



UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA
BARCELONATECH
Escola d'Enginyeria de Barcelona Est

TRABAJO DE FINAL DE GRADO

Grado en Ingeniería Química

**ESTUDIO DE LA FIJACIÓN DE MICROPARTÍCULAS ADSORBENTES
EN MEDIO POROSO MEDIANTE PRECIPITACIÓN PARA LA
ELIMINACIÓN DE CONTAMINANTES EN AGUAS**



Memoria y Anexos

Autor: María José Morocho Cepeda
Director: Vicenç Martí Gregorio
Co-Director: Karina Victoria Alejandra Torres Rivero Andrade
Departamento: EQ – Departamento de Ingeniería Química
Convocatoria: Mayo 2022

Estudio de fijación de micropartículas adsorbentes en medio poroso mediante la precipitación para la eliminación de contaminante en aguas

Resum

La contaminació hídrica deguda a metalls pesants ha patit un augment en els darrers anys. Aquest projecte s'ha centrat a refermar estudis previs sobre el transport i estabilitat de les micropartícules d'òxid de Ferro (III) canviant la força iònica, així com la capacitat d'adsorció que posseeixen aquestes micropartícules, en eliminació de contaminants com l'arsènic, com l'arsènic en aigües tant subterrànies com superficials.

Es va començar realitzant dos experiments estàtics. El primer experiment va consistir a estudiar la velocitat de sedimentació de les suspensions emprades en treballs anteriors, els resultats obtinguts van comportar a realitzar el segon experiment, el qual es va basar a establir concentracions que obtinguin absorptions dins del rang lineal, a través d'aquests dos experiments es va decidir treballar amb una concentració de 0,2 g/L d'òxid de ferro (III).

Amb posterioritat es van efectuar diversos experiments dinàmics, el primer va consistir a realitzar un muntatge A, al qual se li injecta unes suspensions d'òxid de ferro (III) que conté una concentració fixa d'adsorbent i una concentració variable de CaCl_2 , per tal de determinar si es produïa l'efecte de la força iònica. Després de realitzar la simulació en el programari MNMs, els resultats de CaCl_2 constant cinètica d'adsorció/desorció van ser els esperats. El segon experiment es va centrar en el canvi de cabals per observar si es produïa un canvi en la conducta de les suspensions es va obtenir que, a menor cabal, disminueix la concentració de partícules, l'absorbència i el temps d'entrada a la columna augmenta i a majors cabals es produïa un efecte invers. El tercer experiment es va basar a traspasar les suspensions de nanohematita sense columna per apreciar la funció de la columna, es va concloure que la variació de la força iònica no era gaire apreciable. El següent experiment es va basar a incloure vàlvules per tal d'apreciar si aquestes eren afins o no als muntatges, l'efecte va ser neutre atès que no suposava cap alteració considerable, però si conductes de les suspensions inesperades. Cal recalcar que en tots aquests procediments es van utilitzar quatre suspensions que contenen una part fixa de 0,2 g/L d'òxid de ferro (III), 0,5 g/L de CMC i un contingut de 0, 1, 10 y 100 mM de CaCl_2 respectivament.

Finalment es va dur a terme un quart muntatge per tal d'observar la quantitat d'arsènic eliminat en travessar una columna que posseeix en el seu interior micropartícules de nanohematita. Es va obtenir que la capacitat d'adsorció de la columna (mg/g) és de 0,57 per a una concentració inicial d'arsènic (V) d'0,63 mg/L i de 0,60 per a una concentració inicial d'arsènic (V) d'1,1 mg/L.



Resumen

La contaminación hídrica debida a metales pesadas ha sufrido un aumento en los últimos años. Este proyecto se ha centrado a arreciar estudios previos sobre el transporte y estabilidad de las micropartículas de óxido de Hierro (III) cambiando la bastante iónica, así como la capacidad de absorción que poseen estas micropartículas, en eliminación de contaminantes como el arsénico, como el arsénico en aguas tanto subterráneas como superficiales.

Se empezó realizando dos experimentos estáticos. El primer experimento consistió a estudiar la velocidad de sedimentación de las suspensiones empleadas en trabajos anteriores, los resultados obtenidos comportaron a realizar el segundo experimento, el cual se basó a establecer concentraciones que obtengan absorbancias dentro del rango lineal, a través de estos dos experimentos se decidió trabajar con una concentración de 0,2 g/L de óxido de hierro (III).

Con posterioridad se efectuaron varios experimentos dinámicos, el primero consistió a realizar un montaje A, al cual se le inyecta unas suspensiones de óxido de hierro (III) que contiene una concentración fija de adsorbente y una concentración variable de CaCl_2 , para determinar si se producía el efecto de la bastante iónica. Después de realizar la simulación en el software MNMs, los resultados de CaCl_2 , constante cinética de adsorción/desorción fueron los esperados. El segundo experimento se centró en el cambio de caudales para observar si se producía un cambio en la conducta de las suspensiones se obtuvo que, a menor caudal, disminuye la concentración de partículas, la absorbancia y el tiempo de entrada a la columna aumenta y a mayores caudales se producía un efecto inverso. El tercer experimento se basó a traspasar las suspensiones de nanohematita sin columna para apreciar la función de la columna, se concluyó que la variación de la bastante iónica no era muy apreciable. El siguiente experimento se basó a incluir válvulas para apreciar si estas eran afines o no en los montajes, el efecto fue neutro dado que no suponía ninguna alteración considerable, pero si conductas de las suspensiones inesperadas. Hay que recalcar que en todos estos procedimientos se utilizaron cuatro suspensiones que contienen una parte fija de 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y un contenido de 0, 1, 10 y 100 mM de CaCl_2 respectivamente.

Finalmente se llevó a cabo un cuarto montaje para observar la cantidad de arsénico eliminado al atravesar una columna que posee en su interior micropartículas de nanohematita. Se obtuvo que la capacidad de adsorción de la columna (mg/g) es de 0,57 para una concentración inicial de arsénico (V) de 0,63 mg/L y de 0,60 para una concentración inicial de arsénico (V) de 1,1 mg/L.

Abstract

Water pollution due to heavy metals has suffered an increase in recent years. This project has focused on previous studies on the transport and stability of iron(III) oxide microparticles by changing the ionic strength, as well as the adsorption capacity of these microparticles, in the removal of contaminants such as arsenic from groundwater and surface water.

We began by performing two static experiments. The first experiment consisted of studying the sedimentation velocity of the suspensions used in previous works, the results obtained led to carry out the second experiment, which was based on establishing concentrations that obtain absorbances within the linear range, through these two experiments it was decided to work with a concentration of 0,2 g/L of iron (III) oxide.

Subsequently, several dynamic experiments were carried out, the first one consisted of performing an assembly A, to which iron (III) oxide suspensions containing a fixed concentration of adsorbent and a variable concentration of CaCl_2 , were injected, in order to determine if the effect of the quite ionic was produced. After performing the simulation in MNMs software, the results of CaCl_2 , adsorption/desorption kinetic constant were as expected. The second experiment focused on the change of flow rates to observe if there was a change in the behavior of the suspensions, it was obtained that, at lower flow rates, the particle concentration decreases, the absorbance and the time of entry into the column increases and at higher flow rates there was an inverse effect. The third experiment was based on transferring the nanohematite suspensions without a column to appreciate the function of the column, it was concluded that the variation of the ionic concentration was not very appreciable. The next experiment was based on including valves to see if these were related or not in the assemblies, the effect was neutral since it did not involve any considerable alteration, but unexpected suspensions behaviors. It should be emphasized that in all these procedures four suspensions containing a fixed part of 0.2 g/L iron(III) oxide, 0,5 g/L CMC and a content of 0, 1, 10 and 100 mM CaCl_2 , respectively were used.

Finally, a fourth set-up was carried out to observe the amount of arsenic removed by passing through a column containing nanohematite microparticles. It was obtained that the adsorption capacity of the column (mg/g) is 0,57 for an initial arsenic concentration (V) of 0,63 mg/L and 0,60 for an initial arsenic concentration (V) of 1,1 mg/L.

Agradecimientos

En primer lugar, quiero agradecer la ayuda, paciencia, el esfuerzo brindado por mi tutor Vicenç Martin y co-tutora Karina Torres a lo largo de este proyecto, sin ellos no hubiera sido posible realizar este trabajo. Muchas gracias por todo.

Por otra parte, agradecer a mis compañeros de laboratorio Zaheer Uddin y Jhoselin Dayana Ortuño por su apoyo y por los momentos compartidos en el laboratorio.

Así mismo quería dar las gracias a mi padre, madre y hermano por siempre estar a mi lado ayudándome y guiando a lo largo de estos años de carrera, a mi pareja, amigos por estar a mi lado mostrándome siempre cariño.

Glosario

<i>Hematita</i>	<i>Óxido de hierro (III)</i>
<i>CMC</i>	<i>Carboximetilcelulosa de sodio</i>
<i>NaNO₃</i>	<i>Nitrato de sodio</i>
<i>CaCl₂</i>	<i>Cloruro de calcio di hidratado</i>
<i>As (V)</i>	<i>Arsénico (V)</i>
<i>MNMs</i>	<i>Micro-and Nanopartícules transport, filtration, and clogging</i>
	<i>Model suite</i>
<i>$\rho_{aparente}$</i>	<i>Densidad aparente de la arena Sílex</i>
<i>ρ_{agua}</i>	<i>Densidad del agua</i>
<i>$\rho_{material}$</i>	<i>Densidad real de la arena Sílex</i>
<i>V_{agua}</i>	<i>Volumen del agua</i>
<i>$V_{columna}$</i>	<i>Volumen de la columna</i>
<i>V_{matraz}</i>	<i>Volumen del matraz</i>
<i>V_{muerto}</i>	<i>Volumen muerto o volumen de poros</i>
<i>M_{arena}</i>	<i>Masa de la arena</i>
<i>M_{matraz}</i>	<i>Masa del matraz</i>
<i>$M_{columna vacía}$</i>	<i>Masa de la columna vacía</i>
<i>$M_{columna llena}$</i>	<i>Masa de la columna llena</i>
<i>$L_{columna}$</i>	<i>Longitud de la columna</i>
<i>η</i>	<i>Porosidad</i>
<i>k_{att}</i>	<i>Constante cinética de adsorción</i>
<i>k_{det}</i>	<i>constante cinética de desorción</i>
<i>t_{50}</i>	<i>Tiempo que se tarda en alcanzar la mitad del promedio de las medidas con el valor más alto de absorbancias.</i>
<i>q_b</i>	<i>es el valor máximo en la concentración de absorbible que se puede permitir a la salida de la columna</i>

Estudio de fijación de micropartículas adsorbentes en medio poroso mediante la precipitación para la eliminación de contaminante en aguas

Índice

RESUM	II
RESUMEN	III
ABSTRACT	IV
AGRADECIMIENTOS	V
GLOSARIO	VI
1. INTRODUCCIÓN	0
1.1. Objetivos del trabajo.....	1
2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	2
2.1. La contaminación de agua por metales pesados.....	2
2.2. Método de remediación de aguas contaminadas: La adsorción.....	3
2.3. Utilización de micro y nanopartículas para la descontaminación de aguas.....	4
2.3.1. Empleo de óxidos de hierro como adsorbente para la remediación de aguas contaminadas.....	5
2.4. Inyección in-situ de nanopartículas.....	6
2.5. Estudio de transporte de partículas en medio porosos.....	7
3. MATERIALES EMPLEADOS	10
3.1. Reactivos empleados.....	10
3.1.1. Agua desionizada.....	10
3.1.2. Otros reactivos.....	10
3.2. Equipos.....	12
3.2.1. Balanza analítica.....	12
3.2.2. Agitador.....	13
3.2.3. Baño de ultrasonidos.....	13
3.2.4. Espectrofotómetro UV-VIS.....	14
3.2.5. Colector de fracciones.....	15
3.2.6. Otros aparatos y material fungible.....	16
4. MONTAJES EXPERIMENTALES	17
4.1. Montaje estático.....	17
4.2. Montajes en continuo.....	17
4.2.1. Montaje A.....	18



4.2.2.	Montaje B.....	21
4.2.3.	Montaje C.....	23
4.2.4.	Montaje D.....	25
5.	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL _____	27
5.1.	Preparación de cuatro disoluciones de diferentes concentraciones de cloruro de calcio: Estudios previos.....	27
5.2.	Preparación de cuatro disoluciones de diferentes concentraciones de cloruro de calcio dentro de la zonal lineal.....	29
5.3.	Preparación de la disolución de trazador <i>NaNO3</i>	30
5.4.	Caracterización de la columna.....	30
5.4.1.	Obtención de la densidad del material y la porosidad de la arena calcinada..	30
5.4.2.	Obtención del volumen muerto mediante medidas estáticas.....	32
5.4.3.	Calibración de la bomba peristáltica	33
5.5.	Experimentos de forma estática realizadas con el espectrofotómetro de UV-Vis	34
5.5.1.	Estudio de la estabilidad de las partículas variando la fuerza iónica de manera estática.....	34
5.5.2.	Estudio de linealidad de la absorbancia del óxido de hierro (III)	35
5.6.	Experimentos en columna	35
5.6.1.	Ensayos del trazador.....	35
5.6.2.	Estudio de la estabilidad de las partículas variando la fuerza iónica utilizando el montaje A.....	37
5.6.3.	Estudio de la estabilidad de las partículas utilizando montajes con válvulas. .	39
5.6.4.	Estudio de la eliminación del contaminante usando una columna rellena de arena y óxido de hierro (III).....	41
5.6.5.	Software de simulación para el transporte de partículas.....	42
6.	RESULTADOS OBTENIDOS _____	43
6.1.	Experimentos estáticos.....	43
6.1.1.	Resultados de la estabilidad de las partículas variando la fuerza iónica.....	43
6.1.2.	Estudios de la linealidad entre la concentración de las suspensiones de óxido de hierro (III) y la absorbancia.....	45
6.2.	Experimentos dinámicos.....	45
6.2.1.	Resultados de los ensayos de trazador.....	46
6.2.2.	Resultado del transporte de nanopartículas en el montaje A	52

6.2.3.	Comparación de la inyección de la suspensión de partículas de óxido de hierro (III) de forma directa en la celda tipo z y el montaje B	63
6.2.4.	Comparación de la inyección de la suspensión de partículas de óxido de hierro (III) en el montaje B.1 y C.....	64
6.2.5.	Eliminación de As (V).....	66
7.	EVALUACIÓN AMBIENTAL	68
7.1.	Evaluación ambiental del proyecto	68
7.2.	Evaluación de los reactivos	68
7.3.	Evaluación del material.....	70
7.4.	Evaluación de las emisiones	71
8.	CONCLUSIONES	73
9.	EVALUACIÓN ECONÓMICA	74
9.1.	Reactivos.....	74
9.2.	Materiales.....	75
9.2.1.	Materiales de un solo uso	75
9.2.2.	Material de laboratorio.....	76
9.3.	Aparatos empleados	77
9.4.	Recursos humanos	78
9.5.	Estudio externalizado.....	79
9.6.	Coste total del proyecto.....	79
10.	BIBLIOGRAFIA	81
11.	ANEXOS	83
11.1.	A1. Caracterización de los sólidos	83
11.2.	A2. Caracterización de la bomba peristáltica	84
11.3.	A3. Obtención del parámetro t_{50}	86

1. Introducción

Uno de los recursos más importantes para asegurar el bienestar de la especie humana, del medio ambiente, animales y plantas es el agua, si bien sólo el 3% es dulce del 75% que posee la superficie terrestre, se puede concluir que es un recurso muy limitado. Si a todo esto se le atribuye el problema de la contaminación que ha ido incrementando a lo largo de los últimos años debido al avance tecnológico e industrial y que afecta tanto a ríos, lagos y arroyos como a depósitos subterráneos, todo esto conlleva consecuencias como son la destrucción de la biodiversidad, contaminación en la cadena alimentaria, enfermedades en los seres humanos entre otras, es decir esto afecta notablemente a la vida actual en nuestro planeta, sin embargo, de forma paralela también se ha incrementado la búsqueda de posibles soluciones que reduzcan el porcentaje de agua contaminada (*Santiago Pablo Baggini, 2021*).

El agua que se considera contaminada posee ciertas sustancias nocivas como sedimentos, fármacos, fertilizantes, plásticos, fosfatos y microbios o metales pesados, en consecuencia, ya no se encuentra apta para la utilización asignada, además su consumo puede llegar a provocar perjuicios considerables a la salud de los seres humanos, fauna y flora (*Santiago Pablo Baggini, 2021*).

Uno de los principales contaminantes, son los metales pesados, estos se encuentran presentes en la corteza terrestre de manera natural, cabe destacar que hay algunos que en pequeñas concentraciones son esenciales para el ser humano, sin embargo, en una mayor cantidad llegan a provocar toxicidad, lo que supone una gran amenaza al bienestar de la especie humana. Su principal origen proviene de las fuentes antropogénicas, como son los desechos de los procesos de minería, electrónica o lixiviaciones de vertederos entre otros (*Dixit et al 2015*).

Existen numerosas tecnologías de remediación utilizadas para la eliminación de metales pesados presentes en el agua, como el intercambio iónico, precipitación química, la adsorción y la ósmosis inversa. Este trabajo se centra en el método de adsorción, dado que se ha demostrado que tiene una alta eficiencia a la hora de eliminar los contaminantes, además de poseer un bajo coste, alta selectividad y un diseño de relativa sencillez (*Mohan y Pittman, 2007*).

Hay un gran número de materiales adsorbentes utilizados para la adsorción de metales pesados como el cromo o metaloides como el arsénico. Entre ellos se encuentran los materiales basados en óxidos de hierro, los cuales han mostrado desarrollar una alta afinidad a ciertos iones y complejos metálicos facilitando la descontaminación de aguas (*Mohan y Pittman, 2007*).

En este trabajo se pretende desarrollar una metodología a escala de laboratorio en la que se utilizará una suspensión de adsorbente de óxido de hierro (III), la cual se pretende que quede fijada en el interior de una columna mediante inyección y variando la fuerza iónica a través del estudio de diferentes concentraciones de cloruro de calcio en dicha suspensión. Como segunda etapa se estudiará la inyección de un contaminante y se analizará la eficacia de su eliminación a medida que este avanza dentro de la columna. Se pretende que el sistema a estudiar pueda utilizarse tanto para la remediación in situ de agua subterráneas contaminadas, así como en el tratamiento general de aguas contaminadas.

1.1. Objetivos del trabajo

El objetivo fundamental de este proyecto es conseguir entender e interpretar el funcionamiento de las micropartículas adsorbentes en un medio poroso, utilizando la adsorción mediante óxido de hierro (III) inyectado en una columna con el fin de obtener datos experimentales a partir de una serie de ensayos, los cuales a través del software MNMs serán modelizados. Seguidamente se incorporará arsénico(V), a la columna para estudiar la eliminación de estos contaminantes y así poder determinar la validez del procedimiento propuesto.

Los objetivos específicos se presentan a continuación:

- Analizar la estabilidad de suspensiones de óxido de hierro (III) que poseen una concentración fija de estabilizante y una concentración variable de cloruro de calcio.
- Caracterizar el montaje experimental a partir de ensayos con una solución trazadora para determinar los parámetros que serán utilizados en el estudio de transporte de partículas.
- Estudiar y comparar la estabilidad de suspensiones de óxido de hierro (III) con una concentración fija de estabilizante y concentración variable de cloruro de calcio en un sistema con columna con medio poroso
- Estudiar el efecto de la variación de caudal en la estabilidad de las suspensiones de óxido de hierro (III) dentro del sistema de columna con medio poroso.
- Estudiar la eficacia y funcionalidad de diversos montajes con una serie de válvulas en la inyección de las diferentes suspensiones de óxido de hierro (III).
- Identificar y atribuir el modelo de transporte de partículas en medios porosos más apropiado para las suspensiones estudiadas, utilizando el software MNMs.
- Estudiar la eliminación de un contaminante inyectado haciendo uso del sistema de columna y del mismo adsorbente estudiando en las suspensiones.

2. Fundamentos teóricos

2.1. La contaminación de agua por metales pesados

La contaminación hídrica se empezó a hacer notable a comienzos del siglo XIX, debido a que durante décadas se vertían sustancias provenientes de la agricultura, industria y comercio (*Environment & Society Portal*).

Sin embargo, en este siglo es cuando se ha producido un aumento considerable de contaminantes en el agua no sólo por el desarrollo tecnológico, sino también por no haber tratado esta problemática en años anteriores. A todo esto, hay que sumarle la problemática del cambio climático, la desertización y el crecimiento de la población que agrava más la situación actual del planeta (*Environment & Society Portal*).

Un problema importante es la presencia de metales pesados en el agua, aunque estos pueden provenir de diferentes fuentes, la más destacable es la actividad minera, dado que la liberación de estos metales sucede cuando los depósitos minerales, los cuales poseen sulfuros, entran en contacto con el oxígeno de tal forma que produce un proceso conocido como el drenaje ácido de mina (*Carlos Almau López, 2012*).

Los drenajes ácidos de mina contienen niveles elevados de sulfatos, así como algunos metales disueltos, en ciertas ocasiones pueden contener sólidos en suspensión. Todas estas sustancias provocan un peligro constante a la actividad biológica, además de que su respectivo tratamiento y un óptimo control conlleva un coste adicional a la labor de la minería. El gran inconveniente es que este suceso puede permanecer en el tiempo durante cientos de años llegando afectar tanto a aguas superficiales como aguas subterráneas (*Aduvire, 2006*).

Cuando los metales pesados ingresan en las aguas superficiales, estos tienden a concentrarse y acumularse, llegando en ocasiones a sobrepasar las concentraciones establecidas, de tal forma que llegan a afectar de forma negativa a los organismos acuáticos. En el ser humano también puede suponer un riesgo elevado, dado que estos metales pueden llegar a ingresar en el cuerpo mediante la cadena alimenticia, provocando enfermedades cancerígenas o congénitas (*Aksu, Z. 1998*).

Entre los metales pesados más comunes y peligrosos se encuentran el zinc (Zn), el cobre (Cu), Cadmio (Cd), Aluminio (Al), Cromo (Cr) y Arsénico (As). Según la Organización Mundial de la Salud (OMS), estableció que la concentración máxima permitida de Arsénico permitido en el agua tiene que ser de 10 µg/L .

2.2. Método de remediación de aguas contaminadas: La adsorción

La adsorción es un procedimiento que es funcional para la remoción de una gran variedad de contaminantes, dado que tiene una elevada capacidad, cinética rápida, además dependiendo del tipo de adsorbente que se utilice, también presenta una óptima selectividad. En este método las moléculas de un gas disuelto o de un sólido disuelto se adhieren en una cualquier superficie formando una capa de película de moléculas, es decir los contaminantes son transferidos por interacciones físicas o químicas hacia los sitios activos presentes sobre el adsorbente empleado. Cabe mencionar que entre sus ventajas se encuentran, un bajo coste operacional, un diseño factible, por otra parte, es apto para el medioambiente dado que el adsorbente empleado es recuperable para ser usado en otros objetivos y no forma contaminantes secundarios. Por todo esto se ha convertido en la técnica más utilizada en la actualidad (*García Rojas. 2012*).

Un papel fundamental en este proceso lo desempeña el adsorbente, el cual debe poseer una buena distribución del tamaño del poro y una gran área superficial, esto definirá la eficiencia del método de adsorción. Por otra parte, se encuentra el soluto o adsorbato, que se trata de la sustancia que se pretende absorber (*García Rojas. 2012*).

Se distinguen tres tipos de adsorción, según la relación que exista entre el adsorbente y el soluto. El primer tipo se denomina electrostático, en este los iones de una sustancia se enfocan en una superficie, como resultado de la atracción electrostática en ciertos lugares cargados de la superficie. El segundo tipo se distingue como adsorción física y se debe a las fuerzas de Van der Waals, se da entre las moléculas del adsorbato y los átomos que se encuentran en la superficie del adsorbente (*Treybal, 1986*). Finalmente, si el adsorbato experimenta una interacción química con el adsorbente, se aprecia el tercer tipo de adsorción, conocida como química, esta se produce cuando el adsorbato se une mediante fuerzas covalentes al adsorbente. Esta adsorción suele utilizarse a temperaturas elevadas, dado que suelen estar favorecidas a estas condiciones (*Millán, 2008*).

Cabe destacar que, en la mayoría de los casos, se producen los tres tipos de adsorción de forma simultánea, además no resulta una tarea sencilla distinguir entre la adsorción química y física (*Millán, 2008*).

2.3. Utilización de micro y nanopartículas para la descontaminación de aguas.

Se define como nanotecnología el empleo de materiales que se encuentra en una escala próxima (1-100nm) a lo atómico para el desarrollo de nuevos objetivos, componentes o estructuras.

En los últimos años, la nanotecnología ha tenido un gran avance, llegando a convertirse en una potencial alternativa en varios ámbitos tanto tecnológicos como industriales entre otros. Sin embargo, este trabajo se centra en su acción para combatir la contaminación de aguas. Se ha demostrado la eficiencia de esta tecnología, gracias al pequeño tamaño de las nanopartículas y a sus características específicas como son sus propiedades inherentes, que hacen que estas reaccionen químicamente con mayor facilidad y se unan a las moléculas adyacentes, una alta reactividad o su durable estabilidad, todo esto da lugar a un aumento de la energía superficial, provocando que las nanopartículas puedan adsorber e inmovilizar el contaminante, por lo tanto se puede concluir que la nanotecnología se basa en el empleo de materiales que se encuentra en una escala próxima a lo atómico para el desarrollo de nuevos objetos (O. Agboola, P.Poola,2020).

Algunos materiales que se han obtenido a partir de la nanotecnología ha sido los nanotubos de carbón, nanopartículas de oro y nanopartículas de hierro, entre otros.

Además, mediante la nanotecnología se puede perfeccionar o mejorar técnicas convencionales que se usan actualmente para la remediación de aguas contaminadas como son la coagulación, floculación y adsorción (F lu. D Astruc 2018).

Se debe diferenciar dos enfoques que se emplean en la nanotecnología para la obtención de nanopartículas, el primero conocido como top-down, en el cual la construcción se crea a partir de entidades de mayor tamaño sin que exista un control de nivel atómico, entre los que destaca los siguientes métodos:

- Bombardeo iónico, el cual se basa en el desgaste y afinamiento de la estructura del metal causado por un haz iónico, provocando la formación de finas laminas o películas de metal de un grosor nanométrico. Este método posee un coste bajo (M. Shimomura, T. Sawadaishi , 2001).
- Descomposición de un precursor organometálico del metal con valencia cero en disolventes orgánicos, dado que el precursor facilita que se produzca la dispersión. Además, se requiere de un agente estabilizante para que no se obtenga aglomeraciones de las nanopartículas producidas ((M. Shimomura, T. Sawadaishi, 2001).

El segundo enfoque denominado bottom up, las nanoestructuras son construidas a partir de su componente más pequeño posible, como son los átomos y las moléculas. El método más utilizado

es la reacción de una sal o un complejo del metal en disolución en presencia de un fuerte reductor y de un agente dispersante para evitar la formación y agregación del metal por las posibles aglomeraciones (*M. Shimomura, T. Sawadaishi, 2001*).

Cabe destacar que también se pueden obtener nanopartículas mediante métodos sintéticos controlados en un laboratorio como la polimerización química, síntesis de propagación a alta temperatura, síntesis de combustión o deposición de vapor químico (*Chemical Vapour Deposition*), además son caracterizados para establecer sus grados de pureza o cristalinidad a través de métodos químicos como son espectroscopia de absorción atómica y ópticos como microscopia eléctrica de barrido (SEM), microscopia de transmisión electrónica (TEM), espectroscopia infrarroja (IR) entre otras (*Aruna ST, Mukasyan AS, 2008*).

2.3.1. Empleo de óxidos de hierro como adsorbente para la remediación de aguas contaminadas.

Actualmente existe un gran número de óxidos de hierro tanto naturales como sintéticos, los cuales pueden utilizarse como medio de adsorción de los metales pesados como el arsénico (As), cromo (Cr) o plomo (Pb), así como la eliminación de colorantes, compuestos halogenados y sulfurados, colorantes debido a que ofrecen una flexibilidad elevada referente a las remediaciones ambientales tanto in situ como ex situ (*Haider AJ, 2018*).

