,6159 | 20,3190  | 18,9128  |
| 295          | 103,2842                | 19,7271        | 19,8405 | 20,5437  | 19,1374  |
| 340          | 101,3115                | 19,8257        | 20,0332 | 20,7364  | 19,3301  |

Tabla 6.24. Parámetros del modelo cinético Elovich para SDP con cromo (VI)

|   | Utilizando Solver | Sin ajustar |
|---|-------------------|-------------|
| $\beta$ , Exponente de la ecuación de Elovich ( $\text{mg.g}^{-1}$ )  | 0,7368018         | 0,4367      |
| $\alpha$ , Constante de Elovich representa la velocidad inicial de adsorción ( $\text{mg.g}^{-1}.\text{min}^{-1}$ ) | 10270,3034        | 73,45167    |
| Promedio de $q_t$ , $\text{mg.g}^{-1}$  | 16,6395359        | 16,6395359  |
| Grados de libertad, df  | 17                | 17          |
| Error estándar, SE of exp. $q_e$ ( $\text{mg.g}^{-1}$ )   | 0,3332675         | 0,499603    |
| $R^2$   | 0,99471165        | 0,9017      |
| Critical t  | 2,10981558        | 2,10981558  |
| Intervalo de Confianza, CI  | 0,70313296        | 0,70313303  |
| Desviación estándar normalizada, NSD  | 2,00398102        | 9,4679      |
| Error relativo promedio, ARE  | -0,0333893        | 3,5523      |

Mecánica de adsorción Difusión intrapartícula (Weber y Morris)

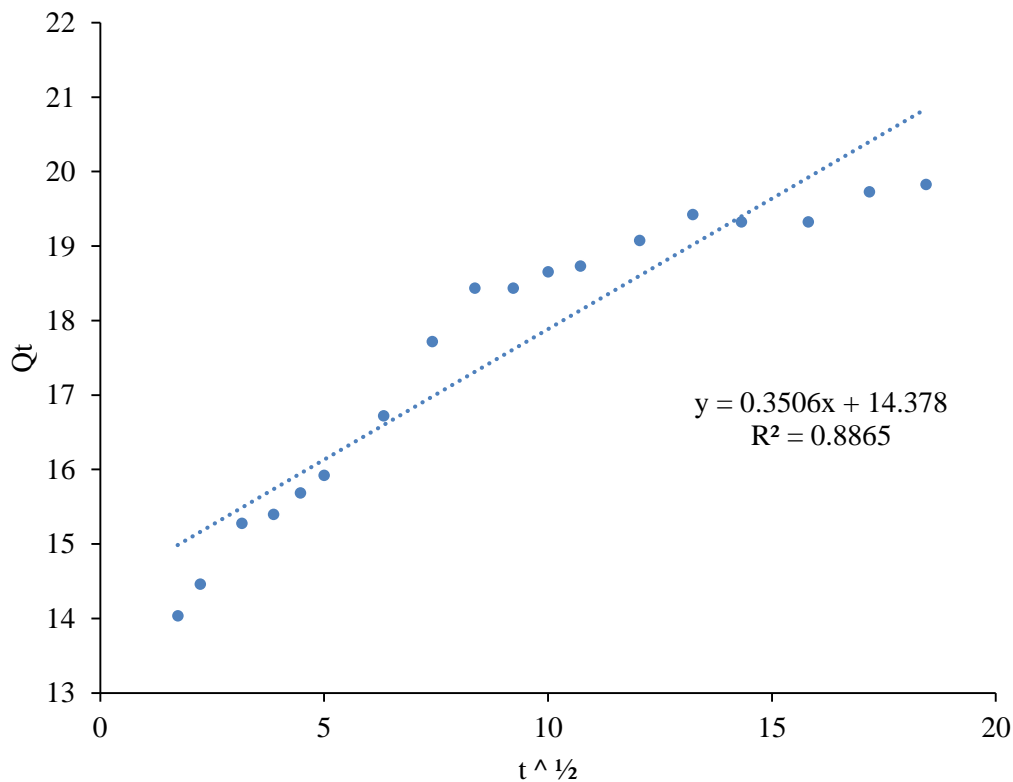


Figura 6-13. Ecuación linealizada del modelo Weber y Morris.  $Q_t$  Vs.  $t^{1/2}$

Fuente: Elaboración propia. Microsoft Excel 2013

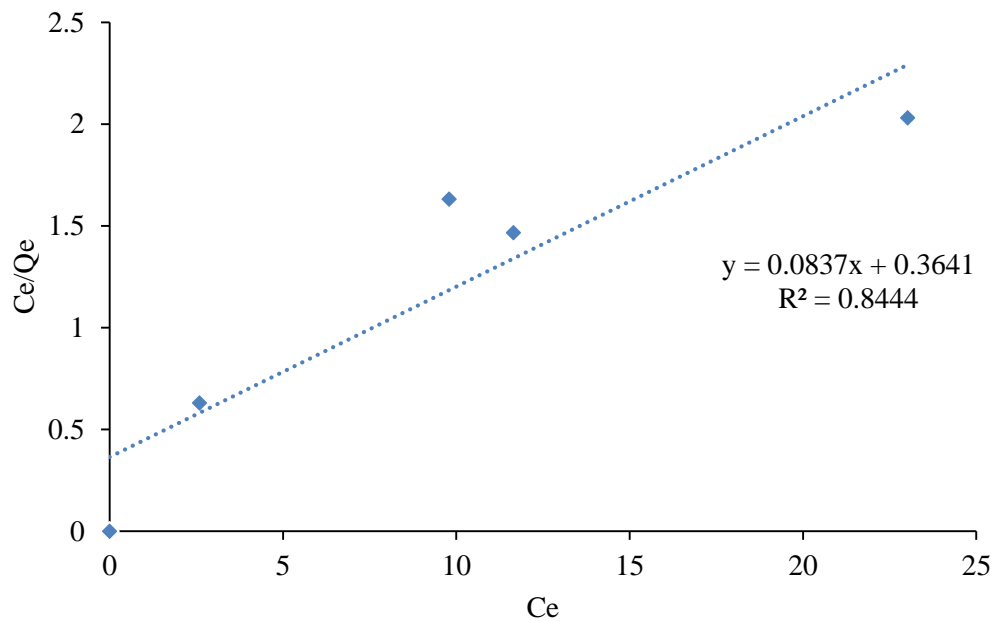
| Tiempo (min) | Concentración (CL), ppm | Qt,mgCR/g.ads. | Weber&Morris | Upper CI | Lower CI |
|--------------|-------------------------|----------------|--------------|----------|----------|
| 0            | 497,8259                | 0,0            | 0,0          | 1,3875   | -1,3875  |
| 3            | 217,1095                | 14,0358        | 14,9856      | 16,3731  | 13,5981  |
| 5            | 208,6268                | 14,4600        | 15,1623      | 16,5498  | 13,7748  |
| 10           | 192,3517                | 15,2737        | 15,4871      | 16,8746  | 14,0995  |
| 15           | 189,8861                | 15,3970        | 15,7363      | 17,1238  | 14,3487  |
| 20           | 184,1653                | 15,6830        | 15,9463      | 17,3338  | 14,5588  |
| 25           | 179,4308                | 15,9198        | 16,1314      | 17,5189  | 14,7439  |
| 40           | 163,4518                | 16,7187        | 16,5958      | 17,9834  | 15,2083  |
| 55           | 143,5275                | 17,7149        | 16,9786      | 18,3661  | 15,5911  |
| 70           | 129,1267                | 18,4350        | 17,3118      | 18,6994  | 15,9243  |
| 85           | 129,1267                | 18,4350        | 17,6109      | 18,9984  | 16,2234  |
| 100          | 124,7867                | 18,6520        | 17,8846      | 19,2721  | 16,4970  |
| 115          | 123,2086                | 18,7309        | 18,1383      | 19,5259  | 16,7508  |
| 145          | 116,3041                | 19,0761        | 18,6004      | 19,9879  | 17,2129  |
| 175          | 109,3996                | 19,4213        | 19,0167      | 20,4042  | 17,6291  |
| 205          | 111,3723                | 19,3227        | 19,3985      | 20,7860  | 18,0110  |
| 250          | 111,3723                | 19,3227        | 19,9222      | 21,3097  | 18,5347  |
| 295          | 103,2842                | 19,7271        | 20,4005      | 21,7880  | 19,0130  |
| 340          | 101,3115                | 19,8257        | 20,8435      | 22,2311  | 19,4560  |

|  | Sin ajustar |
|--|-------------|
| <b>K<sub>pi</sub> Parámetro de velocidad para cada etapa (mg .g<sup>-1</sup>.min<sup>-1/2</sup>)</b> | 0,35062878  |
| <b>Ci, Intercepto de la etapa, grosor de la capa límite, (mg.g<sup>-1</sup>)</b>                     | 14,3782713  |
| <b>Promedio de qt, mg.g<sup>-1</sup></b>   | 16,6395359  |
| <b>Grados de libertad, df</b>  | 17          |
| <b>Error estándar, SE of exp. Qe, (mg.g<sup>-1</sup>)</b>  | 0,65764552  |
| <b>R<sup>2</sup></b>   | 0,97940707  |
| <b>Critical t</b>  | 2,10981558  |
| <b>Intervalo de Confianza, CI</b>  | 1,38751077  |
| <b>Desviación estándar normalizada, NSD</b>  | 3,76494456  |
| <b>Error relativo promedio, ARE</b>  | -0,17451628 |

**ANEXO 15**

**Isotermas del proceso adsorción**

**Isoterma de Langmuir**



**Figura 6-14. Isoterma de Langmuir para Cr (VI) y SDP**

Fuente: Elaboración propia. Microsoft Excel 2013

| Dosis de SDP (g/mL) | C <sub>0</sub> (ppm) | C <sub>e</sub> (mg/L) | q <sub>e</sub> exp. (mg/g) | C <sub>e</sub> /q <sub>e</sub> | Langmuir, q <sub>e</sub> | Upper CI | Lower CI |
|---------------------|----------------------|-----------------------|----------------------------|--------------------------------|--------------------------|----------|----------|
| 0                   | 249,7654             | 0,0                   | 0,0                        | 0,0                            | 0,0                      | 5,0408   | -5,0408  |
| 0,06                | 249,7654             | 2,5967                | 4,1195                     | 0,6303                         | 4,4659                   | 9,5068   | -0,5749  |
| 0,04                | 249,7654             | 9,7913                | 5,9994                     | 1,6321                         | 8,2722                   | 13,3131  | 3,2314   |
| 0,03                | 249,7654             | 11,6479               | 7,9373                     | 1,4675                         | 8,6988                   | 13,7396  | 3,6579   |
| 0,02                | 249,7654             | 23,0200               | 11,3373                    | 2,0305                         | 10,0486                  | 15,0894  | 5,0077   |

|   | Utilizando Solver | Sin ajustar |
|---|-------------------|-------------|
| $Q_m$ : Constante relacionada con la capacidad del adsorbente en su monocapa (mg. g <sup>-1</sup> ) | 17,7899209        | 11,9474313  |
| $K_L$ , Constante relacionada con la energía de adsorción (l. mg <sup>-1</sup> )                    | 0,06904799        | 0,2298819   |
| Promedio de qt, mg.g <sup>-1</sup>  | 5,8787            | 5,8787      |
| Grados de libertad, df  | 3,0000            | 3,0000      |
| Error estándar, SE of exp. Qe (mg.g <sup>-1</sup> )   | 1,08933925        | 1,58394968  |
| R <sup>2</sup>  | 0,95035045        | 0,8950284   |
| Critical t  | 3,18244631        | 3,18244631  |
| Intervalo de Confianza, CI  | 3,46676366        | 5,04083481  |
| Raíz cuadrada de la varianza, RMSE  | 1,08933925        |             |
| Chi cuadrado, X2  | 0,94889113        |             |

Parámetro del equilibrio de Isoterma de Langmuir

$$R_L = \frac{1}{1 + (K_L * C_0)}$$

|              | Con Solver  | Sin Ajustar |
|--------------|-------------|-------------|
| Qo, Qm, mg/g | 17,78992093 | 11,9474     |
| b, K1, l/mg  | 0,06904799  | 0,2298      |

|                        |                |                |
|------------------------|----------------|----------------|
| Conc. Inicial Co, mg/L | 249,7654167    | 249,7654167    |
| Con. final Cf, mg/L    | <b>11,7640</b> | <b>11,7640</b> |
| <b>R<sub>L</sub></b>   | Para Co        | Para Cf        |
| Con Solver             | 0,054807133    | 0,55179182     |
| Sin Ajustar            | 0,01712443     | 0,27002453     |



Isoterma de Freundlich

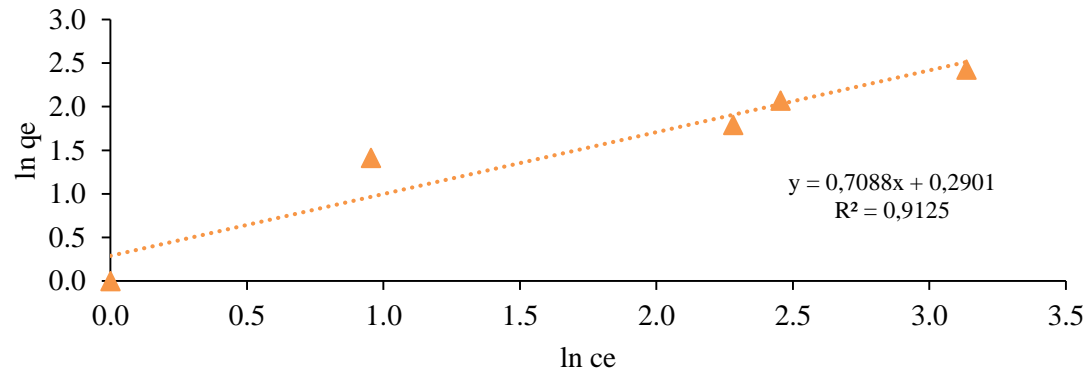


Figura 6-15. Isoterma de Freundlich para Cr (VI) y SDP

Fuente: Elaboración propia. Microsoft Excel 2013

|                |                    |
|----------------|--------------------|
| <b>kf mg/g</b> | <b>1,336561137</b> |
| <b>n</b>       | 1,410835214        |
| <b>R2</b>      | 0,91               |

| Dosis de SDP (g/mL) | Ce (mg/l) | qe (mg/g) | LnCe   | Ln qe  | Freundlich, KF | Upper CI | Lower CI |
|---------------------|-----------|-----------|--------|--------|----------------|----------|----------|
| 0                   | 0,000     | 0,000     | 0,0    | 0,0    | 0,0            | 2,3258   | -2,326   |
| 0,06                | 2,597     | 4,119     | 0,9542 | 1,4157 | 3,4720         | 5,7978   | 1,146    |
| 0,04                | 9,791     | 5,999     | 2,2815 | 1,7917 | 7,0229         | 9,3487   | 4,697    |
| 0,03                | 11,648    | 7,937     | 2,4551 | 2,0716 | 7,7008         | 10,0266  | 5,375    |
| 0,02                | 23,020    | 11,337    | 3,1364 | 2,4281 | 11,0552        | 13,3810  | 8,729    |

|   | Utilizando Solver | Sin ajustar |
|---|-------------------|-------------|
| <b><math>K_F</math>: Constante que indica la capacidad de adsorción (mg.g<sup>-1</sup>)</b> | 2,09230508        | 1,33656114  |
| <b>n: Constante que indica la intensidad de adsorción</b>                                   | 1,88411974        | 1,41083521  |
| <b>Promedio de qt, mg.g<sup>-1</sup></b>  | 5,8787            | 5,8787      |
| <b>Grados de libertad, df</b>   | 3,0000            | 3,0000      |
| <b>Error estándar, SE of exp. qe (mg.g<sup>-1</sup>)</b>                                    | 0,73082192        | 1,13709867  |
| <b>R<sup>2</sup></b>  | 0,97765336        | 0,94590148  |
| <b>Critical t</b>   | 3,18244631        | 3,18244631  |
| <b>Intervalo de Confianza, CI</b>   | 2,32580153        | 3,61875545  |
| <b>Raíz cuadrada de la varianza, RMSE</b>   | 0,73082192        |             |
| <b>Chi cuadrado, X2</b>   | 0,28437632        |             |

## ANEXO 16

### Condiciones de Adsorción:

|                         |     |                            |      |
|-------------------------|-----|----------------------------|------|
| ✓ Vol. De solución, mL: | 50  | ✓ Temperatura, °C:         | 25   |
| ✓ pH (Cr (VI)):         | 2.0 | ✓ Agitación, RPM:          | 691  |
| ✓ pH (Cr (III)):        | 3.0 | ✓ Tiempo de contacto, min: | 120  |
| ✓ pH (ARC):             | 3.0 | ✓ Dosis SDP, g/ mL:        | 0.02 |

### Análisis de Cromo (VI)

Tabla 6.25 Análisis de las concentraciones inicial y final de cromo (VI)

| Rótulo            | ABS 1  | ABS 2  | ABS 3  | ABS promedio | Vol. Alícuota de muestra, mL | Volume n final de fiola, mL | Concentración Cromo (VI), ppm | Adsorción de Cromo (VI), % |
|-------------------|--------|--------|--------|--------------|------------------------------|-----------------------------|-------------------------------|----------------------------|
| SDPCR6-I inicial  | 0,372  | 0,375  | 0,37   | 0,372        | 1,2                          | 100                         | 42,648                        | 101,10                     |
| SDPCR6-I final    | -0,005 | -0,005 | -0,006 | -0,005       | 3                            | 100                         | -0,471                        |                            |
| SDPCR6-II inicial | 1,025  | 1,024  | 1,024  | 1,024        | 0,3                          | 100                         | 473,228                       | 80,46                      |
| SDPCR6-II final   | 0,206  | 0,203  | 0,203  | 0,204        | 0,3                          | 100                         | 92,457                        |                            |

### Análisis de Cromo total: Cromo (III)

Tabla 6.26 Análisis de las concentraciones inicial y final de cromo (III)

| Rotulo             | ABS 1 | ABS 2 | ABS 3 | ABS promedio | Vol. Alícuota de muestra, mL | Vol. final de fiola, mL | Con. Cromo Total, ppm | Adsorción de Cromo (VI), % |
|--------------------|-------|-------|-------|--------------|------------------------------|-------------------------|-----------------------|----------------------------|
| SDPCR3-III inicial | 0,41  | 0,41  | 0,408 | 0,409        | 0,18                         | 100                     | 281,648               | 77,88                      |
| SDPCR3-III final   | 0,38  | 0,376 | 0,377 | 0,378        | 0,75                         | 100                     | 259,6                 |                            |
| SDPCR3-IV inicial  | 0,574 | 0,569 | 0,581 | 0,575        | 0,025                        | 100                     | 3174,093              | 14,86                      |
| SDPCR3-IV final    | 0,49  | 0,49  | 0,49  | 0,490        | 0,025                        | 100                     | 2702,5                |                            |

Análisis de Cromo en Agua Residual de Curtido (ARC)

Tabla 6.27 Análisis de las concentraciones inicial y final de cromo total por AA

| Análisis de Cromo hexavalente por dicromatometría en las muestras ARC |  |        |        |              |                              |                               |                               |                            |
|---|--|--------|--------|--------------|------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|----------------------------|
| Rótulo  | ABS 1                                  | ABS 2  | ABS 3  | ABS promedio | Vol. Alícuota de muestra, ml | Volumen en final de fiola, ml | Concentración Cromo (VI), ppm | Adsorción de Cromo (VI), % |
| SDPARC-V inicial  | 0,002                                  | 0,002  | 0,002  | 0,002        | 1,5                          | 100                           | -0,2610                       | -                          |
| SDPARC-V final  | 0,001                                  | 0      | 0,012  | 0,004        | 3                            | 101                           | -0,022                        |                            |
| SDPARC-VI inicial   | -0,002                                 | -0,002 | -0,002 | -0,002       | 0,3                          | 100                           | -3,162                        | -                          |
| SDPARC-VI final   | 0,002                                  | -0,001 | -0,002 | 0,000        | 0,3                          | 100                           | -2,388                        |                            |
| Análisis de Cromo total por absorción atómica en las muestras ARC     |  |        |        |              |                              |                               |                               |                            |
| Rótulo  | Con. Cromo Total por Abs. Atómica, ppm |        |        |              |                              |                               | Adsorción de Cromo total, %   |                            |
| SDPARC-V inicial  | 64,26                                  |        |        |              |                              |                               | 43,433                        |                            |
| SDPARC-V final  | 36,35                                  |        |        |              |                              |                               |                               |                            |
| SDPARC-VI inicial   | 965,2                                  |        |        |              |                              |                               | 27,808                        |                            |
| SDPARC-VI final   | 696,8                                  |        |        |              |                              |                               |                               |                            |