La selección del óxido dependerá tanto del objetivo principal del uso, así como el coste del material, dado que un óxido de hierro puede ser más favorable para una determinada situación que otro (*Lovell J, 2001*).

El óxido de hierro natural es un compuesto que fue creado hace varios millones de años en la tierra y se obtiene a través de la minería. Se distinguen varios tipos de óxidos de hierro, entre los que destacan la goethita ($\text{FeO}(\text{OH})$), la hematita (Fe_2O_3), la magnetita (Fe_3O_4) entre otros. Por otra parte, el óxido de hierro sintético se consigue mediante una serie de reacciones químicas sometidas a ciertas presiones y temperaturas (*Lovell J, 2001*).

Las nanopartículas de hierro, se consideran un material óptimo para la remediación de contaminantes debido a que son fáciles de obtener debido a su abundancia en la tierra, a su constitución cero-valente, por no presentar toxicidad y porque puede estar en suspensiones durante un largo periodo de tiempo generando así una zona en la que se pueda llevar a cabo un tratamiento in situ (*Chaturvedi, 2013*).

2.3.1.1. La Nanoematita

El óxido de hierro (III), también conocido como hematita o especularita se encuentra formado por un 70 % de Fe y un 30% de O, su fórmula química es $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Sus partículas poseen forma de plaquetas hexagonales u octogonales, presenta un color marrón rojizo, además es paramagnética y aislante eléctrica. Se obtiene como resultado de metamorfismo de contacto, por alteración de siderita o magnetita, como producto de sublimación de lavas y como inclusión en muchos minerales (C. Arroyave, J.G Castaño 1998).

Este compuesto presenta un rango amplio de usos, como pigmento en pinturas y barnices, dado a su óptima resistencia a la acción de ácidos y bases, es un buen protector para las piezas metálicas, por su resistencia a la acción de los rayos uva y del calor. Sin embargo, en este trabajo interesa su uso como adsorbente en el tratamiento de aguas residuales. Estas nanopartículas son utilizadas para eliminar metales pesados que se encuentran presentes en aguas contaminadas, suele estar disponible en forma de polvo fino, lo que implica una alta dificultad de este material por sí solo como filtro absorbente, no obstante, se ha encontrado una técnica que consiste en recubrir la superficie de la arena con óxido de hierro como una posible solución (Calvopiña P, Valdivieso C, 2013).

Cabe destacar que la investigación sobre el tratamiento de los contaminantes de las aguas residuales con óxido de hierro ha probado que la capacidad de adsorción depende en gran medida de la cantidad de hematita presente en la superficie de la arena, por lo tanto, aumentará la eficiencia de eliminación del metal pesado (Calvopiña P, Valdivieso C, 2013).

2.4. Inyección in-situ de nanopartículas.

En la técnica in situ, el primer paso es introducir pequeñas fracciones volumétricas de nanopartículas a una fase líquida para después introducir las en un pozo contaminado, con el fin de degradar el contaminante, bien creando una especie de pared de nanopartículas que limpiará el agua a su paso, o bien empleando nanopartículas móviles capaz de traspasar los poros del suelo. Es necesario mencionar que esta inyección debe ser controlada (Figura 1)

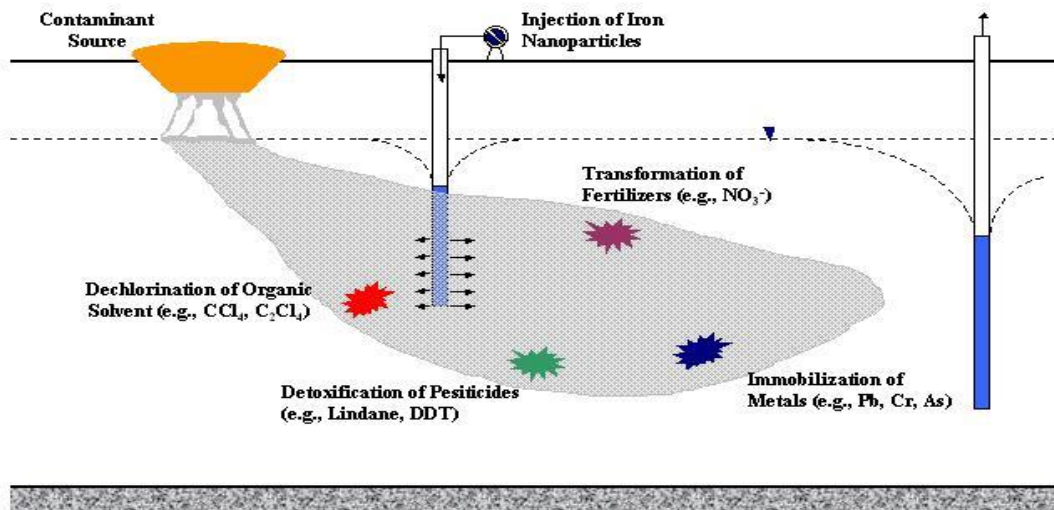


Figura 1. Técnica in-situ para la biorremediación del agua. Fuente INSUMA

La técnica in situ implica que ya no es necesario bombear agua subterránea a la superficie para tratarla, reduciendo de esta forma el tiempo y coste. Haciendo que sea la técnica más utilizada a la hora de tratar estos procesos de nano remediación. Cabe destacar que actualmente es la técnica más utilizada en la nano remediación.

2.5. Estudio de transporte de partículas en medio porosos.

El estudio de establecer un modelo que se dedique a la predicción del transporte que va a adquirir las partículas en medios granulares son imprescindibles no solo para entender la movilidad de los contaminantes o microorganismos en los subsuelos, sino también para desarrollar y mejorar la eficacia en la remediación de las aguas contaminadas (*Tosco y Sethi 2009*).

En este trabajo el movimiento de las partículas de nanohematita se produce dentro de la columna, por lo tanto, se estudiará este entorno. El transporte de las partículas en los experimentos dentro de una columna predomina la acción unidimensional, esto se debe a la relación que existe entre la longitud-diámetro de las columnas empleadas y a la distribución uniforme del flujo. La ecuación que predomina en sistemas unidimensionales de dispersión por advección se apreciar a continuación (*Tosco y Sethi 2009*):

$$\eta \cdot \frac{\delta C}{\delta t} - \rho_b \cdot \frac{\delta S}{\delta t} = -q \cdot \frac{\delta C}{\delta x} + \eta \cdot D \cdot \frac{\delta^2 C}{\delta x^2} \quad (2.1)$$

En donde, C es la concentración de las partículas presentes en la fase disuelta (g/L), S es la concentración de las partículas presentes en la fase sólida (g/L), η es la porosidad del medio, t pertenece al tiempo, q es la velocidad de Darcy, D es el coeficiente de dispersión ($L^2 \cdot T^{-1}$) y ρ_b es la densidad aparente de la fase sólida (g/L).

Sin embargo, para poder realizar un modelaje más completo también se tiene presente la ecuación 2.2 que se aprecia a continuación:

$$\rho_b \cdot \frac{\delta S}{\delta t} = \eta \cdot k_a \cdot \Phi_i - \rho_b \cdot k_d \cdot S \quad (2.2)$$

A continuación, se detalla los términos que componen la anterior ecuación para un mayor entendimiento: k_a es el coeficiente de adsorción, es decir está asociado a la fijación de partículas, k_d es el coeficiente de desorción o desprendimiento de las partículas, este término es inversamente proporcional a k_a . Por otro lado Φ_i es un termino que depende del proceso o modelado que se elija realizar.

Finalmente se aprecia los distintos procesos para trabajar, así como el valor del termino Φ_i correspondiente:

- *Linear attachment*

Este modelo es el más básico y se utiliza para la deposición lineal, el termino Φ_i posee un valor de 1 (Bianco et. Al 2018).

- *Blocking effect*

Este modelo no es lineal, se utiliza cuando las partículas que interactúan presentan una energía repulsiva, provocando que las partículas depositadas inhiban la próxima deposición de las coloides que se encuentran suspendidas en el área superficial del medio donde están presentes (Tosco et al. 2014). El termino Φ_i se describe de la siguiente manera:

$$\Phi_i = 1 - \frac{S}{S_{Max}} \quad (2.3)$$

Donde S_{Max} corresponde a la concentración máxima de las partículas en la fase sólida que pueden depositarse.

- Ripening effect:

El modelo de maduración se produce cuando la interacción partícula - partícula muestra una energía atractiva, por lo tanto, aquí no se producirá un bloqueo entre las partículas que están suspendidas en la fase líquida y las que se encuentran depositadas en el medio poroso (Tosco *et al* 2009). El término de Φ_i predominante es:

$$\Phi_i = 1 + A_{rip} \cdot S^{\beta_{rip}} \quad (2.4)$$

Donde A_{rip} y β_{rip} son términos que pueden obtenerse al realizar su respectiva simulación en el software MNMs mediante ajustes.

- Straining:

El efecto conocido como straining se produce cuando hay una retención de coloides en zonas donde hay una velocidad mínima en medios porosos, por lo tanto, hay ocasiones en las cuales los poros impiden el movimiento de las partículas.

Este es el modelo que se utilizara en este trabajo, dado que según la ecuación (x), x es la longitud del medio poroso empleado en este caso la columna, β_{str} es un parámetro predeterminado que corresponde a un valor de 0,432 obtenido a través de varios ensayos experimentales. (Brandford *et al* 2003).

$$\Phi_i = \left(1 + \frac{x}{d_{50,i}}\right)^{-\beta_{str}} \quad (2.5)$$

Hay ocasiones en las que es este efecto puede suprimirse, esto ocurre cuando el resultado de la siguiente operación $d_{90,particulas}/d_{10,arena}$ sea inferior a 0,008. (Shangping Xu *et al.*2006). En este trabajo se trabaja con valores de $d_{90,particulas} = 50 \mu m$ y $d_{10,arena} = 1000 \mu m$, dividiendo estos dos parámetros se obtiene 0,05, comparando los dos valores obtenidos se reafirma que este efecto no se puede eliminar.

3. Materiales empleados

A continuación, se expone los compuestos y equipos que se han empleado en este proyecto, así como sus respectivas características.

3.1. Reactivos empleados

3.1.1. Agua desionizada

Para la preparación de la mayoría de las soluciones realizadas a lo largo de este proyecto se ha utilizado agua desionizada, así como a la hora de limpiar ciertos instrumentos empleados para evitar la presencia de impurezas. Esta agua desionizada se adquiere a partir del sistema de purificación centralizado de la marca Merck Milipore, modelo Elix 70.

Por otro lado, también se empleó agua que se encuentra aún más purificada, que se obtiene a partir de un módulo de purificación de la marca Merck Milipore, modelo Q-Gard 1. Esta agua se ha utilizado para preparar soluciones que lo requieren.



Figura 2. Sistema de purificación, modelo Elix 70, Merck Milipore.

3.1.2. Otros reactivos

- El óxido de hierro (III) o hematita se ha utilizado como absorbente para realizar las soluciones que requieren este proyecto, este proviene de la marca Sigma Aldrich, su

tamaño es menor a 50 nm según el fabricante y otros trabajos previos, se utiliza para la estudiar la movilidad de las partículas tanto de manera estática como dinámica.

- Carboximetilcelulosa de sodio o CMC, es un compuesto que se utiliza por sus propiedades de estabilizante y espesante para las suspensiones de óxido de hierro (III). Proviene de la marca Sigma Baldrich y su peso molecular medio es de 90000 aproximadamente.
- Cloruro de calcio dihidratado ($CaCl_2$), es una sal de color blanco, presenta una forma cristalina. Este reactivo es utilizado para preparar las disoluciones de óxido de hierro (III), proviene de la marca Panreac y su peso molecular es de 147 *g/mol*.
- Arena Sorra de sílex AstralPool, la cual fue previamente lavada con agua desionizada y calcinada posteriormente al ser introducida al horno a 900°C, esta posee una densidad teórica de 2,65 *g/cm³*.
- Nitrato de sodio ($NaNO_3$), se utiliza como trazador de la columna, y será inyectado antes de pasar las disoluciones a estudiar. Proviene de la marca Panreac y posee una pureza del 99%.
- Arena Sorra calcinada, utilizada para recirculación, la cual posee un tamaño de 0,5 nm. Esta arena es utilizada para introducirla en las columnas juntamente con el contaminante deseado.

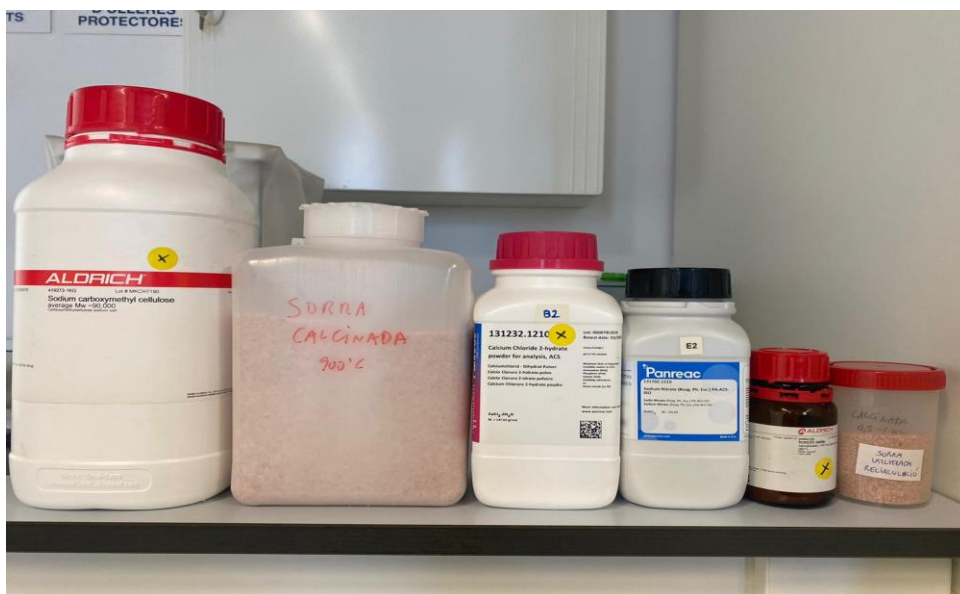


Figura 3. Reactivos involucrados en este proyecto. CMC, arena sorra calcinada a 900°C, cloruro de calcio dihidratado, nitrato de sodio, óxido de hierro (III), arena calcinada.

- El patrón de Arsénico (V) para ICP, se ha utilizado como contaminante, proveniente de la marca Sigma Aldrich, este tiene que estar en un ambiente frío y dentro de una envoltura

como se aprecia en la figura 4, para conservar sus propiedades específicas. Además, cuando se utiliza se debe tener todos los utensilios para protegerse dentro del laboratorio (bata, guantes, gafas de laboratorio entre otros), dado que puede provocar irritación cutánea, lesiones oculares graves.

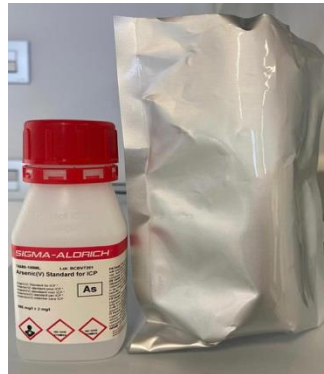


Figura 4. Patrón de Arsénico (V) para ICP, Sigma Aldrich.

3.2. Equipos

3.2.1. Balanza analítica

Se ha utilizado este instrumento para realizar pesadas de los reactivos sólidos mencionados anteriormente para poder realizar las disoluciones deseadas, así como ciertos componentes que forman parte del montaje experimental. Posee una resolución de aproximadamente 0,001 g y una capacidad máxima de pesaje de 60 g, proviene de la marca Sartorius modelo Quintix Analytical Balance.

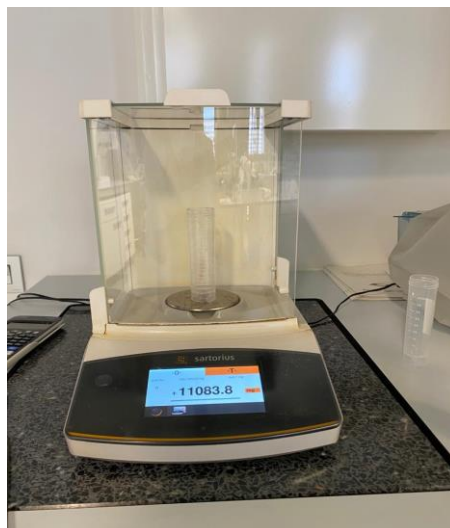


Figura 5. Balanza analítica Quintix Analytical Balance, Sartorius.

3.2.2. Agitador

Para conseguir que las suspensiones posean un grado aceptable de homogeneidad, ayudar a que ciertos reactivos se disuelvan totalmente en su respectivo solvente y que se produzca una mejora en la interacción entre los sólidos suspendidos y la fase líquida, se ha empleado un agitador de dispersión Ultra-Turrax T18 digital de la marca IKA, este posee una barra de acero inoxidable que puede adquirir una velocidad entre un rango de 3000 a 25000 rpm. Además, este instrumento viene con un soporte para mantenerlo sujeto y una plataforma móvil para regular la altura que se desea.

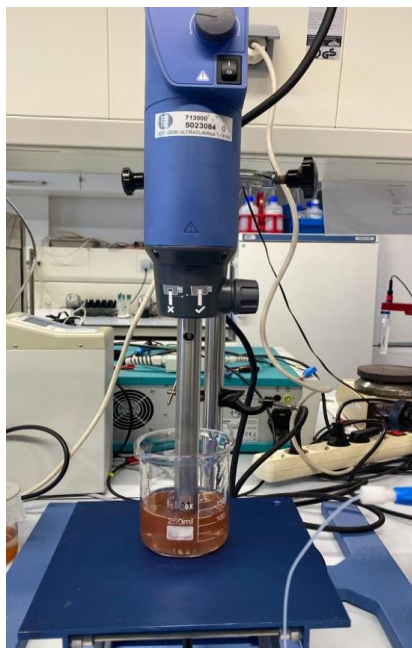


Figura 6. Agitador Ultra-Turrax T18 digital. IKA

3.2.3. Baño de ultrasonidos

Este equipo tiene como función agitar las partes sólidas de las disoluciones para que se disuelvan totalmente y para que se produzca la desgasificación de líquidos, a través de un efecto de sonicación, es decir se generan ondas sonoras de alta frecuencia entre un rango de 30 y 50 kHz. Cabe mencionar que el baño de ultrasonido tiene otras aplicaciones como es la limpieza de vidrios del laboratorio, joyas, prótesis dentales entre otras.

Por lo tanto, en este proyecto se ha utilizado para favorecer la disolución del CMC en agua, así como disolver las partículas de óxido de hierro (III), por otro lado, también se ha eliminado los gases disueltos en los líquidos de manera que al inyectar el líquido en la columna no entre aire. Este equipo proviene de la marca ATU modelo ATM-1,5 L.



Figura 7. Baño de ultrasonido ATM-1,5 L. ATU.

3.2.4. Espectrofotómetro UV-VIS

Una vez preparadas las disoluciones se decidió su comportamiento en medio estático y en el interior de la columna, mediante medidas de absorbancia. Para ello se utilizó un espectrofotómetro de ultravioleta visible de la marca Ocean Optics, Modelo FLAME-S-UV-VIS-ES, el cual está conectado a una fuente de luz, modelo DH-mini de la misma marca, por otra parte, la radiación de la fuente se une mediante fibra óptica a la celda y al receptor.



Figura 8. Espectrofotómetro UV-VIS, Ocean Optics.

Para realizar el estudio del movimiento de las partículas del absorbente de manera estática se ha utilizado el instrumento conocido como Cuvette Holder 1 cm de la marca Ocean Optics, y cubetas rectangulares de cuarzo de 1 cm de camino óptico de la marca Brand, que contienen en su interior la muestra a analizar, como se aprecia en la siguiente figura:



Figura 9. Cuvette Holder 1 cm, Ocean Optics.

Por otra parte, antes de iniciar el estudio con el espectrofotómetro de las partículas de óxido de hierro (III), tanto en el método estático como continuo es necesario hacer una calibración con este instrumento y con una cubeta rellena de la disolución de CMC para realizar la medida de disolución de fondo que corresponde al blanco en este caso.

3.2.5. Colector de fracciones.

Este equipo tiene como función realizar una recolección de fracciones provenientes de un sistema en continuo con columna en un determinado tiempo (marca Gilson, modelo FC 204). Las muestras recolectadas serán analizadas por Espectrometría de Masas por Plasma de Acoplamiento Inductivo (ICP-MS). En este proyecto se ha utilizado para realizar la segunda parte de este proyecto, dado que se necesitaba recoger un número elevado de muestras, para estos se utilizaron tubos, los cuales son colocados en cuatro gradillas con una capacidad de 60 tubos cada una como se observa en la figura 10.



Figura 10. Colector de fracciones, FC 204, Gilson.

3.2.6. Otros aparatos y material fungible.

A lo largo de este proyecto se han empleado diferentes instrumentos volumétricos y de vidrio propios de un laboratorio, así como de distintas dimensiones como, por ejemplo: los vasos de precipitados, matraces aforados, vidrios de reloj, tubos, pipetas digitales, embudos que se utilizó para facilitar la incorporación de un fluido a un matraz aforado, entre otros. También se utilizó espátulas, las cuales facilitaban la extracción de los reactivos hacia un recipiente especial para su pesada.

Así mismo, se filtró soluciones de Cloruro de calcio, para evitar que esté presente una apariencia turbia y obtener una solución con un nivel de transparencia alta. Para esto se utilizó un montaje de filtración al vacío, como aprecia en la figura 11, el cual se empleó filtro de membrana de nylon con un diámetro de 47 mm y un tamaño de poro de 0,45 μm .



Figura 11. Aparato de filtración

Finalmente se utilizó materiales de plásticos, como botellas de diferentes tamaños para guardar las soluciones realizadas, puntas de pipetas desechables, o tubos Falcón.

4. Montajes experimentales

En este apartado se exponen los dos montajes que se realizaron en este proyecto.

4.1. Montaje estático.

Para realizar este montaje se utilizó una cubeta rectangular de cuarzo de 1 cm de camino de camino óptico, la cual se introdujo dentro del instrumento Cuvette holder como se aprecia en la figura 9, este posteriormente se unió al espectrofotómetro y a la fuente de luz mediante fibras ópticas. Finalmente se tapó con una cubierta opaca el Cuvette holder para evitar que entre luz a la cubeta y obtener resultados óptimos de absorbancia, todo este montaje se observa en la siguiente figura:



Figura 12. Montaje estático

4.2. Montajes en continuo.

A lo largo de este proyecto se ha realizado varios montajes en continuo para estudiar el transporte de partículas. A continuación, se expone los montajes de una forma más detallada.

4.2.1. Montaje A

Este primer montaje resulta más complejo que el montaje estático dado que interviene más elementos para poder describirlo de una manera más detallada se adjunta la Figura 13.

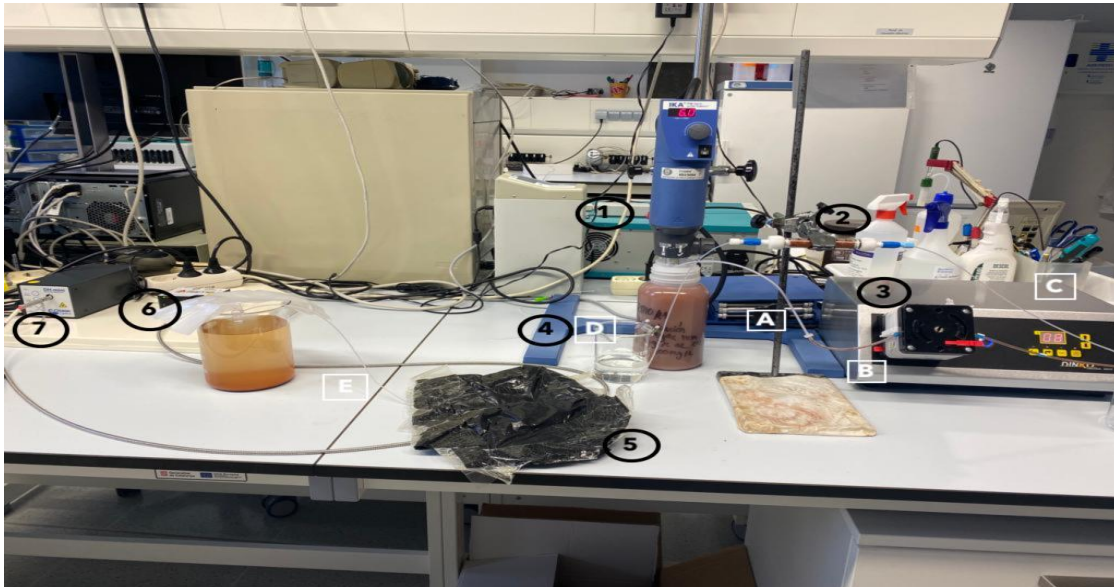


Figura 13. Montaje A, dinámico.

Como se observa se ha definido con números los componentes y con letras los tubos. Posteriormente se expone en la tabla 1 los equipos utilizados y en la tabla 2, las conexiones que realizan los tubos empleados, así como sus diámetros y longitudes.

Tabla 1. Componentes que intervienen en el montaje 1 en continuo.

Número	Componentes
1	Agitador Ultra-Turrax T18
2	Columna
3	Bomba peristáltica marca DINKI, modelo D-25 Vplus
4	Suspensión para inyectar
5	Celda tipo Z (cubierta)
6	Fuente de luz marca Ocean Optics, modelo DH-mini
7	Espectrofotómetro UV-Vis marca Ocean Optics

Tabla 2. Dimensiones de los tubos que intervienen en el montaje 1 en continuo

Tramos	Diámetro (cm)	Longitud (cm)	Volumen (cm ³)	Unión
A	0,1	32,5	0,26	Aspiración de la suspensión o solución hasta el inicio de la bomba
B	0,095	40,2	0,28	Tubo de la bomba
C	0,1	42,1	0,33	Final del tubo de la bomba hasta el inicio de la columna
D	0,1	37,1	0,29	Salida de la columna hasta la entrada en la celda tipo Z
E	0,1	39	0,31	Salida de la celda Z hasta el recipiente donde se encuentra el residuo.

Para encontrar el volumen de los tubos que se emplearon en este montaje, especialmente los que se encuentran involucrados antes de la llegada de la solución analizada a la celda (tramo A-D), en primer lugar, se realizaron medidas de sus dimensiones, que se encuentran en la tabla 2, después se utilizó la expresión 3.1, finalmente sumatorio de los tramos A-D es de 1,16 cm³, el cual se comprobaba experimentalmente más adelante.

$$V_{Tubos} = \sum_{i=A}^D L_i \cdot \frac{\pi \cdot d_i^2}{4} \quad (3.1)$$

4.2.1.1. Celda tipo Z

En este montaje se ha sustituido el instrumento Cuvette Holder por una celda tipo Z. Esta celda está compuesta por cuatro conexiones de politetrafluoroetileno (PTFE), conocido mayoritariamente como teflón, con un cuerpo de polimetilmetacrilato (PMMA) y polietercetona (PEEK). Además, la ventana que permite el paso del haz de luz está formada por óxido de silicio (VI), en su interior se encuentra un camino óptico de 1 cm y es por donde fluirá el caudal que saldrá por la columna.

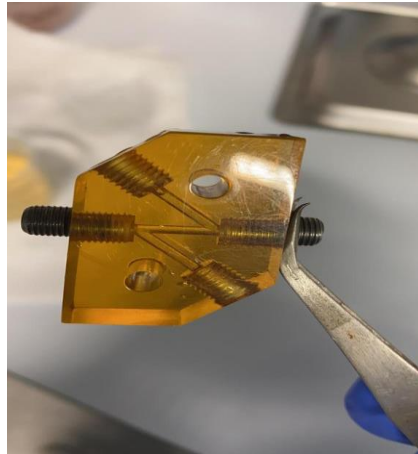


Figura 14. Celda tipo Z UV-Visible.

Esta celda proviene de la marca Ocean Insight, modelo FIA Series Microvolume, es necesario mencionar que es fundamental que la pieza este limpia, dado que en caso contrario la lectura obtenida de las muestras se vería alterado.

4.2.1.2. Columna

En este proyecto se han utilizado columnas *OmnifitTM* de la marca Fisher Scientific, está formada por vidrio de borosilicato, el cual contiene óxidos de silicio y boro, sus dimensiones son 1 cm de diámetro y una longitud regulable con un máximo de 10 cm. En esta columna se introducirá la arena sílex, se taponará con los émbolos, estos tienen una rejilla metálica para evitar que el paso de la arena o alguna partícula que provoque una posible obstrucción, como se aprecia en la siguiente figura:



Figura 15. Columna *OmnifitTM*.

4.2.2. Montaje B

Para realizar el segundo montaje se ha partido del primer montaje, de ahí se ha separado el tramo D (Figura 13), y se ha incorporado una válvula de tres salidas posibles, es decir el tubo correspondiente a la salida de la columna se introducirá en una salida de la válvula, posteriormente otro tubo se incorporará en una segunda salida de la válvula y a la entrada de la celda Z, finalmente en la última salida de la válvula disponible se introdujo un tubo que unirá a un segundo tubo de la bomba. Dado que este montaje resulta más complejo se ha adjunta la figura 16, para un mayor entendimiento.

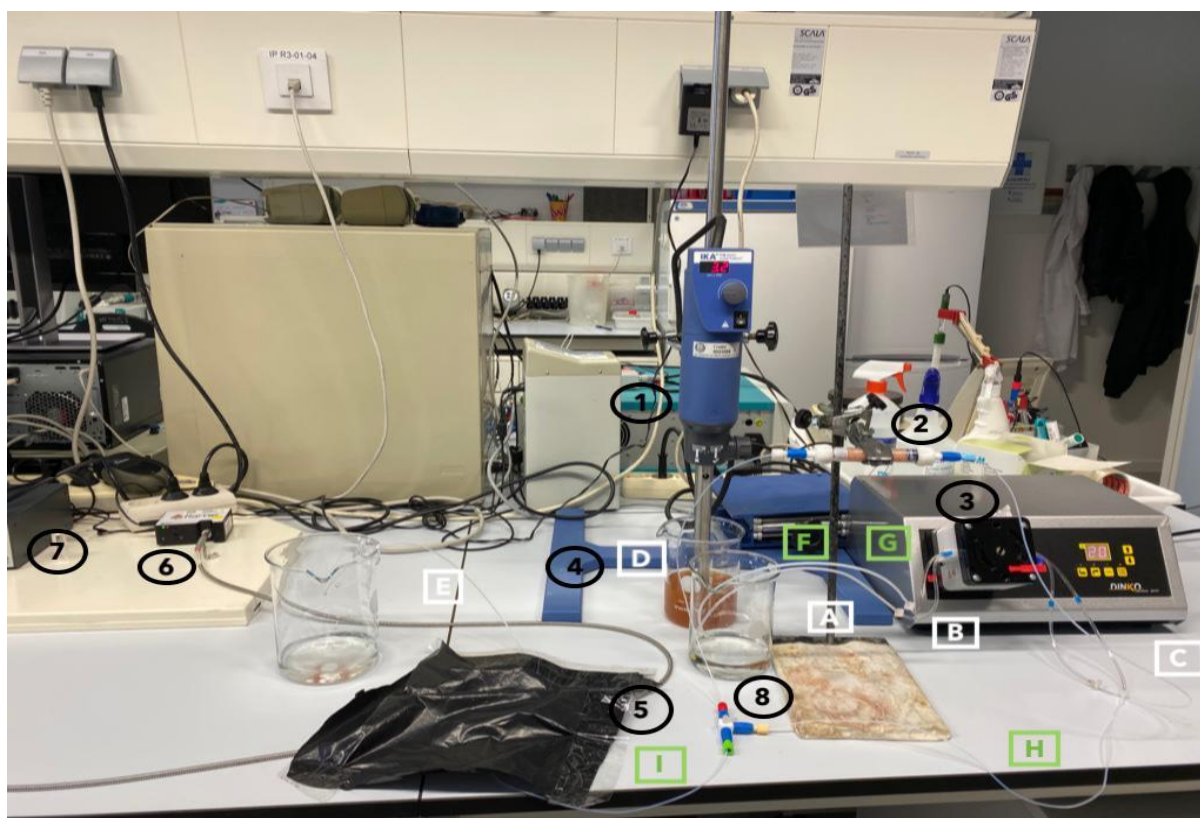


Figura 16. Montaje B

Como se aprecia se ha definido con números los componentes y con letras los tubos, sin embargo, se ha añadido letras de color verde que indican los tubos incorporados en este montaje. A continuación, se expone en la tabla 3 los equipos utilizados y en la tabla 4, las conexiones que realizan los tubos empleados, así como sus diámetros y longitudes.

Tabla 3. Componentes que intervienen en el montaje B en continuo.

Número	Componentes
1	Agitador Ultra-Turrax T18
2	Columna
3	Bomba peristáltica marca DINKI, modelo D-25 Vplus
4	Suspensión para inyectar
5	Celda tipo Z (cubierta)
6	Fuente de luz marca Ocean Optics, modelo DH-mini
7	Espectrofotómetro UV-Vis marca Ocean Optics
8	Válvulas con tres salidas

Tabla 4. Dimensiones de los tubos que intervienen en el montaje B en continuo

Tramos	Diámetro (cm)	Longitud (cm)	Volumen (cm ³)	Unión
A	0,1	32,5	0,26	Aspiración de la suspensión o solución hasta el inicio de la bomba
B	0,095	40,2	0,28	Tubo de la bomba
C	0,1	42,1	0,33	Final del tubo de la bomba hasta el inicio de la columna
D	0,1	37,1	0,29	Salida de la columna hasta la entrada en la válvula
E	0,1	39	0,31	Salida de la celda Z hasta el recipiente donde se encuentra el residuo.
F	0,1	38,5	0,30	Aspiración de la suspensión o solución hasta el inicio de la bomba (2 tubo)
G	0,095	40,5	0,28	Tubo de la bomba (2 tubo)
H	0,1	47,5	47,5	Final del tubo de la bomba hasta la entrada de la válvula
I	0,1	45,5	0,36	Salida de la válvula hasta la entrada a la celda Z

Es necesario comentar que en este segundo montaje la válvula permanece cerrada hacia el segundo tubo de la bomba, es decir que esta no permite el paso de la disolución a la celda. El funcionamiento de la válvula es sencillo, dado que esta tiene en su parte superior una palanca que se orientará a cualquiera de los tres orificios que se quiera impedir la entrada de la disolución, como se observa en la siguiente figura.

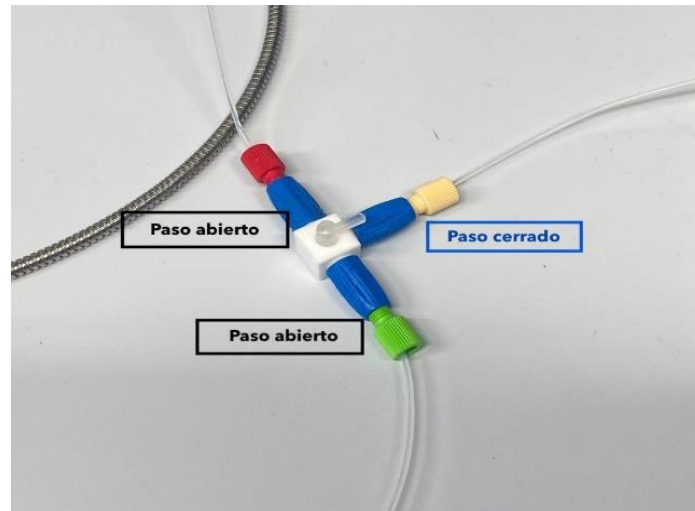


Figura 17. Válvula con tres salidas.

4.2.2.1. Montaje B.1

Para realizar el montaje B.1 se ha mantenido todo el montaje B, la única modificación que se ha realizado es cambiar la orientación de la manija hacia el tubo que conecta la válvula y la salida de la columna, es decir el tramo A que se observa en la figura 16.

Dado que los tubos implicados son los mismos que en el montaje, se mantiene los volúmenes de estos, calculados en la tabla 4 y los componentes utilizados (tabla 3).

4.2.3. Montaje C

El último montaje a diferencia del segundo y del tercero la válvula se encuentra antes de la columna. El tramo C que une el tubo de la bomba con la columna pasa a unir el tubo de la bomba con la válvula, el tramo H se mantiene y el último orificio de la válvula es el que conectará la válvula con la columna, para esto se utiliza el tubo del tramo I. Finalmente para contemplar el montaje, el tramo D establecerá una conexión entre la salida de la columna hasta la entrada de la celda. Cabe destacar que todos los tramos antes mencionados se pueden observar en la figura 16 (montaje B). A continuación, se representa la figura del montaje C:

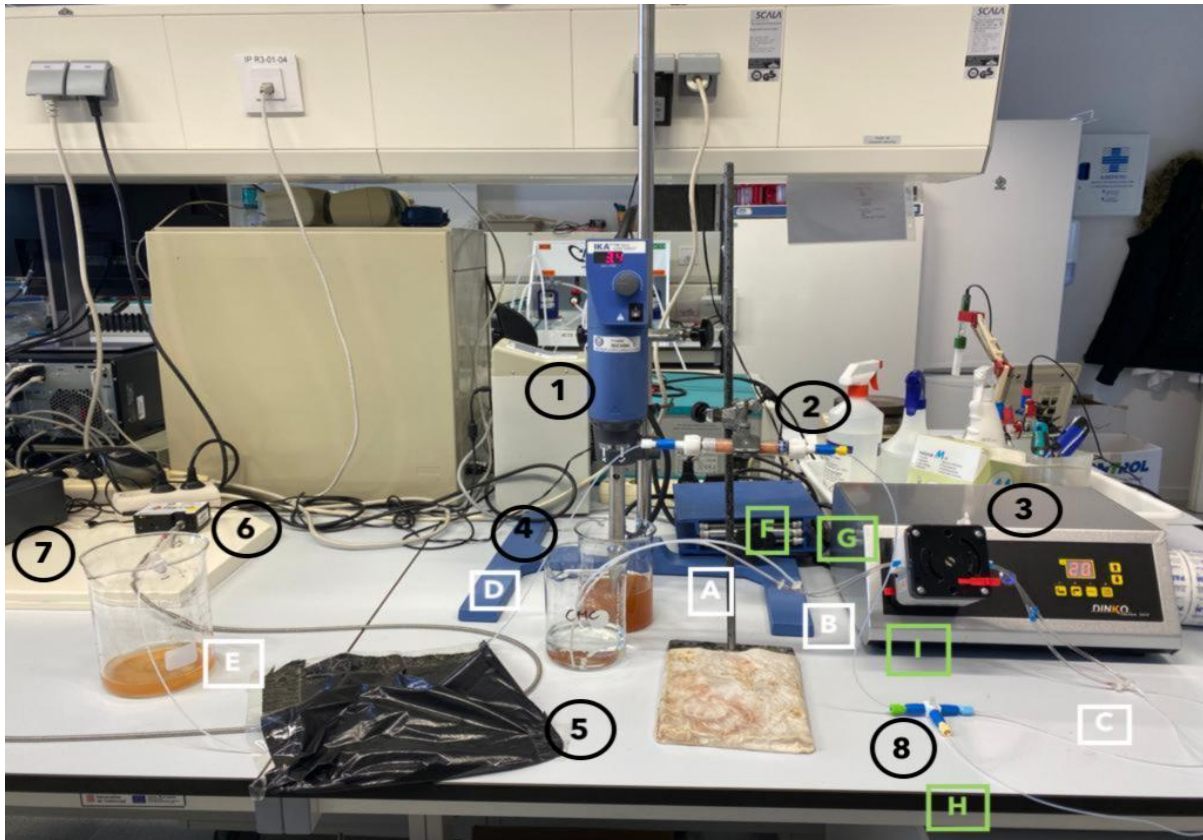


Figura 18. Montaje C

Como se observa al ser cambiado los tubos de lugar también cambiara el volumen entre los tramos A-I, exceptuando el tramo E. A continuación, se expone tanto los componentes involucrados en este montaje (Tabla 5), así como las dimensiones de los tubos implicados (Tabla 6).

Tabla 5. Componentes que intervienen en el montaje C en continuo.

Número	Componentes
1	Agitador Ultra-Turrax T18
2	Columna
3	Bomba peristáltica marca DINKI, modelo D-25 Vplus
4	Suspensión para inyectar
5	Celda tipo Z (cubierta)
6	Fuente de luz marca Ocean Optics, modelo DH-mini
7	Espectrofotómetro UV-Vis marca Ocean Optics
8	Válvulas con tres salidas

Tabla 6. Dimensiones de los tubos que intervienen en el montaje C

Tramos	Diámetro (cm)	Longitud (cm)	Volumen (cm³)	Unión
A	0,1	32,5	0,26	Aspiración de la suspensión o solución hasta el inicio de la bomba
B	0,095	40,2	0,28	Tubo de la bomba
C	0,1	42,1	0,33	Final del tubo de la bomba hasta una de las entradas de la válvula
D	0,1	37,1	0,29	Salida de la columna hasta la entrada a la celda Z
E	0,1	39	0,31	Salida de la celda Z hasta el recipiente donde se encuentra el residuo.
F	0,1	38,5	0,30	Aspiración de la suspensión o solución hasta el inicio de la bomba (2 tubo)
G	0,095	40,5	0,28	Tubo de la bomba (2 tubo)
H	0,08	47,5	47,5	Inicio del 2 tubo de la bomba hasta una de las entradas de la válvula
I	0,08	45,5	0,36	Salida la válvula hasta la entrada de la columna

4.2.4. Montaje D

El último montaje realizado tiene varios cambios con respecto a los anteriores montajes, en este se inyectará una disolución de arsénico (V) de concentración inicial conocida, para poder observar su eliminación al hacerlo pasar por una columna que contiene una mezcla de arena sílex y el óxido estudiado. A continuación, se expone este montaje en las siguientes figuras.

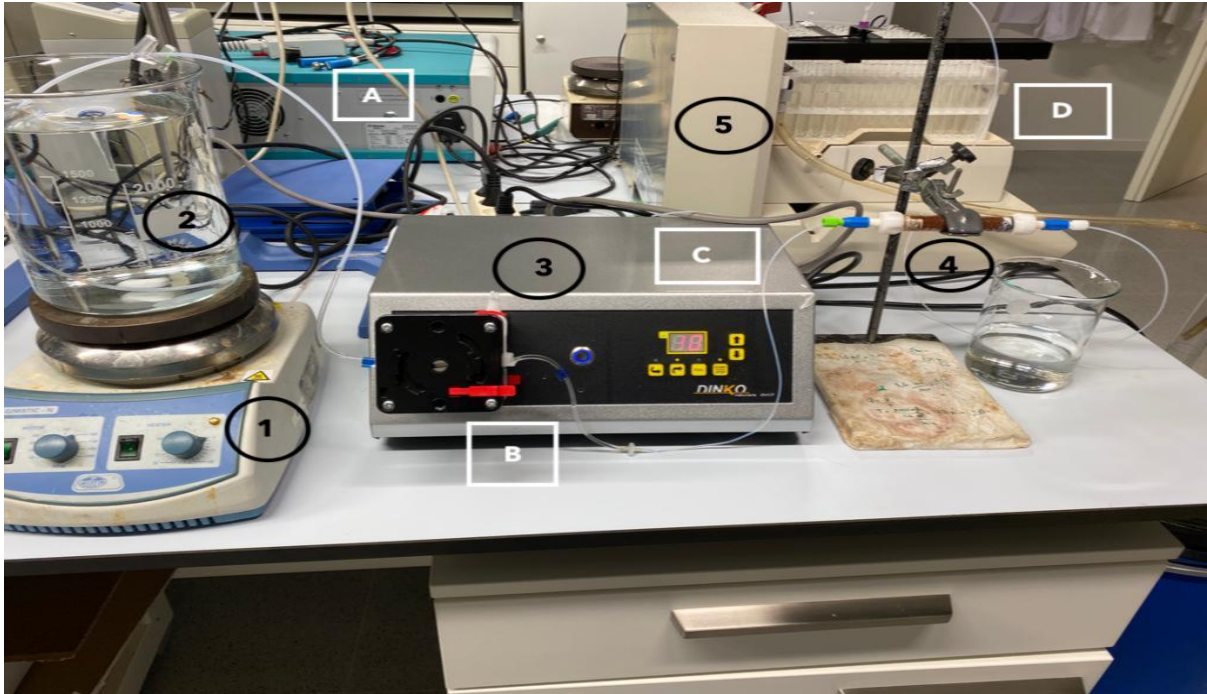


Figura 19. Montaje D, parte delantera.



Figura 20. Montaje D en continuo parte frontal.

Para este último montaje realizado también se ha decidido realizar dos tablas (7 y 8) para una mejor explicación de los componentes involucrados.

Tabla 7. Componentes que intervienen en el montaje 4 en continuo.

Número	Componentes
1	Agitador magnético, AGIMATIC-N
2	Suspensión para inyectar
3	Bomba peristáltica marca DINKI, modelo D-25 Vplus
4	Columna
5	Colector de fracciones, Gilson

Tabla 8. Dimensiones de los tubos que intervienen en el montaje 4 en continuo.

Tramos	Diámetro (cm)	Longitud (cm)	Volumen (cm ³)	Unión
A	0,1	32,5	0,26	Aspiración de la suspensión o solución hasta el inicio de la bomba
B	0,095	40,2	0,28	Tubo de la bomba
C	0,1	42,1	0,33	Final del tubo de la bomba hasta el inicio de la columna
D	0,1	37,1	0,29	Salida de la columna hasta la entrada de la disolución en el colector de fracciones

Cabe mencionar que tanto la longitud de la columna, el volumen muerto de la columna se encuentra en la tabla 11, específicamente es la columna 4. Por otra parte, las condiciones que involucran este experimento como son la masa de adsorbente, el caudal se aprecia en el apartado 5.6.4.

5. Metodología Experimental

5.1. Preparación de cuatro disoluciones de diferentes concentraciones de cloruro de calcio: Estudios previos.

Para poder realizar el estudio de la estabilidad de las disoluciones de óxido de hierro (III) se han elaborado cuatro disoluciones que contienen 5 g/L de carboximetilcelulosa, 0,4 g/l de óxido de hierro (III) y diferentes concentraciones de Cloruro de Calcio ($CaCl_2$), que corresponde a 0 mM, 1 mM, 10 mM y 100 mM.

Para ello se pesaron 40 mg de óxido de hierro, que se introdujeron en 4 matraces aforados de 100 ml, los cuales se cerraron y se mantuvieron apartados mientras se preparaban las demás soluciones.

Se empezó con la preparación de una disolución concentrada de 5 g/L de carboximetilcelulosa (CMC), para ello primero se decidió calcular el volumen de agua necesaria que correspondiente a la cantidad que se deseaba preparar, se consideró un volumen de 500 ml, los cuales se introdujeron en vaso de precipitado de 1000 ml para facilitar la agitación producida por el dispersor.

Después se pesaron 2,5 g de CMC y se mantuvieron apartados. Posteriormente para poder encajar el dispersor sujeto a un soporte universal y el vaso de precipitado, este último fue colocado encima de un soporte elevador, se ajustó de forma que la agitación se realizará lo más eficaz posible. La agitación se realizó a 6500 rpm, dicha velocidad garantizaba que no se produjera burbujas.

Seguidamente se empezó a añadir el CMC, en el vaso de precipitado en pequeñas cantidades, esperando a que este se disolviera completamente en el agua, este proceso es necesario que se realice de esta forma, dado que cuando el CMC entraba en contacto con el agua, esta toma se transforma un tipo de pasta viscosa y resulta difícil que se disuelva. Adicionalmente, se realizó un baño de ultrasonido durante 5 minutos para garantizar que el CMC se disolviera correctamente.

Para realizar la disolución de cloruro de calcio ($CaCl_2$), se decidió partir de una disolución 1M, para ello se pesó 14,7 gramos de $CaCl_2$, los cuales se añadieron a un matraz aforado de 100 ml, al que después con ayuda de un embudo se introdujo 100 ml de la solución de CMC antes preparada, para garantizar una mezcla óptima se introdujo el matraz en el baño de ultrasonido por unos 5 minutos.

Una vez preparadas las disoluciones se tomaron matraces que contenían el óxido de hierro (III), y en el primer matraz se enrasó con la disolución de CMC, en el segundo matraz se añadió con ayuda de una pipeta 0,1 ml (100 μ l) de la disolución preparada de $CaCl_2$ y después se enrasó con la disolución de CMC. Para el tercer y cuarto matraz se realizó el mismo procedimiento que en el segundo matraz, pero introduciendo 1 ml y 10 ml de la disolución de $CaCl_2$, respectivamente. Finalmente, se agitaron los cuatro matraces y se introdujeron en el baño de ultrasonidos unos 5 minutos aproximadamente para evitar que se queden pequeñas aglomeraciones de óxido de hierro (III) sin disolver, estas cuatro disoluciones preparadas se pueden apreciar en la tabla 12 (Diso1_Exp1, Diso2_Exp1, Diso3_Exp1, Diso4_Exp1).

5.2. Preparación de cuatro disoluciones de diferentes concentraciones de cloruro de calcio dentro de la zonal lineal.

Unos de los requisitos necesarios para que las cuatro disoluciones preparadas anteriormente es que se encuentre en la zona lineal, es decir que sus absorbancias sean próximas a uno, sin embargo, estas carecían de este requisito por lo tanto se decidió cambiar en primer lugar la concentración de óxido de hierro (III) que pasaría a ser de 0,2 g/L. Cabe destacar que aparte de cambiar la concentración de nanohematita también se modificará la elaboración de las cuatro disoluciones como se aprecia a continuación:

En primer lugar, se realizó una disolución de 5 g/L de CMC, esta solución se preparó de la misma forma que en el apartado anterior. A continuación, se pesaron 50 mg de óxido de hierro (III) e introducirlos en matraces de 250 ml, y se apartó para utilizarlos más adelante.

Se cogió un volumen de 500 ml de la disolución de CMC, se introdujeron en un matraz aforado y después se añadieron 7,35 gramos de cloruro de sodio previamente pesados, se agitó cuidadosamente y se introdujo en el baño de ultrasonidos durante 5 minutos.

En el primer matraz se introdujeron 250 ml de la solución de cloruro de sodio preparada anteriormente de manera que se obtuvo una primera disolución de 0,2 g/L de óxido de hierro, 5g/L de CMC y 100 mM de $CaCl_2$. En el segundo matraz se añadieron 25 ml de la solución de cloruro de sodio y se enrasaron hasta 250 ml con la disolución de CMC obteniéndose una segunda disolución 0,2 g/L de óxido de hierro, 5g/L de CMC y 10 mM de $CaCl_2$, para la tercera disolución se repitió el procedimiento de la segunda disolución, pero esta vez se añadieron al tercer matraz 2,5 ml de la solución de cloruro de sodio (0,2 g/L de óxido de hierro ; 5g/L de CMC y 1 mM de $CaCl_2$), finalmente para el último matraz se añadió 250 ml de disolución de CMC, obteniéndose la cuarta disolución (0,2 g/L de óxido de hierro ; 5g/L de CMC y 0 mM de $CaCl_2$). Estas cuatro disoluciones elaboradas se pueden apreciar en la tabla 12 (Diso1_Exp2, Diso2_Exp2, Diso3_Exp2, Diso4_Exp2).

5.3. Preparación de la disolución de trazador $NaNO_3$

Previamente a los experimentos del sistema en continuo con columna, es necesario preparar la solución de trazador, su función es caracterizar algunas propiedades fundamentales de la columna, así como del propio montaje experimental realizado, como son la velocidad del poro o el volumen muerto.

Una disolución de nitrato de sodio ($NaNO_3$) de concentración 0,1 M fue utilizada como disolución trazadora. Para ello, se escogió un matraz de 250 ml al que se añadieron 2,13 gramos del reactivo y después se enrasó con agua.

A continuación, se realizó un experimento para verificar que la concentración seleccionada era la correcta para ello se midió la absorbancia haciendo el uso del espectrofotómetro UV-VIS. Sin embargo, esta primera disolución se salía de la zona lineal por ello, se procedió a realizar una dilución para obtener una solución de nitrato de sodio de concentración $1 \cdot 10^{-4} M$.

Este experimento se realizó a una longitud de onda de 201,8 nm y se utilizó el montaje A (Apartado 4.2.1)

5.4. Caracterización de la columna.

5.4.1. Obtención de la densidad del material y la porosidad de la arena calcinada.

Antes de realizar los experimentos en columna, es necesario realizar la caracterización de esta, para obtener propiedades específicas, como la densidad del material y la porosidad de la arena calcinada. Su caracterización se llevará a cabo de forma estática y se hará mediante la densidad aparente de la arena calcinada lo que también otorga una aproximación de su porosidad, a continuación, se detalla cómo se ha realizado este cálculo.

Se escogieron dos matraces aforados de 10 ml, que se pesaron vacíos, posteriormente se introdujeron ciertas cantidades de arena hasta llenar lo matraces, mediante ligeros golpes, para que todos los gránulos se asienten de forma correcta. Se procedió a pesar el matraz con la arena y

se obtuvo la masa de la arena, para después estimar la densidad aparente, gracias a las expresiones que me muestran a continuación.

$$Masa_{arena} = Masa_{matraz+arena} - Masa_{matraz\ vacio} \quad (5.1)$$

$$\rho_{aparente} = \frac{Masa_{arena}}{Volumen_{matraz}} \quad (5.2)$$

En donde $Volumen_{matraz}$ corresponde al valor del 10 ml, el siguiente paso consistió en verter agua en el interior del los dos matraces, hasta llenar lo máximo posible el matraz pero sin exceder la marca horizontal que marca los 10 ml del matraz, de manera que se humedece los gránulos de arena y pesar este conjunto en la balanza, este proceso se realizó para establecer el agua que se añadió ($Volumen_{agua}$) para obtener la porosidad con la siguientes expresiones matemáticas:

$$Volumen_{agua} = \frac{Masa_{Matraz+arena+agua} - Masa_{Matraz+arena}}{\rho_{agua}} \quad (5.3)$$

$$n = \frac{Volumen_{agua}}{Volumen_{matraz}} \quad (5.4)$$

En donde la ρ_{agua} se ha considerado que corresponde al valor de 1 g/ml. Posteriormente se ha buscado el valor de la densidad del material, para poder llevar a cabo una comparación con el valor teórico conocido para ello se ha utilizado la siguiente ecuación:

$$\rho_{material} = \frac{\rho_{aparente}}{1 - n} \quad (5.5)$$

Finalmente se expone los parámetros involucrados en los cálculos mencionados anteriormente. Así como la comparación de los valores teóricos de porosidad y densidad con los valores experimentales.

Tabla 9. Cálculo de la densidad aparente y la porosidad de la arena.

Parámetros	Repetición 1	Repetición 2	Media
Masa del matraz vacío (g)	12,03	12,07	12,05
Masa del matraz + arena (g)	27,85	28,35	28,01
Masa de la arena (g)	15,81	15,96	15,89
Densidad aparente (g)	1,581	1,60	1,59
Masa del matraz+arena+agua(g)	31,33	31,82	31,56
Densidad del agua (g/ml)	1,00	1,00	1,00

Volumen del agua (ml)	3,48	3,45	3,46
Volumen del matraz (ml)	10,00	10,00	10,00
Porosidad	0,35	0,34	0,35
Densidad del material (g/ml)	2,42	2,43	2,425
Densidad del material (Kg/ m ³)	2420,00	2430,00	2425,00

Tabla 10. Comparación de los valores teóricos/experimentales.