**ANEXO 17**

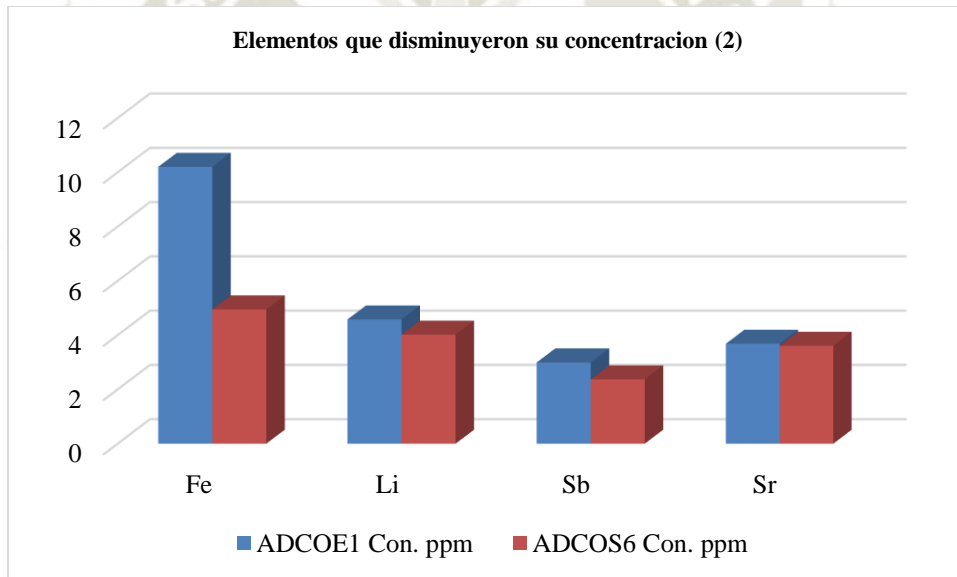
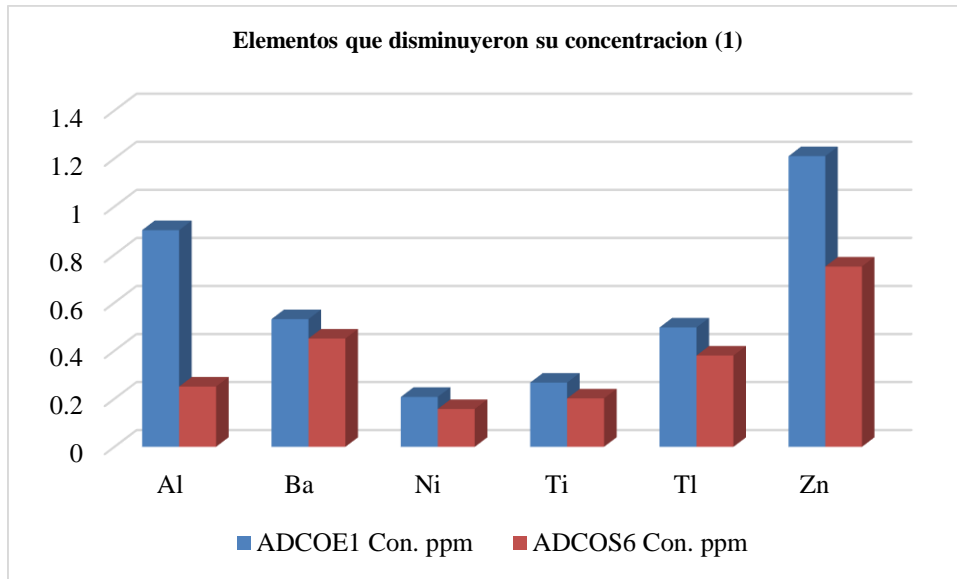
*Ensayos de adsorción en columna*

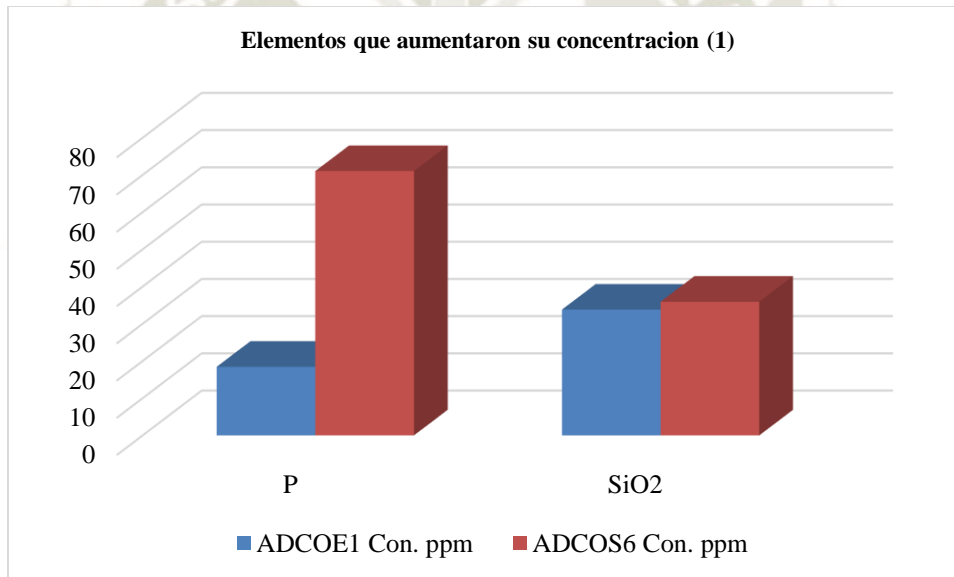
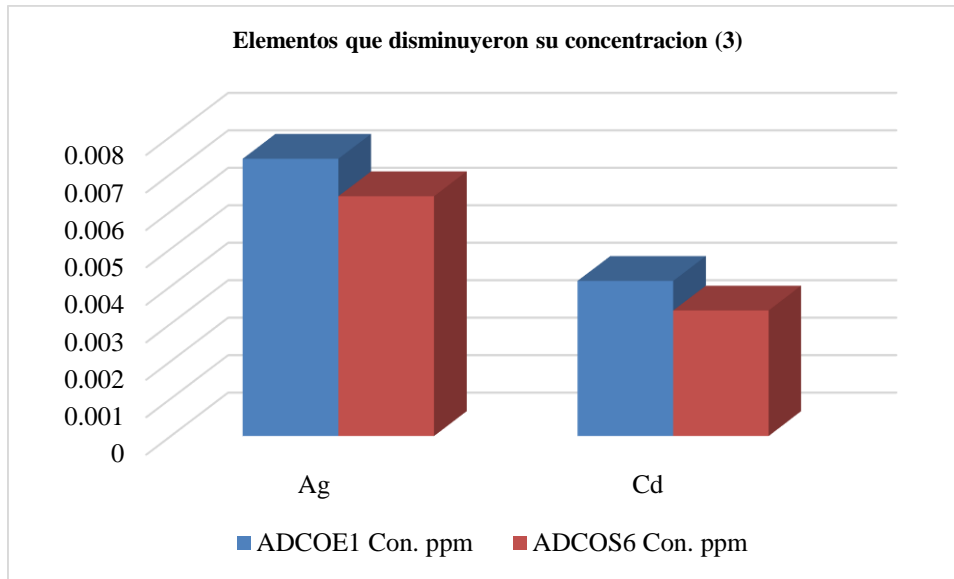
**Tabla 6.28. Ensayos de biorremoción de cromo total en sistema continuo**

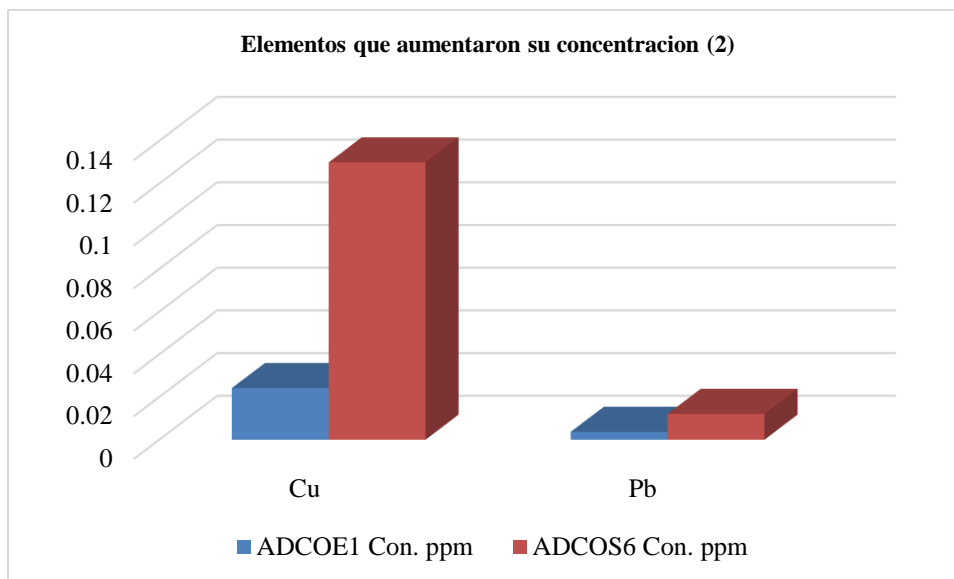
| <b>Biorremoción de cromo total en sistema continuo</b>                    |               |   |                        |                |                        |                |                        |                |
|---|---------------|---|------------------------|----------------|------------------------|----------------|------------------------|----------------|
| N°  | Tipo de flujo | Entrada a la columna 1, ppm de Cr total | Salida de la columna 2 |                | Salida de la columna 4 |                | Salida de la columna 6 |                |
|   |               |   | ppm de Cr total        | % de Adsorción | ppm de Cr total        | % de Adsorción | ppm de Cr total        | % de Adsorción |
| 1   | Lento         | 3608                                    | 1016                   | 71,84          | 424                    | 88,25          | 728                    | 79,82          |
| 2   | Lento         | 3608                                    | 1480                   | 58.98          | 1072                   | 70.29          | 1212                   | 66.41          |
| <b>Promedio de [Cr] total, ppm (post tratamiento en sistema continuo)</b> |               |   | 988,67                 |                |                        |                |                        |                |
| <b>Promedio de biosorción en sistema continuo de Cromo total, %</b>       |               |   | 72.60                  |                |                        |                |                        |                |

**Análisis ICP AES de muestra al inicio y al final del ensayo N° 2**

| <b>Metales Totales</b> |                        |                        |
|------------------------|------------------------|------------------------|
| <b>Metal</b>           | <b>ADCOE1 Con. ppm</b> | <b>ADCOS6 Con. ppm</b> |
| <b>Ag</b>              | <b>0.0074</b>          | <b>0.0064</b>          |
| <b>Al</b>              | <b>0.902</b>           | <b>0.251</b>           |
| <b>B</b>               | >250                   | >250                   |
| <b>Ba</b>              | <b>0.53154</b>         | <b>0.45086</b>         |
| <b>Ca</b>              | >250                   | >250                   |
| <b>Cd</b>              | <b>0.00414</b>         | <b>0.00335</b>         |
| <b>Cr</b>              | >50                    | >50                    |
| <b>Cu</b>              | 0.0242                 | 0.1299                 |
| <b>Fe</b>              | <b>10.2</b>            | <b>4.95</b>            |
| <b>K</b>               | >250                   | >250                   |
| <b>Li</b>              | <b>4.5763</b>          | <b>4.0185</b>          |
| <b>Mg</b>              | >250                   | >250                   |
| <b>Mn</b>              | 0.83198                | 1.4189                 |
| <b>Na</b>              | >1250                  | >1250                  |
| <b>Ni</b>              | <b>0.20786</b>         | <b>0.15764</b>         |
| <b>P</b>               | 18.43                  | 71.03                  |
| <b>Pb</b>              | 0.0037                 | 0.0121                 |
| <b>Sb</b>              | <b>2.9933</b>          | <b>2.371</b>           |
| <b>SiO<sub>2</sub></b> | 33.8                   | 35.92                  |
| <b>Sr</b>              | <b>3.683</b>           | <b>3.607</b>           |
| <b>Ti</b>              | <b>0.26742</b>         | <b>0.20158</b>         |
| <b>Tl</b>              | <b>0.497</b>           | <b>0.3801</b>          |
| <b>Zn</b>              | <b>1.21</b>            | <b>0.7506</b>          |









## ANEXO 18

### Estudio de selección de eluyentes de desorción para el sistema SDP-Cromo

En las tablas siguientes, se muestra las condiciones de adsorción de Cr (VI) con SDP, la determinación de la concentración inicial de Cr (VI), el análisis de Cr (VI) post adsorción y el análisis de Cr (VI) post lavado con agua destilada a pH 4.2, como se aprecia en las **Tablas.6.29**

**Tabla 6.29 Condiciones de adsorción de Cromo (VI) para los ensayos de desorción**

|                                      |       |
|--------------------------------------|-------|
| Temperatura, °C                      | 25    |
| Agitación                            | 500   |
| Dosis, g                             | 0,5   |
| Concentración inicial (teórica), ppm | 20    |
| Volumen L                            | 0,025 |
| Tiempo, minutos                      | 30    |
| pH                                   | 2,3   |

**Tabla 6.30 Determinación de la concentración real de Cromo (VI) inicial para la desorción**

| Con. Teórica, ppm | Abs 1 | Abs 2 | Abs 3 | ABS Pro. | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | Con. Real inicial, ppm |
|-------------------|-------|-------|-------|----------|-------------------|----------------|------------------------|
| 20                | 0,888 | 0,887 | 0,887 | 0,8873   | 3                 | 51             | 20,8915                |

**Tabla 6.31 Análisis post adsorción de Cr (VI) con SDP para la desorción**

| ROTULO   | SIGNIFICADO:<br>Adsorción de Cr (VI)<br>para desorción con: | Alícuota,<br>ml | Vol.<br>Final,<br>mL | ABS 1 | ABS 2 | ABS 3 | ABS<br>Promedio | Con. final<br>CL., ppm |
|----------|---|-----------------|----------------------|-------|-------|-------|-----------------|------------------------|
| A-CR6 N1 | NaOH 0,2M   | 7,5             | 51                   | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,0010          | 0,0361                 |
| A-CR6 N2 | NaOH 0,2M   | 7,5             | 51                   | 0,002 | 0,001 | 0,001 | 0,0013          | 0,0329                 |
| A-CR6 M1 | Mucilago de PA  | 7,5             | 51                   | 0,001 | 0,002 | 0     | 0,0010          | 0,0361                 |
| A-CR6 M2 | Mucilago de PA  | 7,5             | 51                   | 0,002 | 0,001 | 0,001 | 0,0013          | 0,0329                 |
| A-CR6 H1 | HNO3 0,1M   | 7,5             | 51                   | 0,001 | 0     | 0,002 | 0,0010          | 0,0361                 |
| A-CR6 H2 | HNO3 0,1M   | 7,5             | 51                   | 0,001 | 0,002 | 0     | 0,0010          | 0,0361                 |
| EDTA-1A  | EDFA 0, 1M  | 7,5             | 51                   | 0,001 | 0,001 | 0,001 | 0,0010          | 0,0361                 |
| EDTA-2A  | EDTA, 0,1 M   | 7,5             | 51                   | 0,002 | 0,001 | 0,001 | 0,0013          | 0,0329                 |
| NaCl-1A  | NaCl 0,2 M  | 7,5             | 51                   | 0,001 | 0,002 | 0     | 0,0010          | 0,0361                 |
| NaCl-2A  | NaCl 0,2 M  | 7,5             | 51                   | 0,002 | 0,001 | 0,001 | 0,0013          | 0,0329                 |

Tabla 6.32 Análisis de lavado con agua a pH 4,2 post adsorción de Cr (VI)

| ROTULO | SIGNIFICADO:<br>Adsorción de Cr<br>(VI) para<br>desorción con: | Alicuota,<br>mL | Vol.<br>Final,<br>mL | ABS 1 | ABS 2 | ABS 3 | ABS<br>Promedio | Con.<br>final,<br>ppm |
|--------|--|-----------------|----------------------|-------|-------|-------|-----------------|-----------------------|
| LA1    | NaOH 0,2M  | 7,5             | 51                   | 0,008 | 0,007 | 0,008 | 0,0077          | 0,027                 |
| LA2    | NaOH 0,2M  | 7,5             | 51                   | 0,010 | 0,008 | 0,007 | 0,0083          | 0,033                 |
| LA3    | Mucilago de PA   | 7,5             | 51                   | 0,007 | 0,008 | 0,008 | 0,0077          | 0,027                 |
| LA4    | Mucilago de PA   | 7,5             | 51                   | 0,006 | 0,006 | 0,007 | 0,0063          | 0,014                 |
| LA5    | HNO3 0,1M  | 7,5             | 51                   | 0,008 | 0,007 | 0,009 | 0,0080          | 0,030                 |
| LA6    | HNO3 0,1M  | 7,5             | 51                   | 0,010 | 0,008 | 0,007 | 0,0083          | 0,033                 |
| LA7    | EDFA 0, 1M   | 7,5             | 51                   | 0,008 | 0,007 | 0,008 | 0,0077          | 0,027                 |
| LA8    | EDTA, 0,1 M  | 7,5             | 51                   | 0,01  | 0,008 | 0,007 | 0,0083          | 0,033                 |
| LA9    | NaCl 0,2 M   | 7,5             | 51                   | 0,007 | 0,008 | 0,008 | 0,0077          | 0,027                 |
| LA10   | NaCl 0,2 M   | 7,5             | 51                   | 0,006 | 0,006 | 0,008 | 0,0067          | 0,018                 |

Se muestra que la adsorción de Cromo (VI) tuvo como resultado a una concentración final igual a  $0.035 \pm 0.002$  a partir de una inicial de 20.89 ppm fue adsorbida por el SDP bajo las condiciones ya estudiadas anteriormente. Del mismo modo se procedió a lavar con agua destilada a pH 4.2 el SDP post-adsorción. No se obtuvo también una concentración significativa de cromo (VI),  $0.027 \pm 0.006$  de Cr (VI), presente en dicha agua de lavado. El  $C_s$  calculado en el ensayo sería de 1.041 mg/g, y se utilizó un masa SDP-Cr de 0,4 g, para un tiempo de contacto de 180 min, trabajando para un volumen de eluyente de 30 ml, ver **Tabla 6.33**.

Tabla 6.33 Resultados de remoción y de  $C_s$  de Cr (VI) con SDP

| Rotulo                                 | Con. Inicial<br>(ppm) | Con. Final $C_L$ ,<br>ppm | Con. del<br>lavado, ppm | %<br>Remoción    | Remoción, ppm | $C_s$ , mg/g      |
|--|-----------------------|---------------------------|-------------------------|------------------|---------------|-------------------|
| A-CR6 N1                               | 20,891                | 0,0361                    | 0,027                   | 99,83            | 20,83         | 1,0414            |
| A-CR6 N2                               | 20,891                | 0,0329                    | 0,033                   | 99,84            | 20,83         | 1,0413            |
| A-CR6 M1                               | 20,891                | 0,0361                    | 0,027                   | 99,83            | 20,83         | 1,0414            |
| A-CR6 M2                               | 20,891                | 0,0329                    | 0,014                   | 99,84            | 20,84         | 1,0422            |
| A-CR6 H1                               | 20,891                | 0,0361                    | 0,030                   | 99,83            | 20,83         | 1,0413            |
| A-CR6 H2                               | 20,891                | 0,0361                    | 0,033                   | 99,83            | 20,82         | 1,0411            |
| A-EDTA-1A                              | 20,891                | 0,0361                    | 0,027                   | 99,83            | 20,828        | 1,0414            |
| A-EDTA-2A                              | 20,891                | 0,0329                    | 0,033                   | 99,84            | 20,825        | 1,0413            |
| A-NaCl-1A                              | 20,891                | 0,0361                    | 0,027                   | 99,83            | 20,828        | 1,0414            |
| A-NaCl-2A                              | 20,891                | 0,0329                    | 0,018                   | 99,84            | 20,841        | 1,0420            |
| <b>Prom. <math>\pm</math><br/>D.E.</b> | --                    | $0.035 \pm 0.002$         | $0.027 \pm 0.006$       | $99,83 \pm 0.01$ | --            | $1.041 \pm 0.001$ |

| Rotulo              | Con. Final CL, ppm   | Con. del lavado, ppm | % Remoción          | Cs. mg/g             |
|---------------------|----------------------|----------------------|---------------------|----------------------|
| A-CR6 N1            | 0,0361               | 0,027                | 99.83               | 1.0414               |
| A-CR6 N2            | 0,0329               | 0,033                | 99.84               | 1.0413               |
| A-CR6 M1            | 0,0361               | 0,027                | 99.83               | 1.0414               |
| A-CR6 M2            | 0,0329               | 0,014                | 99.84               | 1.0422               |
| A-CR6 H1            | 0,0361               | 0,030                | 99.83               | 1.0413               |
| A-CR6 H2            | 0,0361               | 0,033                | 99.83               | 1.0411               |
| A-EDTA-1            | 0,0361               | 0,027                | 99,83               | 1,0414               |
| A-EDTA-2            | 0,0329               | 0,033                | 99,84               | 1,0413               |
| A-NaCl-1            | 0,0361               | 0,027                | 99,83               | 1,0414               |
| A-NaCl-2            | 0,0329               | 0,018                | 99,84               | 1,0420               |
| <b>Prom. ± D.E.</b> | <b>0.035 ± 0.002</b> | <b>0.027 ± 0.006</b> | <b>99,83 ± 0.01</b> | <b>1.041 ± 0.001</b> |