Valores teóricos		Valores Experimentales	
Porosidad	0,36	Porosidad	0,34
Densidad del material	2650 (Kg/ m ³)	Densidad del material	2425 (Kg/ m ³)

5.4.2. Obtención del volumen muerto mediante medidas estáticas.

Para obtener el valor del volumen muerto, se ha procedido a escoger una columna vacía y pesarla (hay que incluir los émbolos con sus correspondientes rejillas). Posteriormente, se ha llenado el interior de la columna con arena calcinada y tamizada previamente, se han realizado pequeños toques para asegurarse que se asiente de manera correcta los gránulos y se han taponado los dos orificios de la columna con los émbolos y se ha pesado todo el conjunto obteniendo de esta manera la masa de la arena como se aprecia en la siguiente ecuación:

$$Masa_{arena} = Masa_{columna+arena} - Masa_{columna\ vacia} \quad (5.6)$$

Después se ha medido la longitud de la columna y mediante la siguiente expresión se ha obtenido el volumen de la columna, cabe destacar que esta ecuación ha sido proporcionada por el fabricante.

$$Volumen_{columna} = 0,7854 \cdot Longitud_{columna} \quad (5.7)$$

Finalmente, para obtener el volumen muerto de la columna o volumen de poros, el cual representa un parámetro importante en la caracterización de la columna se ha procedido a utilizar la ecuación (5.8), es necesario mencionar que la n corresponde al valor de la porosidad calculado en la ecuación (5.4).

$$Volumen_{muerto} = Volumen_{columna} \cdot n \quad (5.8)$$

Todos los parámetros obtenidos, así como las columnas que se han utilizado a lo largo de este trabajo se expone en la siguiente tabla:

Tabla 11. Valores establecidos para las columnas involucradas.

Parámetros	Columna 1	Columna 2	Columna 3	Columna 4
Peso de la columna vacía + émbolos (g)	31,15	31,11	31,21	31,16
Peso de la columna llena + émbolos (g)	38,75	39,79	40,08	40,19
Masa de la arena (g)	7,50	8,68	8,87	9,03
Longitud de la columna (cm)	6,90	7,00	7,00	7,00
Volumen de la columna (cm ³)	5,41	5,49	5,49	5,49
Volumen muerto (cm ³)	1,88	1,91	1,91	1,91

5.4.3. Calibración de la bomba peristáltica

Es necesario realizar una calibración de la bomba peristáltica, dado que tiene que establecerse cuál es la velocidad óptima que tendrá las disoluciones a lo largo del montaje realizado, esta velocidad se encuentra entre un rango de 1 a 99.

Para realizar esta calibración se utilizó la solución de CMC con una concentración de 5 g/ml, la cual fue colocada en un vaso de precipitado y dentro de este se colocó el tubo correspondiente a la entrada de la columna fue pasando por ella durante 5 minutos, y posteriormente el fluido que salía de la celda fue recogido por una probeta y pesado. Este proceso se realizó partiendo de la velocidad con un valor de 10 hasta 99, aumentando 10 unidades en cada ensayo con el fin de obtener una serie de datos para la elaboración de una recta de calibrado. Todos los datos involucrados en este proceso se encuentran en el anexo A2.

Una vez realizada la calibración de la bomba peristáltica, se obtendrá el caudal experimental correspondiente a un valor de 1,61 ml/min y a una velocidad de 20, esta se utilizará en todos los experimentos realizados con columna excepto para el montaje D, en el cual se mantendrá un caudal de 1,61 ml/min, pero a una velocidad de 10.

5.5. Experimentos de forma estática realizadas con el espectrofotómetro de UV-Vis .

5.5.1. Estudio de la estabilidad de las partículas variando la fuerza iónica de manera estática.

Este experimento se ha llevado a cabo para obtener la estabilidad que presentan las suspensiones de las micropartículas del óxido de hierro (III) y la velocidad a la que se produce su sedimentación de tal manera que se pueda determinar el efecto que produce la fuerza iónica.

Para ello, se ha utilizado una cubeta en la cual se ha introdujo la solución de CMC de concentración 5g /L, con la ayuda de una micro pipeta electrónica, la cubeta se colocó en el interior del Cuvvete Holder y se cubrió todo el conjunto con una superficie opaca. Previamente se estableció en el programa Ocean View 2.0.7, los parámetros en el ordenador necesarios para que el espectrofotómetro funcione correctamente y se realizó también la calibración.

A continuación, se retiró la cubeta y se seleccionó otra cubeta, para rellenarla mediante una micropipeta electrónica de la disolución a estudiar, seguidamente se ha ido tomando medidas de las absorbancias resultantes cada minuto durante 20 minutos, este proceso se repetirá para los dos experimentos realizados en la tabla 12. Así mismo es necesario comentar que la medida de la absorbancia ha sido realizada a 500 nm, se ha seleccionado esta longitud de onda por trabajos previos realizados.

Tabla 12. Disoluciones del primero y segundo experimento estática.

Identificador Del experimento	Concentración óxido de hierro (g/L)	Concentración de CMC (g/L)	Concentración de CaCl ₂ (mM)
Diso1_Exp1	0,4	5,0	0,0
Diso2_Exp1	0,4	5,0	1,0
Diso3_Exp1	0,4	5,0	10,0
Diso4_Exp1	0,4	5,0	100,0
Diso1_Exp2	0,2	5,0	0,0
Diso2_Exp2	0,2	5,0	1,0
Diso3_Exp2	0,2	5,0	10,0
Diso4_Exp2	0,2	5,0	100,0

5.5.2. Estudio de linealidad de la absorbancia del óxido de hierro (III)

Con el objetivo de comprobar que las suspensiones preparadas se encuentran dentro del rango de linealidad, se prepararon diluciones a partir de una solución de 5 g/l de CMC y 0,4 g/l de óxido de hierro (III), a través de la ecuación 5.9, obteniendo de esta forma 4 disoluciones con unas concentraciones de 0.3 g/l, 0.2 g/l, 0.1 g/l y 0.05 g/l de óxido de hierro (III), manteniendo la misma concentración de CMC.

$$C_{Inicial} \cdot V_{Inicial} = C_{Final} \cdot V_{Final} \quad (5.9)$$

Seguidamente con una pipeta se tomó un volumen (aproximadamente 1 ml) de las disoluciones mencionadas anteriormente, las cuales se encuentran en agitación para garantizar que las concentraciones sea la misma en la suspensión, se introduce el fluido en el Cuvver holder y se cubre. Después se tomó valores de la absorbancia al instante es decir a tiempo 0, de manera que se obtuvo un solo valor de la absorbancia por disolución. A partir de estos valores se construyó dos rectas de calibrado, correspondientes a los dos experimentos realizados.

5.6. Experimentos en columna

5.6.1. Ensayos del trazador

Para poder caracterizar la columna, de manera dinámica, se ha utilizado el montaje de la figura 15. Las medidas de absorbancia de este experimento se efectuaron a un rango de 201,8 nm este valor fue seleccionado debido a estudios previos de otros trabajos.

Una vez se ha caracterizada la columna de forma dinámica, se han obtenido el tiempo en el cual se alcanza la media del valor promedio de las medidas de absorbancia, es decir el parámetro conocido como " t_{50} ". La forma de obtener este parámetro se expone en el Anexo A3. Este valor es fundamental para conocer el volumen de poros del montaje ($V_{montaje}$), el cual se define como:

$$V_{Montaje} = t_{50} \cdot q_{expe} \quad (5.10)$$

Para obtener el caudal experimental de cada ensayo se recogió en una probeta la disolución final, que proviene de la finalización del montaje durante tres minutos, después con cálculos similares a los realizados en la calibración de la bomba peristáltica se obtiene q_{expe} .

- *Inyección sin columna*

Para empezar a realizar el ensayo, se retiró la columna y el tramo D correspondiente a la figura 13, uniendo como uniendo directamente el tramo E con la celda. Una vez establecido el montaje, se procedió a pasar agua desionizada por el sistema, para estabilizarlo, es decir que la absorbancia inicial corresponda a un valor próximo a 0. A continuación se paró la bomba, para garantizar que no entre aire, se extrajo el tubo correspondiente al tramo E y se introdujo en la solución del trazador ($NaNO_3$), se volvió a poner en marcha la bomba y se esperó a que trascurrieran 20 minutos. Finalmente, el tubo volvió al recipiente de agua desionizada y se esperó a que la señal absorbancia descendiera y vuelva a su estado inicial. Este ensayo se realizó tres veces.

Los tiempos con los que se trabajó para realizar este experimento se describe en la siguiente tabla:

Tabla 13. Ensayos del trazador sin columna.

Identificador	Hora de inicio (h:min)	Hora de cambio a trazador (h:min)	Hora de cambio a agua (h:min)	Hora de finalización (h:min)
Ensayo 1	14:06	14:10	15:04	15:09
Ensayo 2	15:10	15:15	15:35	15:40
Ensayo 3	15:41	15:45	16:06	16:11

- *Inyección con columna*

En este ensayo se introdujeron los componentes previamente retirados, es decir este montaje corresponde a la figura 13, el procedimiento es el mismo que el ensayo anterior, es decir hace pasar agua desionizada, se espera un determinado tiempo a que la señal sea estable, posteriormente se cambia la disolución del trazador, cuando pasa 20 minutos se vuelve a pasar agua y una vez estable la señal se da por acabado el ensayo.

Este ensayo es importante debido a que sirve para comparar el volumen muerto y la porosidad de la columna hallados de forma estática. Cabe resaltar que de este ensayo se realizó tres repeticiones para obtener un valor más fiable. Así mismo se exponen en la siguiente tabla los tiempos de cada ensayo:

Tabla 14. Ensayos del trazador con columna.

Identificador	Hora de inicio (h:min)	Hora de cambio a trazador (h:min)	Hora de cambio a agua (h:min)	Hora de finalización (h:min)
Ensayo 1	17:36	17:41	18:01	18:09
Ensayo 2	18:11	18:16	18:36	18:42
Ensayo 3	18:46	18:52	19:12	19:17

Cabe destacar que la inyección del trazador en la columna se ha realizado para las 3 columnas involucradas en este proyecto.

5.6.2. Estudio de la estabilidad de las partículas variando la fuerza iónica utilizando el montaje A.

Para realizar el estudio de la estabilidad de las cuatro suspensiones de nanohematita en la columna se procedió a seleccionar una de ellas (tabla 12), el orden de elección fue Diso1_Exp2, Diso2_Exp2, Diso3_Exp2 y Diso4_Exp2. En segundo lugar, se colocó la suspensión en un vaso de precipitado de 250 ml, garantizando que al introducir el agitador Ultra-Turrax no se produzca un desbordamiento de la solución y la agitación sea homogénea. A continuación, en otro vaso de precipitado de 250 ml se vertió CMC, en donde se introdujo el tubo perteneciente al tramo A de la figura, se encendió la bomba peristáltica y se puso en marcha el montaje, se inyectó CMC por la columna durante 5 minutos aproximadamente, con el fin que la señal de absorbancia sea estable y con un valor cercano a 0. Una vez transcurrido los 5 minutos se detuvo la bomba, se extrajo el tubo del vaso de CMC, se secó cuidadosamente con un poco de papel del laboratorio, para garantizar que no se produzca una contaminación y se introdujo en el vaso de la solución en agitación, se encendió la bomba y se inyectó la suspensión de óxido de hierro (III) durante unos 20 minutos para observar el comportamiento de las nanopartículas. Finalmente, para terminar con el estudio se extrajo el tubo de la disolución, se secó y se volvió a introducir en el vaso de CMC, inyectándolo durante unos 10 minutos.

Durante los 35 minutos que dura el proceso se ha ido tomando medidas de la absorbancia correspondiente cada 2,5 minutos mediante el programa Ocean View 2.0.7, con el fin de realizar la simulación de cada disolución a través del software MNMs, para efectuar una comparación del modelo teórico con el experimental.

Cabe destacar que antes de empezar con el estudio de las disoluciones, es necesario realizar unos ajustes en espectrofotómetro, específicamente en la longitud de onda, que cambia a 500 nm. Este experimento se realizó por duplicado.

A continuación, se exponen los tiempos de cambio de las disoluciones para el proceso de inyección:

Tabla 15. Ensayo 1 de transporte de partículas con el montaje A .

Identificador	Hora de inicio (h:min)	Hora de cambio a la disolución (h:min)	Hora de cambio a CMC (h:min)	Hora de finalización (h:min)
0 mM	16:53	16:58	17:18	17:28
1 mM	11:36	11:41	12:01	12:09
10 mM	19:17	19:22	19:41	19:51
100 mM	20:08	20:13	20:33	20:42

Tabla 16. Ensayo 2 de transporte de partículas con el montaje A.

Identificador	Hora de inicio (h:min)	Hora de cambio a la disolución (h:min)	Hora de cambio a CMC (h:min)	Hora de finalización (h:min)
0 mM	12:06	12:10	12:30	12:39
1 mM	13:14	13:18	13:38	13:48
10 mM	14:23	14:27	14:47	14:58
100 mM	15:34	15:38	15:57	16:10

5.6.2.1. Estudio sobre el efecto que produce el cambio del caudal en la estabilidad de las disoluciones

Con el fin de observar si el cambio de caudal afecta la estabilidad de las partículas de nanohematita, se procedió a modificar la potencia de la bomba peristáltica, en este estudio se utilizó las siguientes potencias: 4 %, 8 %, 12 % y 16 %. Como se observa las potencias elegidas son menores que la potencia utilizada en los demás estudios, la cual corresponde a un valor de 20%. Cabe destacar que el proceso será el mismo que el estudio 5.6.2. Es necesario comentar que este experimento se realizó para las cuatro disoluciones correspondientes a la Tabla 12 (Diso1_Exp2, Diso2_Exp2, Diso3_Exp2, Diso4_Exp2) sin embargo, al realizar este ensayo se obtuvo un problema con las disoluciones, dado que estas proporcionaban una absorbancia que salía de la zona lineal, proporcionando graficas que mostraban cierta inestabilidad y errores. Cabe mencionar que cuando se realizó este experimento se utilizó la misma columna que en el apartado 5.6.2, por lo que la columna podría haber estado saturada, así como la celda. Por lo tanto, se consideró realizar el estudio de la primera disolución, es decir la que contiene 0 mM de CaCl_2 y de la segunda que contiene 1mM de CaCl_2 .

A continuación, se expone los tiempos empleados en la primera disolución y segunda disolución:

Tabla 17. Ensayo con cambios de caudales en el montaje A.

Disolución	Identificador	Hora de inicio (h:min)	Hora de cambio a la disolución (h:min)	Hora de cambio a CMC (h:min)	Hora de finalización (h:min)
0 mM CaCl₂	V4	11:24	11:29	11:50	12:02
	V8	12:48	12:53	13:17	13:24
	V12	14:07	14:12	14:32	14:40
	V16	15:50	15:56	16:16	16:23
1 mM CaCl₂	V4	17:10	17:15	17:35	17:44
	V8	11:40	11:45	12:05	12:18
	V12	13:09	13:14	13:34	13:45
	V16	15:49	15:54	16:14	16:23

Por otro parte, este estudio también está orientado a estudiar la sedimentación de las partículas de óxido de hierro (III) utilizando la celda tipo Z, para observar este suceso se inyectó la disolución 4, es decir la Diso4_Exp1 correspondiente a la tabla 12, usando las potencias de la bomba antes mencionadas durante 20 minutos. Una vez transcurrido este tiempo se tomaba una fotografía de la celda para apreciar si las partículas se acumulaban dentro de la celda, y determinar la posibilidad que esto afectara las medidas de los experimentos siguientes. Finalmente se realizó una repetición con la potencia de 4 %, pero con un tiempo de 40 minutos, para apreciar si el tiempo era un factor que afectaba o no a la precipitación de partículas de óxido de hierro (III) en el interior de la celda.

5.6.3. Estudio de la estabilidad de las partículas utilizando montajes con válvulas.

Se ha decidido incorporar válvulas con el fin de observar el funcionamiento de estas en el montaje, es decir si es compatible o no. Se busca apreciar si se produce un efecto en la entrada de las partículas a la celda tipo Z y facilitar el paso de las dos disoluciones a trabajar, en este caso la disolución de CMC correspondiente a una concentración de 5 g/l y las cuatro disoluciones de óxido de hierro (III) (correspondientes a la tabla 12, específicamente Diso1_exp2, Diso2_exp2, Diso3_exp2 y Diso4_exp2). Esto se realiza como un estudio previo, dado que para un futuro proyecto se pretende utilizar la válvula como un baipás entre el contaminante y las partículas de óxido de hierro (III).

Además, se quiere observar si se produce alguna pérdida notable de micropartículas de óxido de hierro (III) que afecte a los resultados finales obtenidos, es decir si se produce la variación en la concentración de la disolución empleada y de forma paralela en la absorbancia. Así como la posición de la válvula que bien se ha colocado antes de la entrada a la columna y después de la salida de esta.

El proceso en estos montajes empezó con la elección de dos vasos de precipitado para cada tubo, es decir el tramo A y F de la figura 16, se seleccionó con la válvula la disolución que se deseaba pasar y se puso en marcha la bomba peristáltica. Cabe destacar que los tiempos de espera relacionados con cada disolución son los mismos en todos los montajes, es decir se inyecta CMC (5 g/L) durante 5 minutos para estabilizar la señal, después se inyecta la disolución respectiva a analizar tabla 12 (Diso1_exp2, Diso2_exp2, Diso3_exp2 y Diso4_exp2) durante 20 minutos, excepto el tiempo de inyección de CMC para volver a establecer una absorbancia igual a 0, que ha variado según el ensayo

Para poder realizar una comparación con el montaje B.1, se ha realizado un experimento, que consiste en transportar las cuatro disoluciones de forma directa, es decir similar al montaje A, pero suprimiendo la columna. A continuación, se expone los tiempos de cada ensayo correspondiente a cada montaje:

. Tabla 18. Ensayos de inyección de partículas de óxido de hierro (III) en celda directa, montaje B, B.1 y C .

Nº	Identificador	Hora de inicio (h:min)	Hora de cambio a la disolución (h:min)	Hora de cambio a CMC (h:min)	Hora de finalización (h:min)
Celda directa	0 mM	11:52	11:56	12:16	12:27
	1 mM	12:58	13:03	13:24	13:32
	10 mM	14:13	14:18	14:38	14:45
	100 mM	15:20	15:24	15:44	15:54
Montaje B	0 mM	15:59	16:04	16:24	16:32
	1 mM	17:06	17:11	17:31	17:38
	10 mM	18:12	18:17	18:37	18:47
	100 mM	19:30	19:35	19:55	20:05
Montaje B.1	0 mM	11:14	11:19	11:39	11:46
	1 mM	15:46	15:51	16:11	16:18
	10 mM	17:42	17:48	18:08	18:18
	100 mM	18:20	18:25	18:44	18:53

Montaje C	0 mM	12:06	12:10	12:30	12:39
	1 mM	13:14	13:18	13:38	13:48
	10 mM	14:23	14:27	14:47	14:58
	100 mM	15:34	15:38	15:57	16:06

5.6.4. Estudio de la eliminación del contaminante usando una columna rellena de arena y óxido de hierro (III)

Este estudio tiene su importancia debido a que la mayoría de los procesos industriales trabajan bajo condiciones continuas, a la hora de eliminar metales pesados, por lo tanto, esta clase de estudio nos proporciona una aplicación práctica en el tratamiento de aguas residuales

Se empezó diseñando una nueva columna que presenta una longitud de 7 cm y un diámetro de 0,005 cm, como se aprecia en la tabla 11 (columna 4), en la que se introdujeron 1 g de micropartículas de hematita y 6 g de arena sílex (utilizada para la recirculación), estos valores fueron elegidos en base a la capacidad de cubrir el mayor volumen posible de la columna evitando que se formen huecos vacíos.

A continuación, se preparó la disolución a inyectar del contaminante, para ello se siguieron los siguientes pasos

1. Se extrajo el patrón de 1000 mg/L de Arsénico (V) de la nevera del laboratorio y se dejó a temperatura ambiente aproximadamente 20 minutos
2. Se selecciono un matraz aforado de 2000 ml en el cual se introdujo agua desionizada, para garantizar que sea con exactitud el volumen mencionado antes, posteriormente esta agua se vertió en un vaso de precipitado de 2000 ml, en el cual se introdujo un imán. Posteriormente el vaso de precipitado se colocó en un agitador.
3. Con la agitación en curso se seleccionó una pipeta digital para tomar 2 ml del patrón de arsénico (V), los cuales se introdujeron en el vaso de precipitado y se dejó en agitación durante 10 o 15 minutos aproximadamente.
4. Transcurrido este tiempo se extrajo 1 ml de la disolución de arsénico con ayuda de una pipeta digital, a continuación, se introdujo en un matraz aforado de 25 o 10 ml y se enraso con agua desionizada, esta será considerada como la primera muestra ($t = 0$), es decir C_0 .

Después por medio de bombeo se realizó el pasaje continuo de la disolución de arsénico (V) con una concentración de ingreso a la columna de 1 $\mu\text{g/L}$ y 1,57 $\mu\text{g/L}$. Con ayuda del colector de

fracciones se tomaron muestras de 5 ml del fluido a la salida de la columna, con el propósito de determinar el contenido de As (V) en el efluente, se recogieron 181, posteriormente se escogió una cierta cantidad de muestras, las cuales se diluyeron con agua acidificada al 2% de nítrico hasta obtener 10 ml de cada muestra, a continuación, estas se filtraron con ayuda de unas jeringas y un filtro, en un tubo de ICP. Finalmente se enviaron a analizar las muestras mediante espectrometría de Masas por Plasma de Acoplamiento Inductivo (ICP-MS) para determinar la concentración de arsénico en cada muestra al laboratorio, posteriormente se realizó la curva de ruptura que relaciona la C_0/C y el tiempo. Se realizaron dos experimentos a nivel de laboratorio.

El objetivo principal de este experimento es obtener es obtener la cantidad de As(V), adsorbido (mg) por masa de adsorbente (g) en el punto de ruptura de la columna q_b mediante la siguiente ecuación:

$$q_b = \frac{Q \cdot t_{5\%} \cdot C_0}{m} \quad (5.11)$$

Donde q_b es el valor máximo en la concentración de absorbible que se puede permitir a la salida de la columna, $t_{5\%}$ es el tiempo de ruptura se adopta a la duración que tarda la concentración del absorbible en llegar al 5 % de la concentración inicial es decir C_0/C , es igual a 0,05. Q es el caudal volumétrico ($cm^3 \cdot min^{-1}$), m corresponde a la masa del adsorbente y C_0 es la concentración de arsénico (V) inicial.

5.6.5. Software de simulación para el transporte de partículas

El programa que se utiliza para simular los ensayos realizados en este proyecto es conocido como MNMs (Micro-and Nanoparticle transport, filtration y clogging Model Suite). Este es un software que nos sirve para la representación de el transporte de coloides, como son las disoluciones preparadas para la realización de este TFG, consta de dos fases, la primera una fase dispersa que corresponde a las micropartículas de nanohematita y una segunda fase continua, que es fase líquida (CMC, $CaCl_2$, patrón de arsénico (V) con agua desionizada) además del medio poroso (columna con arena sílex) y así poder realizar la comparación con los valores experimentales. Así mismo se podrá simular los ensayos con la disolución del trazador para obtener valores que son necesarios para la simulación para el transporte de partículas.

6. Resultados obtenidos

En este apartado se exponen los resultados obtenidos de los ensayos tanto estáticos como dinámicos de todo este proyecto, así como las observaciones que se han extraído de estos.

6.1. Experimentos estáticos

6.1.1. Resultados de la estabilidad de las partículas variando la fuerza iónica

Como se observa no se aprecia con claridad el efecto que tiene el aumento de la concentración de CaCl_2 en las suspensiones con óxido de hierro (III) en las tres primeras disoluciones (0 mM CaCl_2 , 1 mM de CaCl_2 y 10 mM de CaCl_2) tanto en la figura 21 y 22, por lo tanto, se puede indicar que en fuerzas iónicas entre 0 y 1 mM no son notables, sin embargo, si se aprecia una pequeña diferencia en la cuarta disolución 100 mM de CaCl_2 , estos resultados difieren un poco con los datos obtenidos en el Anexo 1, en donde se observa datos de granulometría, que indican que el comportamiento de las partículas de óxido de hierro (III) son similares con valores de fuerza iónica de 0 a 100 mM. Así mismo al analizar las absorbancias obtenidas se aprecia como a medida que pasa el tiempo las absorbancias disminuyen aunque no lo hacen a la misma velocidad, en el primer experimento (figura 21) se aprecia que las absorbancias de las primeras disoluciones tienen un valor de alrededor 0,9 mientras que la cuarta disolución obtiene un valor de 0,8. Por otra parte en el segundo experimento se obtiene un valor de absorbancia de las tres primeras suspensiones de 0,79 y en la cuarta suspensión un valor de 0,7. Cabe destacar que en el primer experimento se utiliza una concentración de 0,4 g/l de óxido de hierro (III) y en el experimento 2 una concentración de 0,2 g/l de óxido de hierro (III) como se observa en la tabla 12 por lo tanto se puede predecir Esto indica que a menor concentración de partículas de óxido de hierro (III) supone una menor absorbancia.

EXPERIMENTO 1

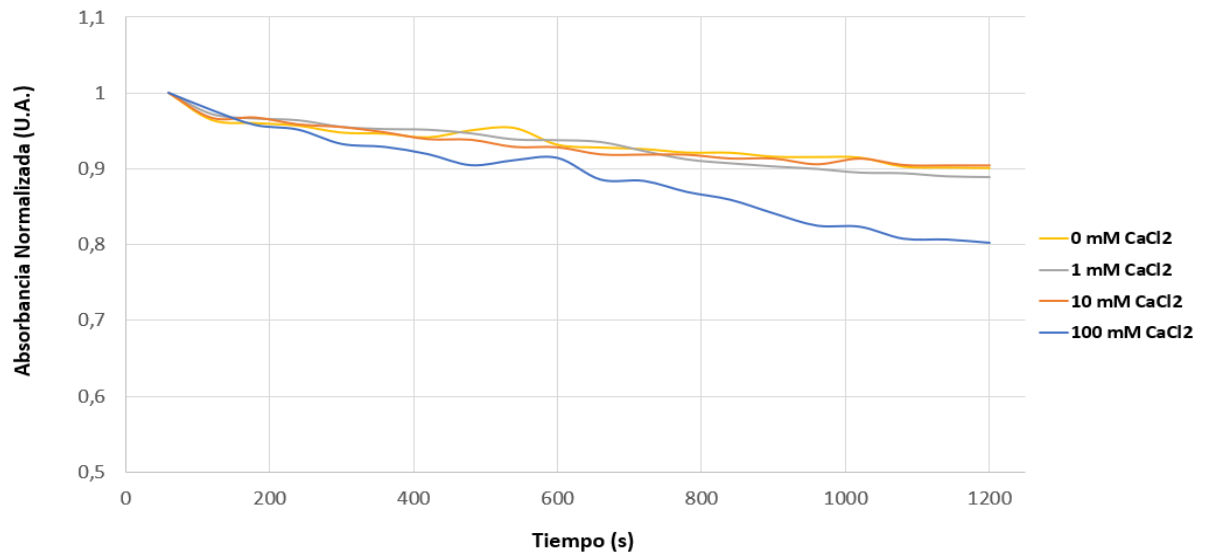


Figura 21. Experimento 1 de las partículas variando la fuerza iónica de manera estática

EXPERIMENTO 2

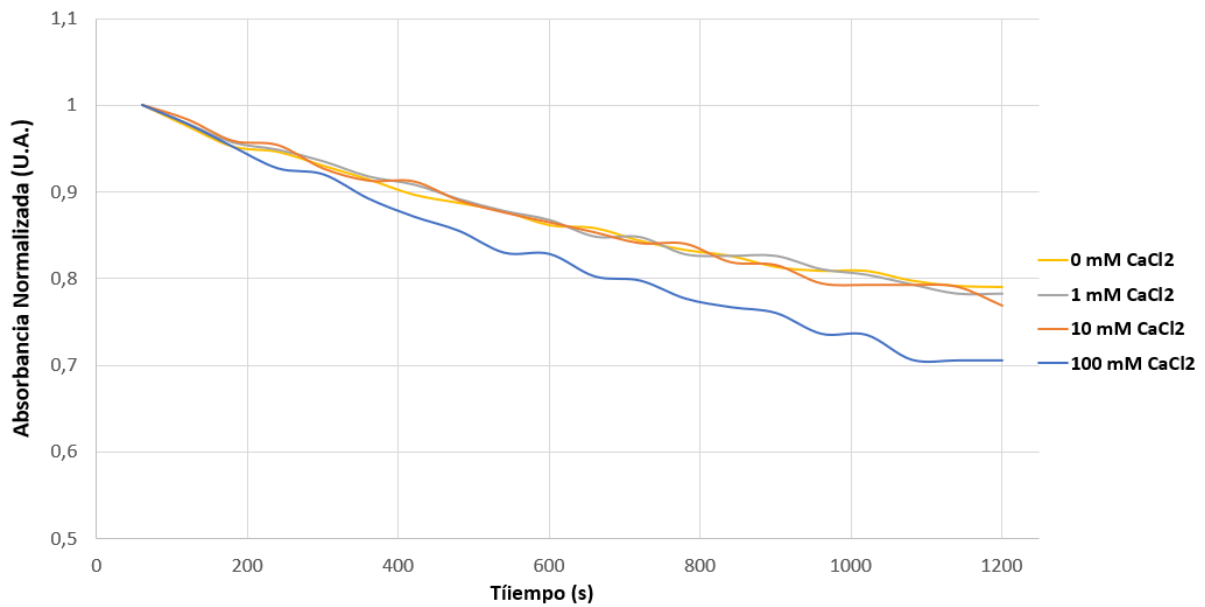


Figura 22. Experimento 2 de las partículas variando la fuerza iónica de manera estática.

6.1.2. Estudios de la linealidad entre la concentración de las suspensiones de óxido de hierro (III) y la absorbancia.

Debido a los valores obtenidos anteriormente se ha considerado necesario realizar este experimento, dado que es necesario establecer una concentración de nanohematita que tenga una absorbancia inferior a 1.

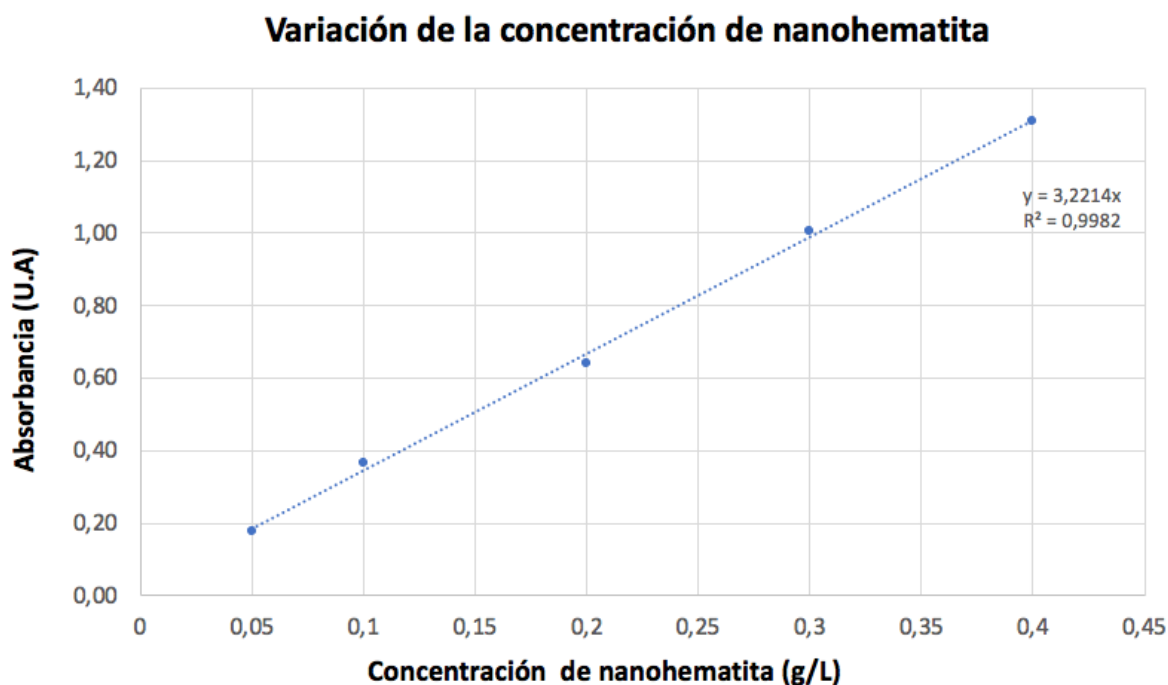


Figura 23. Experimento 2 de las partículas variando la fuerza iónica de manera estática.

Se observa que la suspensión con una concentración de nanohematita de 0,4 g/L se sobrepasa el límite establecido de absorbancia, por lo tanto, se ha establecido que la concentración con la que se trabajará es de 0,2 g/L de óxido de hierro (III). Así mismo a continuación se expone los datos correspondientes al tramo lineal estudiado.

Tabla 19. Datos del tramo lineal del óxido de hierro (III).

Longitud de onda	Intervalo de concentración hematita (g/L)	Termino	R^2
500 nm	0,05-0,4	$y = 3,22x$	0,998

6.2. Experimentos dinámicos

A continuación, se aprecia los efectos que se obtiene al transporte de partículas.

6.2.1. Resultados de los ensayos de trazador

En el apartado 5.6.1 se explica los dos experimentos que se llevan a cabo con la disolución de NaNO_3 , con el fin de caracterizar la columna de forma dinámica.

- Montaje experimental sin columna

Con el fin de comprobar el volumen muerto de los conductos empleados en el montaje A de manera dinámica y así poder compararlo con el valor del volumen muerto ($1,16 \text{ cm}^3$), obtenido en la sección 4.2.1 de forma estática, y poder verificar si este valor es correcto se decidió eliminar la columna. Se realizaron tres repeticiones de este experimento. A continuación, se aprecia la gráfica obtenida:

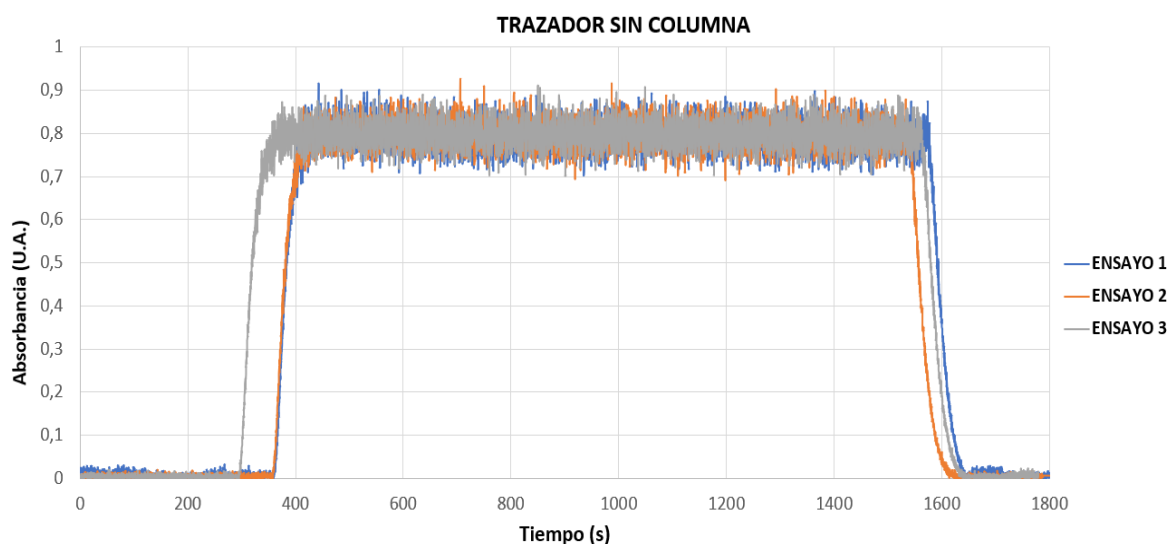


Figura 23. Trazador sin columna

Se observa que los tres ensayos presentan un comportamiento similar, además la absorbancia alcanzada es también parecida, alrededor de 0,8 aproximadamente, es necesario comentar que este valor coincide con trabajos previos (*Collado. P. 2021* y *Celeste A.2020*). Así mismo se obtiene los valores de " t_{50} " y conociendo el valor del caudal experimental se obtiene el volumen muerto de los tubos como se expone a continuación:

Tabla 20. Valores obtenidos del trazador sin columna.

Valores	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
" t_{50} " (s)	50,00	48,00	48,00
" t_{50} " (min)	0,83	0,80	0,80
Caudal experimental (ml/min)	1,53	1,56	1,56
Volumen muerto de los tubos (cm ³)	1,26	1,25	1,25
Volumen muerto promedio de los tubos (cm ³)	1,25		

Si se realiza la comparación con el valor obtenido en la sección 4.2.1 (1,16cm³), en la que se tiene en cuenta las dimensiones de los tubos implicados (estática) con el volumen muertos obtenido en la tabla 20 (1,25 cm³) se observa que difiere en 9 cm³, esta diferencia puede provenir de un fallo a la hora de realizar el dimensionamiento de los tubos o a omitir la dimensión de la válvula y la celda, sin embargo, esta discrepancia es muy pequeña por lo tanto se ha establecido como válido el experimento y se toma como correcto la determinación del volumen muerto.

Cabe mencionar que para saber cuánto tarda en llegar la disolución trazadora a la entrada de la columna, se cronometró en cada ensayo con un temporizador obteniendo un valor de 48 segundos como media, era importante determinar este tiempo debido a que será utilizado en los ejercicios de simulación con el software MNMs.

- Montaje experimental con columna

Los resultados que se han obtenido en este experimento se aprecian en la siguiente figura:

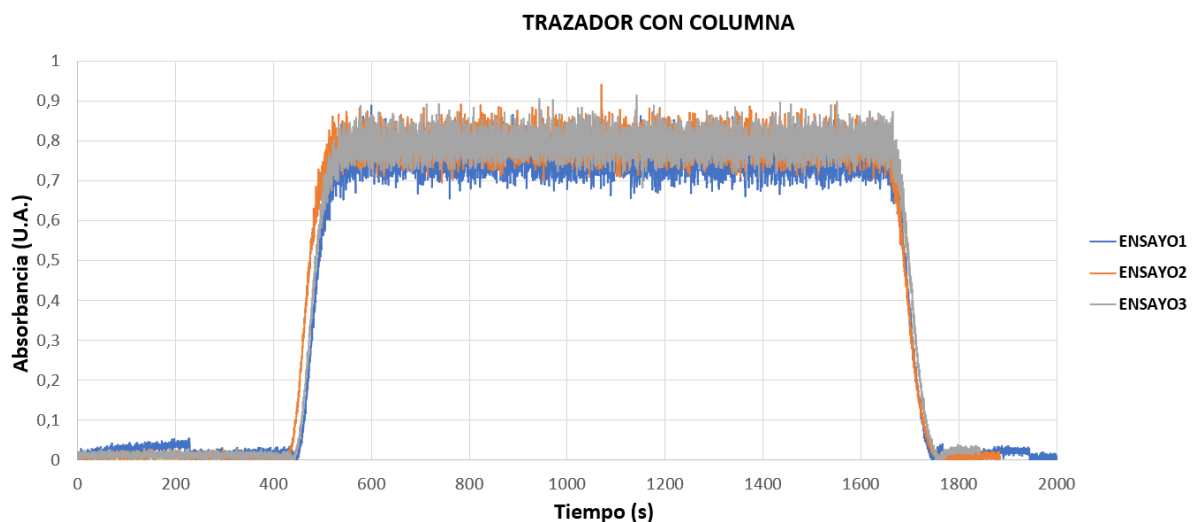


Figura 24. Trazador con columna

En la anterior figura se aprecia una gran similitud entre los tres ensayos realizados, tanto en el comportamiento como en el valor de su respectiva absorbancia. Así mismo se aprecia una pequeña variación de la absorbancia en la parte más alta de la curva de la figura 24, esto se puede deber a que se trabaja con una longitud de onda (201,8 nm) apto para esta disolución. Así mismo, se observa que la señal empieza a ascender a partir de los 400 segundos, después se mantiene a una absorbancia hasta 1600 segundos, tiempo en donde empieza a descender.

Por otro lado, si tomamos los valores de volúmenes muertos obtenidos de manera estática mostrados en la tabla 11 (columna 1((1,88 cm^3)) y lo sumamos al volumen muerto obtenido en la tabla 20, se obtiene un valor de 3,13 cm^3 , este valor se comparó con el volumen muerto proporcionado por la tabla 21 y se comprobó que son casi similares.

Tabla 21. Valores obtenidos del trazador con columna.

Valores	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
" t_{50} " (s)	125	126	124
" t_{50} " (min)	2,08	2,1	2,06
Caudal experimental (ml/min)	1,6	1,6	1,57
Volumen muerto de los tubos (cm^3)	3,33	3,36	3,23
Volumen muerto promedio de los tubos (cm^3)	3,31		

La inyección del trazador en la columna se realizará como paso previo en todas las columnas involucradas en los experimentos con partículas, dado que es fundamental para posterior simulación de estas.

Finalmente se realizará una comparación de los volúmenes muertos de los tubos obtenidos tanto de forma estática como de forma dinámica.

Tabla 22. Comparativa entre la determinación estática y dinámica de los parámetros de la columna.

Valores	Columna 1
Volumen muerto de los tubos estática sin columna (cm^3)	1,25

Volumen muerto dinámica de los tubos con columna (cm^3)	3,31
Volumen muerto de los tubos dinámica (cm^3) (Diferencia entre sin columna y con columna)	2,06
Volumen muerto de los tubos estática (cm^3)	1,88
Error Volumen muerto de los tubos (%)	8,73

Se puede concluir que los dos sistemas muestran una diferencia considerable, por lo tanto, se puede deducir que sus resultados no son totalmente fiables. Las posibles causas que pueden causar esta diferencia están asociadas a errores aleatorios como a errores sistemas (medición del caudal experimental, dimensionamiento de los tubos).

6.2.1.1. Simulación del trazador con columna

En este apartado se ha realizado la simulación del trazador, para ello se ha introducido los datos experimentales obtenidos para la inyección del trazador, del apartado 6.2.1, en el programa MNMs con el fin de obtener los valores de porosidad y dispersividad.

Se ha decidido empezar la simulación a partir de la entrada de la disolución en la columna para ello se ha sustraído el tiempo que tarda la disolución en atravesar los tramos A, B y C del montaje y el tiempo de inyección del agua destilada.

A continuación, se observa en la figura las simulaciones realizadas, cabe destacar que en todas se observa una línea azul, correspondiente a la representación de los datos realizada por el software MNMs y una línea negra que son los datos experimentales de la columna.

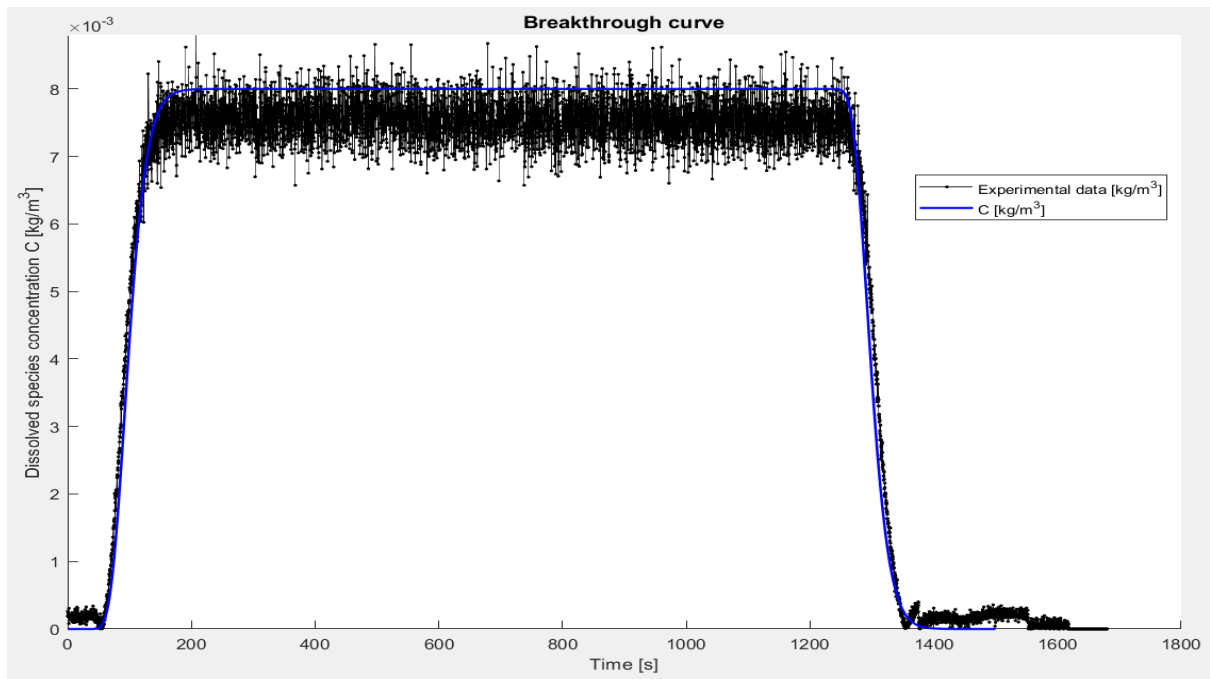


Figura 25. Ensayo 1 de la inyección del trazador en la columna.

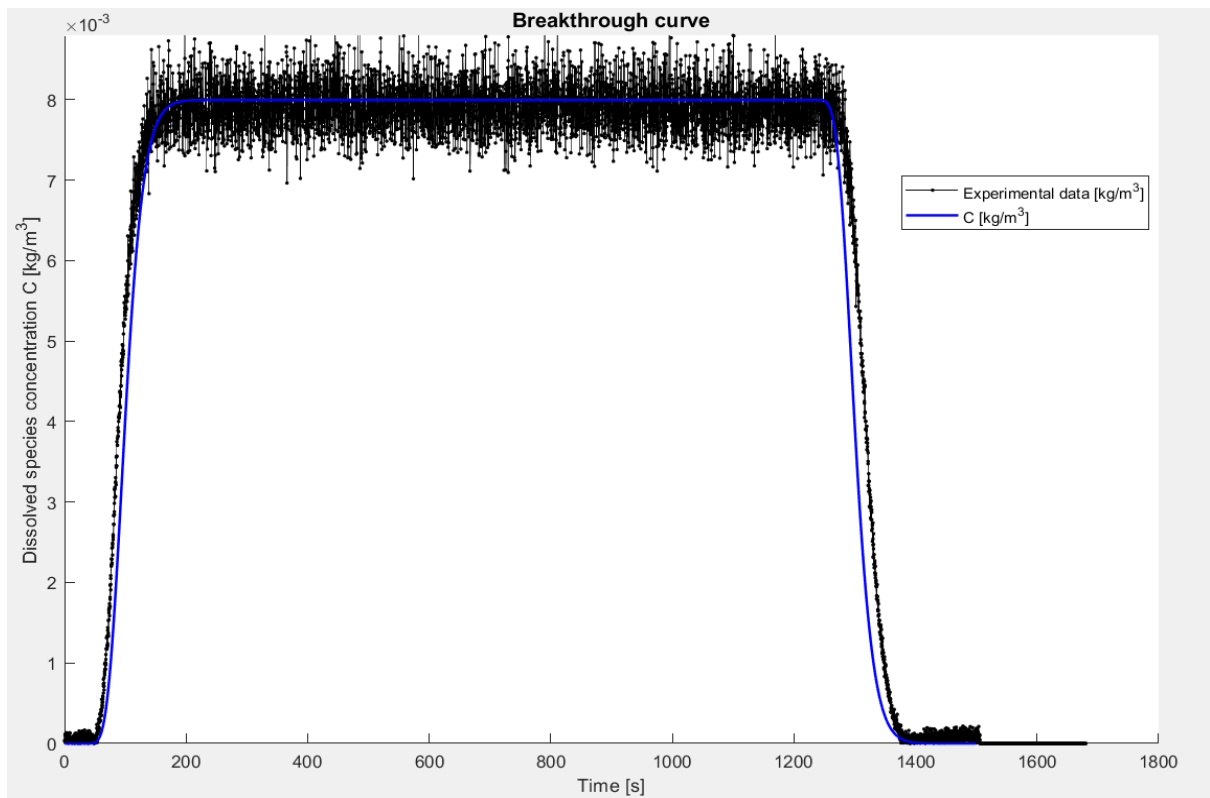


Figura 26. Ensayo 2 de la inyección del trazador en la columna.

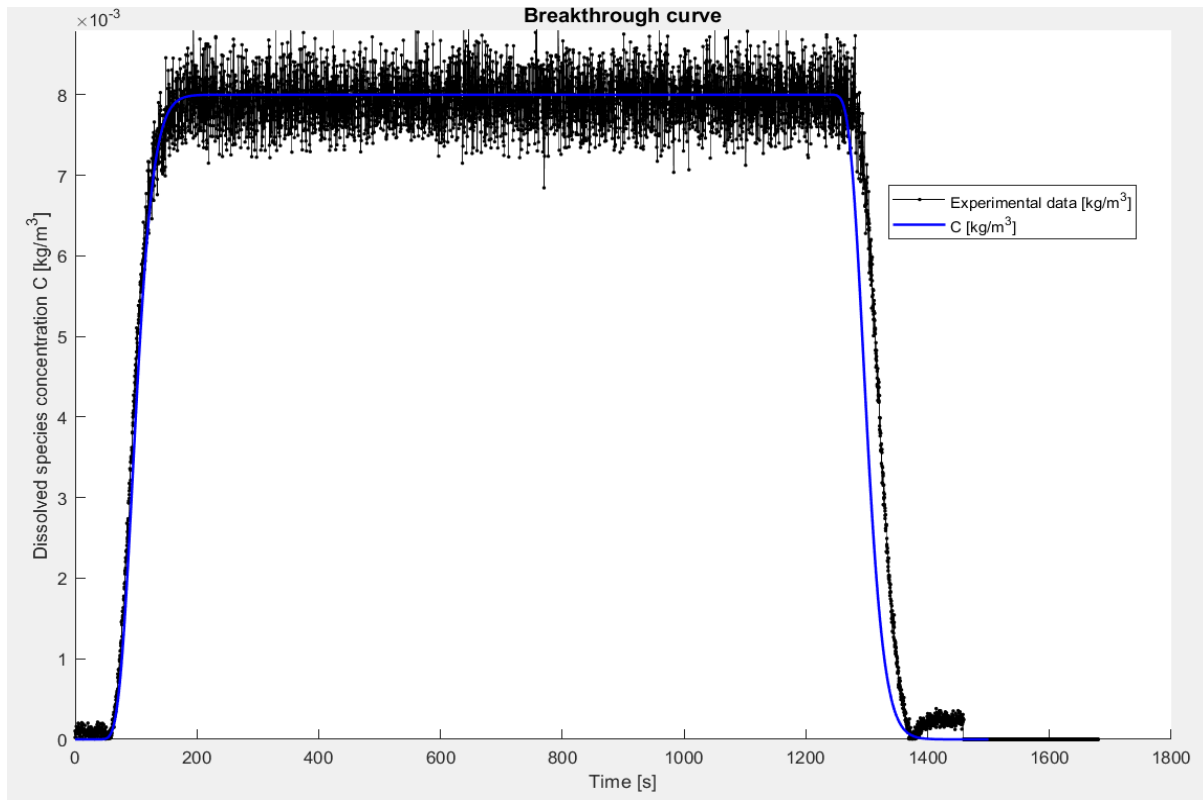


Figura 27. Ensayo 3 de la inyección del trazador en la columna.

Observando las tres figuras anteriores se concluye que el comportamiento experimental con el teórico muestra bastante semejanza, sin embargo, ha sido necesario realizar un ajuste en la porosidad y dispersividad, obteniéndose la tabla 21, estos valores serán importantes a la hora de realizar la simulación de transporte de partículas.

Tabla 23. Valores proporcionados por el software MNMs

Valores	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
Pseudo-porosidad dinámica	0,48	0,49	0,48
Dispersividad (m)	$2 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$1,8 \cdot 10^{-3}$
Pseudo-porosidad dinámica promedio	0,48		
Dispersividad promedio (m)	$2 \cdot 10^{-3}$		

6.2.2. Resultado del transporte de nanopartículas en el montaje A

Cabe recalcar que para llevar a cabo los gráficos se suprimo el tiempo que tardan las partículas en llegar a la columna, así como el tiempo que tarda la inyección del CMC.

Se observa en las figuras 28 y 29 que el CaCl_2 cumple la función esperada, dado que se aprecia claramente como la retención de partículas en la columna será mayor a mayor cantidad de CaCl_2 , es decir la señal disminuye, así se observa que la menor señal, tiene la disolución que posee 100 mM de CaCl_2 , por lo tanto se puede concluir que la absorbancia muestra un comportamiento inversamente proporcional con la fuerza iónica, esto tiene sentido, dado que a una mayor precipitación de las partículas pasara por la celda un menor número de ellas.