**Ensayos de desorción de Cromo (VI) con cinco diferentes eluyentes**

| Condiciones de desorción de SDP-Cr(VI) |      |
|--|------|
| Temperatura, °C                        | 25   |
| Agitación                              | 500  |
| Dosis teo., g                          | 0,5  |
| Concentración de Cr en SDP, ppm        | 20   |
| Volumen de eluyente, L                 | 0,03 |
| Tiempo, min                            | 180  |

| Identificación de muestras para la Desorción de SDP con Cr (VI) |  |                    |
|---|--|--------------------|
| ROTULO  | Significado: desorción de Cr (VI) del Sistema SDP-Cr(VI) utilizando: | Dosis de SDP-Cr, g |
| D-CR6 N1  | NaOH 0,2M  | 0,425              |
| D-CR6 N2  | NaOH 0,2M  | 0,415              |
| D-CR6 M1  | Mucilago de PA   | 0,365              |
| D-CR6 M2  | Mucilago de PA   | 0,412              |
| D-CR6 H1  | HNO3 0,1M  | 0,405              |
| D-CR6 H2  | HNO3 0,1M  | 0,378              |
| EDTA-1D   | EDTA 0, 1M   | 0,305              |
| EDTA-D2   | EDTA, 0,1 M  | 0,325              |
| NaCl-1D   | NaCl 0,2 M   | 0,34               |
| NaCl-D2   | NaCl 0,2 M   | 0,35               |

| Determinación del porcentaje de desorción por medio de dicromatometría de cromo (VI) |                   |                |       |       |       |           |              |                     |                           |        |            |
|--|-------------------|----------------|-------|-------|-------|-----------|--------------|---------------------|---------------------------|--------|------------|
| Rotulo   | Vol. Alícuota, mL | Vol. Final, mL | ABS 1 | ABS 2 | ABS 3 | ABS Prom. | Con. CL, ppm | Cs, mg de Cr en SDP | Con. en elu. CL, mg de Cr | % Des. | Prom. de % |
| D-CR6 N1   | 12                | 51             | 1,015 | 1,008 | 1     | 1,008     | 5,935        | 0.44                | 0.18                      | 40.23  | 40.71      |
| D-CR6 N2   | 12                | 51             | 1,007 | 1,008 | 1,006 | 1,007     | 5,931        | 0.43                | 0.18                      | 41.18  |            |
| D-CR6 M1   | 12                | 51             | 0,186 | 0,188 | 0,19  | 0,188     | 1,084        | 0.38                | 0.03                      | 8.56   | 8.06       |
| D-CR6 M2   | 12                | 51             | 0,187 | 0,187 | 0,188 | 0,187     | 1,080        | 0.43                | 0.03                      | 7.55   |            |
| D-CR6 H1   | 12                | 51             | 0,395 | 0,398 | 0,399 | 0,397     | 2,323        | 0.42                | 0.07                      | 16.53  | 17.14      |
| D-CR6 H2   | 12                | 51             | 0,397 | 0,398 | 0,399 | 0,398     | 2,327        | 0.39                | 0.07                      | 17.74  |            |
| EDTA-1D  | 7,5               | 51             | 1,015 | 1,008 | 1     | 1,008     | 9,496        | 0.32                | 0.28                      | 89,69  | 86.91      |
| EDTA-D2  | 7,5               | 51             | 1,007 | 1,008 | 1,006 | 1,007     | 9,490        | 0,34                | 0,28                      | 84,13  |            |
| NaCl-1D  | 7,5               | 51             | 0,186 | 0,188 | 0,19  | 0,188     | 1,735        | 0,35                | 0,05                      | 14,70  | 14.46      |
| NaCl-D2  | 7,5               | 51             | 0,187 | 0,187 | 0,188 | 0,187     | 1,728        | 0,36                | 0,05                      | 14,22  |            |

| Determinación del porcentaje de desorción por medio de dicromatometría de cromo total |                   |                    |                |       |       |       |              |              |              |                           |        |
|---|-------------------|--------------------|----------------|-------|-------|-------|--------------|--------------|--------------|---------------------------|--------|
| ROTULO  | Vol. Alícuota, mL | Dosis de SDP-Cr, g | Vol. Final, mL | ABS 1 | ABS 2 | ABS 3 | ABS Promedio | Con. CL, ppm | Cs, mg de Cr | Con. en elu. CL, mg de Cr | % Des. |
| N1D CrT   | 10                | 0,425              | 101            | 0,173 | 0,191 | 0,184 | 0,183        | 2,501        | 0.443        | 0.075                     | 16.95  |
| M1D CrT   | 10                | 0,365              | 101            | 0,081 | 0,082 | 0,081 | 0,081        | 1,076        | 0.380        | 0.032                     | 8.49   |
| H1D CrT   | 10                | 0,405              | 101            | 0,132 | 0,134 | 0,134 | 0,133        | 1,808        | 0.422        | 0.054                     | 12.86  |
| EDTA-1D   | 4,5               | 0,305              | 101            | 0,173 | 0,191 | 0,184 | 0,183        | 5,559        | 0,318        | 0,167                     | 52,50  |
| NaCl-1D   | 10                | 0,34               | 101            | 0,081 | 0,082 | 0,081 | 0,081        | 1,076        | 0,354        | 0,032                     | 9,12   |

| Determinación del porcentaje de desorción por medio de Absorción Atómica de cromo total |              |              |                           |        |
|---|--------------|--------------|---------------------------|--------|
| ROTULO  | Con. CL, ppm | Cs, mg de Cr | Con. en elu. CL, mg de Cr | % Des. |
| N2D CrT   | 4,84         | 0.432        | 0.145                     | 33.60  |
| M2D CrT   | 1            | 0.429        | 0.030                     | 6.99   |
| H2D CrT   | 2,53         | 0.394        | 0.076                     | 19.29  |
| EDTA-2D   | 6,41         | 0.338        | 0.192                     | 56.82  |
| NaCl-2D   | 0,74         | 0.365        | 0.022                     | 6.09   |

| Determinación de promedios con los datos anteriores (selección) |                    |              |              |                           |              |
|---|--------------------|--------------|--------------|---------------------------|--------------|
| ROTULO  | Dosis de SDP-Cr, g | Con. CL, ppm | Cs, mg de Cr | Con. en elu. CL, mg de Cr | % Prom. Des. |
| D-CR6 N1  | 0,425              | 5,935        | 0,445        | 0,178                     | 40,04        |
| D-CR6 N2  | 0,415              | 5,931        | 0,434        | 0,178                     | 40,98        |
| D-CR6 M1  | 0,365              | 1,084        | 0,382        | 0,033                     | 8.06         |
| D-CR6 M2  | 0,412              | 1,080        | 0,431        | 0,032                     |              |
| M1D CrT   | 0,365              | 1,076        | 0,382        | 0,032                     | 7.71         |
| M2D CrT   | 0,412              | 1,000        | 0,431        | 0,030                     |              |
| D-CR6 H1  | 0,405              | 2,323        | 0,424        | 0,070                     | 16,44        |
| D-CR6 H2  | 0,378              | 2,327        | 0,396        | 0,070                     | 17,65        |
| H2D CrT   | 0,378              | 2,530        | 0,396        | 0,076                     | 19,19        |
| EDTA-1D   | 0,305              | 5,559        | 0,318        | 0,167                     | 52,50        |
| EDTA-2D   | 0,325              | 6,410        | 0,338        | 0,192                     | 56,82        |
| NaCl-1D   | 0,340              | 1,076        | 0,354        | 0,032                     | 9,12         |
| NaCl-2D   | 0,350              | 0,740        | 0,365        | 0,022                     | 6,09         |

| Resultados finales de los ensayos de desorción de Cromo (VI) - 2da parte |  |              |
|--|--|--------------|
| Rotulo   | Significado: desorción de Cr (VI) del Sistema SDP-Cr(VI) utilizando: | Prom. ± D.E. |
| D-CR6 N  | NaOH 0,2M  | 40.51 ± 0.66 |
| D-CR6 M  | Mucilago de Papaya arequipeña  | 7.90 ± 0.76  |
| D-CR6 H  | HNO <sub>3</sub> 0,1M  | 17.85 ± 1.38 |
| D- CR6 EDTA  | EDTA 0,1M  | 54.66 ± 3.05 |
| D- CR6 NaCl  | NaCl 0,2 M   | 7.60 ± 2.14  |

**Preparación de solución eluyente de EDTA 0.1 M en la desorción de cromo**

P.M. (g/mol) 372.24

$$0.1 \frac{\text{mol}}{\text{L}} * 0.1 \text{ L} * 372.24 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

Peso, g : 3.7224g

## ANEXO 19

### Ensayos de repetición de la desorción de Cromo (VI) con EDTA

#### Condiciones Saturación con Cromo VI

|   |          |
|---|----------|
| Tipo de condición                       | Inicial  |
| Rótulo de identificación                | CRVI2    |
| pH                                      | 2        |
| Con. teórica de Cromo (III), ppm        | 300      |
| ABS 1, de Cr (VI)                       | 0,837    |
| ABS 2, de Cr (VI)                       | 0,837    |
| ABS 3, de Cr (VI)                       | 0,838    |
| ABS Pro.                                | 0,8373   |
| Vol. Alícuota, mL                       | 0,2      |
| Vol. Final de fiola para lectura UV, mL | 51       |
| Con. Real de Cr (VI), ppm               | 295,6181 |

| Resultados post adsorción de Cromo (VI) con SDP |                              |                              |
|---|------------------------------|------------------------------|
| Nombre del ensayo                               | A-CR6EDTA3                   | A-CR6EDTA4                   |
|   | Des. Cr (VI) con EDTA a 25°C | Des. Cr (VI) con EDTA a 55°C |
| Tipo de condición                               | Final                        | Final                        |
| Rótulo de identificación                        | SATCR6(1)                    | SATCR6(2)                    |
| pH  | 2                            | 2                            |
| Con. teórica de Cromo (III), ppm                | ---                          | ---                          |
| ABS 1, de Cr (VI)                               | 0.196                        | 0.225                        |
| ABS 2, de Cr (VI)                               | 0.196                        | 0.225                        |
| ABS 3, de Cr (VI)                               | 0.197                        | 0.225                        |
| ABS Pro.  | 0.1963                       | 0.225                        |
| Vol. Alícuota, mL                               | 0.3                          | 0,2                          |
| Vol. Final de fiola para lectura UV, mL         | 101                          | 51                           |
| Con. Real de Cr (VI), ppm                       | 69.623                       | 78.186                       |
| Remoción, ppm                                   | 205.831                      | 217.432                      |
| Remoción, %                                     | 76.995                       | 73.552                       |
| Temperatura de adsorción, ° C                   | 25                           | 25                           |
| Agitación, RPM                                  | 500                          | 500                          |
| Dosis de SDP, g                                 | 4,51                         | 2.00                         |
| Concentración inicial de Cr (VI), ppm           | 295.62                       | 295.62                       |
| Volumen de desorción, L                         | 0,1                          | 0.1                          |
| Dosis de SDP, g/ mL                             | 0.02                         | 0.02                         |
| Tiempo de adsorción, minutos                    | 30                           | 30                           |
| pH de adsorción                                 | 2                            | 2                            |
| qs(mg/g)  | 10.291                       | 10.872                       |
| Dosis de SDP –Cr para desorción, g              | 1.1                          | 1.1                          |

**Análisis de cromo (VI) en la solución de lavado SDP saturado con cromo**

| <b>Determinación de Cromo (VI) en lavados de SDP post adsorción</b> |  |                     |
|---|--|---------------------|
| <b>Significado</b>  | Lavado post adsorción de Cr (VI) con agua destilada (pH 4.2) |                     |
| <b>Rótulo</b>   | LCrVI de A-CR6EDTA3  | LCrVI de A-CR6EDTA4 |
| ABS 1, de Cr (VI) post-adsorción                                    | 0.006  | 0,0002              |
| ABS 2 de Cr (VI) post-adsorción                                     | 0.006  | 0                   |
| ABS 3 de Cr (VI) post-adsorción                                     | 0.007  | 0                   |
| ABS Pro.  | 0.0063   | 0,0001              |
| Vol. Alícuota, mL   | 7.5  | 1                   |
| Vol. Final de fiola para lectura UV, mL                             | 51   | 51,5                |
| Con. Real, ppm  | 0,014  | (0,340)             |

**Desorción de Cromo VI**

| <b>Condiciones de Desorción de Cromo (VI) con eluyente de EDTA 0.1 M</b> |  |  |
|--|--|--|
| <b>Rótulo</b>  | SDP DE 6 (1)   | SDP DE 6 (2)   |
| <b>Significado</b>   | <b>Desorción de Cr(VI) con EDTA para el ensayo inicial de A-CR6EDTA3</b> | <b>Desorción de Cr(VI) con EDTA para el ensayo inicial de A-CR6EDTA4</b> |
| <b>Temperatura de desorción, °C</b>                                      | 25   | 55   |
| <b>Agitación, RPM</b>  | 500  | 500  |
| <b>Dosis SDP para adsorción, g</b>                                       | 2  | 2  |
| <b>qs de adsorción (mg/g)</b>  | 10.292   | 10.872   |
| <b>Dosis SDP saturado con Cr (VI), g</b>                                 | 1  | 1  |
| <b>qs de Cromo (VI) adsorbido (mg)</b>                                   | 10.292   | 10.872   |
| <b>Volumen de eluyente para la desorción, L</b>                          | 0,1  | 0,1  |
| <b>Tiempo de desorción, h</b>  | 15   | 15   |
| <b>pH de desorción</b>   | 4,2  | 4,2  |
| <b>Concentración de cromo total en Sol. Desorbida (mg/L)</b>             | 54,7   | 77,2   |
| <b>Concentración de cromo total en Sol. Desorbida (mg)</b>               | 5,47   | 7,72   |
| <b>Desorción (%)</b>   | 53.15  | 71.01  |

## ANEXO 20

### Ensayos de adsorción de cromo (III) con SDP para un ensayo posterior de desorción

Una vez establecidas las condiciones de adsorción se procedió a realizar los ensayos correspondientes en la adsorción de cromo (VI) con SDP en sistema Batch:

| <b>Determinación de Cromo Total (III) inicial</b> |                |
|---|----------------|
| <b>Nombre de ensayo</b>                           | SATCR3         |
| <b>Rótulo</b>                                     | CRIII3 INICIAL |
| <b>ABS 1, de Cr (total) pre-adsorción</b>         | 0,428          |
| <b>ABS 2, de Cr (total) pre-adsorción</b>         | 0,429          |
| <b>ABS 3, de Cr (total) pre-adsorción</b>         | 0,428          |
| <b>ABS Pro.</b>                                   | 0,4283         |
| <b>Vol. Alícuota, mL</b>                          | 0,12           |
| <b>Vol. Final de fiola para lectura UV, mL</b>    | 101            |
| <b>Con. Real, INICIAL, ppm</b>                    | 496,3764       |

| <b>Condiciones Saturación de Cromo (III) y Determinación de Cromo Total (III) post adsorción</b> |                         |                          |
|--|-------------------------|--------------------------|
| <b>Rotulo</b>  | SATCR3(2)               | SATCR3(6)                |
| <b>Significado</b>   | saturación a las 2horas | saturación a las 6 horas |
| <b>Temperatura. ° C</b>  | 25                      | 25                       |
| <b>Agitación, RPM</b>  | 500                     | 500                      |
| <b>Dosis. g/ml</b>   | 0.02                    | 0.02                     |
| <b>Concentración teórica Inicial de cromo (III), ppm</b>   | 500                     | 500                      |
| <b>Concentración real Inicial de cromo (III), ppm</b>  | 496,38                  | 496,38                   |
| <b>Tiempo de adsorción, h</b>  | 2                       | 6                        |
| <b>pH de adsorción</b>   | 3                       | 3                        |
| ABS 1, de Cr (III) post-adsorción  | 0,005                   | 0,001                    |
| ABS 2, de Cr (III) post-adsorción  | 0,005                   | 0,003                    |
| ABS 3, de Cr (III) post-adsorción  | 0,005                   | 0                        |
| ABS Pro. , de Cr (III) post-adsorción  | 0,005                   | 0,0013                   |
| Vol. Alícuota para análisis, ml  | 1                       | 1                        |
| Vol. Final de fiola para lectura UV, mL  | 101                     | 102                      |
| Con. Final de Cr (III), ppm  | 0,0265125               | (0,49402)                |
| % Adsorción de Cr (III)  | 99,9947                 | --                       |
| qs (mg de Cr/g de SDP)   | 24,82                   | --                       |



| <b>Determinación de Cromo total en lavados de SDP post adsorción</b> |   |
|--|---|
| Rótulo   | LCrIII de SATCR3(2)                       |
| Significado  | Lavado post adsorción de Cr (VI) con agua |
| ABS 1, de Cr (total) post-adsorción                                  | -0,0084                                   |
| ABS 2, de Cr (total) post-adsorción                                  | -0,0084                                   |
| ABS 3, de Cr (total) post-adsorción                                  | -0,0084                                   |
| ABS Pro.   | -0,0084                                   |
| Vol. Alícuota, mL  | 1   |
| Vol. Final de fiola para lectura UV, mL                              | 101                                       |
| Con. Real, ppm   | (1,858)                                   |

**Desorción de Cromo (III)**

| <b>Condiciones de Desorción de Cromo (III) con EDTA (SDP DE 3)</b> |        |
|--|--------|
| Temperatura desorción, °C  | 55     |
| Agitación  | 500    |
| Dosis SDP saturado, g  | 1      |
| Volumen de desorción, L  | 0,1    |
| Tiempo de desorción, h   | 15     |
| pH   | 4,2    |
| Qs (mg/g)  | 24,82  |
| Qs (2)(mg)   | 24,82  |
| Con. de solución post desorción, mg/L                              | 54,8   |
| Con., mg   | 5,48   |
| % Desorción  | 22,079 |

## ANEXO 21

### Galería de Fotos – Evidencias



Se observa al fruto de la papaya arequipeña y se aprecia su interior que contiene a las semillas y el mucilago.



Se observa una de las muestras de subproducto de semilla descartado por la despulpadora en una industria de mermeladas.



Limpieza de las semillas de papaya arequipeña.



Preparación de las semillas para el secado.



Semillas listas para el secado en horno.



Secado en estufa de laboratorio.



↓  
Semilla con secado al sol, recubiertas con malla y con monitoreo de temperatura.



↓  
Secado de las semillas, donde al tacto se percibe el calor emitido, y el aroma.



↓  
Semilla colocada en un molino, para su pulverización.



↓  
Cernido de semilla molida.



↓  
Determinación de la humedad, por peso constante de la semilla en la estufa de laboratorio.



↓  
Desecador con las muestras de semilla para luego registrar el peso final.



→ En la primera foto se observa el tamizado de la semilla molida, mientras que en la segunda foto se observa la extracción de aceites por medio del equipo Soxhlet y utilizando solvente etanol, éter de petróleo.



↓  
Extracción de aceites por ultrasonido.



↓  
Extracción de aceites por agitación.



↓  
Formación de fases luego del tiempo de extracción con agitación.



↓  
Filtración al vacío para obtener el queque de la semilla desgrasada.

|  |   |
|--|---|
|  | <p>→ Se utilizo el sistema de soxhlet para purificar el aceite filtrado al vacío, y de paso recuperar el solvente para proximas extracciones.</p> |
|  |   |
| <p style="text-align: center;">↓</p> <p>Torta la semilla desgrasada luego de la filtración al vacío.</p>     | <p style="text-align: center;">↓</p> <p>Secado del queque dentro de una campana de extracción de vapores químicos.</p>                            |
|  |   |
| <p style="text-align: center;">↓</p> <p>Torta de semilla, SDP, para posteriores ensayos de biorremoción.</p> | <p style="text-align: center;">↓</p> <p>Determinación de la densidad aparente del SDP y pruebas para determinar el pH en el punto cero.</p>       |



↘ Desague del Parque Industrial Rio Seco, que desemboca a una Laguna de Oxidación, se observó que por la escorrentía no existía impermeabilización del suelo.



(a)

(b)

(c)



(a) Tambor de curtido, de donde se tomó la muestra.  
(b) Compuerta por donde se toma la muestra de agua residual del tambor de curtido.  
(c) Foto del interior del tambor de curtido de pieles.



↘ Toma de muestra de agua residual en botellas nuevas y correctamente conservadas, rotuladas y transportadas. En la foto de la izquierda se aprecia el equipo de la planta para la toma de datos de pH y temperatura in situ.



↘ Tratamiento de la muestra tomada, filtrado y determinación de su concentración de cromo total por el metodo yodometrico.



↓  
Masas de biosorbente SDP para determinación de la dosis del mismo.



↓  
Ajuste del pH a 2.0 de la solución de dicromato de potasio.



↘ Equipo de test de jarras para los ensayos en Batch, a la derecha se observa en funcionamiento.



↓  
Vista del interior del test, donde se aprecia el mezclado en la adsorción.

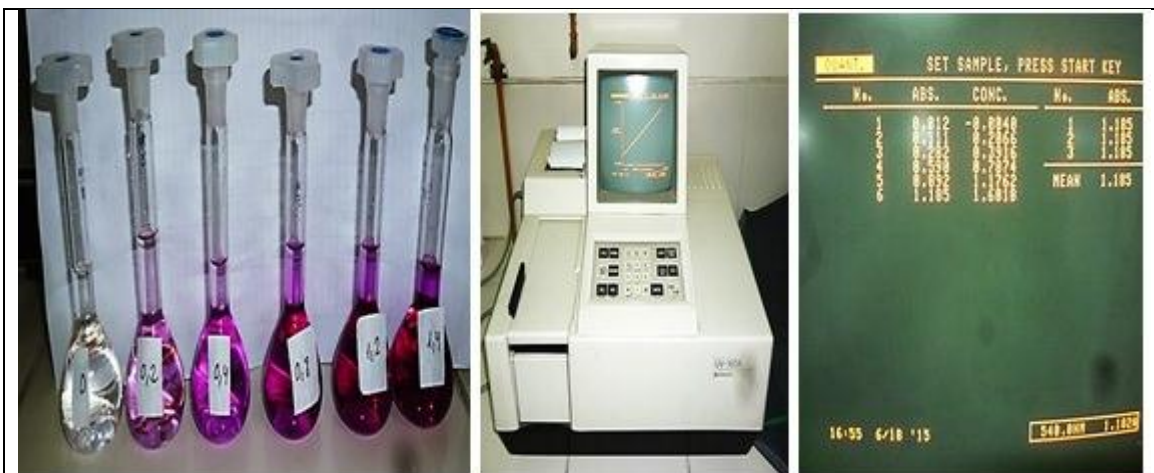


↓  
Toma de muestra con jeringas para el posterior análisis.



↘ Se observa los vasos con los ensayos luego del tratamiento de biorremoción de cromo con SDP, a la derecha se aprecia luego de la filtración.





↘ Fiolas patrón para la curva de calibración en el espectrofotómetro.



↓  
Muestras de la evaluación de la dosis de SDP para la toma de alícuota.



↓  
Fiolas con la alicuota y enrasadas, con la presencia de difenilcarbazona, color morado, listas para su lectura.



↓  
Muestras de solución sintética con el pH regulado para la adsorción de cromo hexavalente.



↓  
Adsorción de cromo (VI) con SDP a diferentes pH (2, 3, 4, 5, 6 y 7)



↘ Evaluación del pH para la adsorción de cromo hexavalente, tubos para alicuota y fiolas con esta y presencia de difenilcarbazona, se observa un color mas tenue en el pH 2.0



↓  
Masa de dicromato de potasio para preparación de solución madre.



↓  
Masa de SDP para ensayos de adsorción.

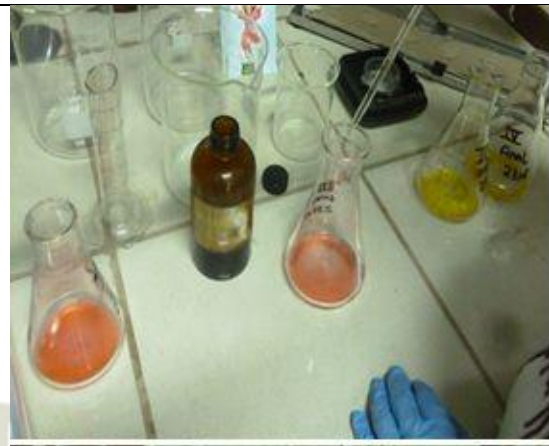


↘ Ensayos de adsorción de cromo (VI) para la determinación de la cinética en batch.



↓  
Se observa cualitativamente el antes y después de la aplicación de SDP a diferentes soluciones de cromo con distintas concentraciones de cromo.

↓  
En la foto de arriba se aprecia, el momento en el que se le añade SDP y en la foto inferior, se observa las muestras tomadas luego del tratamiento en batch.



↓  
Determinación de Cromo total por medio de la digestión y oxidoreducción

↓  
Fioles para lectura en el espectrofotómetro de análisis de cromo total



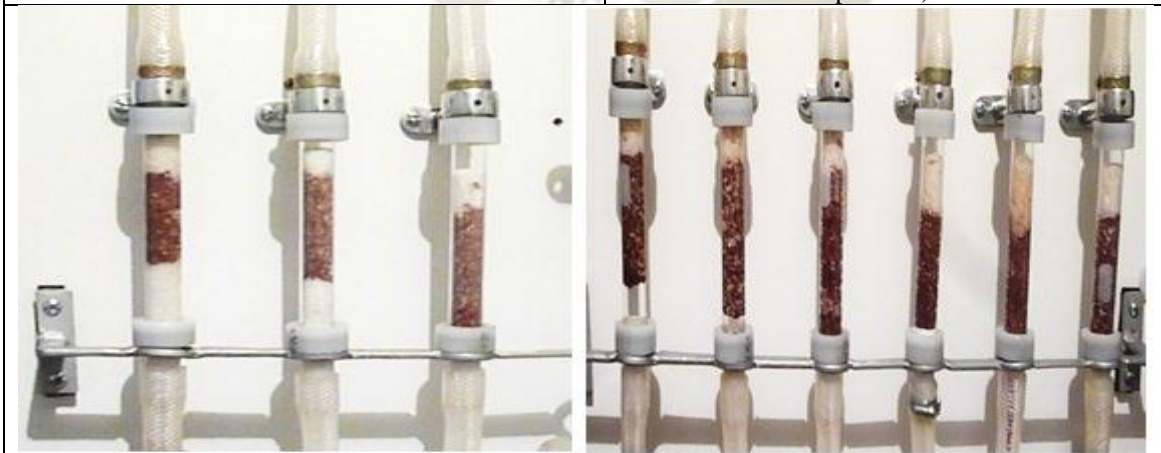
↓  
Estudio del pH para cromo (III) y cromo (VI).

↓  
Precipitación de cromo con hidróxido de magnesio.



↓  
Montaje del sistema continuo para la adsorción del cromo en agua residual de curtido (vista frontal).

↓  
Montaje del sistema continuo para la adsorción del cromo en agua residual de curtido (vista posterior).



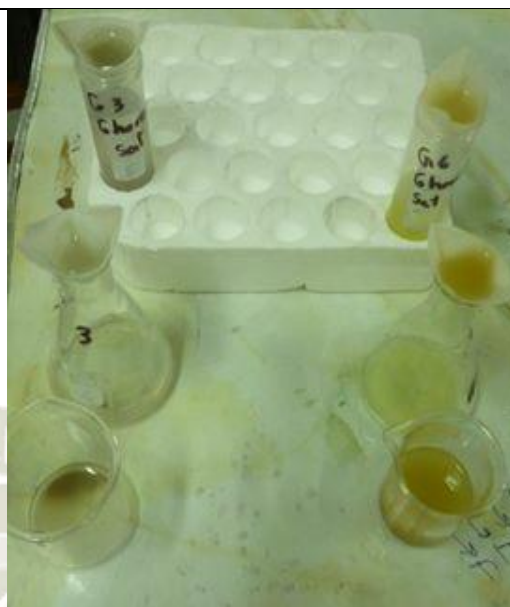
↘ Ensayos de configuraciones de diferentes modos de empaquetamiento de la columna.



↘ Ensayos de adsorción de cromo en ARC en continuo y toma de muestras.



↘ Ensayos de adsorción de cromo en ARC en continuo y toma de muestras, en la foto del medio se aprecia las muestras tomadas, y en la foto derecha se muestra una comparación de cualitativa entre la muestra que ingresa (más oscura) y la muestra que sale del sistema (más clara).



↓  
Ensayos de adsorción de cromo (III) y cromo (VI)  
para saturar al SDP y luego pueda ser desorbido.

↓  
Filtrado de las muestras luego del tratamiento de  
adsorción para poder desorber al cromo (III y VI)



↓  
Regulación del pH a 4.2 para el eluyente  
seleccionado, EDTA.



↓  
Muestras finales, luego de la desorción de cromo  
(III y VI) con EDTA.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-03493

Pág: 1/1


#### Hoja de datos

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: Calle Talara 200 Urb. San Martín de Socabaya - Arequipa  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Proyecto: TESIS  
Nro de muestras: 4  
Toma de muestra realizado por: Cliente: Miguel medina delgado  
Registro de muestreo: 128-15  
Fecha de recepción: 03/07/2015  
Fecha de ensayo: 03/07/2015  
Fecha de emisión: 06/07/2015  
Condiciones de recepción de la muestra: Muestras debidamente conservadas  
Observaciones: Datos proporcionados por el cliente

#### Método de ensayo aplicado

\*826 ASTM D 1687 - 02 Método de ensayo estándar para cromo en agua por Absorción Atómica

| Cod Int. # | Nombre de muestra | Matriz de la muestra                     | Lugar de muestreo  | Punto de muestreo y/o coordenadas<br>Coordenadas UTM<br>Este / Norte | Fecha de inicio de muestreo | Hora de inicio de muestreo | *826<br>Cr<br>mg/L |
|------------|-------------------|--|--|--|-----------------------------|----------------------------|--------------------|
| AG15000302 | ARC V inicial     | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO  | 25/06/15                    | 06:00 p.m.                 | 64,26              |
| AG15000303 | ARC V final       | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO  | 25/06/15                    | 06:00 p.m.                 | 36,35              |
| AG15000304 | ARC VI inicial    | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO  | 25/06/15                    | 06:00 p.m.                 | 985,2              |
| AG15000305 | ARC VI final      | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO  | 25/06/15                    | 06:00 p.m.                 | 696,8              |

  
Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Omar A. Juárez Soto  
Gerente de Operaciones  
M. Sc. Ingeniero Químico CIP 114426

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.

Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula





## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-03468

Fecha de emisión: 06/07/2015

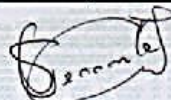
Pág.: 1/1

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: CALLE TALARA 200 SAN MARIN DE SOCABAYA AREQUIPA  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Recepción: 03/07/2015  
Realización: 03/07/2015

Método de ensayo aplicado

\*910 Método de Ensayo para Cromo total por absorción atómica en solución acida

| Muestra<br># | Nombre de muestra | Descrip. de muestra | Procedencia de la muestra       | 910<br>Cr<br>mg/L |
|--------------|-------------------|---------------------|---------------------------------|-------------------|
| SS15000995   | TURKROM           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 2832              |



Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Nolra  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 15474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*\*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.

Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

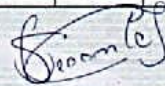
### INFORME DE ENSAYO LAS-15-01606

Hoja de resultados

30/03/2015

Pág.: 2/2

| Código Interno | Nombre de Muestra | *807<br>C. E.<br>mS/cm | *811<br>Turbidez<br>FTU | *826<br>Cr<br>mg/L | *827<br>Cr VI<br>mg/L | *845<br>SD<br>mg/L | *846<br>SST<br>mg/L |
|----------------|-------------------|------------------------|-------------------------|--------------------|-----------------------|--------------------|---------------------|
| AG15000127     | ARC               | 45                     | >461                    | 4488               | 4042                  | 86536              | 450                 |



Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 19474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*\*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.

Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-01606

Pág: 1/2

#### Hoja de datos

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: Calle Talara 200 Urb. San Martín de socabaya - arequipa  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Proyecto: ---  
Nro de muestras: 1  
Toma de muestra realizado por: Cliente: Miguel medina delgado  
Registro de muestreo: 049-15  
Fecha de recepción: 27/03/2015  
Fecha de ensayo: 27/03/2015  
Fecha de emisión: 30/03/2015  
Condiciones de recepción de la muestra: Muestras debidamente conservadas  
Observaciones: Datos proporcionados por el cliente

#### Método de ensayo aplicado

- \*807 ASTM D 1125 - 95 Método de ensayo estándar para la conductividad eléctrica y resistividad del agua
- \*811 Método de ensayo para la determinación de Turbidez en agua
- \*826 ASTM D 1687 - 02 Método de ensayo estándar para cromo en agua por Absorción Atómica
- \*827 Método de Ensayo para Cromo VI Iotometría en agua
- \*845 Sólidos Disueltos en agua por gravimetría: SMEWW, 22 st Ed. Part-2540 C. Total Dissolved Solids Dried at 180 °C
- \*846 Determinación de Sólidos Suspendidos en aguas SMEWW, 22th Ed. Item 2540-Solids D. Total Suspended Solids Dried at 103 - 105 °C

| Cod Int. # | Nombre de muestra | Matriz de la muestra                     | Lugar de muestreo  | Punto de muestreo y/o coordenadas UTM Este / Norte | Fecha de inicio de muestreo | Hora de inicio de muestreo |
|------------|-------------------|--|--|--|-----------------------------|----------------------------|
| AG15000127 | ARC               | Agua Residual - Agua Residual Industrial | PARQUE INDUSTRIAL RIO SECO B-14/CERRO COLORADO/AREQUIPA/AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 27/03/15                    | 7.30                       |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Insc. en el RUC CIP 19474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método. \*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-07712

Pág: 1/1


#### Hoja de datos

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
 Dirección: Calle Talara 200 Urb. San Martín de Socabaya - Arequipa  
 Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
 Proyecto: TESIS  
 Nro de muestras: 2  
 Toma de muestra realizado por: Cliente: MIGUEL MEDINA DELGADO  
 Registro de muestreo: 316-15  
 Fecha de recepción: 19/09/2015  
 Fecha de ensayo: 19/09/2015  
 Fecha de emisión: 23/12/2015  
 Condiciones de recepción de la muestra: Muestras debidamente conservadas  
 Observaciones: Datos proporcionados por el cliente

#### Método de ensayo aplicado

\*B25. ASTM D 1587 - 02 Método de ensayo estándar para cromo en agua por Absorción Atómica

| Cod Int. # | Nombre de muestra | Matriz de la muestra                     | Lugar de muestreo  | Punto de muestreo y/o coordenadas UTM Este / Norte | Fecha de inicio de muestreo | Hora de inicio de muestreo | *B25 Cr mg/L |
|------------|-------------------|--|--|--|-----------------------------|----------------------------|--------------|
| AG15001147 | CONTROL ADCC 1    | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 18/09/15                    | 10:00 a.m.                 | 2158         |
| AG15001148 | CONTROL ADCC 2    | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 18/09/15                    | 11:00 a.m.                 | 1654         |

  
 Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
 Omar A. Juárez Soto  
 Gerente de Operaciones  
 M. Sc. Ingeniero Químico CIP 114426

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*\*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada. Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticossur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-05421

Pág: 1/1

#### Hoja de datos

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: Calle Talara 200 Urb. San Martín de Socabaya - Arequipa  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Proyecto: TESIS  
Nro de muestras: 7  
Toma de muestra realizado por: Cliente: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Registro de muestreo: 221-15  
Fecha de recepción: 19/09/2015  
Fecha de ensayo: 19/09/2015  
Fecha de emisión: 23/09/2015  
Condiciones de recepción de la muestra: Muestras debidamente conservadas  
Observaciones: Datos proporcionados por el cliente

#### Método de ensayo aplicado

\*826 ASTM D 1667 - 02 Método de ensayo estándar para cromo en agua por Absorción Atómica

| Cod Int. # | Nombre de muestra | Matriz de la muestra                     | Lugar de muestreo  | Punto de muestreo y/o coordenadas<br>Coordenadas UTM<br>Este / Norte | Fecha de inicio de muestreo | Hora de inicio de muestreo | *826 Cr mg/L |
|------------|-------------------|--|--|--|-----------------------------|----------------------------|--------------|
| AG15000812 | 4ADCOE1           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO  | 18/09/15                    | 10:00 a.m.                 | 3776         |
| AG15000813 | 4ADCOS1           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA YANAHUARA/ AREQUIPA/ AREQUIPA          | SALIDA DE COLUMNA 1  | 18/09/15                    | 10:00 a.m.                 | 3400         |
| AG15000814 | 4ADCOS2           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA YANAHUARA/ AREQUIPA/ AREQUIPA          | SALIDA DE COLUMNA 2  | 18/09/15                    | 10:00 a.m.                 | 3040         |
| AG15000815 | 4ADCOS3           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA YANAHUARA/ AREQUIPA/ AREQUIPA          | SALIDA DE COLUMNA 3  | 18/09/15                    | 10:00 a.m.                 | 844          |
| AG15000817 | 4ADCOS4           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA YANAHUARA/ AREQUIPA/ AREQUIPA          | SALIDA DE COLUMNA 4  | 18/09/15                    | 10:00 a.m.                 | 1860         |
| AG15000818 | 4ADCOS5           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA YANAHUARA/ AREQUIPA/ AREQUIPA          | SALIDA DE COLUMNA 5  | 18/09/15                    | 10:00 a.m.                 | 1260         |
| AG15000819 | 4ADCOS6           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA YANAHUARA/ AREQUIPA/ AREQUIPA          | SALIDA DE COLUMNA 6  | 18/09/15                    | 10:00 a.m.                 | 1728         |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 19474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.

Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-05160

Pág: 1/1


#### Hoja de datos

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: Calle Talara 200 Urb. San Martín de Socabaya - Arequipa  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Proyecto: TESIS  
Nro de muestras: 4  
Toma de muestra realizado por: Cliente: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Registro de muestreo: 206-15  
Fecha de recepción: 07/09/2015  
Fecha de ensayo: 07/09/2015  
Fecha de emisión: 10/09/2015  
Condiciones de recepción de la muestra: Muestras debidamente conservadas  
Observaciones: Datos proporcionados por el cliente

#### Método de ensayo aplicado

\*826 ASTM D 1687 - 02 Método de ensayo estándar para cromo en agua por Absorción Atómica

| Cod Int. # | Nombre de muestra | Matriz de la muestra                     | Lugar de muestreo  | Punto de muestreo y/o coordenadas UTM Este / Norte | Fecha de inicio de muestreo | Hora de inicio de muestreo | *826 Cr mg/L |
|------------|-------------------|--|--|--|-----------------------------|----------------------------|--------------|
| AG15000779 | 3ADCOS2           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 03/09/15                    | 09:00 a.m.                 | 1904         |
| AG15000780 | 3ADCOS4           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 03/09/15                    | 09:00 a.m.                 | 1680         |
| AG15000781 | 3ADCOS6           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 03/09/15                    | 09:00 a.m.                 | 1328         |
| AG15000782 | 3ADCOE1           | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 03/09/15                    | 09:00 a.m.                 | 2072         |

  
Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Omar A. Juárez Soto  
Gerente de Operaciones  
M. Sc. Ingeniero Químico CIP 114426

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-05064

Fecha de emisión: 08/09/2015

Pág.: 1/1

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: CALLE TALARA 200 SAN MARTIN DE SOCABAYA AREQUIPA  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Recepción: 07/09/2015  
Realización: 07/09/2015

**Método de ensayo aplicado**

\*910 Método de Ensayo para Cromo total por absorción atómica en solución acida

| Muestra #  | Nombre de muestra | Descrip. de muestra | Procedencia de la muestra       | 910 Cr mg/L |
|------------|-------------------|---------------------|---------------------------------|-------------|
| SS15001445 | 2DECOS2           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 8,05        |
| SS15001447 | 2DECOS4           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 12,20       |
| SS15001448 | 2DECOS6           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 28,85       |
| SS15001449 | 3DECOS2           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 24,70       |
| SS15001450 | 3DECOS4           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 9,25        |
| SS15001451 | 3DECOS6           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 10,85       |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 19474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-05159

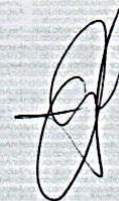
Hoja de resultados

10/09/2015

Pág.: 4/4

MT=metales totales

| Código Interno # | Nombre de Muestra | *3002 Se MT mg/L | *3002 SiO <sub>2</sub> MT mg/L | *3002 Sn MT mg/L | *3002 Sr MT mg/L | *3002 Ti MT mg/L | *3002 Tl MT mg/L | *3002 V MT mg/L | *3002 Zn MT mg/L | *826 Cr mg/L | *860 DQO mg O <sub>2</sub> /L |
|------------------|-------------------|------------------|--------------------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|-----------------|------------------|--------------|-------------------------------|
| AG15000765       | 2 ADCO S1         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 1500         | ----                          |
| AG15000766       | 2 ADCO S2         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 1480         | ----                          |
| AG15000767       | 2 ADCO S3         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 1232         | ----                          |
| AG15000768       | 2 ADCO S4         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 1072         | ----                          |
| AG15000769       | 2 ADCO S5         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 840          | ----                          |
| AG15000770       | 2 ADCO S6         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 1212         | ----                          |
| AG15000772       | 1 ADCO S2         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 1016         | ----                          |
| AG15000773       | 1 ADCO S4         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 424          | ----                          |
| AG15000774       | 1 ADCO S6         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | 728          | ----                          |
| AG15000775       | 2 ADCO E1         | *<0,002          | 33,80                          | *<0,00085        | 3,683            | 0,26742          | 0,4970           | *<0,00014       | 1,210            | ----         | ----                          |
| AG15000776       | 2 ADCO S6         | *<0,002          | 35,92                          | *<0,00085        | 3,607            | 0,20158          | 0,3801           | *<0,00014       | 0,7506           | ----         | ----                          |
| AG15000777       | 2 ADCO S6         | ----             | ----                           | ----             | ----             | ----             | ----             | ----            | ----             | ----         | >10000                        |



Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Omar A. Juárez Soto  
Gerente de Operaciones  
M. Sc. Ingeniero Químico CIP 114426

\*<Valor numérico = Límite de detección del método, \*\*<Valor Numérico = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.

Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.





# Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

## INFORME DE ENSAYO LAS-15-05159

Hoja de resultados

10/09/2015

Pág.: 3/4

MT=metales totales

| Código Interno # | Nombre de Muestra | *3002 Fe MT mg/L | *3002 K MT mg/L | *3002 Li MT mg/L | *3002 Mg MT mg/L | *3002 Mn MT mg/L | *3002 Mo MT mg/L | *3002 Na MT mg/L | *3002 Ni MT mg/L | *3002 P MT mg/L | *3002 Pb MT mg/L | *3002 Sb MT mg/L |
|------------------|-------------------|------------------|-----------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|-----------------|------------------|------------------|
| AG15000765       | 2 ADCO S1         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000766       | 2 ADCO S2         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000767       | 2 ADCO S3         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000768       | 2 ADCO S4         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000769       | 2 ADCO S5         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000770       | 2 ADCO S6         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000772       | 1 ADCO S2         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000773       | 1 ADCO S4         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000774       | 1 ADCO S6         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |
| AG15000775       | 2 ADCO E1         | 10,2             | >250            | 4,5753           | >250             | 0,83198          | *<0,00038        | >1250            | 0,20786          | 18,43           | 0,0037           | 2,9933           |
| AG15000776       | 2 ADCO S6         | 4,95             | >250            | 4,0185           | >250             | 1,4189           | *<0,00038        | >1250            | 0,15764          | 71,03           | 0,0121           | 2,3710           |
| AG15000777       | 2 ADCO S6         | ---              | ---             | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---              | ---             | ---              | ---              |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Omar A. Juárez Soto  
Gerente de Operaciones  
M. Sc. Ingeniero Químico CIP 114426

\*<Valor numérico = Límite de detección del método, \*\*<Valor Numérico = Límite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



# Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

## INFORME DE ENSAYO LAS-15-05159

Hoja de resultados

10/09/2015

Pág.: 2/4

MT=metales totales

| Código Interno # | Nombre de Muestra | *3002 Ag MT mg/L | *3002 Al MT mg/L | *3002 B MT mg/L | *3002 Ba MT mg/L | *3002 Be MT mg/L | *3002 Ca MT mg/L | *3002 Cd MT mg/L | *3002 Co MT mg/L | *3002 Cr MT mg/L | *3002 Cu MT mg/L |
|------------------|-------------------|------------------|------------------|-----------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| AG15000765       | 2 ADCO S1         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000766       | 2 ADCO S2         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000767       | 2 ADCO S3         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000768       | 2 ADCO S4         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000769       | 2 ADCO S5         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000770       | 2 ADCO S6         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000772       | 1 ADCO S2         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000773       | 1 ADCO S4         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000774       | 1 ADCO S6         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |
| AG15000775       | 2 ADCO E1         | 0,0074           | 0,902            | >250            | 0,53154          | *<0,000079       | >250             | 0,00414          | *<0,000094       | >50              | 0,0242           |
| AG15000776       | 2 ADCO S6         | 0,0064           | 0,251            | >250            | 0,45086          | *<0,000079       | >250             | 0,00335          | *<0,000094       | >50              | 0,1299           |
| AG15000777       | 2 ADCO S6         | ----             | ----             | ----            | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             | ----             |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Omar A. Juárez Soto  
Gerente de Operaciones  
M. Sc. Ingeniero Químico CIP 114426

\*<Valor numérico\* = Limite de detección del método, \*\*<Valor Numérico\*\* = Limite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-05159

Pág: 1/4

#### Hoja de datos

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: Calle Talara 200 Urb. San Martín de Socabaya - Arequipa  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Proyecto: TESIS  
Nro de muestras: 12  
Toma de muestra realizado por: Cliente: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Registro de muestreo: 204-15  
Fecha de recepción: 05/09/2015  
Fecha de ensayo: 05/09/2015  
Fecha de emisión: 10/09/2015  
Condiciones de recepción de la muestra: Muestras debidamente conservadas  
Observaciones: Datos proporcionados por el cliente

#### Método de ensayo aplicado

\*3002 EPA 200.7 Determinación de metales y elementos traza en agua y aguas residuales por ICP -AES, Revisión 4.4.