Por otra parte, se tiene en cuenta la salida de la columna de las partículas, se contempla que la disolución que contiene 100 mM de CaCl_2 tarda mas tiempo en estabilizarse, es decir volver a una absorbancia próxima a 0, de la misma forma la disolución que presenta 0 mM de CaCl_2 se ve una bajada mas rápida según su curva por lo tanto se estabiliza más rápido, finalmente se puede concluir que la cantidad de CaCl_2 se encuentra directamente con la estabilidad que muestra la disolución. Así mismo se obtiene una serie de picos en las gráficas obtenidas, realmente no se considera que estas afecten a los resultados obtenido, aunque se tiene ciertos desconocimientos de su origen

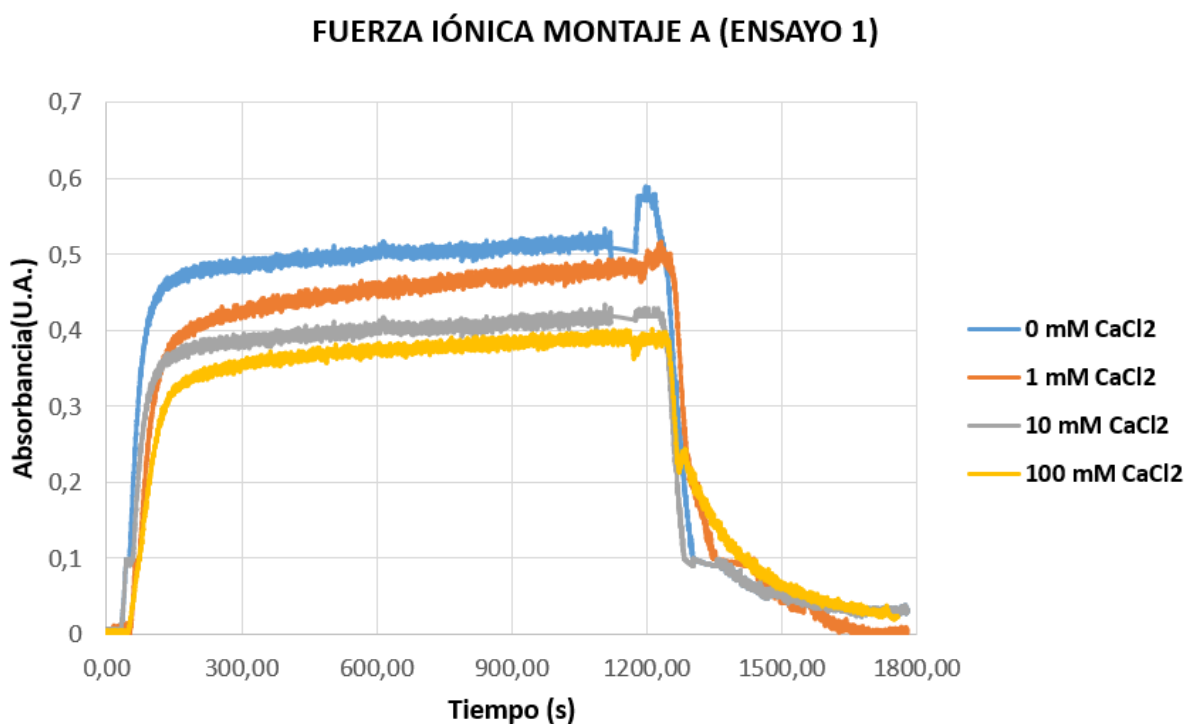


Figura 28. Ensayo 1 variación de la fuerza iónica en el montaje A

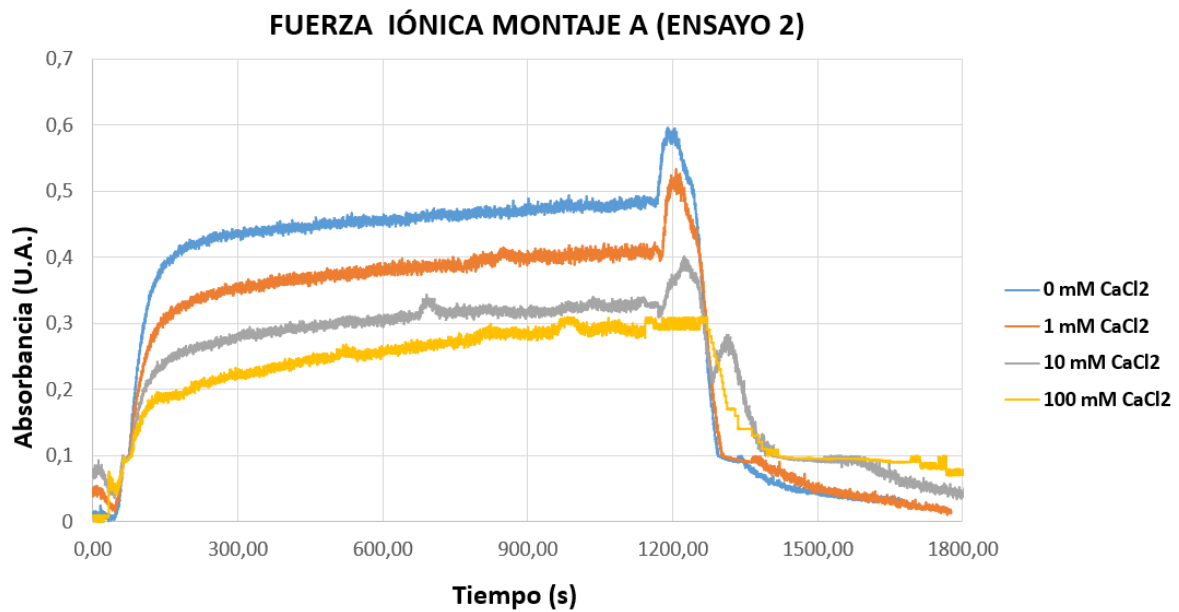


Figura 29. Ensayo 2 variación de la fuerza iónica en el montaje A

6.2.2.1. Modelización de transporte de partículas del montaje A

Se ha procedido a realizar la simulación de los dos ensayos realizado en el apartado 7.2.2 con el fin de observar y comparar los comportamientos de cada suspensión involucrada con los proporcionados por el programa MNMs.

Así mismo se busca encontrar parámetros importantes como la constante cinética de adsorción k_{att} , constante cinética de desorción k_{det} y la cantidad de partículas que no han sido retenidas dentro de la columna, conocido como $\%_{RECU}$, haciendo uso del software MNMs

Es importante comentar que los datos proporcionados por el programa Ocean View corresponden a los valores de las absorbancias de las suspensiones inyectadas en los diferentes montajes propuestos en este TFG. Sin embargo, para realizar la simulación del transporte de las partículas de óxido de hierro (III), es necesario introducir los valores de la concentración en Kg/m^3 , en el software MNMs, así a partir de la ecuación (6.1) en donde se relaciona la concentración con la absorbancia, se puede realizar este cambio necesario.

$$Concentración_i = \frac{Absor-Termino\ independiente}{m} \quad (6.1)$$

A continuación, se aprecian los resultados obtenidos por el programa MNMs de los dos ensayos realizados, en primer lugar, la tabla comparativa y en segundo las simulaciones realizadas:

Tabla 24. Valores proporcionados por la simulación de partículas de óxido de hierro (III) en el software MNMs

N.º Ensayo	Valores	0 mM CaCl ₂	1 mM CaCl ₂	10 mM CaCl ₂	100 mM CaCl ₂
1	constante cinética de adsorción k_{att}	$1,95e^{-2}$	$2,3e^{-2}$	$2,5e^{-2}$	$2,8e^{-2}$
	constante cinética de desorción k_{det}	$7,8e^{-4}$	$6,3e^{-4}$	$3,2e^{-4}$	$2,1e^{-4}$
	Partículas no retenidas (%)	76,56	69,29	60,29	56,63
2	constante cinética de adsorción k_{att}	$2,08e^{-2}$	$3,1e^{-2}$	$4,15e^{-2}$	$5,1e^{-2}$
	constante cinética de desorción k_{det}	$7,8e^{-4}$	$6,1e^{-4}$	$4,8e^{-4}$	$4,2e^{-4}$
	Partículas no retenidas (%)	68,37	57,47	49,46	43,27

En la tabla 24, se observa como la constante cinética de adsorción k_{att} aumenta a medida que aumenta la cantidad de CaCl₂, por lo tanto, se puede suponer que este parámetro tiene un comportamiento proporcional a la concentración de cloruro de calcio, con referente a la constante cinética de desorción k_{det} se observa un comportamiento inverso, esto tiene sentido dado que estas cinéticas implican la adsorción vs desorción. El siguiente factor es el más importante dado que se refiere a la cantidad de partículas de óxido de hierro (III) que no han precipitado dentro de la columna, como se observa este porcentaje va disminuyendo según aumenta la concentración de CaCl₂, lo que reafirma que la salida de partículas de óxido de hierro (III) disminuye.

De estos primeros datos se aprecia que la constante de adsorción va aumentando en los dos casos:

- Simulación ensayo 1:

La primera figura, corresponde a una concentración de 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 0 mM de CaCl₂, la segunda grafica corresponde a 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 1 mM de CaCl₂, la tercera figura pertenece a una concentración de 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 10 mM de CaCl₂ y la última figura a 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 100 mM de CaCl₂. Se observa se las curvas experimentales (color negro) se acoplan bastante bien a las curvas teorías (color azul)

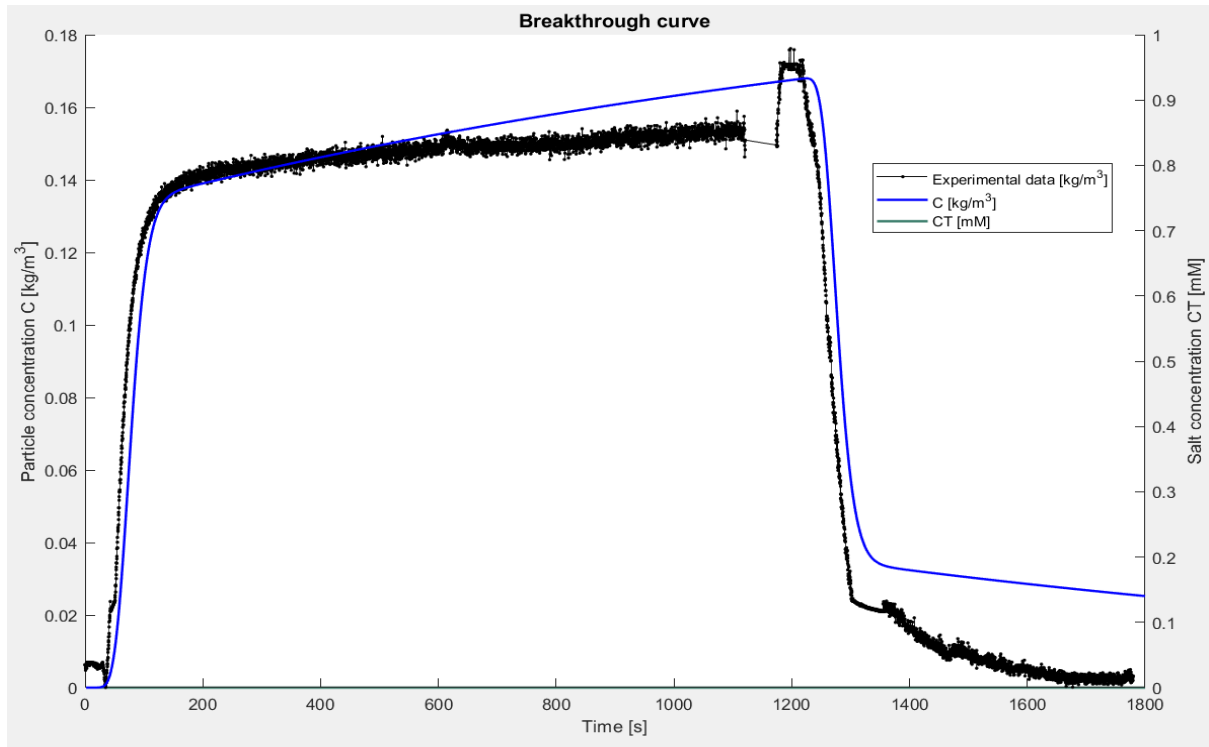


Figura 30. Ensayo 1. 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 0 mM de CaCl₂

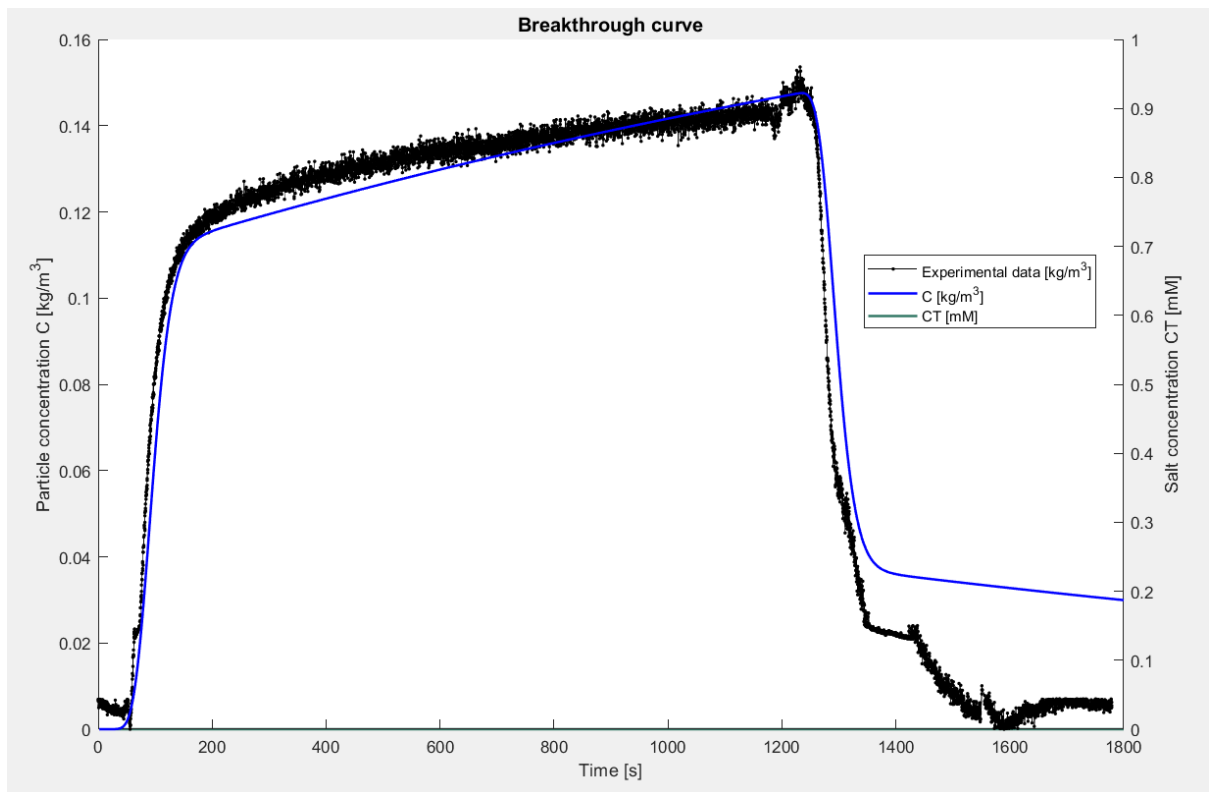


Figura 31. Ensayo 1. 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 1 mM de CaCl₂

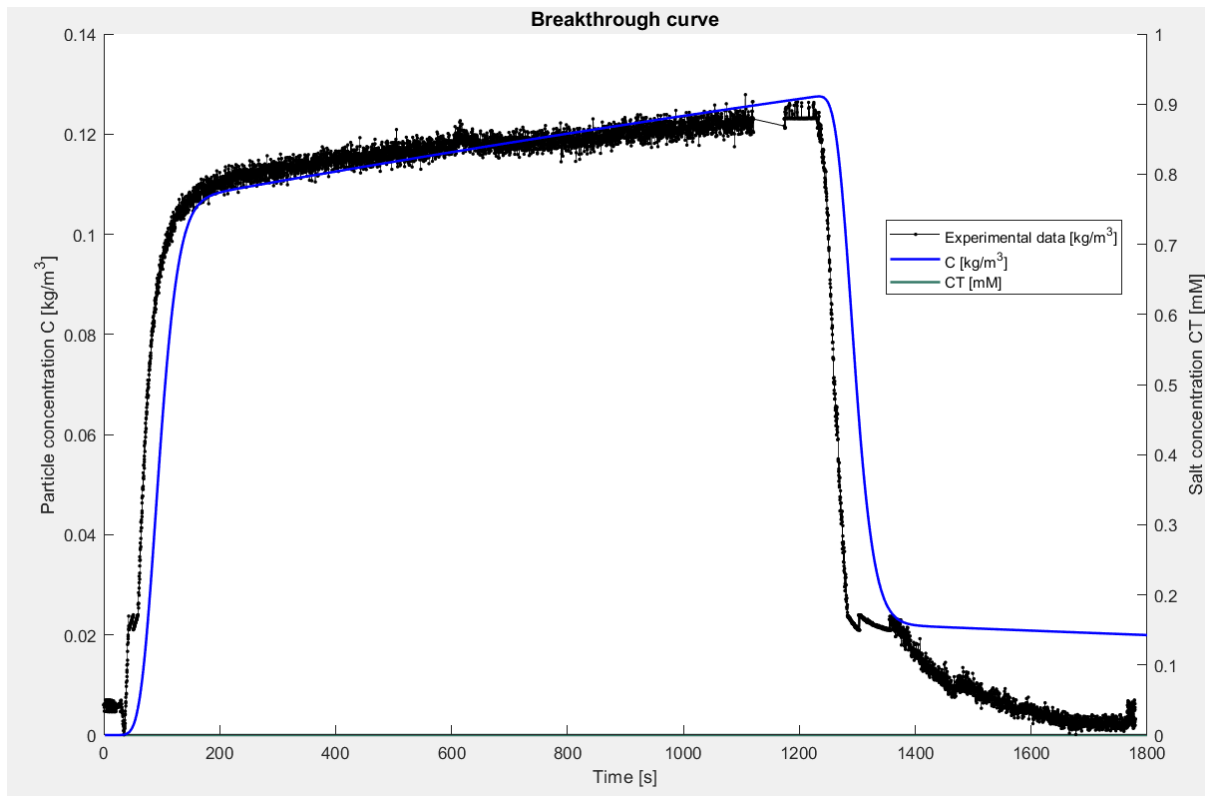


Figura 32. Ensayo 1. 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 10 mM de CaCl_2

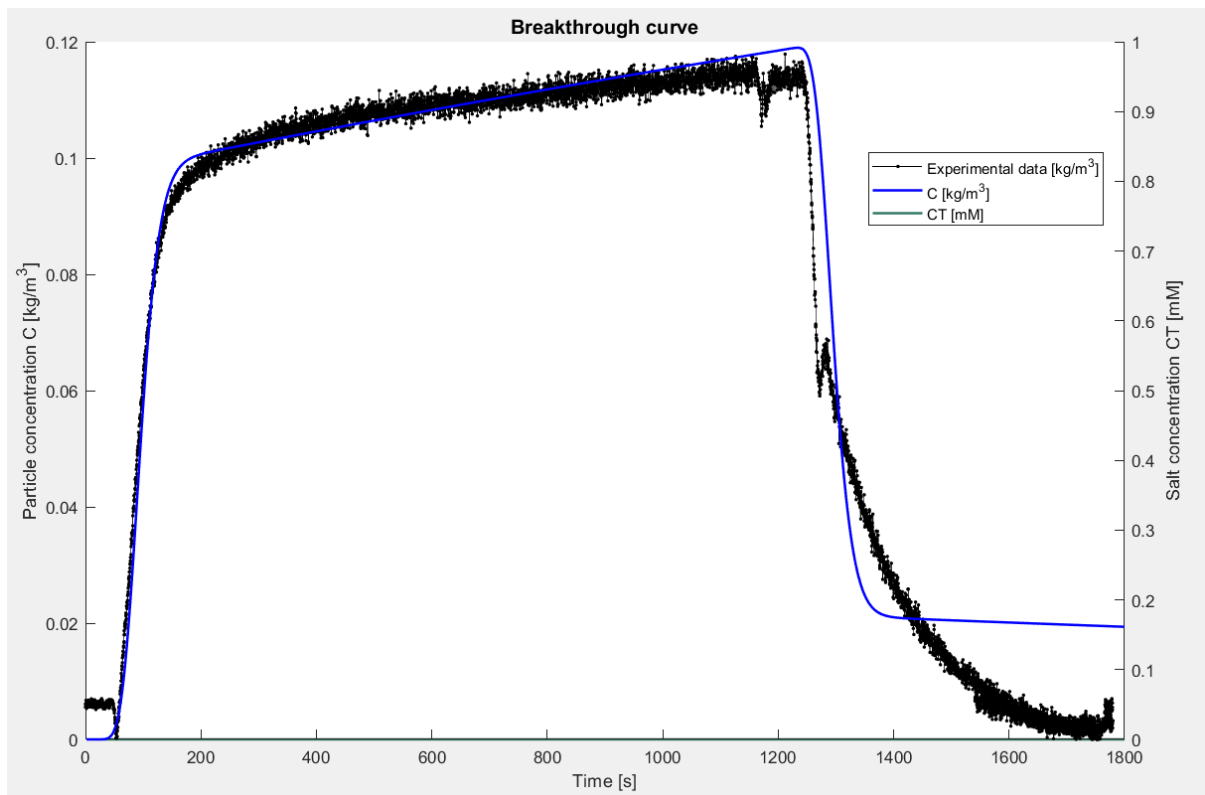


Figura 33. Ensayo 1. 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 100 mM de CaCl_2 .

- Simulación ensayo 2:

La primera figura, corresponde a una concentración de 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 0 mM de CaCl_2 , la segunda figura corresponde a 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 1 mM de CaCl_2 , la tercera figura pertenece a una concentración de 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 10 mM de CaCl_2 y la última figura a 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 100 mM de CaCl_2 .

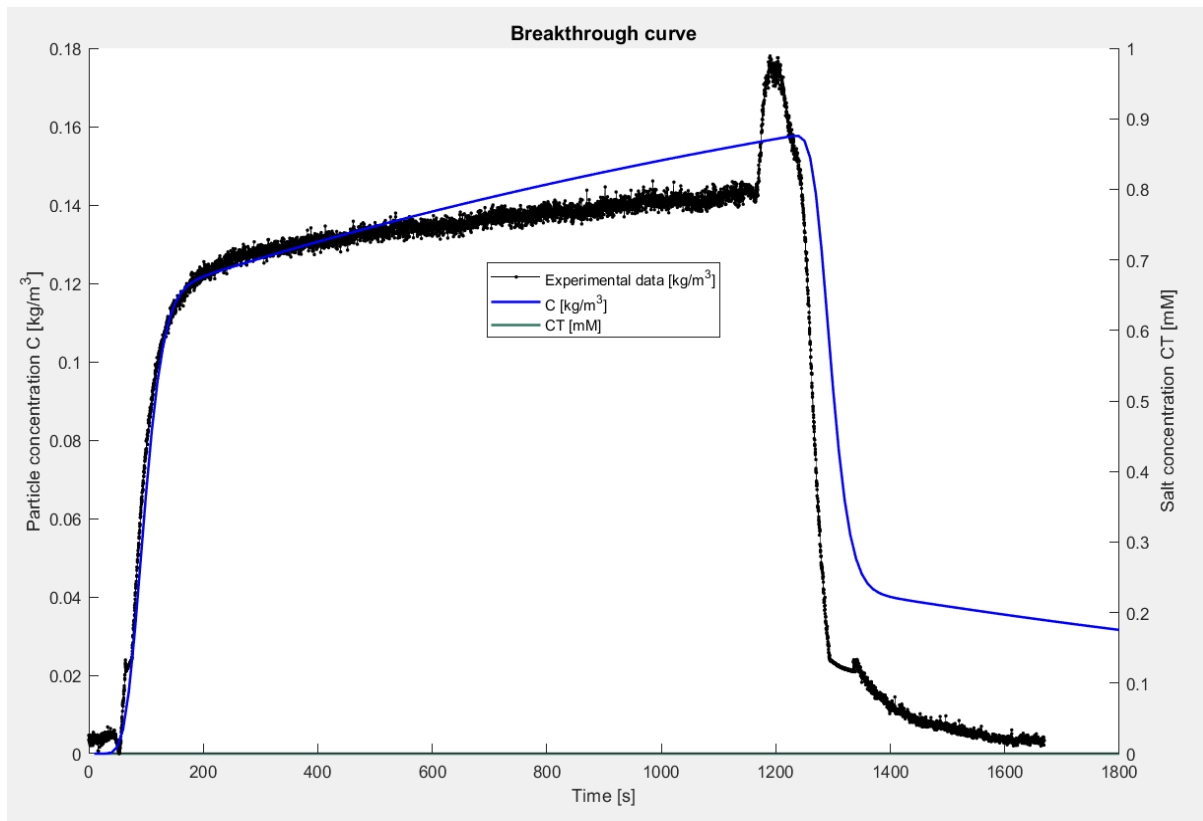


Figura 34. Ensayo 2. 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 0 mM de CaCl_2 .

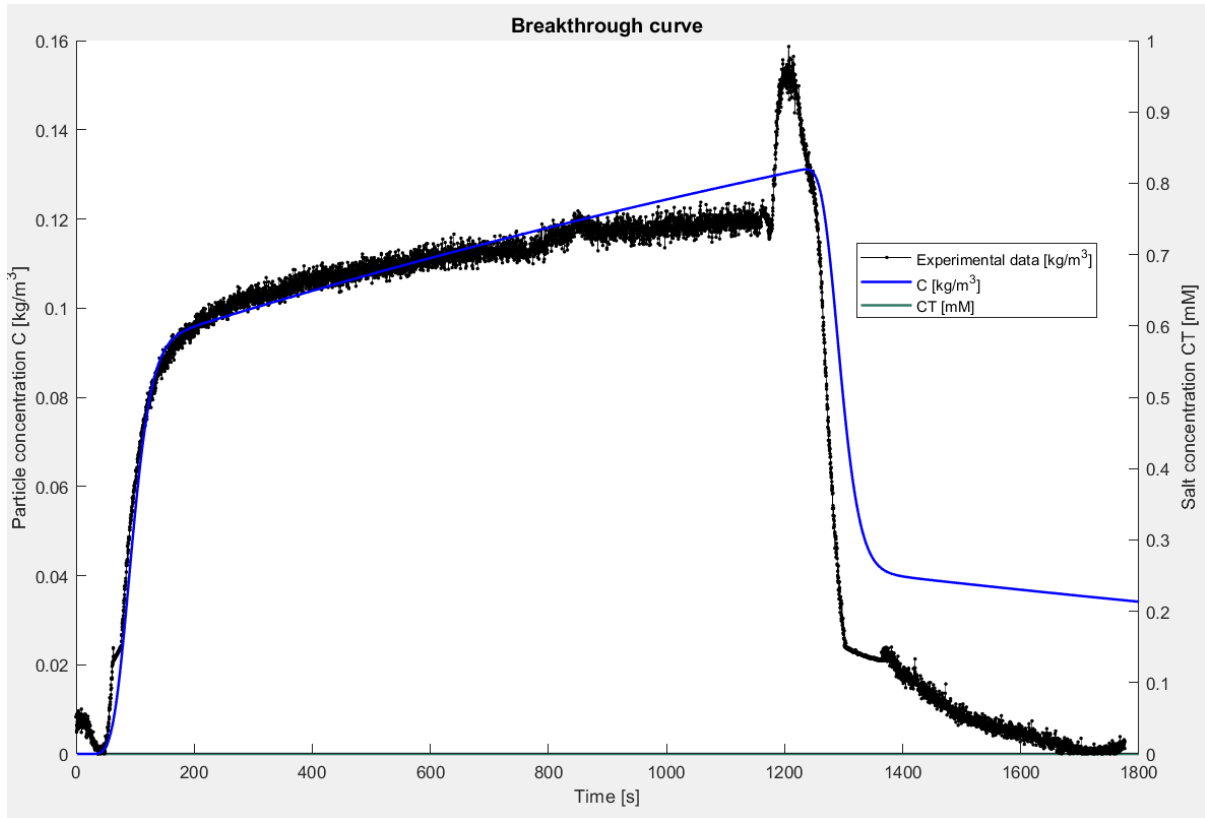


Figura 35. Ensayo 2. 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 1 mM de CaCl₂.

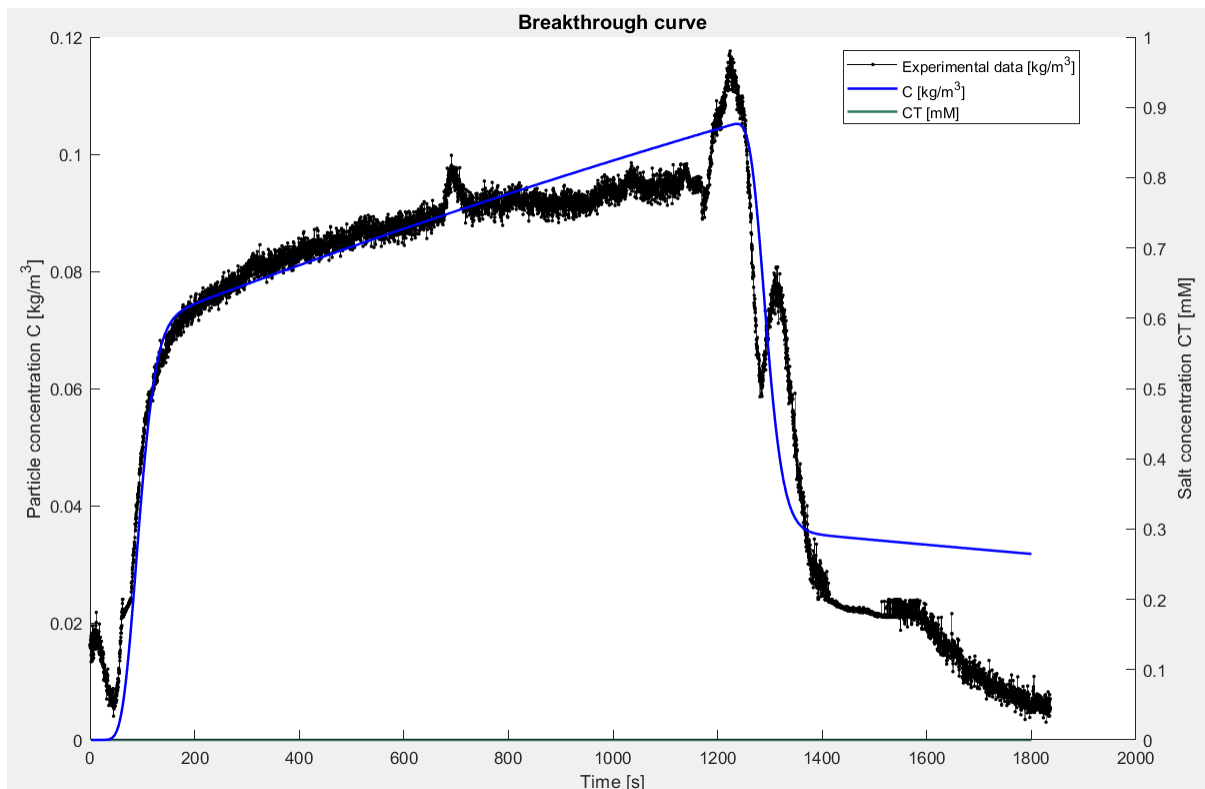


Figura 36. Ensayo 2. 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 10 mM de CaCl₂.