\*826 ASTM D 1687 - 02 Método de ensayo estándar para cromo en agua por Absorción Atómica

\*860 Ensayo de demanda química de oxígeno en aguas DQO SMEWW. 22 th Ed.5220-COD Part.D. Closed reflux, Colorimetric Method.

| Cod Int. # | Nombre de muestra | Matriz de la muestra                     | Lugar de muestreo  | Punto de muestreo y/o coordenadas UTM Este / Norte | Fecha de inicio de muestreo | Hora de inicio de muestreo |
|------------|-------------------|--|--|--|-----------------------------|----------------------------|
| AG15000765 | 2 ADCO S1         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000766 | 2 ADCO S2         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000767 | 2 ADCO S3         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000768 | 2 ADCO S4         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000769 | 2 ADCO S5         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000770 | 2 ADCO S6         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000772 | 1 ADCO S2         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 07/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000773 | 1 ADCO S4         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 07/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000774 | 1 ADCO S6         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 07/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000775 | 2 ADCO E1         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000776 | 2 ADCO S6         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:00 a.m.                 |
| AG15000777 | 2 ADCO S6         | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO                                  | 31/08/15                    | 10:20 a.m.                 |

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificación del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Miguel Juárez Soto  
M. Sc. Ingeniero Químico CIP 114426



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-04356

Fecha de emisión: 08/08/2015

Pág.: 1/1

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: CALLE TALARA 200 SAN MARTIN DE SOCABAYA AREQUIPA  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Recepción: 08/08/2015  
Realización: 08/08/2015

**Método de ensayo aplicado**

\*910 Método de Ensayo para Cromo total por absorción atómica en solución acida

| Muestra<br># | Nombre de muestra | Descrip. de muestra | Procedencia de la muestra       | 910<br>Cr<br>mg/L |
|--------------|-------------------|---------------------|---------------------------------|-------------------|
| SS15001234   | EDTACR6D3         | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 54,70             |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 19474

<sup>a</sup><Valor numérico> = Límite de detección del método, <sup>b</sup><Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-04057

Fecha de emisión: 05/08/2015

Pág.: 1/1

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: CALLE TALARA 200 SAN MARTIN DE SOCABAYA AREQUIPA  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Recepción: 04/08/2015  
Realización: 04/08/2015

**Método de ensayo aplicado**

\*910 Método de Ensayo para Cromo total por absorción atómica en solución acida

| Muestra #  | Nombre de muestra | Descrip. de muestra | Procedencia de la muestra       | 910 Cr mg/L |
|------------|-------------------|---------------------|---------------------------------|-------------|
| SS15001195 | EDTA D2           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 6,41        |
| SS15001196 | NAACL D2          | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 0,74        |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 19474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método. \*\*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-040004

Fecha de emisión: 03/08/2015

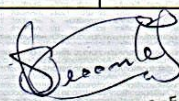
Pág.: 1/1

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: CALLE TALARÁ 200 SAN MARIN DE SOCABAYA AREQUIPA  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Recepción: 01/08/2015  
Realización: 01/08/2015

**Método de ensayo aplicado**

\*910 Método de Ensayo para Cromo total por absorción atómica en solución ácida

| Muestra<br># | Nombre de muestra | Descrip. de muestra | Procedencia de la muestra       | 910 Cr<br>mg/L |
|--------------|-------------------|---------------------|---------------------------------|----------------|
| SS15001178   | N2DT              | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 4,84           |
| SS15001179   | M2DT              | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 1,00           |
| SS15001180   | H2DT              | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 2,53           |

  
Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 19474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*\*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.

Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-03890

Fecha de emisión: 24/07/2015

Pág.: 1/1

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Dirección: CALLE TALARA 200 SAN MARIN DE SOCABAYA AREQUIPA  
Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
Recepción: 24/07/2015  
Realización: 24/07/2015

**Método de ensayo aplicado**

\*910 Método de Ensayo para Cromo total por absorción atómica en solución acida

| Muestra #  | Nombre de muestra | Descrip. de muestra | Procedencia de la muestra       | 910 Cr mg/L |
|------------|-------------------|---------------------|---------------------------------|-------------|
| SS15001145 | SDP DE3           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 54,80       |
| SS15001147 | SDP DE6           | Solucion            | No proporcionado por el cliente | 77,20       |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 19474

"<Valor numérico" = Límite de detección del método; "<Valor Numérico" = Límite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.



## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-04390

Hoja de resultados

11/08/2015

Pág.: 2/2

| Código Interno # | Nombre de Muestra | *826 Cr mg/L | *827 Cr VI mg/L | *860 DQO mg O2/L |
|------------------|-------------------|--------------|-----------------|------------------|
| AG15000603       | ARC 3             | 3608         | 3248            | >10000           |



Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Inq. Química CIP 19474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método. \*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.  
Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.





## Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado  
Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

### INFORME DE ENSAYO LAS-15-04390

Pág: 1/2

#### Hoja de datos

Señores: MIGUEL MEDINA DELGADO  
 Dirección: Calle Talara 200 Urb . San Martin de Socabaya - Arequipa  
 Atención: MIGUEL MEDINA DELGADO  
 Proyecto: TESIS  
 Nro de muestras: 1  
 Toma de muestra realizado por: Cliente: Miguel medina delgado  
 Registro de muestreo: 171-15  
 Fecha de recepción: 07/07/2015  
 Fecha de ensayo: 07/07/2015  
 Fecha de emisión: 11/08/2015  
 Condiciones de recepción de la muestra: Muestras debidamente conservadas  
 Observaciones : Datos proporcionados por el cliente

#### Método de ensayo aplicado

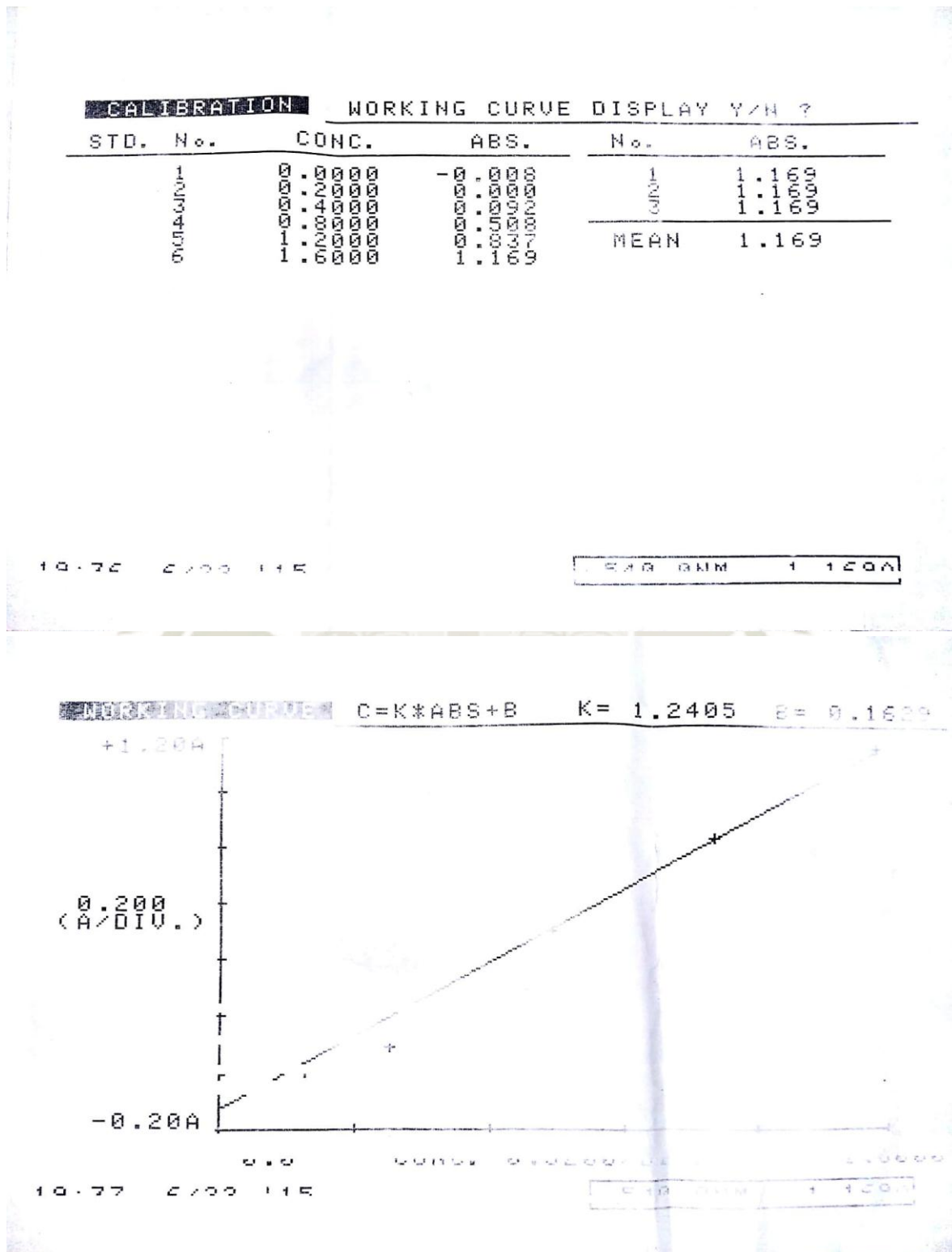
\*826 ASTM D 1687 - 02 Método de ensayo estándar para cromo en agua por Absorción Atómica  
 \*827 Método de Ensayo para Cromo VI fotometría en agua  
 \*860 Ensayo de demanda química de oxígeno en aguas DQO SMEWW. 22 th Ed.5220-COD Part.D. Closed reflux. Colorimetric Method.

| Cod Int. # | Nombre de muestra | Matriz de la muestra                     | Lugar de muestreo  | Punto de muestreo y/o coordenadas<br>Coordenadas UTM<br>Este / Norte | Fecha de inicio de muestreo | Hora de inicio de muestreo |
|------------|-------------------|--|--|--|-----------------------------|----------------------------|
| AG15000603 | ARC 3             | Agua Residual - Agua Residual Industrial | LOTE B14 PARQUE INDUSTRIAL DE RIO SECO/ CERRO COLORADO/ AREQUIPA/ AREQUIPA | TAMBOR DE CURTIDO  | 07/08/15                    | 10:00 a.m.                 |

Laboratorios Analíticos del Sur E.I.R.L.  
Sixto Vicente Juárez Neira  
Gerente General  
Ing. Químico CIP 13474

\*<Valor numérico> = Límite de detección del método, \*<Valor Numérico> = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada.  
 Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el contenido del presente documento lo anula.

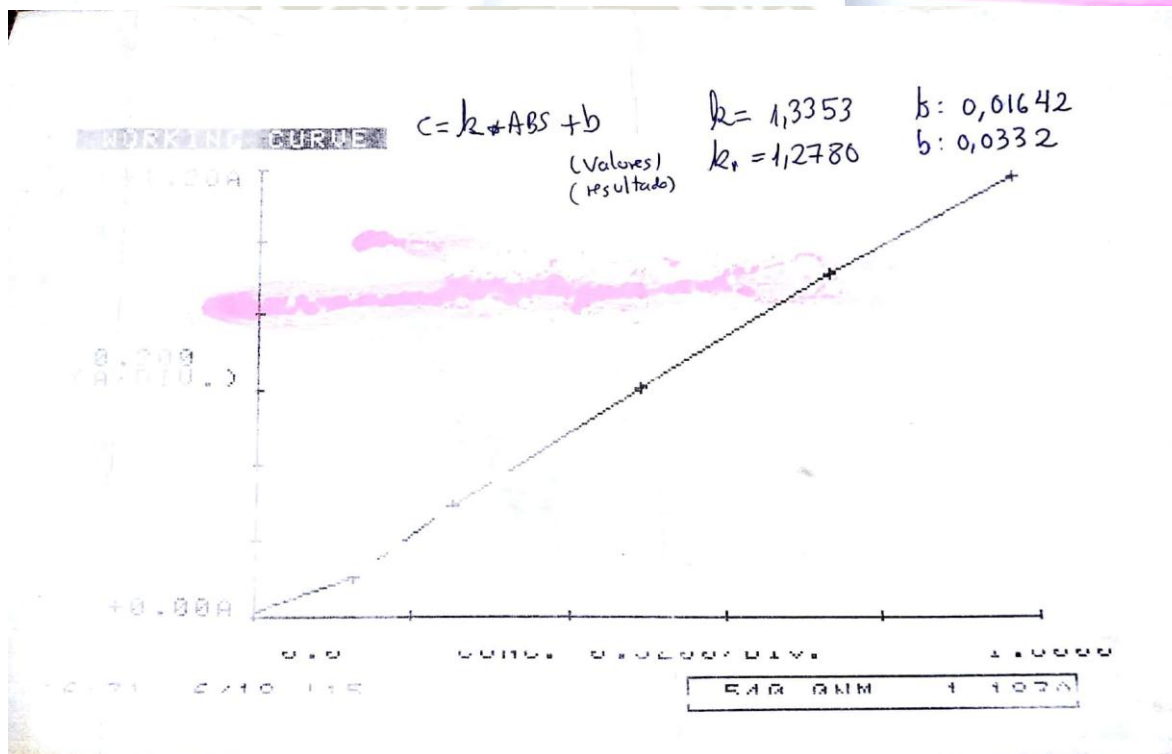


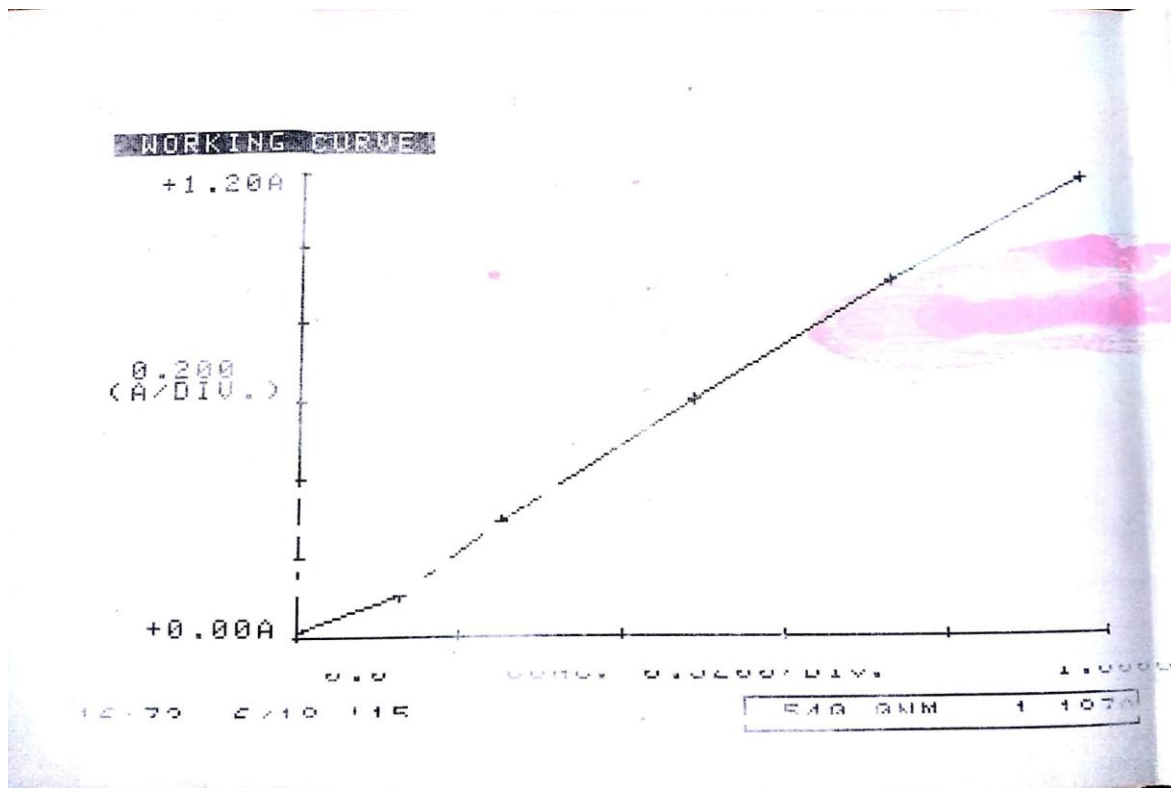
QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.   | ABS.   | CONC.  | No.  | ABS.   |
|-------|--------|--------|------|--------|
| 1.068 | 0.1193 | 0.0000 | 1    | 0.0000 |
| 1.145 | 0.2433 | 0.0000 | 2    | 0.0000 |
| 1.129 | 0.2258 | 0.0000 | 3    | 0.0000 |
| 1.171 | 0.2279 | 0.0000 | 4    | 0.0000 |
|       | 0.2874 | 0.0000 | 5    | 0.0000 |
|       | 0.5678 | 0.0000 | 6    | 0.0000 |
|       | 0.7338 | 0.0000 | 7    | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 8    | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 9    | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 10   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 11   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 12   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 13   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 14   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 15   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 16   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 17   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 18   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 19   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 20   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 21   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 22   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 23   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 24   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 25   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 26   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 27   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 28   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 29   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 30   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 31   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 32   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 33   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 34   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 35   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 36   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 37   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 38   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 39   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 40   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 41   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 42   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 43   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 44   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 45   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 46   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 47   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 48   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 49   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 50   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 51   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 52   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 53   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 54   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 55   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 56   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 57   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 58   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 59   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 60   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 61   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 62   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 63   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 64   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 65   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 66   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 67   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 68   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 69   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 70   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 71   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 72   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 73   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 74   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 75   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 76   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 77   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 78   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 79   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 80   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 81   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 82   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 83   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 84   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 85   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 86   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 87   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 88   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 89   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 90   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 91   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 92   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 93   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 94   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 95   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 96   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 97   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 98   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 99   | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | 100  | 0.0000 |
|       |        | 0.0000 | MEAN | 0.540  |

mal 5  
ce

EAR GMM 1 1070





\*\* QUANTITATIVE ANALYSIS \*\*

| No. | ABS.  | CONC.  |
|-----|-------|--------|
| 1   | 0.371 | 0.5106 |
| 2   | 0.357 | 0.4908 |
| 3   | 0.326 | 0.4472 |
| 4   | 0.335 | 0.4614 |
| 5   | 0.316 | 0.4327 |
| 6   | 0.308 | 0.4225 |

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.      | ABS.  | CONC.  | No.   | ABS.  |
|----------|-------|--------|-------|-------|
| 00040001 | 0.371 | 0.5106 | 1     | 0.371 |
| 00000000 | 0.357 | 0.4908 | 0.000 | 0.000 |
| 00000000 | 0.326 | 0.4472 | 0.000 | 0.000 |
| 00000000 | 0.335 | 0.4614 | 0.000 | 0.000 |
| 00000000 | 0.316 | 0.4327 | 0.000 | 0.000 |
| 00000000 | 0.308 | 0.4225 | 0.000 | 0.000 |
|          |       |        | MEAN  | 0.308 |

17.54 0/20 115

540 0NM 0 700A

| QUANT. |        | SET SAMPLE, PRESS START KEY |     |        |  |
|--------|--------|-----------------------------|-----|--------|--|
| No.    | ABS.   | CONC.                       | No. | ABS.   |  |
| 1      | 0.2733 |                             | 1   | 0.1766 |  |
| 1      | 0.2576 |                             | 1   | 0.1766 |  |
| 1      | 0.2627 |                             | 1   | 0.1766 |  |
| 1      | 0.2627 |                             | 1   | 0.1766 |  |
| 1      | 0.2432 |                             | 1   | 0.1766 |  |
| 1      | 0.2386 |                             | 1   | 0.1766 |  |
| 10.06  | 0.728  | 1.15                        |     |        |  |
|        |        | 540 GUM                     |     | 0.0046 |  |

\*\* QUANTITATIVE ANALYSIS \*\*

| No. | ABS.  | CONC.  |
|-----|-------|--------|
|     | 0.846 | 1.1716 |

| QUANT. |       | SET SAMPLE, PRESS START KEY |     |        |  |
|--------|-------|-----------------------------|-----|--------|--|
| No.    | ABS.  | CONC.                       | No. | ABS.   |  |
| 1      | 0.846 | 1.1716                      | 1   | 0.0046 |  |
|        |       |                             | 1   | 0.0046 |  |
|        |       |                             | 1   | 0.0046 |  |
|        |       |                             | 1   | 0.0046 |  |
|        |       |                             | 1   | 0.0046 |  |
|        |       |                             | 1   | 0.0046 |  |
| 10.44  | 0.728 | 1.15                        |     |        |  |
|        |       | 540 GUM                     |     | 0.0046 |  |

| CALIBRATION |        |       | SET STD. No. 2 PRESS START KEY |       |
|-------------|--------|-------|--------------------------------|-------|
| STD. No.    | CONC.  | ABS.  | No.                            | ABS.  |
| 1           | 0.0000 | 0.001 | 1                              | 0.001 |
| 2           | 0.0000 |       | 2                              | 0.001 |
| 3           | 0.0000 |       | 3                              | 0.001 |
| MEAN        |        |       | MEAN                           | 0.001 |

10-54 0/00 115

5.10 0.00 0.0010

0.408 (TURKROM) ✓

| QUANT. |       |         | SET SAMPLE, PRESS START KEY |       |
|--------|-------|---------|-----------------------------|-------|
| No.    | ABS.  | CONC.   | No.                         | ABS.  |
| 1      | 0.001 | -0.0046 | 1                           | 0.410 |
| 2      | 0.001 | -0.0084 | 2                           | 0.407 |
| 3      | 0.034 | 0.0411  | 3                           | 0.408 |
| MEAN   |       |         | MEAN                        | 0.408 |

0.5621

10-00 0/00 115

5.10 0.00 0

SATCR3 (ARC DILUIDA) ✓

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.  | ABS.   | CONC.  | No.  | ABS.   |
|------|--------|--------|------|--------|
| 1    | 0.0001 | 0.0001 | 1    | 0.2263 |
| 2    | 0.0001 | 0.0001 | 2    | 0.2263 |
| 3    | 0.0001 | 0.0001 | 3    | 0.2263 |
| 4    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 5    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 6    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 7    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 8    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 9    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 10   | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| MEAN |        |        | MEAN | 0.2263 |

0.3595

1

10.00 2.263 115

510 QUM 0.2263

Dorona de G III EDTA (9)

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.  | ABS.   | CONC.  | No.  | ABS.   |
|------|--------|--------|------|--------|
| 1    | 0.0001 | 0.0001 | 1    | 0.3004 |
| 2    | 0.0001 | 0.0001 | 2    | 0.3004 |
| 3    | 0.0001 | 0.0001 | 3    | 0.3005 |
| 4    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 5    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 6    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 7    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 8    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| 9    | 0.0001 | 0.0001 |      |        |
| MEAN |        |        | MEAN | 0.3004 |

1.304

1

10.00 2.300 115

510 QUM 0.3004







SATCRG(2) ✓

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.   |
|-----|-------|--------|------|--------|
| 1   | 0.225 | 0.3062 | 1    | 0.2225 |
|     |       |        | 2    | 0.2225 |
|     |       |        | 3    | 0.2225 |
|     |       |        | MEAN | 0.225  |

CONC. 0.3062  
ABS. 1.225  
No

15.00 7/27 115

5.10 QMM 0.2250

SATCRG(6) ✓

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.225 | 0.3062 | 1    | 0.196 |
| 2   | 0.196 | 0.2661 | 2    | 0.196 |
|     |       |        | 3    | 0.197 |
|     |       |        | MEAN | 0.196 |

0.2661  
1.196

15.11 7/27 115

5.10 QMM 0.1960



LG VI

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.   | No.  | ABS.  |
|-----|--------|---------|------|-------|
| 1   | 0.2225 | 0.3062  | 1    | 0.002 |
| 2   | 0.1966 | 0.2661  | 2    | 0.000 |
| 3   | 0.001  | -0.0056 | 3    | 0.000 |
|     |        |         | MEAN | 0.001 |

-0.0056

0.001

15.14 7/27 115

540 000 00 0000

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.   | No.  | ABS.  |
|-----|--------|---------|------|-------|
| 1   | 0.2225 | 0.3062  | 1    | 0.002 |
| 2   | 0.1966 | 0.2661  | 2    | 0.013 |
| 3   | 0.001  | -0.0056 | 3    | 0.002 |
| 4   | 0.001  | -0.0056 |      |       |
| 5   | 0.006  | 0.0011  | MEAN | 0.006 |

0.0011

0.006

SATMIXSG ← 0146101

Desosión de GVI (Acóben de GVI)  
 (BOESGVI)

Analisis de G(VI)

15.10 7/27 115

540 000 00 0000



QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.   | No.  | ABS.   |
|-----|--------|---------|------|--------|
| 1   | 0.225  | 0.3062  | 1    | -0.001 |
| 2   | 0.196  | 0.2661  | 2    | 0.000  |
| 3   | 0.001  | -0.0056 | 3    | -0.001 |
| 4   | 0.001  | -0.0058 |      |        |
| 5   | 0.006  | -0.0011 |      |        |
| 6   | -0.000 | -0.0074 | MEAN | -0.000 |

SI blanco

-0.0074  
-3.000

15.10 7/27 115

540 0.00 0.001

SATCR316) ✓

\*\* STATISTICAL ANALYSIS \*\*

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.   | No.  | ABS.  |
|-----|-------|---------|------|-------|
| 1   | 0.001 | -0.0046 | 1    | 0.001 |
| 2   |       |         | 2    | 0.003 |
| 3   |       |         | 3    | 0.000 |
|     |       |         | MEAN | 0.001 |

No. ABS. CONC.  
1.001 -0.0046

15.10 7/27 115

540 0.00 0.000

SAT MIX 3 & 6 - Cromo total ✓

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.    | CONC.    | No.  | ABS.  |
|-----|---------|----------|------|-------|
|     | -0.0001 | -0.00046 | 1    | 0.034 |
|     | 0.0001  | 0.00084  | 2    | 0.034 |
|     | 0.034   | 0.0411   | 3    | 0.034 |
|     |         |          | MEAN | 0.034 |

-1.001 -0.0084  
1.034 0.0411

3 ← color  
1 → color  
SAT MIX 3 & 6

10.00 7.27 115

5.10 0.00 0.0340

Preparación de Cr III con EDTA

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.   | ABS.    | CONC.    | No.  | ABS.  |
|-------|---------|----------|------|-------|
| 40001 | -0.0001 | -0.00046 | 1    | 0.453 |
|       | 0.0001  | 0.00084  | 2    | 0.453 |
|       | 0.034   | 0.0411   | 3    | 0.453 |
|       | 0.453   | 0.0234   | MEAN | 0.453 |

0.6234  
1.453

10.04 7.27 115

5.10 0.00 0.4530



*Desviación de la VI EDTA*

**QUANT.** SET SAMPLE, PRESS START KEY

0.4579

1.334

| No. | ABS.    | CONC.    | No.  | ABS.   |
|-----|---------|----------|------|--------|
| 1   | 0.0001  | -0.00046 | 1    | 0.0005 |
| 2   | -0.0001 | -0.00044 | 2    | 0.0005 |
| 3   | 0.0034  | 0.00411  | 3    | 0.0005 |
| 4   | 0.4034  | 0.62344  |      |        |
| 5   | 0.3334  | 0.45799  | MEAN | 0.334  |

10.05 7/27 115

540 000 0 7370

*SAT CR3 (2)*

**QUANT.** SET SAMPLE, PRESS START KEY

0.0005

1.005

| No. | ABS.    | CONC.    | No.  | ABS.   |
|-----|---------|----------|------|--------|
| 1   | 0.0001  | -0.00046 | 1    | 0.0005 |
| 2   | -0.0001 | -0.00044 | 2    | 0.0005 |
| 3   | 0.0034  | 0.00411  | 3    | 0.0005 |
| 4   | 0.4034  | 0.62344  |      |        |
| 5   | 0.3334  | 0.45799  | MEAN | 0.005  |
| 6   | 0.0005  | 0.00005  |      |        |

10.17 7/27 115

540 000 0 0050



Cuero N° 1

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 2.132 | 2.9627 | 1    | 2.133 |
|     |       |        | 2    | 2.132 |
|     |       |        | 3    | 2.132 |
|     |       |        | MEAN | 2.132 |

\*\* STATISTICAL ANALYSIS \*\*

No. ABS. CONC.

2.132 2.9627

00-14 0/10 115

540 000 2 1320

Cuero N° 2

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 2.132 | 2.9627 | 1    | 2.029 |
| 2   | 2.029 | 2.8188 | 2    | 2.029 |
|     |       |        | 3    | 2.029 |
|     |       |        | MEAN | 2.029 |

2.8188 2.029

00-15 0/10 115

540 000 2 0290



QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.553 | 0.7633 | 1    | 0.553 |
|     |       |        | 2    | 0.553 |
|     |       |        | 3    | 0.553 |
|     |       |        | MEAN | 0.553 |

$C = 1,3925 * 0,553 - 0,0067$   
 $C = 0,763352$   
 $[a] = \frac{0,553 * 51}{0,2}$   
 $[a] = 144,65$

10.21 0/07 115 510 0NM 0 5530

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.   | No.  | ABS.   |
|-----|--------|---------|------|--------|
| 1   | -0.553 | -0.7633 | 1    | -0.000 |
| 2   | -0.006 | -0.0145 | 2    | -0.000 |
| 3   | -0.008 | -0.0184 | 3    | -0.000 |
|     |        |         | MEAN | -0.000 |

10.25 0/07 115 510 0NM -0 0000

*Calor Gr. 6*

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.728 | 1.0073 | 1    | 0.728 |
|     |       |        | 2    | 0.728 |
|     |       |        | 3    | 0.729 |
|     |       |        | MEAN | 0.728 |

*leniza post oxidación*  
 $(1,3925)(0,728) - 0,0067$   
 $C_1 = 1,00704 \approx \frac{51,3}{0,4} \rightarrow 129,1528 \text{ ppm}$

\*\* STATISTICAL ANALYSIS \*\*

No. ABS. CONC.  
 1.728 1.0073

0.00 0.00 115

510 000 0.7200

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.030 | 0.0346 | 1    | 0.030 |
|     |       |        | 2    | 0.030 |
|     |       |        | 3    | 0.030 |
|     |       |        | MEAN | 0.030 |

*Sat.*

$(1,3925)(0,030) - 0,0067$   
 $C_1 = 0,035075$   
 $\approx \frac{101}{75}$   
 $= 0,4723 \text{ ppm}$

\*\* STATISTICAL ANALYSIS \*\*

No. ABS. CONC.  
 1.030 0.0346

10.05 0.00 115

510 000 0.0310





QUANT. SET SAMPLE. PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.   | No.  | ABS.   |
|-----|--------|---------|------|--------|
| 1   | 0.0030 | 0.00346 | 1    | 0.0006 |
| 2   | 0.0005 | 0.00005 | 2    | 0.0006 |
|     |        |         | 3    | 0.0003 |
|     |        |         | MEAN | 0.0005 |

0.0005  
0.0005

ZAV

$$0,005 * 0,3925 - 0,00067 = 0,0002625$$

$$\frac{51}{75} = 0,001785 \text{ ppm}$$

10.00 0.007 115

5.00 0.000 -0.0100

CALIBRATION SET STD. No. 2 PRESS START KEY

| STD. No. | CONC.   | ABS.   | No.  | ABS.   |
|----------|---------|--------|------|--------|
| 1        | 0.00000 | -0.011 | 1    | -0.010 |
| 2        | 0.00000 |        | 2    | -0.011 |
| 3        | 0.00000 |        | 3    | -0.012 |
| 4        | 0.00000 |        | MEAN | -0.011 |
| 5        | 0.00000 |        |      |        |
| 6        | 0.00000 |        |      |        |
| 7        | 0.00000 |        |      |        |
| 8        | 0.00000 |        |      |        |
| 9        | 0.00000 |        |      |        |
| 10       | 0.00000 |        |      |        |

11.41 0.000 115

5.00 0.000 -0.0100

| CALIBRATION   |         |        | SET STD.No. 3 | PRESS START KEY |       |
|---|---------|--------|---------------|-----------------|-------|
| STD. No.  | CONC.   | ABS.   | No.           | ABS.            |       |
| 1<br>0.00000<br>0.20000<br>0.40000<br>0.80000<br>1.20000<br>1.60000 | 0.00000 | -0.011 | 1             | 0.141           |       |
|   | 0.20000 | 0.151  | 2             | 0.154           |       |
|   | 0.40000 |        | 3             | 0.158           |       |
|   | 0.80000 |        | MEAN          |                 | 0.151 |
|   | 1.20000 |        |               |                 |       |

11.77 5/70 115

540 0MM -0.0410

| CALIBRATION   |         |        | SET STD.No. 4 | PRESS START KEY |       |
|---|---------|--------|---------------|-----------------|-------|
| STD. No.  | CONC.   | ABS.   | No.           | ABS.            |       |
| 1<br>0.00000<br>0.20000<br>0.40000<br>0.80000<br>1.20000<br>1.60000 | 0.00000 | -0.011 | 1             | 0.296           |       |
|   | 0.20000 | 0.151  | 2             | 0.295           |       |
|   | 0.40000 | 0.295  | 3             | 0.293           |       |
|   | 0.80000 |        | MEAN          |                 | 0.295 |
|   | 1.20000 |        |               |                 |       |

11.74 5/70 115

540 0MM 0.2930



| CALIBRATION |        |        | SET | STD.No. 5 | PRESS START KEY |  |
|-------------|--------|--------|-----|-----------|-----------------|--|
| STD. No.    | CONC.  | ABS.   |     | No.       | ABS.            |  |
| 1           | 0.0000 | -0.011 |     | 1         | 0.599           |  |
| 2           | 0.2000 | 0.151  |     | 2         | 0.598           |  |
| 3           | 0.4000 | 0.295  |     | 3         | 0.598           |  |
| 4           | 0.8000 | 0.598  |     |           |                 |  |
| 5           | 1.2000 |        |     | MEAN      | 0.598           |  |
| 6           | 1.6000 |        |     |           |                 |  |

11-75 2/70 115

540 QMM 0 5070

| CALIBRATION |        |        | SET | STD.No. 6 | PRESS START KEY |  |
|-------------|--------|--------|-----|-----------|-----------------|--|
| STD. No.    | CONC.  | ABS.   |     | No.       | ABS.            |  |
| 1           | 0.0000 | -0.011 |     | 1         | 0.876           |  |
| 2           | 0.2000 | 0.151  |     | 2         | 0.876           |  |
| 3           | 0.4000 | 0.295  |     | 3         | 0.864           |  |
| 4           | 0.8000 | 0.598  |     |           |                 |  |
| 5           | 1.2000 | 0.879  |     | MEAN      | 0.879           |  |
| 6           | 1.6000 |        |     |           |                 |  |

11-77 2/70 115

540 QMM 10 0500

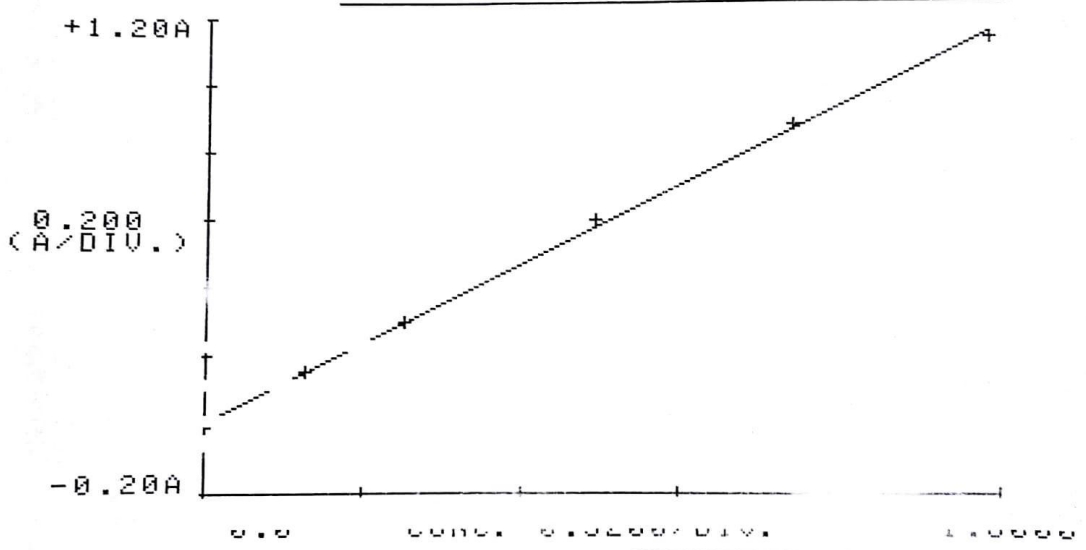
**CALIBRATION** WORKING CURVE DISPLAY Y/N ?

| STD. No. | CONC.   | ABS.   | No.  | ABS.  |
|----------|---------|--------|------|-------|
| 1        | 0.00000 | -0.011 | 1    | 1.133 |
| 2        | 0.20000 | 0.151  | 2    | 1.134 |
| 3        | 0.40000 | 0.291  | 3    | 1.132 |
| 4        | 0.60000 | 0.431  |      |       |
| 5        | 0.80000 | 0.571  |      |       |
| 6        | 1.00000 | 0.711  |      |       |
|          | 1.60000 | 1.133  | MEAN | 1.133 |

11.70 2/70 115

5.10 0MM 1 170A

**WORKING CURVE**  $C=K*ABS+B$   $K= 1.3925$   $B=-0.0067$



11.70 2/70 115

5.10 0MM 1 170A

\*\* STATISTICAL ANALYSIS \*\*

| No. | ABS.   | CONC. |
|-----|--------|-------|
| 1   | 1.5699 |       |
| 1   | 1.4982 |       |
| 1   | 1.4973 |       |
| 1   | 1.4987 |       |

| QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY |          |                   |            |         |
|------------------------------------|----------|-------------------|------------|---------|
| No.                                | ABS.     | CONC.             | No.        | ABS.    |
| 1                                  | 1.140000 | 1.5699            | 1          | 1.00001 |
| 1                                  | 1.000000 | 1.4982            | 1          | 1.00001 |
| 1                                  | 1.000000 | 1.4973            | 1          | 1.00001 |
| 1                                  | 1.000000 | 1.4987            | 1          | 1.00001 |
|                                    |          | $\bar{x} = 1.081$ | MEAN 1.081 |         |

Factor  $\rightarrow 507.023 \text{ ppm}$

11.42 5720 115

-0.0220

-1.011

$n(VI)$   $\pm F$

| QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY |        |         |             |         |
|------------------------------------|--------|---------|-------------|---------|
| No.                                | ABS.   | CONC.   | No.         | ABS.    |
| 1                                  | -0.005 | -0.0141 | 1           | -0.0005 |
|                                    |        |         | 1           | -0.0005 |
|                                    |        |         | 1           | -0.0005 |
|                                    |        |         | MEAN -0.005 |         |

10.52 5720 115



$h(v_i)$

III F

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.    | CONC.   | No.  | ABS.   |
|-----|---------|---------|------|--------|
| 1   | -0.0005 | -0.0141 | 1    | 0.2006 |
| 2   | 0.2004  | 0.2775  | 2    | 0.2003 |
|     |         |         | 3    | 0.2003 |
|     |         |         | MEAN | 0.204  |

0.2775

1.204

10.50 5/70 115

540 000 0.2070

$h(v_i)$

VI F

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.    | CONC.   | No.  | ABS.    |
|-----|---------|---------|------|---------|
| 1   | -0.0005 | -0.0141 | 1    | 0.0002  |
| 2   | 0.2004  | 0.2775  | 2    | -0.0001 |
| 3   | 0.0004  | 0.0005  | 3    | 0.0002  |
| 4   | 0.0001  | 0.0005  | MEAN | 0.001   |

-0.0053

1.001

20.04 5/70 115

540 000 -0.0500



$\alpha(VI)$  VIF

-0.0053

1.001

| QUANT. |        | SET SAMPLE, PRESS START KEY |      |        |  |
|--------|--------|-----------------------------|------|--------|--|
| No.    | ABS.   | CONC.                       | No.  | ABS.   |  |
| 1      | -0.005 | -0.0141                     | 1    | 0.002  |  |
| 2      | 0.004  | 0.0075                      | 2    | -0.001 |  |
| 3      | 0.004  | 0.0075                      | 3    | 0.002  |  |
| 4      | 0.001  | 0.0053                      |      |        |  |
|        |        |                             | MEAN | 0.001  |  |

20.04 2/70 115

540 QM -0.0500

$\alpha(VI)$

I initial

0.5123

1.373

| QUANT. |        | SET SAMPLE, PRESS START KEY |      |       |  |
|--------|--------|-----------------------------|------|-------|--|
| No.    | ABS.   | CONC.                       | No.  | ABS.  |  |
| 1      | -0.005 | -0.0141                     | 1    | 0.372 |  |
| 2      | 0.004  | 0.0075                      | 2    | 0.370 |  |
| 3      | 0.004  | 0.0075                      | 3    | 0.370 |  |
| 4      | 0.001  | 0.0053                      |      |       |  |
|        |        |                             | MEAN | 0.373 |  |

20.07 2/70 115

540 QM -0.0500



$n(VI)$  II inicial

| QUANT. |         | SET SAMPLE, PRESS START KEY |     |        |  |
|--------|---------|-----------------------------|-----|--------|--|
| No.    | ABS.    | CONC.                       | No. | ABS.   |  |
| 1      | -0.0005 | -0.0141                     | 1   | 1.0225 |  |
| 2      | 0.0004  | 0.0072                      | 2   | 1.0224 |  |
| 3      | 0.0004  | 0.0072                      | 3   | 1.0224 |  |
| MEAN   | 1.0224  | 1.4193                      |     |        |  |

1.4193

.024

00.00 2/20 115

510 011 1 0224

31 31

\*\* STATISTICAL ANALYSIS \*\*

| QUANT. |       | SET SAMPLE, PRESS START KEY |     |       |  |
|--------|-------|-----------------------------|-----|-------|--|
| No.    | ABS.  | CONC.                       | No. | ABS.  |  |
| 1      | 0.409 | 0.5633                      | 1   | 0.410 |  |
|        |       |                             | 2   | 0.410 |  |
|        |       |                             | 3   | 0.408 |  |
| MEAN   | 0.409 |                             |     |       |  |

CONC. 0.5633

ABS. 0.409

No.