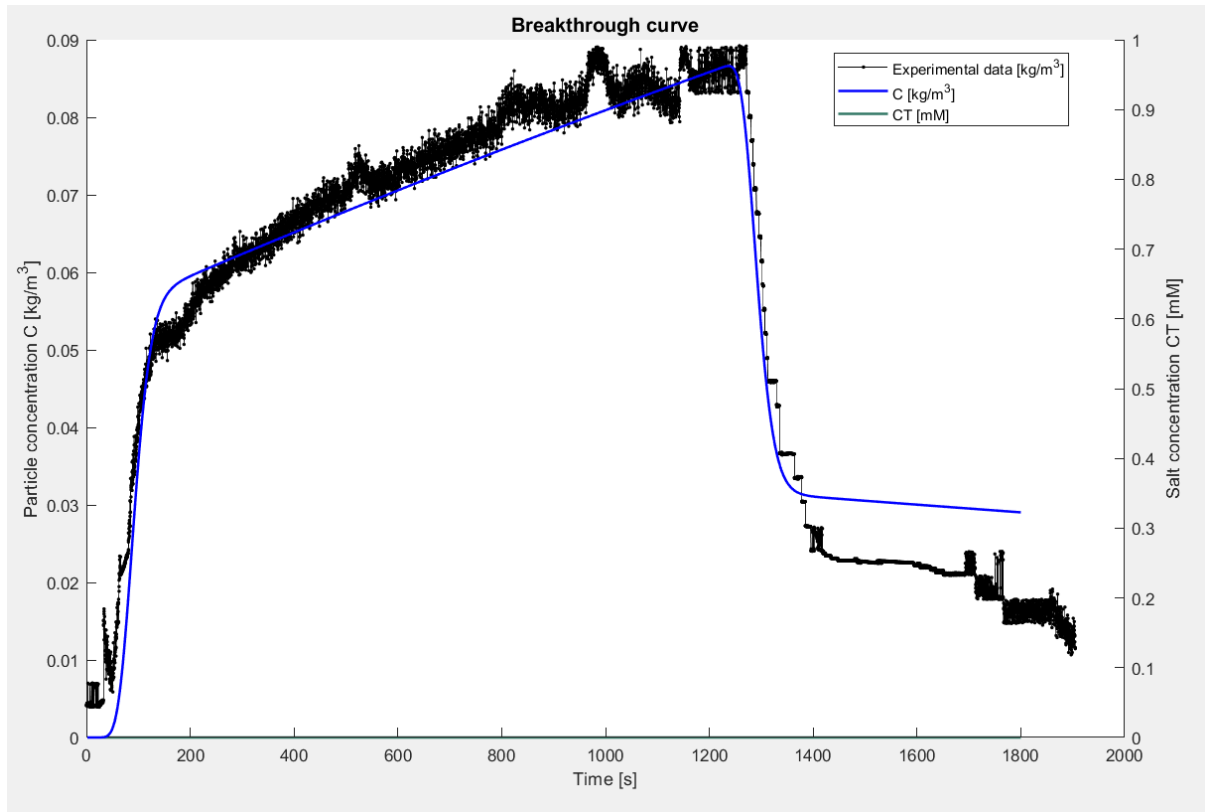


Figura 37. Ensayo 2. 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 100 mM de CaCl_2 .

6.2.2.2. Variación de caudales

El cambio de caudales se realizó con el montaje A, es necesario comentar que tanto en la figura 38 como en la 30 los valores V4, V8, V12 y V16 se encuentran ligados a mL/min. A continuación, se aprecia los resultados obtenidos:

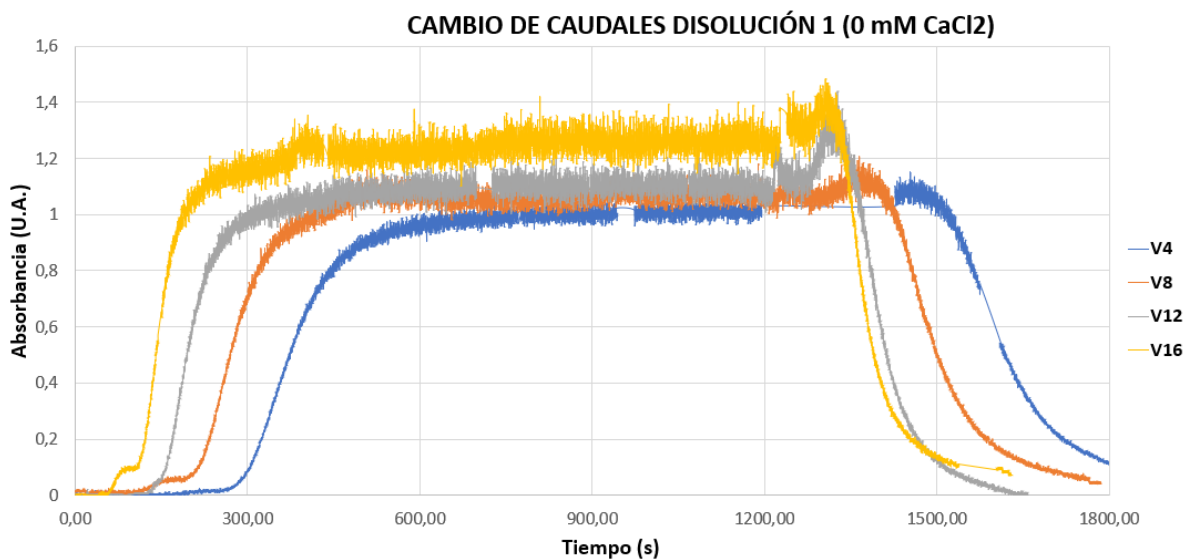


Figura 38. Cambio de caudales de la disolución 1, 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 0 mM de CaCl_2 .

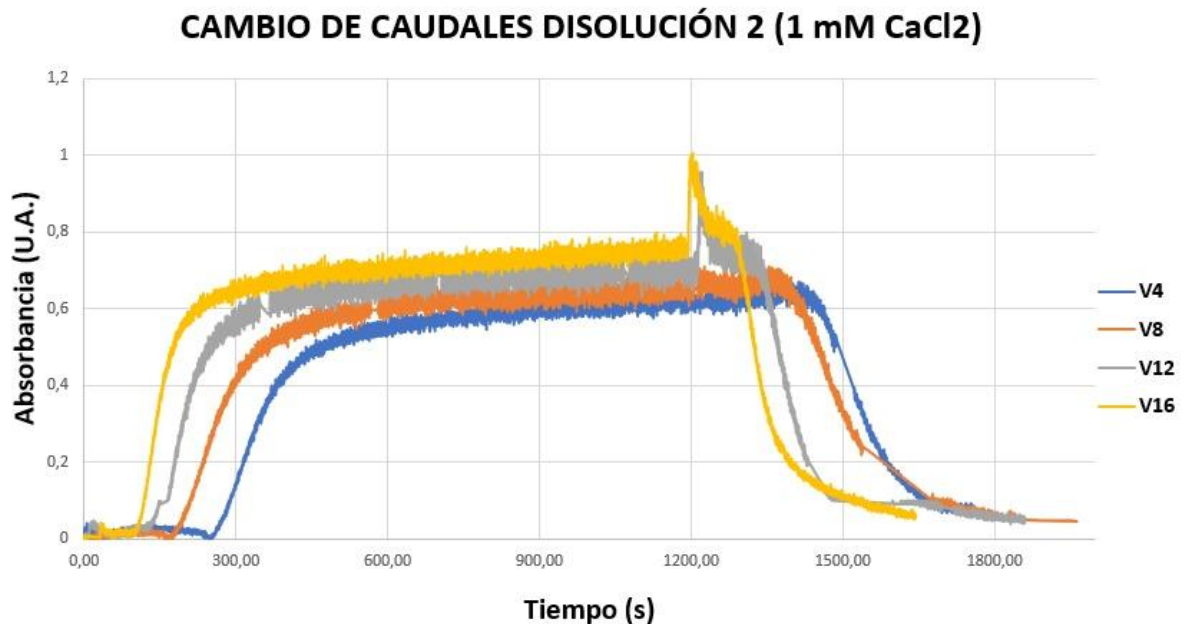


Figura 39. Cambio de caudales de la disolución 2, 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 10 mM de CaCl_2 .

Se aprecia tanto en la figura 38 como en la 39, que la modificación de caudales afecta tanto a la entrada de la columna, como a la salida, es decir cuanto mayor sea la potencia establecida en la bomba peristáltica más rápido se producirá la entrada de la disolución con las partículas a la columna, así como su salida de esta.

Por otra parte la absorbancia también sufre cambios, es decir que a medida que el caudal disminuye, la absorbancia también lo hace así como la concentración de partículas de óxido de hierro (III), este efecto se ve con claridad en las dos figuras anteriores, esto puede tener su origen en la velocidad a la que se transporta las partículas de nanohematita así a una menor velocidad estas tienen más tiempo para sedimentar en la columna como es el caso de la curva V4 de las dos figuras observadas, en caso contrario a menor tiempo de sedimentación mayor es la absorbancia obtenida, como es el caso de las curvas correspondientes a V16.

Cabe mencionar que las absorbancias obtenidas en la figura 38, se encuentran fuera del rango lineal, estos experimentos nos sirven para evaluar si existe algún efecto en el transporte de las partículas al variar el caudal de inyección de la suspensión. Sin embargo, lo ideal sería evaluarlo con una concentración que se encuentre dentro del rango lineal. Por otra parte, dado que se realizaron varios experimentos con la primera columna y debido a que haya existido una posible saturación de esta, se descartó las absorbancias proporcionadas por la tercera disolución (de 0,2

g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 10 mM de CaCl_2) y la cuarta disolución (0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 100 mM de CaCl_2) dado que había mucha interferencia de ruido y saltos en las gráficas. Sin embargo, es predecible que se aprecie el comportamiento observado anteriormente.

Otro estudio se realizó para evaluar si existe sedimentación de las partículas de óxido de hierro (II) en la celda tipo Z. En la figura 40, se puede observar el aspecto de la celda al inyectar las suspensiones de óxido de hierro (III), usando los diferentes caudales de bomba ya mencionados en el apartado 5.6.2.1.

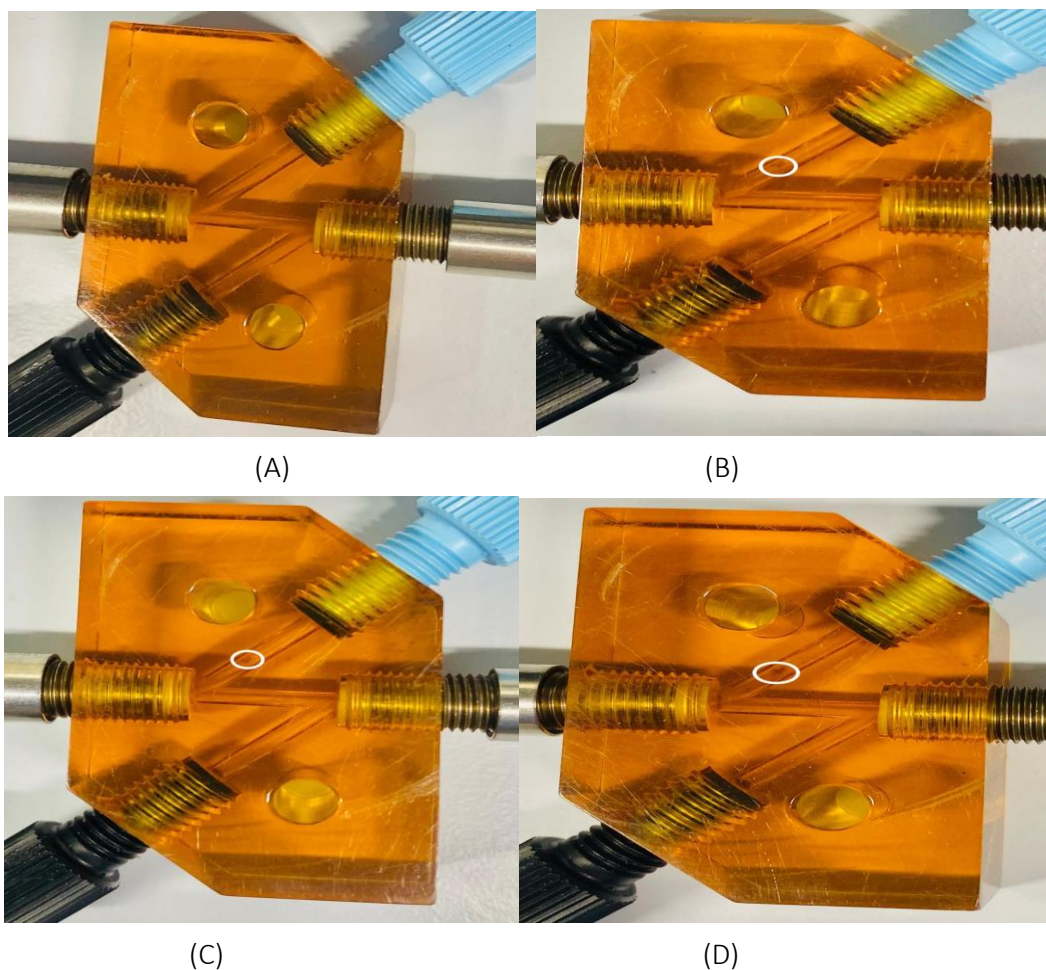


Figura 40. Cambio de caudales de la disolución 4, 0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 100 mM de CaCl_2 ; (A) potencia 16 %, (B) potencia 12%, (C) potencia 8% y (D) potencia 4 %

De las figuras obtenidas se puede determinar que la celda permanece totalmente limpia para potencias mayor o iguales a 16 %, sin embargo, para potencias iguales a 12 %, 8 %, 4 % empieza a producirse una pequeña sedimentación, de las partículas en la celda, aunque es mínima hay que

tener especial cuidado en que la celda se encuentre limpia, dado que podría afectar a la señal registrada y en consecuencia a los datos obtenidos.

A continuación, se tiene el resultado de cómo ha quedado la celda Z, después de inyectar la cuarta disolución (0,2 g/L de óxido de hierro (III), 0,5 g/L de CMC y 100 mM de CaCl_2) durante 40 minutos.

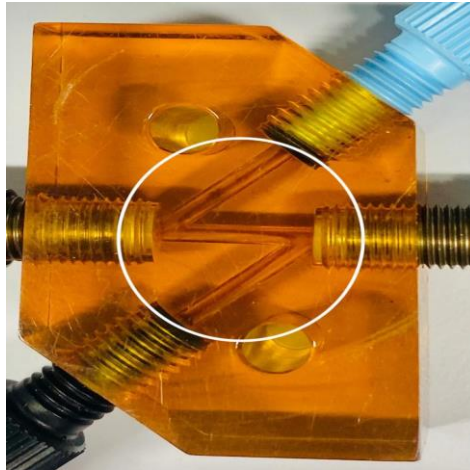


Figura 40. Cambio de tiempo (40 minutos) de la disolución 4 a una potencia de 4 %

Se puede observar como la celda presenta una alta sedimentación de partículas de nano hematita, así se puede concluir que el tiempo también es un factor importante dado que a un mayor tiempo habrá un potencial mayor de acumulación. Para poder eliminar los residuos que se encuentran dentro de la celda se ha procedido a introducir en la bomba peristáltica la potencia más alta.

6.2.3. Comparación de la inyección de la suspensión de partículas de óxido de hierro (III) de forma directa en la celda tipo z y el montaje B

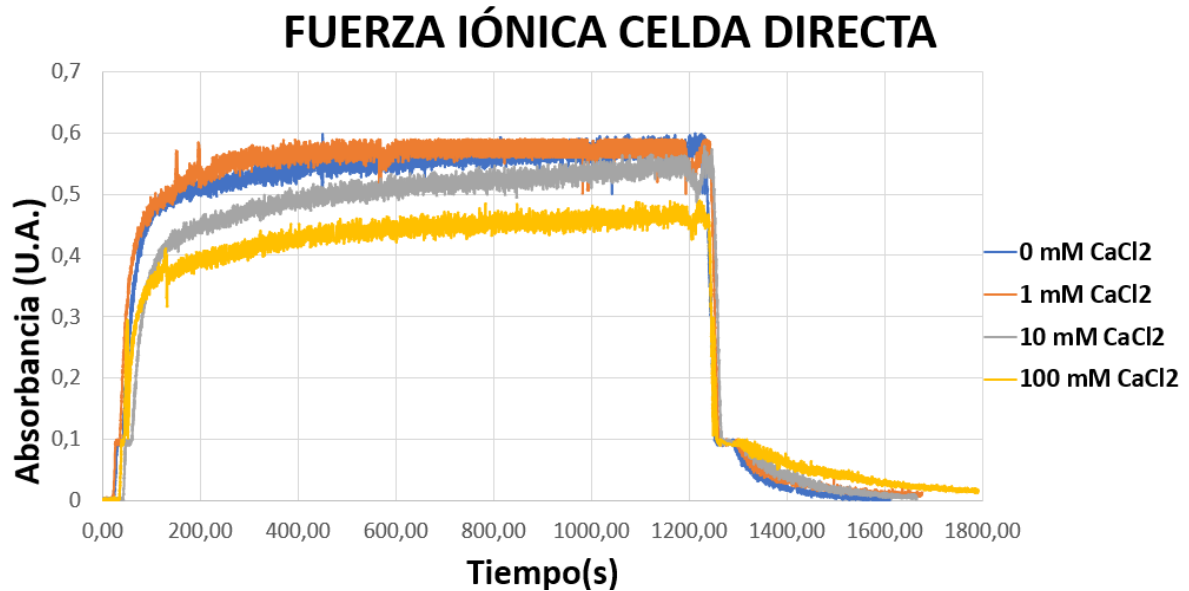


Figura 41. Ensayo fuerza iónica celda directa

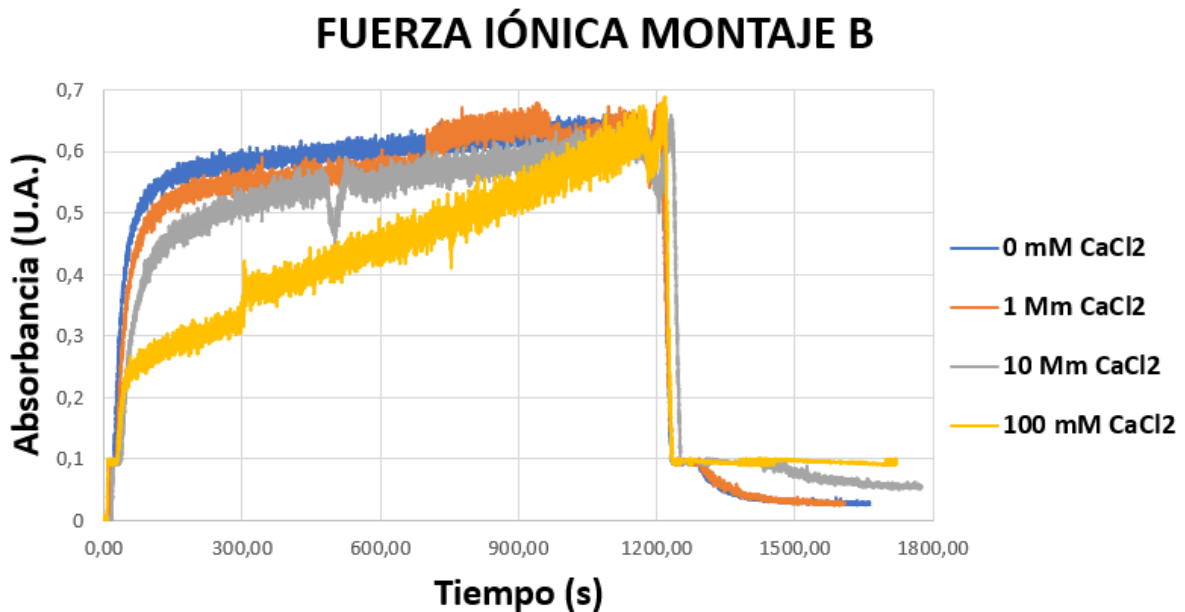


Figura 42. Ensayo fuerza iónica montaje B

Los resultados obtenidos en la figura 41 y en la figura 42 se aprecia que entre las tres primeras disoluciones (0 mM CaCl_2 , 1 mM CaCl_2 y 10 mM CaCl_2) existe una diferencia pequeña entre sus absorbancias, por lo tanto, se asume que la retención de las partículas de óxido de hierro (III) es parecida. Por otra parte, en la figura 41 se muestra que la disolución cuarta (100 mM CaCl_2) posee la absorbancia más baja, logrando con esto la mayor retención de partículas, se observa un descenso de la curva similar se observa una diferencia notable entre ellas, así mismo sus absorbancias son similares.

Por otra parte, en la figura 42 se observa que la disolución cuarta (100 mM CaCl_2), presenta un comportamiento ascendente hasta llegar a alcanzar absorbancias similares a las otras tres señales, esto puede tener su origen en una posible acumulación en las válvulas, sin embargo, no se puede asegurar que esta sea la causa, dado que solo ha sucedido en esta disolución.

Finalmente se puede concluir que introducir una válvula en un montaje donde la concentración de óxido de hierro (III), pasa directamente por la celda (montaje B) puede dar valores de absorbancia erróneos por una posible sedimentación de las partículas del adsorbente en la válvula. Aunque será necesario realizar más experimentos para poder encontrar resultados más fiables.

6.2.4. Comparación de la inyección de la suspensión de partículas de óxido de hierro (III) en el montaje B.1 y C.

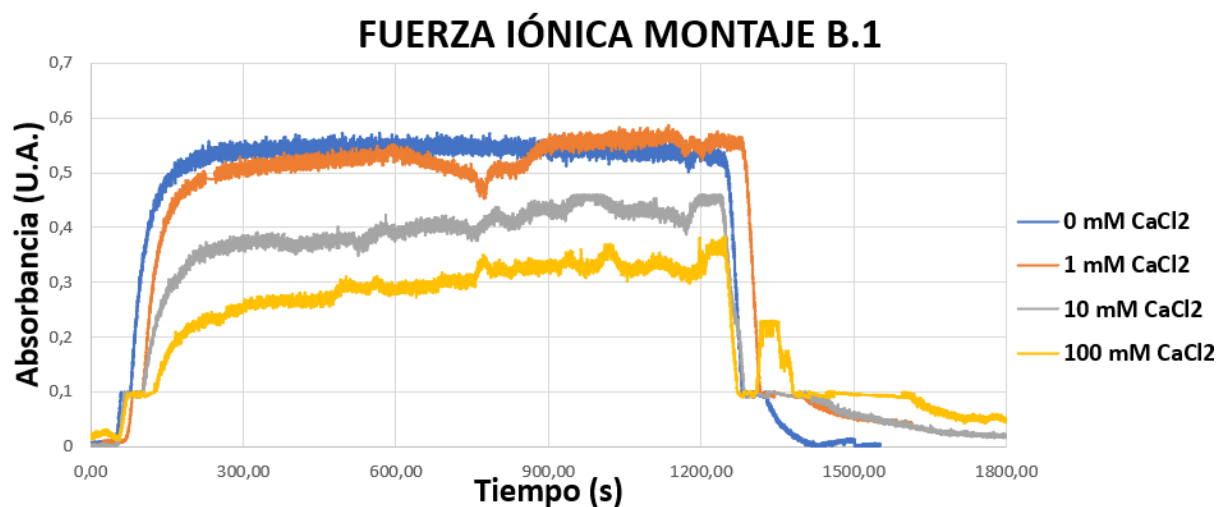


Figura 43. Ensayo fuerza iónica montaje B.1

FUERZA IÓNICA MONTAJE C

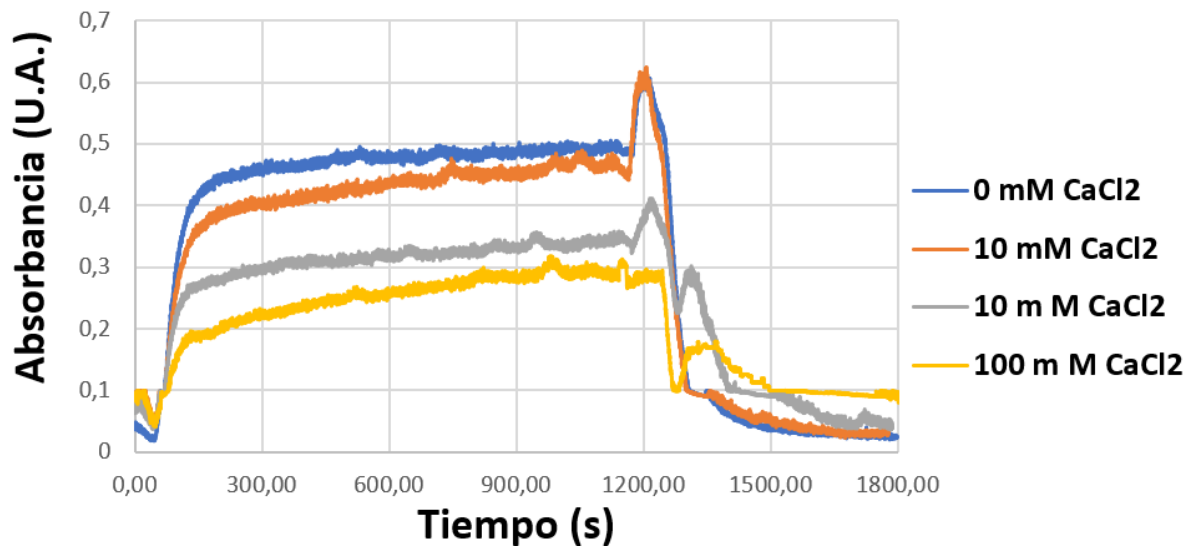


Figura 44. Ensayo fuerza iónica montaje C

De las figuras 43 y 44 se observa el efecto de la fuerza iónica, es decir a medida que la concentración de CaCl_2 disminuye se produce una mayor cantidad de salida de partículas de óxido de hierro (III), por lo tanto, se obtiene una absorbancia mayor.

En la figura 43 se muestra como la entrada de las cuatro disoluciones 0 mM CaCl_2 , 1 mM CaCl_2 y 10 mM CaCl_2 y 100 mM CaCl_2 se aprecia con claridad quien presenta mayor absorbancia sin embargo a medida que transcurre el tiempo la disolución 2 (1 mM CaCl_2) llega a alcanzar, incluso a sobrepasar a la absorbancia de la disolución 1 (0 mM CaCl_2), este comportamiento no sucede en los resultados del montaje A (apartado 6.2.2) por lo tanto puede que haya sucedido una pequeña acumulación de partículas de óxido de hierro (III) o que se haya producido un mal pesaje de las concentraciones de óxido de hierro (III). En la figura 44 se observa el mismo comportamiento mencionado antes con las mismas disoluciones implicadas.

La salida de las partículas de óxido de hierro (III) presenta picos inusuales, el origen de estos no es conocido, sin embargo, se ha observado el mismo comportamiento en el trabajo final de grado de Pol Collado (Collado 2021).