17.00 7/01 115

510 011 0 4090





3+

0.5194  
1.378  
17.00 7/01 115

| QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY |       |        |      |       |  |
|------------------------------------|-------|--------|------|-------|--|
| No.                                |       |        | ABS. |       |  |
| 1                                  | 0.409 | 0.5633 | 1    | 0.380 |  |
| 2                                  | 0.378 | 0.5194 | 2    | 0.376 |  |
|                                    |       |        | 3    | 0.377 |  |
|                                    |       |        | MEAN | 0.378 |  |

510 QM 0 7670

4)

0.7936  
1.575  
17.11 7/01 115

| QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY |       |        |      |       |  |
|------------------------------------|-------|--------|------|-------|--|
| No.                                |       |        | ABS. |       |  |
| 1                                  | 0.409 | 0.5633 | 1    | 0.574 |  |
| 2                                  | 0.378 | 0.5194 | 2    | 0.569 |  |
| 3                                  | 0.575 | 0.7936 | 3    | 0.581 |  |
|                                    |       |        | MEAN | 0.575 |  |

510 QM 0 5080

47

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.    | ABS.   | CONC.  | No.  | ABS.   |
|--------|--------|--------|------|--------|
| 4WIN-1 | 0.4400 | 0.5633 | 1    | 0.4900 |
|        | 0.0000 | 0.0000 | 2    | 0.4900 |
|        | 0.0000 | 0.0000 | 3    | 0.4900 |
| 4      | 0.4000 | 0.6000 | MEAN | 0.490  |

0.6751  
1.490

17-12 2/01 115

540 QNM 0.4900

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.     | ABS.    | CONC.   | No.  | ABS.    |
|---------|---------|---------|------|---------|
| 04WIN-1 | 0.4400  | 0.5633  | 1    | -0.0005 |
|         | 0.0000  | 0.0000  | 2    | -0.0005 |
|         | 0.0000  | 0.0000  | 3    | -0.0005 |
| 04      | -0.4000 | -0.6000 | MEAN | -0.0005 |

-0.0131  
-0.0005

17-14 2/01 115

540 QNM -0.0005

$h(v)$

VI inicial

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.    | CONC.   | No.  | ABS.   |
|-----|---------|---------|------|--------|
| 1   | -0.0005 | -0.0141 | 1    | -0.002 |
| 2   | 0.0004  | 0.0075  | 2    | -0.002 |
| 3   | 0.0004  | 0.0075  | 3    | -0.002 |
| 4   | 0.0001  | 0.0007  | MEAN | -0.002 |
| 5   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 6   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 7   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 8   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 9   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 10  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 11  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 12  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 13  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 14  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 15  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |

20.49 5/70 115

540 000 -0.0020

con el blanco anterior -

$h(v)$

inicial

V

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.    | CONC.   | No.  | ABS.   |
|-----|---------|---------|------|--------|
| 1   | -0.0005 | -0.0141 | 1    | -0.002 |
| 2   | 0.0004  | 0.0075  | 2    | -0.002 |
| 3   | 0.0004  | 0.0075  | 3    | -0.002 |
| 4   | 0.0001  | 0.0007  | MEAN | -0.002 |
| 5   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 6   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 7   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 8   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 9   | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 10  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 11  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 12  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 13  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 14  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |
| 15  | 0.0001  | 0.0007  |      |        |

20.51 5/70 115

540 000 -0.0020

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.  | No.  | ABS.   |
|-----|--------|--------|------|--------|
| 1   | -0.003 | -0.010 | 1    | -0.002 |
| 2   | -0.001 | -0.007 | 2    | -0.003 |
| 3   | -0.003 | -0.009 | 3    | -0.003 |
| 4   | -0.003 | -0.011 |      |        |
| 5   | -0.002 | -0.007 |      |        |
| 6   | -0.004 | -0.014 |      |        |
| 7   | -0.003 | -0.012 |      |        |
|     |        |        | MEAN | -0.003 |

10.40 7/00 115

540 QMM -0.004

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.  | No.  | ABS.   |
|-----|--------|--------|------|--------|
| 1   | -0.003 | -0.010 | 1    | -0.001 |
| 2   | -0.001 | -0.007 | 2    | -0.003 |
| 3   | -0.003 | -0.009 | 3    | -0.003 |
| 4   | -0.003 | -0.011 |      |        |
| 5   | -0.002 | -0.007 |      |        |
| 6   | -0.004 | -0.014 |      |        |
| 7   | -0.003 | -0.012 |      |        |
|     |        |        | MEAN | -0.002 |

10.40 7/00 115

540 QMM -0.002

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.  | PS.    | CONC.  | No. | ABS.    |
|------|--------|--------|-----|---------|
| 1    | 0.0004 | 0.0013 | 1   | -0.0002 |
| 2    | 0.0004 | 0.0013 | 2   | 0.0001  |
| 3    | 0.0004 | 0.0013 | 3   | -0.0002 |
| MEAN |        |        |     | -0.001  |

10.50 7/00 115

540 QNM -0.0001

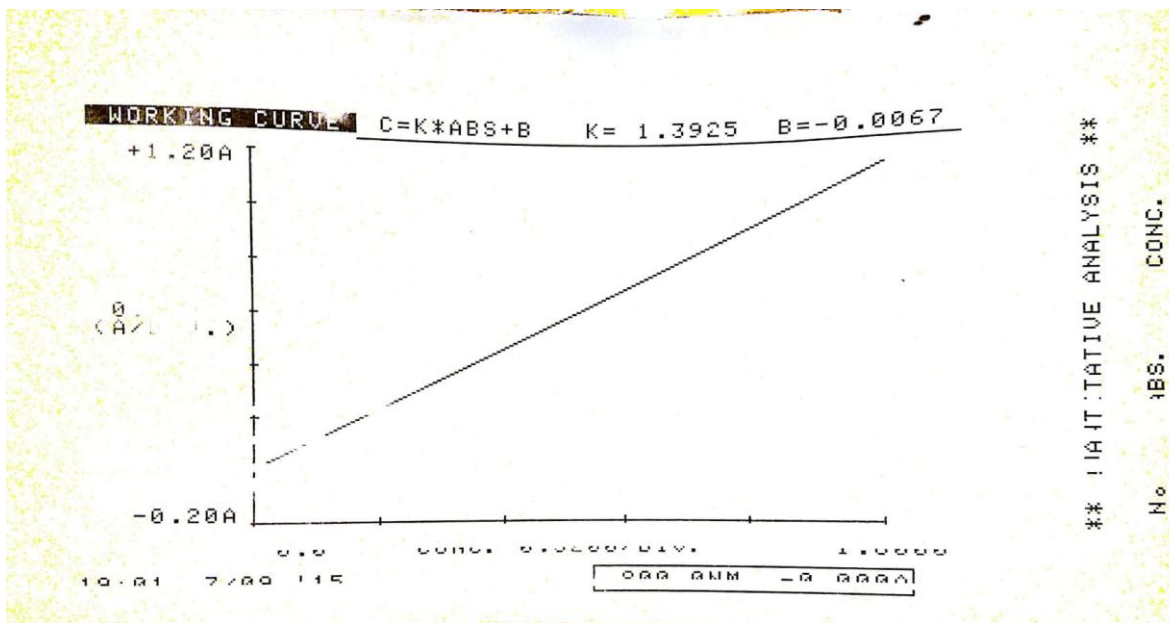
QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.  | ABS.   | CONC.  | No. | ABS.    |
|------|--------|--------|-----|---------|
| 1    | 0.0003 | 0.0010 | 1   | 0.0003  |
| 2    | 0.0001 | 0.0007 | 2   | -0.0001 |
| 3    | 0.0002 | 0.0007 | 3   | 0.0002  |
| MEAN |        |        |     | 0.001   |

10.50 7/00 115

540 QNM -0.0001





QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.   | No.  | ABS.   |
|-----|--------|---------|------|--------|
| 1   | -0.003 | -0.0109 | 1    | -0.003 |
|     |        |         | 3    | -0.003 |
|     |        |         | 3    | -0.003 |
|     |        |         | MEAN | -0.003 |

10-77 7/00 115

000 000 -0 0000

No ABS. CONC.

-1.003 -0.0109

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.    | CONC.    | No.  | ABS.   |
|-----|---------|----------|------|--------|
| 1   | -0.0003 | -0.00109 | 1    | 0.0003 |
| 2   | -0.0001 | -0.00079 | 2    | 0.0003 |
| 3   | 0.0003  | 0.00029  | 3    | 0.0003 |
|     |         |          | MEAN | 0.003  |

10.41 7/00 115

510 QNM -0.0510

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.    | CONC.    | No.  | ABS.   |
|-----|---------|----------|------|--------|
| 1   | -0.0003 | -0.00109 | 1    | 0.0002 |
| 2   | -0.0001 | -0.00079 | 2    | 0.0003 |
| 3   | 0.0003  | 0.00029  | 3    | 0.0003 |
|     |         |          | MEAN | 0.003  |

10.47 7/00 115

510 QNM -0.0510



0.0297

1.026

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No.      | ABS.   | CONC.  | No.  | ABS.   |
|----------|--------|--------|------|--------|
| 014670-1 | 0.0000 | 0.0000 | 1    | 0.0009 |
|          | 0.0000 | 0.0000 | 2    | 0.0021 |
|          | 0.0000 | 0.0000 | 3    | 0.0048 |
|          | 0.0000 | 0.0000 | MEAN | 0.0026 |

10.15 7/00 115

510 QM -0 022A

\*\* QUANTITATIVE ANALYSIS \*\*

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.015 | 0.0146 | 1    | 0.017 |
| 2   | 0.017 | 0.0176 | 2    | 0.010 |
|     |       |        | 3    | 0.017 |
|     |       |        | MEAN | 0.017 |

10.55 7/10 115

510 QM 0 017A

0.0164  
0.017

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.015 | 0.0146 | 1    | 0.017 |
| 2   | 0.017 | 0.0176 | 2    | 0.017 |
| 3   | 0.017 | 0.0164 | 3    | 0.016 |
|     |       |        | MEAN | 0.017 |

16.57 7/10 115

5.10 0.0164

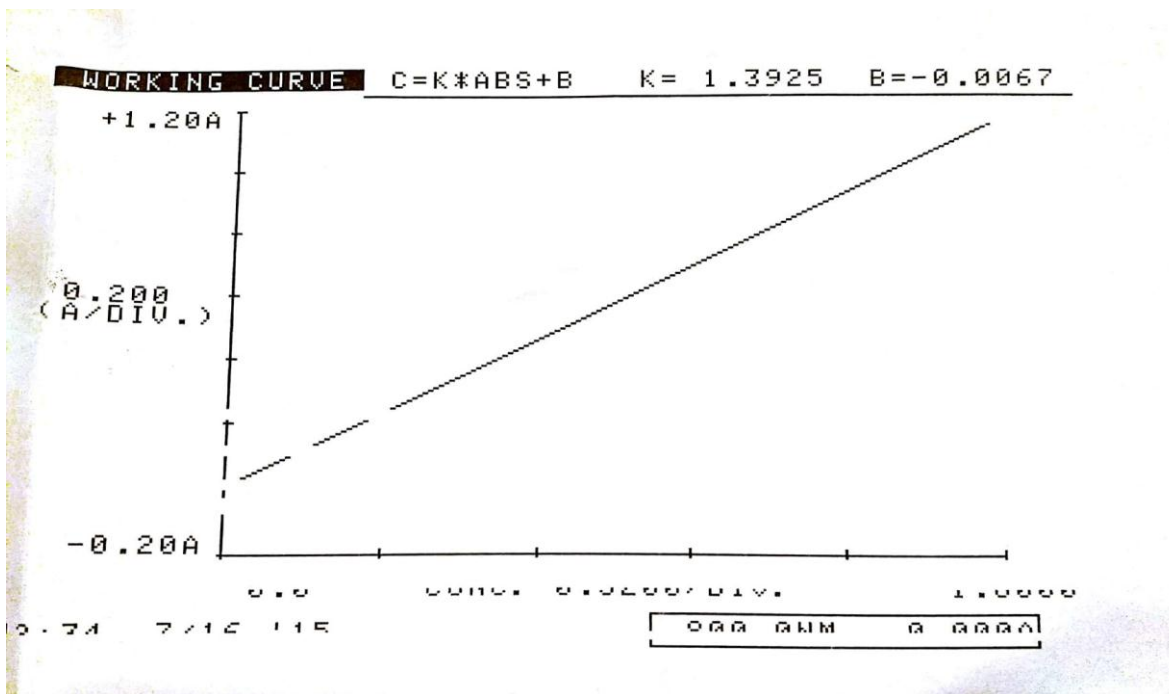
0.0152  
0.016

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.015 | 0.0146 | 1    | 0.016 |
| 2   | 0.017 | 0.0176 | 2    | 0.016 |
| 3   | 0.017 | 0.0164 | 3    | 0.016 |
| 4   | 0.016 | 0.0152 | MEAN | 0.016 |

16.59 7/10 115

5.10 0.0164



*Volumeto = 0,2 ml*  
*Vfinal = 51 ml*

*g(V) i pH2*

**QUANT.** SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.807 | 1.1176 | 1    | 0.807 |
|     |       |        | 3    | 0.807 |
|     |       |        | 3    | 0.808 |
|     |       |        | MEAN | 0.807 |

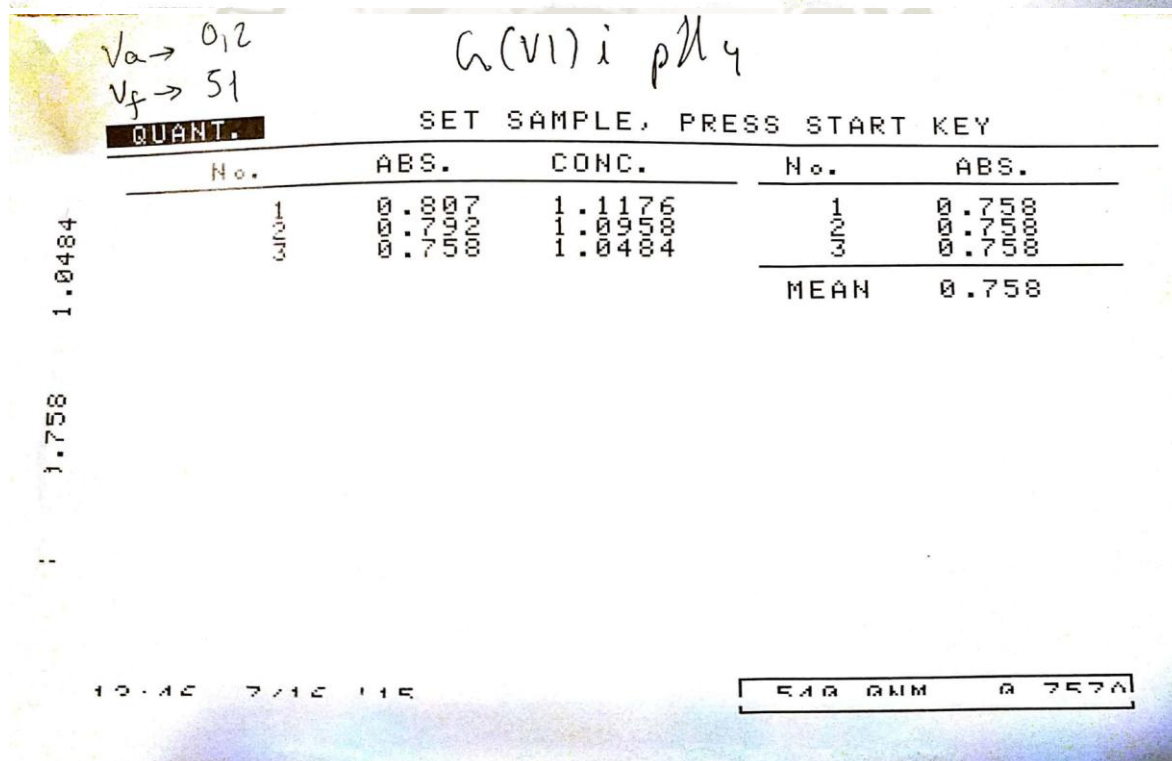
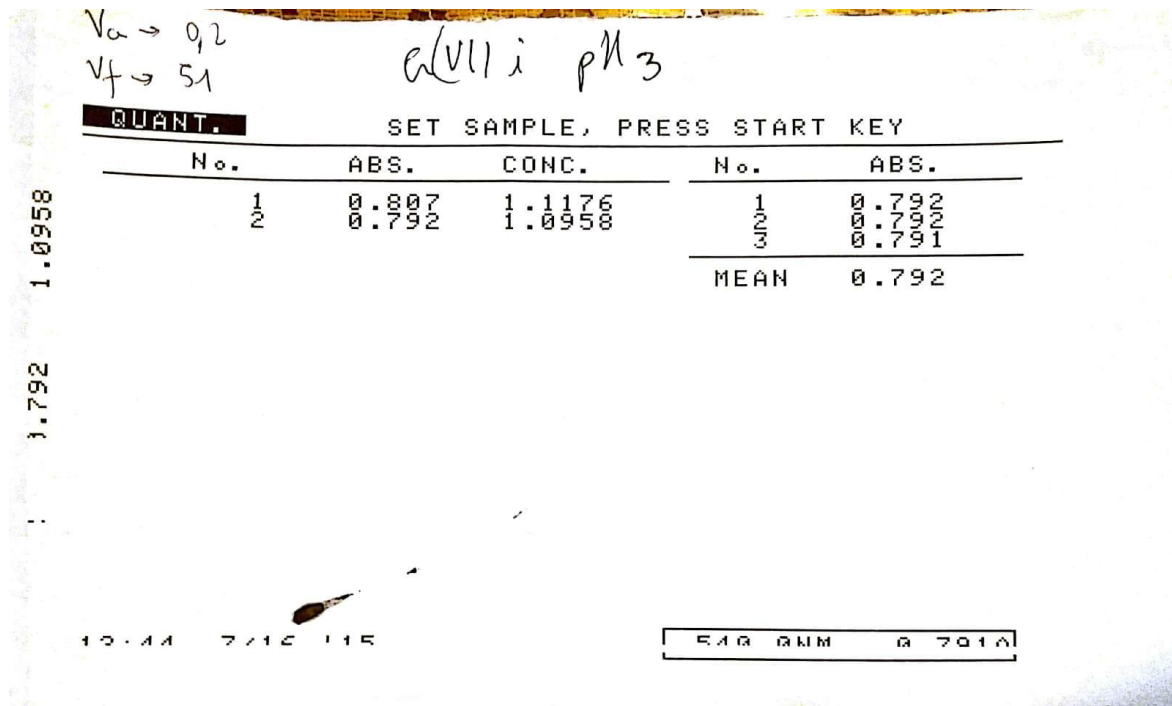
CONC. 1.1176

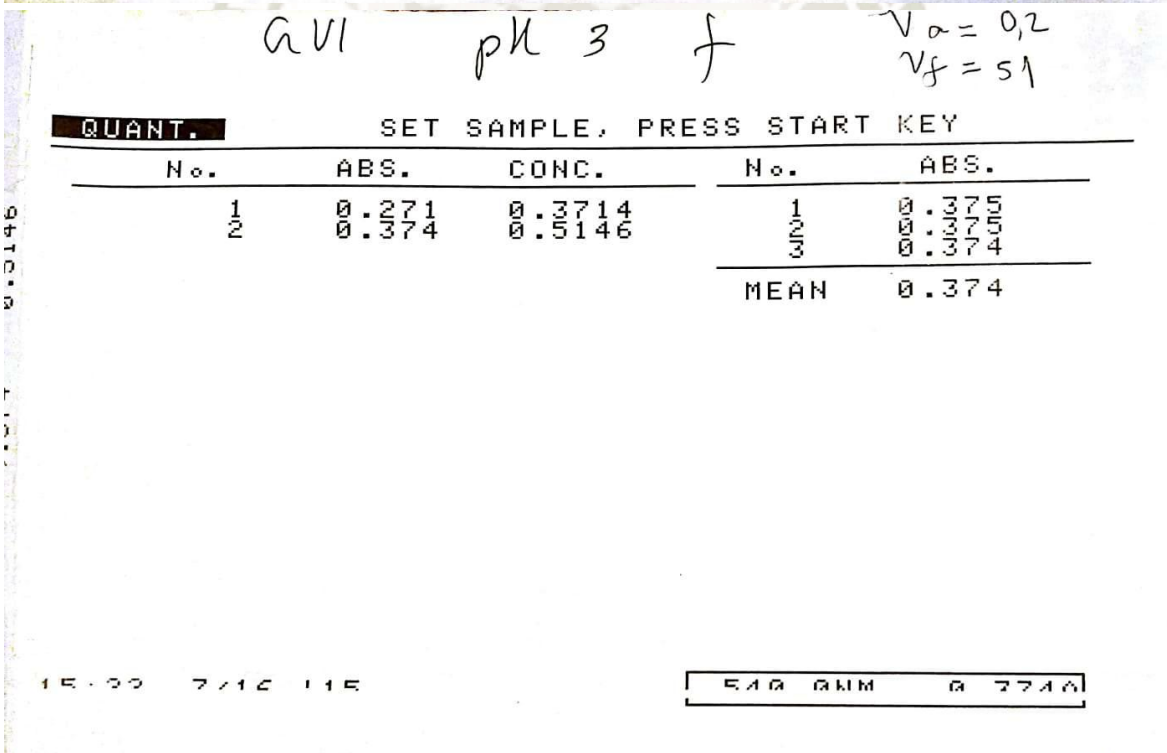
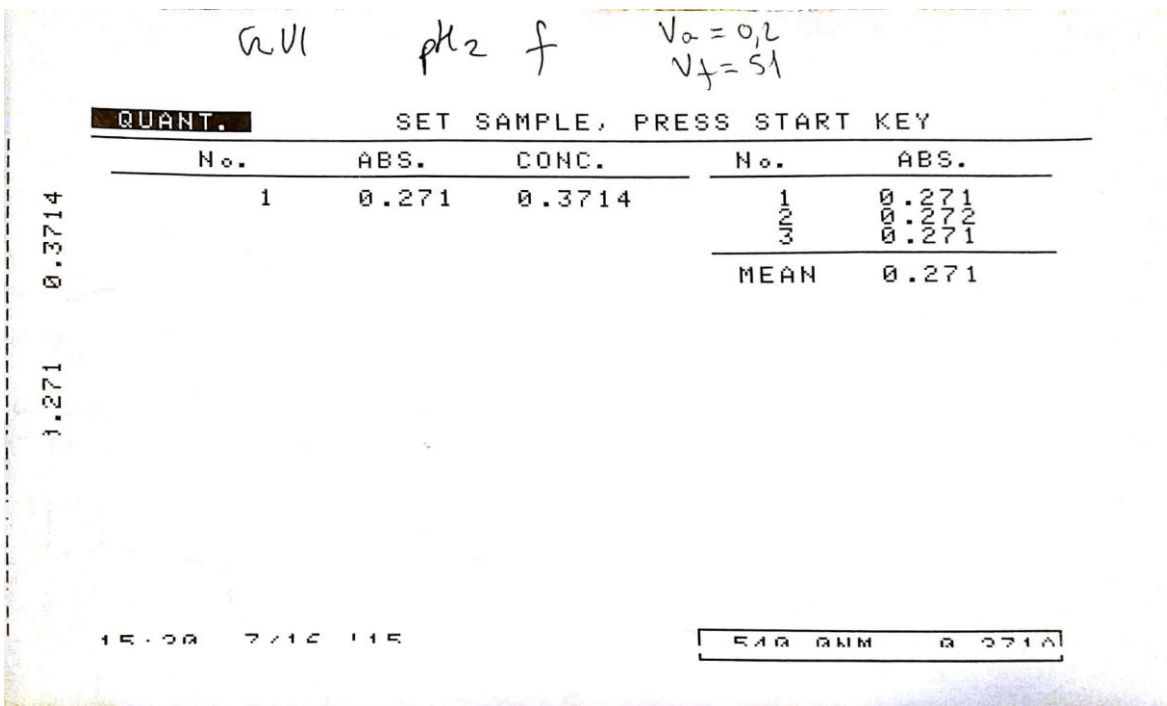
ABS. 0.807

No.

10.47 7/16 115

510 000 0 0000





*a VI pH 4 f Va = 0,2  
Vf = 51*

0.5179

| QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY |       |        |      |       |
|------------------------------------|-------|--------|------|-------|
| No.                                | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
| 1                                  | 0.271 | 0.3714 | 1    | 0.375 |
| 2                                  | 0.374 | 0.5146 | 2    | 0.379 |
| 3                                  | 0.377 | 0.5179 | 3    | 0.377 |
|                                    |       |        | MEAN | 0.377 |

15.04 7/12 115

510 QNM 0 777A

*Vali auto = 0,12 ml  
Vf = 101 ml*

*pH 3 i*

1.364 0.5007

| QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY |       |        |      |       |
|------------------------------------|-------|--------|------|-------|
| No.                                | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
| 1                                  | 0.364 | 0.5007 | 1    | 0.366 |
|                                    |       |        | 2    | 0.366 |
|                                    |       |        | 3    | 0.364 |
|                                    |       |        | MEAN | 0.364 |

14.47 7/12 115

510 QNM 0 767A

$$V_a = 0,12$$

$$V_f = 101$$

pH 4 i

| QUANT. |       | SET SAMPLE, PRESS START KEY |      |       |  |
|--------|-------|-----------------------------|------|-------|--|
| No.    | ABS.  | CONC.                       | No.  | ABS.  |  |
| 1      | 0.364 | 0.5007                      | 1    | 0.353 |  |
| 2      | 0.353 | 0.4852                      | 2    | 0.354 |  |
|        |       |                             | 3    | 0.353 |  |
|        |       |                             | MEAN | 0.353 |  |

14.49 7/16 115

540 QNM 0.7570

$$V_a = 0,12$$

$$V_f = 101$$

pH 5 i

| QUANT. |        | SET SAMPLE, PRESS START KEY |      |       |  |
|--------|--------|-----------------------------|------|-------|--|
| No.    | ABS.   | CONC.                       | No.  | ABS.  |  |
| 1      | 0.3364 | 0.5007                      | 1    | 0.346 |  |
| 2      | 0.353  | 0.4852                      | 2    | 0.346 |  |
| 3      | 0.346  | 0.4750                      | 3    | 0.346 |  |
|        |        |                             | MEAN | 0.346 |  |

0.4750

1.346

14.51 7/16 115

540 QNM 0.7450



Gr III pH 3 f

V<sub>inicial</sub> = 15 ml  
V<sub>final</sub> = 101 ml

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.   |
|-----|-------|--------|------|--------|
| 1   | 0.328 | 0.4501 | 1    | 0.3229 |
|     |       |        | 2    | 0.3228 |
|     |       |        | 3    | 0.3228 |
|     |       |        | MEAN | 0.328  |

0.4501  
1.328

17.02 7/16 115

510 0NM 0 700A

Gr III pH 4 f

V<sub>f</sub> = 101 ml  
V<sub>inicial</sub> = 1 ml

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.   | No.  | ABS.  |
|-----|--------|---------|------|-------|
| 1   | 0.3228 | 0.4501  | 1    | 0.370 |
| 2   | 0.4628 | 0.6361  | 2    | 0.369 |
| 3   | 0.369  | 0.50625 | 3    | 0.367 |
|     |        |         | MEAN | 0.369 |

0.50625  
1.369

17.02 7/16 115

510 0NM 0 705A



G III G III pH 5 f  $V_a = 1\text{ml}$   
 $V_f = 101\text{ml}$

0.6362  
0.462

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.  | CONC.  | No.  | ABS.  |
|-----|-------|--------|------|-------|
| 1   | 0.328 | 0.4501 | 1    | 0.462 |
| 2   | 0.462 | 0.6362 | 2    | 0.462 |
|     |       |        | 3    | 0.462 |
|     |       |        | MEAN | 0.462 |

17.04 7/15 115

5.10 0.00 0.4620

-0.0109  
-0.003

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

| No. | ABS.   | CONC.   | No.  | ABS.   |
|-----|--------|---------|------|--------|
| 1   | -0.003 | -0.0109 | 1    | -0.003 |
|     |        |         | 2    | -0.003 |
|     |        |         | 3    | -0.003 |
|     |        |         | MEAN | -0.003 |

16.04 7/15 115

5.10 0.00 -0.0000

QUANT. SET SAMPLE, PRESS START KEY

|         |  | No. | ABS.    | CONC.   | No.  | ABS.   |
|---------|--|-----|---------|---------|------|--------|
| -0.0096 |  | 1   | -0.0003 | -0.0109 | 1    | 0.001  |
| -0.0080 |  | 2   | -0.0002 | -0.0096 | 2    | -0.002 |
|         |  | 3   | -0.0001 | -0.0080 | 3    | -0.002 |
|         |  |     |         |         | MEAN | -0.001 |

15.05 7/15 115

540 QNM -0.00

CALIBRATION WORKING CURVE, DISPLAY Y/N ?

| STD.     | No. | CONC.  | ABS.   | No.  | ABS.  |
|----------|-----|--------|--------|------|-------|
| 0.004001 | 1   | 0.0000 | 1.0000 | 1    | 1.173 |
| 0.004002 | 2   | 0.0040 | 1.0000 | 2    | 1.174 |
| 0.004003 | 3   | 0.0080 | 1.0000 | 3    | 1.175 |
| 0.004004 | 4   | 0.0120 | 1.0000 |      |       |
|          |     |        |        | MEAN | 1.174 |

10.21 8/20 115

540 QNM 1.1740



UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA  
FACULTAD DE CIENCIAS FARMACEUTICAS, BIOQUIMICAS Y BIOTECNOLOGICAS  
LABORATORIO DE ENSAYO Y CONTROL DE CALIDAD

Urb. San José S/N Umacollo CAMPUS UNIVERSITARIO H-204/205 ☎ + 51 54 251210 ANEXO 1166  
✉ laboratoriodeensayo@ucsm.edu.pe 🌐 http://www.ucsm.edu.pe 📄 Apto. 1350  
AREQUIPA - PERU



INFORME DE ENSAYO  
N° DE INFORME: ANA27C14.001622A

**Nombre del Cliente** : MIGUEL MEDINA DELGADO  
ARELY CORDOVA PANTIGOSO  
**Dirección del Cliente** : CALLE TALARA 200 SAN MARTIN DE SOCABAYA  
**RUC** : NO CORRESPONDE  
**Condición del Muestreado** : POR EL CLIENTE  
**Descripción** : ARC 01 AGUA RESIDUAL DE CURTIEMBRE  
**Tamaño de muestra** : 1000 mL  
**Fecha de Recepción** : 27/03/2015  
**Fecha de Inicio del Ensayo** : 27/03/2015  
**Fecha de Emisión de Informe** : 03/04/2015  
**Página** : 1 de 2

I. ANALISIS FISICO – QUIMICO:

| ANÁLISIS  | RESULTADO |
|---|-----------|
| DETERMINACION DE CROMO HEXAVALENTE (mg/ L) Métodos Normalizados Para el Análisis de Aguas Potables y Residuales APHA, AWWA, WPCF, 3500 Cr Método D Pag 3-102                            | 1115,0    |
| DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES (mg/L)<br>Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry EPA METHOD 200,7 |           |
| Plata (Ag)  | 0,1       |
| Aluminio (Al)   | 1,1       |
| Arsénico (As)   | 10,9      |
| Boro (B)  | 5605,0    |
| Bario (Ba)  | 3,2       |
| Berilio (Be)  | 0,0       |
| Bismuto (Bi)  | 23,0      |
| Calcio (Ca)   | 1370,0    |
| Cadmio (Cd)   | 0,2       |
| Cobalto (Co)  | 0,3       |
| Cromo (Cr)  | 12505,0   |
| Cobre (Cu)  | 3,9       |
| Hierro (Fe)   | 82,5      |
| Mercurio (Hg)   | 0,5       |
| Potasio (K)   | 2068,0    |
| Litio (Li)  | 3,0       |
| Magnesio (Mg)   | 2445,5    |
| Manganeso (Mn)  | 5,2       |
| Molibdeno (Mo)  | 2,0       |
| Sodio (Na)  | 24430,0   |
| Niquel (Ni)   | 43,8      |
| Fosforo (P)   | 930,5     |
| Plomo (Pb)  | 0,0       |
| Antimonio (Sb)  | 73,0      |
| Selenio (Se)  | 0,1       |
| Silicio (Si)  | 43,1      |



Los resultados emitidos en el presente informe se relacionan únicamente a las muestras ensayadas. Este documento no  
se debe utilizar para fines de diagnóstico médico. Laboratorio de Ensayo y Control de Calidad



**UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA**  
**FACULTAD DE CIENCIAS FARMACEUTICAS, BIOQUIMICAS Y BIOTECNOLOGICAS**  
**LABORATORIO DE ENSAYO Y CONTROL DE CALIDAD**



Urb. San José S/N Umacollo CAMPUS UNIVERSITARIO 11-204/205 ☎ + 51 54 251210 ANEXO 1160  
✉ laboratorioensayo@ucsm.edu.pe 🌐 http://www.ucsm.edu.pe 📄 Apto. 1350  
AREQUIPA - PERU



**INFORME DE ENSAYO**  
**Nº DE INFORME: ANA27C14.001622A**

|                                    |  |
|------------------------------------|--|
| <b>Nombre del Cliente</b>          | : MIGUEL MEDINA DELGADO<br>ARELY CORDOVA PANTIGOSO |
| <b>Dirección del Cliente</b>       | : CALLE TALARA 200 SAN MARTIN DE SOCABAYA          |
| <b>RUC</b>                         | : NO CORRESPONDE                                   |
| <b>Condición del Muestreado</b>    | : POR EL CLIENTE                                   |
| <b>Descripción</b>                 | : ARC 01 AGUA RESIDUAL DE CURTIEMBRE               |
| <b>Tamaño de muestra</b>           | : 1000 mL  |
| <b>Fecha de Recepción</b>          | : 27/03/2015                                       |
| <b>Fecha de Inicio del Ensayo</b>  | : 27/03/2015                                       |
| <b>Fecha de Emisión de Informe</b> | : 03/04/2015                                       |
| <b>Página</b>                      | : 2 de 2   |

| ANÁLISIS  | RESULTADO |
|---|-----------|
| DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES (mg/L)<br>Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry EPA METHOD 200,7 |           |
| Estaño (Sn)   | 0,0       |
| Estroncio (Sr)  | 23,7      |
| Titanio (Ti)  | 1,4       |
| Talio (Tl)  | 0,0       |
| Vanadio (V)   | 0,8       |
| Zinc (Zn)   | 4,8       |

**OBSERVACIONES:**

Este documento al ser emitido sin el símbolo de acreditación, no se encuentra dentro del marco de la acreditación otorgada por INDECOPI-SNA

-----  
Q.F. Ricardo A. Abril Ramirez  
CQFDA 00524  
JEFE DE LABORATORIO LECC





**UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA**  
**FACULTAD DE CIENCIAS FARMACEUTICAS, BIOQUIMICAS Y BIOTECNOLOGICAS**  
**LABORATORIO DE ENSAYO Y CONTROL DE CALIDAD**

Urb. San José S/N Umascolo CAMPUS UNIVERSITARIO H-204/205 ☎ + 51 54 251210 ANEXO 1166  
✉ laboratorioensayo@ucsm.edu.pe 🌐 http://www.ucsm.edu.pe 📄 Apdo. 1360  
AREQUIPA - PERU



**INFORME DE ENSAYO**  
**Nº DE INFORME: ANA27C15.001623B**

|                                    |   |
|------------------------------------|---|
| <b>Nombre del Cliente</b>          | : MIGUE MEDINA DELGADO<br>ARELI CORDOVA POSTIGO |
| <b>Dirección del Cliente</b>       | : CALLE TALARA 200 SAN MARTIN DE SOCABAYA       |
| <b>RUC</b>                         | : NO CORRESPONDE                                |
| <b>Condición del Muestreado</b>    | : POR EL CLIENTE                                |
| <b>Descripción</b>                 | : ARC 02 AGUA RESIDUAL DE CURTIEMBRE            |
| <b>Tamaño de muestra</b>           | : 1000 mL                                       |
| <b>Fecha de Recepción</b>          | : 27/03/2015                                    |
| <b>Fecha de Inicio del Ensayo</b>  | : 27/03/2015                                    |
| <b>Fecha de Emisión de Informe</b> | : 06/04/2015                                    |
| <b>Página</b>                      | : 1 de 1  |

**I. ANALISIS FISICO – QUIMICO:**

| ANÁLISIS   | RESULTADO |
|--|-----------|
| DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUIMICA DE OXIGENO (DQO mg/L)<br>NMX -AA-030-SCFI-2001 | 3018,5    |

**II. ANALISIS MICROBIOLÓGICO:**

| ANÁLISIS  | RESULTADO |
|---|-----------|
| DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO EN AGUAS<br>NATURALES, RESIDUALES (DBO5 ppm) Y RESIDUALES TRATADAS -<br>MÉTODO DE PRUEBA NMX-AA-028-SCFI-2001 | 2340,0    |

**OBSERVACIONES:**

Este documento al ser emitido sin el símbolo de acreditación, no se encuentra dentro del marco de la acreditación otorgada por INDECOPI-SNA

  
Ricardo A. Abril Ramirez  
COPDA 00624  
DE LABORATORIO LECC



Los resultados emitidos en el presente informe se relacionan únicamente a las muestras ensayadas. Este documento no debe ser reproducido, sin autorización escrita del Laboratorio de Ensayo y Control de Calidad



UNIVERSIDAD CATÓLICA DE SANTA MARÍA  
FACULTAD DE CIENCIAS FARMACEUTICAS, BIOQUIMICAS Y BIOTECNOLOGICAS  
LABORATORIO DE ENSAYO Y CONTROL DE CALIDAD



Urb. San José SAN Urcosillo CAMPUS UNIVERSITARIO II-204/205 TR • 51 54 251210 ANEXO 1100  
laboratoriodeensayo@ucsm.edu.pe | http://www.ucsm.edu.pe | F. Apdo. 1350  
AREQUIPA - PERU



INFORME DE ENSAYO  
N° DE INFORME: ANA27C14.001622A

|                             |  |
|-----------------------------|--|
| Nombre del Cliente          | : MIGUEL MEDINA DELGADO<br>ARELY CORDOBA PANTIGOZO |
| Dirección del Cliente       | : CALLE TALARA 200 SAN MARTIN DE SOCABAYA          |
| RUC                         | : NO CORRESPONDE                                   |
| Condición del Muestreado    | : POR EL CLIENTE                                   |
| Descripción                 | : ARC 01 AGUA RESIDUAL DE CURTIEMBRE               |
| Tamaño de muestra           | : 1000 mL  |
| Fecha de Recepción          | : 27/03/2015                                       |
| Fecha de Inicio del Ensayo  | : 27/03/2015                                       |
| Fecha de Emisión de Informe | : 03/04/2015                                       |
| Página                      | : 1 de 2   |

I. ANALISIS FISICO – QUIMICO:

| ANÁLISIS  | RESULTADO     |
|---|---------------|
| DETERMINACION DE CROMO HEXVALENTE (mg/ L) Métodos Normalizados Para el Análisis de Aguas Potables y Residuales APHA, AWWA, WPCF, 3500 Cr Método D Pag 3-102                             | 1115,0        |
| DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES (mg/L)<br>Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry EPA METHOD 200.7 |               |
| Plata (Ag)  | No detectable |
| Aluminio (Al)   | 110,8         |
| Arsénico (As)   | 1,3           |
| Boro (B)  | 496,9         |
| Bario (Ba)  | 0,4           |
| Berilio (Be)  | No detectable |
| Bismuto (Bi)  | 3,1           |
| Calcio (Ca)   | 8,0           |
| Cadmio (Cd)   | No detectable |
| Cobalto (Co)  | 0,3           |
| Cromo (Cr)  | 2276,0        |
| Cobre (Cu)  | 0,8           |
| Hierro (Fe)   | 4,5           |
| Mercurio (Hg)   | No detectable |
| Potasio (K)   | No detectable |
| Litio (Li)  | 2,0           |
| Magnesio (Mg)   | No detectable |
| Manganeso (Mn)  | 0,9           |
| Molibdeno (Mo)  | 0,5           |
| Sodio (Na)  | No detectable |
| Niquel (Ni)   | 0,9           |
| Fosforo (P)   | 50,1          |
| Plomo (Pb)  | 2,6           |
| Antimonio (Sb)  | 16,6          |
| Selenio (Se)  | 0,7           |
| Silicio (Si)  | 0,9           |



Los resultados emitidos en el presente informe se relacionan únicamente a las muestras ensayadas. Este documento no debe ser reproducido, sin autorización escrita del Laboratorio de Ensayo y Control de Calidad



UNIVERSIDAD CATOLICA DE SANTA MARIA  
FACULTAD DE CIENCIAS FARMACEUTICAS, BIOQUIMICAS Y BIOTECNOLOGICAS  
LABORATORIO DE ENSAYO Y CONTROL DE CALIDAD



Urb. San José S/N Urucosillo CAMPUS UNIVERSITARIO H-204/205 ☎ + 51 54 251210 ANEXO 1168  
✉ laboratorioensayo@ucsm.edu.pe (P) http://www.ucsm.edu.pe (F) Apdo. 1350  
AREQUIPA - PERU



INFORME DE ENSAYO  
Nº DE INFORME: ANA27C14.001622A

|                             |   |
|-----------------------------|---|
| Nombre del Cliente          | : MIGUEL MEDINA DELGADO                   |
|                             | ARELY CORDOBA PANTIGOZO                   |
| Dirección del Cliente       | : CALLE TALARA 200 SAN MARTIN DE SOCABAYA |
| RUC                         | : NO CORRESPONDE                          |
| Condición del Muestreo      | : POR EL CLIENTE                          |
| Descripción                 | : ARC 01 AGUA RESIDUAL DE CURTIEMBRE      |
| Tamaño de muestra           | : 1000 mL                                 |
| Fecha de Recepción          | : 27/03/2015                              |
| Fecha de Inicio del Ensayo  | : 27/03/2015                              |
| Fecha de Emisión de Informe | : 03/04/2015                              |
| Página                      | : 2 de 2                                  |

| ANÁLISIS  | RESULTADO |
|---|-----------|
| DETERMINACIÓN DE METALES TOTALES (mg/L)<br>Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry EPA METHOD 200.7 |           |
| Estaño (Sn)   | 0,5       |
| Estroncio (Sr)  | 5         |
| Titanio (Ti)  | 4,7       |
| Talio (Tl)  | 0,7       |
| Vanadio (V)   | 0,5       |
| Zinc (Zn)   | 1,4       |

OBSERVACIONES:

Este documento al ser emitido sin el símbolo de acreditación, no se encuentra dentro del marco de la acreditación otorgada por INDECOPI-SNA

-----  
Q.F. Ricardo A. Abril Ramirez  
CQFDA 00624  
JEFE DE LABORATORIO LECC



Los resultados emitidos en el presente informe se relacionan únicamente a las muestras ensayadas. Este documento no debe ser reproducido, sin autorización escrita del Laboratorio de Ensayo y Control de Calidad