6.2.5. Eliminación de As (V).

Se observa tanto en la primera como segunda figura 45 y 46 que el fluido que sale inicialmente de la columna se encuentra aproximadamente libre del metal pesado empleado (As (V)), sin embargo, a medida que pasa el tiempo aumenta el volumen de la disolución que contiene el contaminante, provocando que la zona de transferencia de masa se traslade y aumente la concentración del adsorbible. Se observa además que el punto de ruptura proporciona el tiempo de ruptura (min), así en el primer y segundo ensayo se obtiene un $t_{5\%}$ de 590 (min) y 340 (min) respectivamente.

Cabe destacar que en la figura 45, no se llega a apreciar la curva de ruptura, debido a la interrupción de este ensayo. Sin embargo, en la figura 46 se observa de forma clara la curva de ruptura.

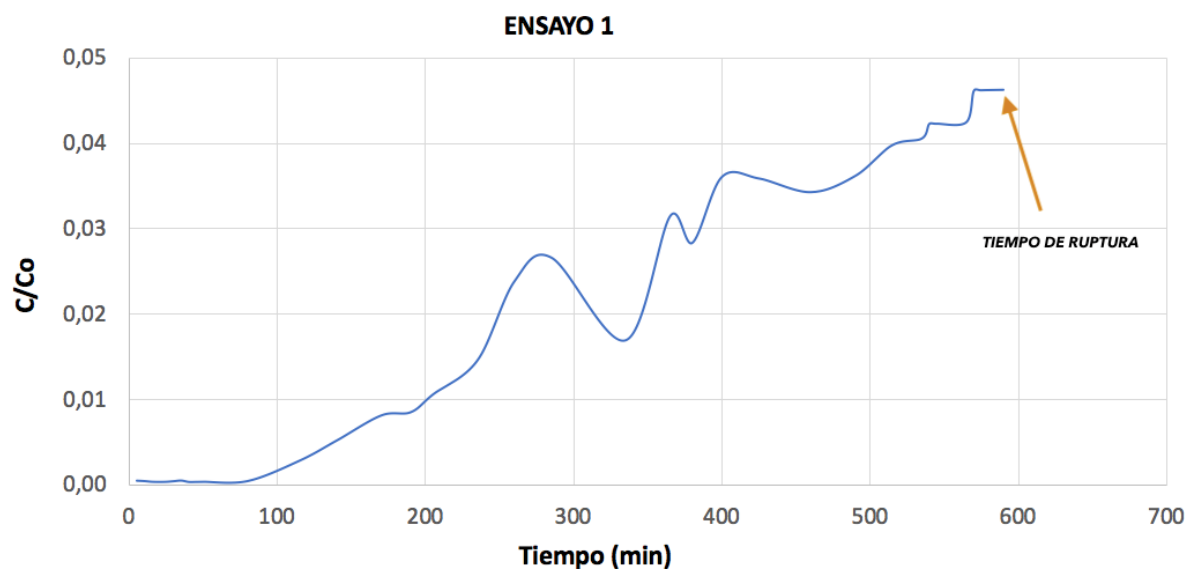


Figura 45. Ensayo 1, eliminación del arsénico (V)

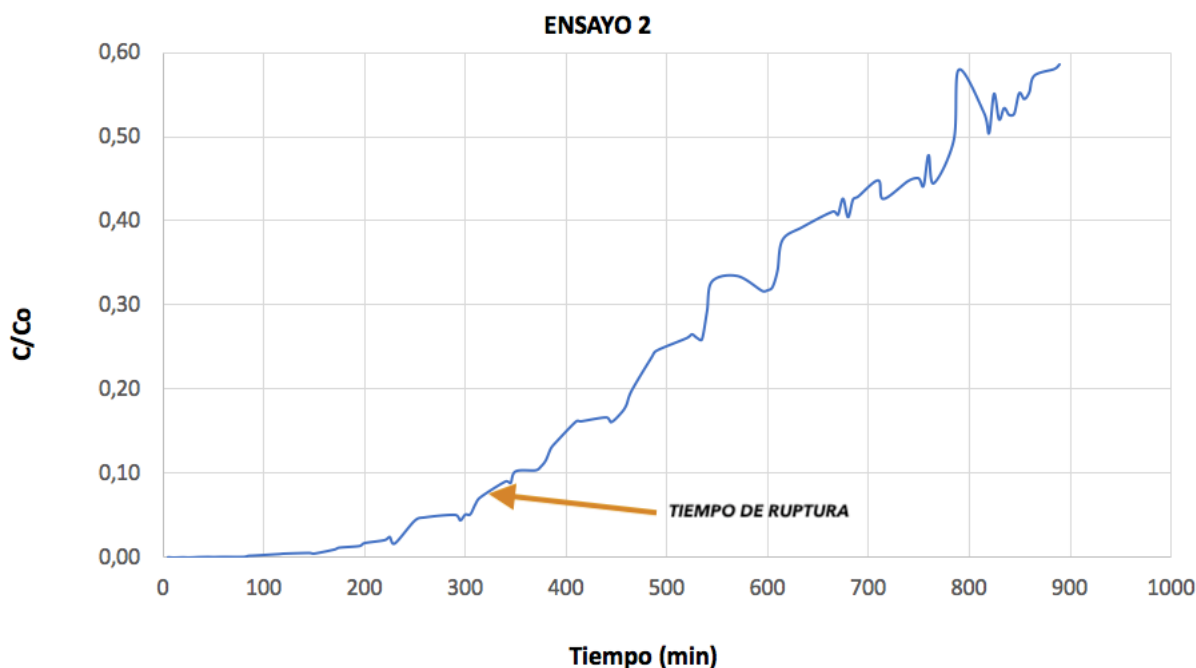


Figura 46. Ensayo 2, eliminación del arsénico (V)

En la tabla 25, se puede apreciar las condiciones experimentales específicas y el valor de q_b obtenido mediante la tabla 5.11, se observó que un aumento en la concentración inicial modifica la capacidad de adsorción incrementándola.

Además, se observa que el tiempo de ruptura se comporta de manera inversa a la concentración inicial esto se debe a que en concentraciones bajas el coeficiente de dispersión disminuye también, implicando que el tiempo de saturación aumente.

Tabla 25. Valores proporcionados necesarios para obtener la capacidad de adsorción de la columna

Valores	Ensayo 1	Ensayo 2
Concentración inicial (mg/cm^3)	$6,31 \cdot 10^{-4}$	$1,10 \cdot 10^{-3}$
Concentraciones de ruptura (mg/cm^3)	$3,00 \cdot 10^{-5}$	$5,58 \cdot 10^{-5}$
Tiempo de ruptura (min)	570	337
Flujo volumétrico ($cm^3 \cdot min^{-1}$)	1,61	1,61
Masa del adsorbente (g)	1	1
Capacidad de adsorción de la columna (mg/g)	0,57	0,60

7. Evaluación Ambiental

Es importante tener en cuenta el impacto ambiental que posee el proyecto realizado para ello es necesario realizar una valoración de los todos componentes involucrados, como por ejemplo los reactivos, materiales y aparatos empleados. Dado que a lo largo de este trabajo se ha realizado residuos de las disoluciones o reactivos, de los materiales utilizados como son las jeringuillas, pipetas entre otros, así mismo se tiene en cuenta el gasto eléctrico de los instrumentos.

Una vez realizado este análisis se procederá a contemplar la parte positiva, con el fin de favorecer los beneficios proporcionados o las prevenciones necesarias para evitar posibles daños al medio ambiente, seres humanos y fauna de este proyecto.

7.1. Evaluación ambiental del proyecto

Este proyecto se ha realizado para evaluar el efecto de la variación de la fuerza iónica en el transporte de las suspensiones de óxido de hierro (III) empleadas con el fin de saber si pueden ser utilizadas como un mecanismo para la eliminación de metales pesados, en este caso se centra en el arsénico (V).

Referente a este proyecto se comprueba el correcto funcionamiento de las partículas dentro de la columna como sin ella, mediante diferentes experimentos, así mismo se comprobó con el experimento relacionado directamente con el contaminante la capacidad de disminuir la cantidad de arsénico mediante las partículas de óxido de hierro (III).

7.2. Evaluación de los reactivos

Una de las desventajas que presenta cualquier proyecto son los residuos que estos forman, dado que pueden provocar un deterioro notable al cualquier ecosistema o al ser vivo. Por lo tanto, es fundamental analizar los reactivos involucrados en las disoluciones como se muestra a continuación:

- *Partículas de hematita*



Se ha empleado en todo el proyecto las partículas de hematita dado que este compuesto es fundamental en este trabajo. Estas presentan un tamaño que se aproxima a los 30 μm , lo cual puede provocar que estas nanopartículas sean inhaladas por las fosas nasales, llegando a provocar efectos negativos relacionados con el aparato respiratorio, por esta razón se aconseja estar equipado con una mascarilla apta dentro del laboratorio y en caso de inhalarlas se aconseja buscar aire fresco y en caso de encontrarse con malestares es necesario consultar con un médico.

Es necesario también poseer unas gafas y guantes de laboratorio, para evitar el contacto de las estas partículas con los ojos y la piel respectivamente, así mismo si esto llegara a pasar se aconseja lavar con agua la zona afectada durante unos minutos. También es importante poseer una bata de laboratorio que aumente nuestra seguridad en el espacio de trabajo.

Los residuos de este compuesto, como han sido las disoluciones realizadas se han introducido en un bidón especial, para garantizar su posterior tratado.

- *Carboximetilcelulosa (CMC)*

La carboximetilcelulosa se ha utilizado en este proyecto como estabilizante, se trata de un compuesto que puede causar consecuencias adversas para el ser humano, sobre todo al contacto con la piel, dado que puede provocar una irritación severa. Posee un tamaño que al igual que el óxido de hierro (III) es capaz de entrar en las vías respiratorias o a la córnea del ojo causando malestar, por lo tanto, se tomaran las mismas medidas mencionadas anteriormente.

Frente al medio ambiente realmente no se ha considerado que sea un compuesto que presente un peligro para el medio ambiente sin embargo es recomendable tomar precauciones sobre todo para la vida acuática, dado que puede provocar toxicidad al ser un material no biodegradable.

Todas las disoluciones que presentaban este compuesto, que ya no se han utilizado se han introducidos en un bidón específico para ser tratado adecuadamente.

- *Nitrato de sodio (NaNO_3)*

El nitrato de sodio presenta un aspecto granular cristalino, según la Directiva 1999/45/CE – o Directiva 67/548/CEE es considera una sustancia peligrosa, debido a que en contacto con material combustible puede provocar fuego, es toxico para los seres humanos por lo tanto hay que tener especial cuidado en su uso y estar protegido.

Cabe destacar que no es tóxico para el ambiente ni para los organismos acuáticos así lo ha considerado la USEPA (*United States Environmental Protection Agency/Agencia de protección ambiental de Estados Unidos*) por lo tanto no se requiere precauciones ambientales especiales.

- Patrón de Arsénico (V)

Se ha utilizado este metal pesado para su eliminación mediante las partículas de óxido de hierro (III), este compuesto presenta un peligro considerable para el ser humano, dado que de acuerdo con el reglamento (CE) 1272/2008, es tóxico en caso de ingestión o inhalación, provoca una irritación cutánea, lesiones oculares graves o incluso cáncer por lo tanto a parte de estar protegido con todos los elementos propio de un laboratorio, es necesario utilizarlo de una manera cuidadosa y adecuada.

En el medio ambiente es muy tóxico sobre todo para los organismos acuáticos, con efectos duraderos, por eso es importante evitar su liberación en el ecosistema. Por lo tanto, los residuos obtenidos de la disolución realizada con el contaminante se vertieron en un bidón de acuerdo con su peligrosidad.

7.3. Evaluación del material

Es importante saber cómo tratar los materiales involucrados en todos los experimentos de este proyecto, en primer lugar, se han utilizados tubos, pipetas, filtros desechables de plástico que se han introducido en un bidón correspondiente a este tipo de utensilios. Los guantes utilizados se arrojaron a un cubo de basura especial presente en el laboratorio, así como los papeles empleados en la limpieza de superficies contaminadas por alguno de los reactivos.

La limpieza de los materiales de vidrios tuvo dos fases de limpieza, en primer lugar, si el recipiente aun poseía cierta cantidad de las disoluciones involucradas se realizaban movimientos circulares con el fin de desprender las partículas de óxido de hierro (III) que se quedaba en ocasiones adheridas al fondo del recipiente y se volvía a tirar el residuo en el bidón correspondiente. La segunda fase consistía en lavar el recipiente con agua destilada y jabón de manera consistente para garantizar su limpieza absoluta.

7.4. Evaluación de las emisiones

Realmente este proyecto no produce emisiones que afecten de manera negativa al medio ambiente, sin embargo, se ha considerado que, si se produce gastos de electricidad, por el uso de varios aparatos, dado que la producción y el uso de energía supone una de las principales causas de las emisiones de efecto invernadero.

A continuación, se expone el estudio realizado a través de la siguiente tabla:

Tabla 26. Evaluación de las emisiones

Aparato	Potencia (W)	Hora de empleo (h)	Energía consumida (KWh)
Agitador Ultra- Turrax	500	81	40,5
Agitador magnético	550	18	9,9
Balanza analítica	4,50	4	0,018
Bomba peristáltica	100	90	9
Espectrofotómetro Ocean Optics	2	145	0,3
Fuente de luz Ocean Optics	15	145	2,1
Baño de ultrasonido	150	15	2,25
Colector de fracciones	12	16	0,2
TOTAL			64,27

Se ha realizado una comparación con la potencia total obtenida por otros trabajos en los que se ha realizado algunos experimentos similares como son los de Alba Celeste Carreras y Pol Collado con (*Celeste. A, 2020 y Collado. P 2021*), así se ha observado que la potencia obtenida en este proyecto es menor, esto se debe a que en este trabajo no se ha realizado la fase previa de tratamiento del óxido de hierro (III), en los que se emplea equipos como la centrifugadora, tamizadora y la estufa, los cuales poseen unas altas potencias. Así se ha realizado una comparación con los dos trabajos anteriores como se observa en la tabla.

Para finalizar una vez obtenido la potencial total suministrada se puede estimar las emisiones de gases invernadero, gracias a los factores de emisión presentes que se han adquirido en el documento denominado Observatorio de la electricidad del año 2016, así se ha aprecia los siguientes datos obtenidos:

$$\text{Dioxido de Carbono (CO}_2\text{): } 76 \frac{\text{g}}{\text{KWh}} \cdot 64,27 \text{ KWh} = 4884,52 \text{ g/h}$$

$$\text{Dioxido de Asufre (SO}_2\text{): } 0,132 \frac{\text{g}}{\text{KWh}} \cdot 64,27 \text{ KWh} = 8,48 \text{ g/h}$$

$$\text{Oxidos de Nitrogeno (NO}_x\text{): } 0,104 \frac{\text{g}}{\text{KWh}} \cdot 64,27 \text{ KWh} = 6,684 \text{ g/h}$$

8. Conclusiones

Una vez se ha terminado los experimentos involucrados en este proyecto, así como el análisis de los resultados obtenidos se puede establecer las conclusiones en relación con los objetivos establecidos en el apartado 1.1.

- Se consiguió determinar que la concentración de cloruro de calcio no afecta de manera significativa a la estabilidad de las suspensiones en sistemas estáticos. Así mismo se estableció que el parámetro de absorbancia disminuye, al disminuir la concentración del óxido de hierro (III).
- Se estableció un nuevo intervalo de linealidad que abarca desde 0,05 g/l a 0,3 g/l de óxido de hierro (III), a través de la realización de una recta de calibración. Se descarto una concentración de 0,4 g/l, dado que se salía del rango lineal y se estableció trabajar en este proyecto con 0,2 g/l de óxido de hierro (III).
- Se realizó una caracterización correcta de la columna, medio poroso, conductos y volúmenes muertos necesarios para la simulación del transporte de partículas de óxido de hierro (III) en el software MNMs.
- Se valoró el efecto que produce aumentar la cantidad de cloruro de calcio en montajes, que poseen una columna, es decir en experimentos dinámicos. En el montaje A, B.1 Y C, se concluyó que una mayor presencia involucra una mayor precipitación del adsorbente y por lo tanto una disminución en la absorbancia medida por espectrofotómetro Ocean Optics-
- Los experimentos de variación de caudales permitieron comprobar que a potencias (%) bajas de la bomba peristáltica y a un mayor tiempo de inyección favorecían la sedimentación de partículas en la celda utilizada tipo z.
- Se concluyó que la incorporación de válvulas puede implicar que se produzca una sedimentación de partículas de óxido de hierro (III) lo que puede provocar errores en la lectura de datos, sin embargo, no ha demostrado que este suceso se produzca al 100%, por esta razón se plantea seguir con este baipás para futuros trabajos.
- Se comparó la inyección de la suspensión de óxido de hierro (III), directamente a la celda con la inyección realizada en el montaje B, comprobando que los dos montajes proporcionaban resultados similares.
- En el montaje D se determinó la capacidad de adsorción de óxido de hierro (III) en el sistema estudiado, obteniéndose un valor de 0,57 y 0,6 mg/g para el 1 y 2 respectivamente

9. Evaluación económica

Una parte importante de cualquier proyecto es la evaluación económica, dado que puede llegar a ser un punto de inflexión para bien continuar o no con el proyecto. Así este apartado se ha dividido en varias secciones en las que se encuentran implicados todos los reactivos, materiales, equipos, y recursos humanos involucrados.

9.1. Reactivos

En este apartado se valora el precio económico de los reactivos involucrados en este trabajo. Aunque no se ha consumido todo el producto adquirido, se ha decidido omitir este detalle y valorar el precio total. Los reactivos pertenecen a las marcas Sigma Aldrich (CMC, óxido de hierro (III) y el patrón de arsénico (v)), PanReac Applichem (Nitrato de sodio y cloruro de calcio dihidratado) y AstralPool (Arena) por tanto los precios se han adquirido de sus páginas webs.

Se puede observar que el presupuesto de los reactivos es aceptable, es decir su precio no es elevado dado a que tampoco se necesita una excesiva cantidad de compuestos como se observa en la tabla (27)).

Tabla 27. Costes asociados a los reactivos

Reactivo	Cantidad (g)	Precio total (€)
Óxido de hierro (III)	25 g	126
Carboximetilcelulosa de sodio	1000 g	138
Patrón de Arsénico (V)	1000 mg/L	90,91
Nitrato de sodio	50 g	35,70
Cloruro de calcio dihidratado	50 g	25,80
Arena	25 g	8,50
Precio total		429,91

9.2. Materiales

Los materiales implican un gasto importante en un proyecto, por lo tanto, se ha decidido separar en dos secciones, la primera centrada a aquellos materiales desechables, es decir que son de un solo uso y la segunda correspondiente a los materiales propios del laboratorio.

9.2.1. Materiales de un solo uso

Esta clase de materiales se pide a los correspondientes proveedores en grandes cantidades, sin embargo, en este proyecto no se ha utilizado toda la cantidad adquirida. Por lo tanto, para poder conocer el coste total, solo se tiene en cuenta el número de unidades empleadas y su precio de compra por unidad. Finalmente se obtiene la siguiente expresión:

$$\text{Coste total}_{\text{Material fungible}} = \text{Unidades}_{\text{Utilizadas}} (\text{ud}) \cdot \text{Precio}_{\text{unitario}} \left(\frac{\text{€}}{\text{ud}}\right) \quad (9.1)$$

A continuación, se muestra la tabla que indica el precio de cada material y el precio total:

Tabla 28. Costes asociados al material fungible.

Material fungible	Cantidad (ud)	Precio $\left(\frac{\text{€}}{\text{ud}}\right)$	Coste (€)
Mascarilla (FFP2)	100	0,8	80
Caja de guantes	100	0,1495	14,95
Puntas de pipetas	80	0,2	16
Tubos Falcon	15	0,2	3
Parafilm para preservar las disoluciones	1	25,30	25,30
Rollo de papel del laboratorio	1	3	3
Coste total			142,25

9.2.2. Material de laboratorio

Se considera materiales de laboratorio, aquellos que son utilizados más de una sola vez, es decir que tienen una vida útil superior comparada con los materiales mencionados anteriormente.

Cabe mencionar que, a su amplia utilización, a estos materiales hay que realizarles una limpieza eficiente. Para conocer cuál ha sido el coste total se ha utilizado la expresión (9.1). A continuación, se expone la tabla con todos los materiales utilizados:

Tabla 29. Costes asociados al material del laboratorio

Material del laboratorio	Cantidad (<i>ud</i>)	Precio ($\frac{€}{ud}$)	Coste (€)
Vaso de precipitado (100 ml)	4	2,76	11,04
Vaso de precipitado (250 ml)	7	3,36	23,52
Vaso de precipitado (1000 ml)	2	8,5	17
Matraz aforado (10 ml)	4	15,98	63,92
Matraz aforado (25 ml)	4	16,97	67,88
Matraz aforado (100 ml)	4	17,1	68,4
Matraz aforado (250 ml)	7	18,5	129,5
Matraz aforado (500 ml)	5	22,94	114,7
Matraz aforado (1000 ml)	4	48,65	194,6
Matraz aforado (2000 ml)	2	60,1	120,2
Espátula doble cuchara	4	5,09	20,36
Vareta de vidrio	2	2,5	5
Pipeta graduada (10 ml)	1	12,1	12,1
Micropipeta	1	75	75
Cubeta de cuarzo	9	12	108
Imán rotatorio	1	10,6	10,6
Coste total			1041,82

9.3. Aparatos empleados

En este apartado se expondrá los aparatos del laboratorio involucrados en este trabajo. Para el cálculo de su precio se ha utilizado la ecuación (9.1), en ella se ha implica la amortización, la cual se ha supuesto de 10 años, dado que se considera que es una vida útil promedio estimada para estos aparatados, así mismo el tiempo de duración de este proyecto se ha considerado de 6 meses (0,5 años). Los costes asociados se indican en la tabla 30.

Cada precio se ha obtenido de la página web de las marcas provenientes de cada aparato.

$$Coste\ total\ Amortizado = \sum \frac{Coste\ (\text{€})}{Vida\ útil\ (\text{años})} \cdot Duración\ del\ proyecto\ (\text{años}) \quad (9.2)$$

Tabla 30. Costes asociados a los aparatos empleados.

Equipo	Precio (€)	Amortización (€/año)	Coste (€)
Dispensor Ultra Turrax	1337	133,7	66,85
Soporte y plataforma correspondiente al dispensor Ultra Turrax	995	99,5	49,75
Balanza analítica	4718	471,8	235,9
Espectrofotómetro S-flame	3412	341,2	170,6
Cables de fibra óptica y fuente de luz	2450,94	245,094	122,547
Cuvette Holder Ocean Optics	175	17,5	8,75
Bomba peristáltica	2347	234,7	117,35
Baño de sonidos	426	42,6	21,3
Celda de flujo tipo Z	800	80	40
Desionizador de agua	11737	1173,7	586,85
Agitador magnético	354,88	35,488	17,744
Colector de fracciones	5311,15	531,115	265,55
Coste total amortizado			1703,191

9.4. Recursos humanos

Finalmente se estudia el coste referente a los recursos humanos implicados en la realización de este trabajo, como se aprecia en la tabla 31. Así mismo se ha realizado un diagrama de Gantt, para detallar las principales tareas elaborada a lo largo de este proyecto. En la tabla 31, se puede apreciar varias tareas, las cuales son realizadas por diferentes personas por lo tanto habrá distintos costes de acuerdo con la categoría laboral que desarrolle.

Tabla 31. Costes asociados a los recursos humanos que involucran este proyecto

Labor realizada	Horas	Categoría laboral	Precio (€/h)	Coste (€)
Investigación de la bibliografía	41	Becario	11	550
Trabajo de laboratorio	300	Analista	14	4200
Trabajo de redacción	300	Ingeniero Junior	19	5700
Supervisión	80	Ingeniero Junior	39	3120
Coste total				13570

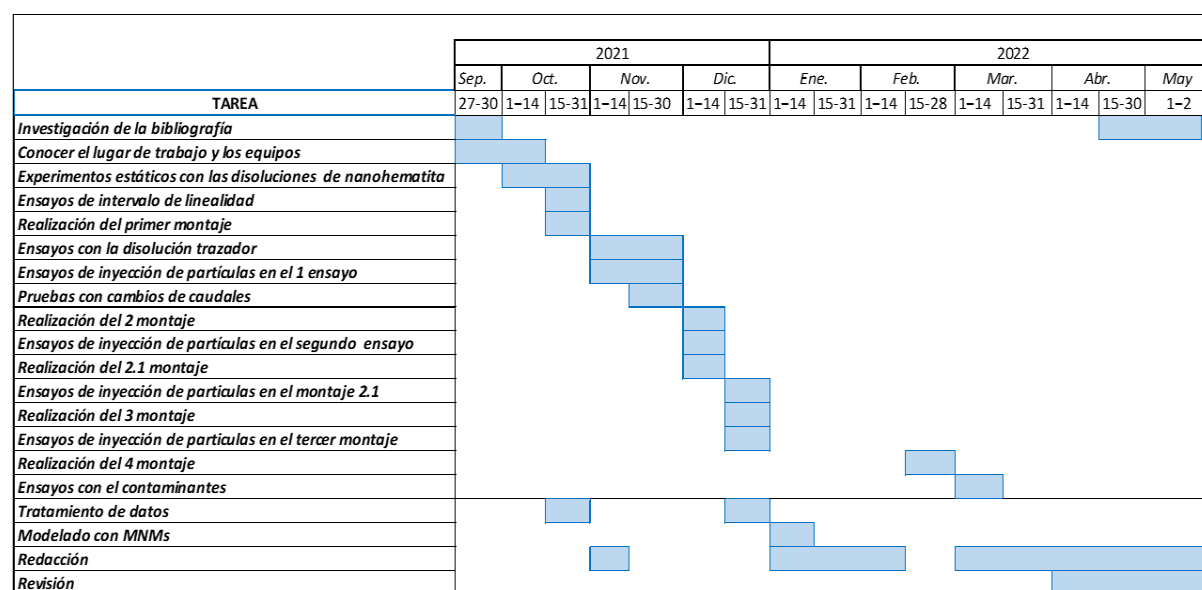


Figura 47. Diagrama de Gantt de este proyecto.

9.5. Estudio externalizado

Para obtener los resultados de las muestras ICP, ha sido necesario enviarlas a un laboratorio externo, por lo tanto, en la tabla 32, se aprecia el coste de este servicio teniendo en cuenta los precios ofrecidos por estos centros.

Tabla 32. Costes asociados a los estudios externos.

Servicio Externalizado	Tiempo invertido en el estudio (h)	Precio (€/h)	Coste total (€)
Análisis de las muestras ICP	3	120	360

9.6. Coste total del proyecto

Una vez se ha obtenido todos los costes de los diferentes ámbitos de este proyecto, se ha procedido a realizar un sumatorio de sus respectivos costes, con el fin de obtener un coste total de este trabajo. No obstante, hay que tener en cuenta que en este estudio no se ha tenido en cuenta los gastos indirectos (agua, luz, electricidad) por lo tanto al coste total del proyecto se ha decidido añadir un monto del 17% de tal manera que el coste sea lo más real posible. Por otra parte, también hay que tener en cuenta el impuesto sobre el valor añadido (IVA) que corresponde al 21% del coste total del proyecto, como se observa en la tabla 33.

Tabla 33. Valores proporcionados por la simulación de partículas de óxido de hierro (III) en el software MNMs

Ámbito del gasto	Coste total (€)
Reactivos	429,91
Material fungible	142,25
Material de laboratorio	1041,82
Aparatos del laboratorio	1703,191
Recursos humanos	13570
Servicio Externalizado	360
Total (sin IVA)	17247,171
Costes indirectos	2932,01

Impuesto sobre el valor añadido (IVA)	3621,89
Total	23801,071

Finalmente se ha obtenido un coste total final del proyecto de 23801,071 euros, se aprecia que los mayores gastos provienen de los costes indirectos, aparatos empleados y los recursos humanos, por el contrario los ámbitos de menor gasto pertenecen al material fungible, servicio externalizado y reactivos, para un mayor entendimiento de la distribución de los gastos se ha procedido a realizar un gráfico que nos indica el porcentaje correspondiente a cada coste como se aprecia en la siguiente figura:

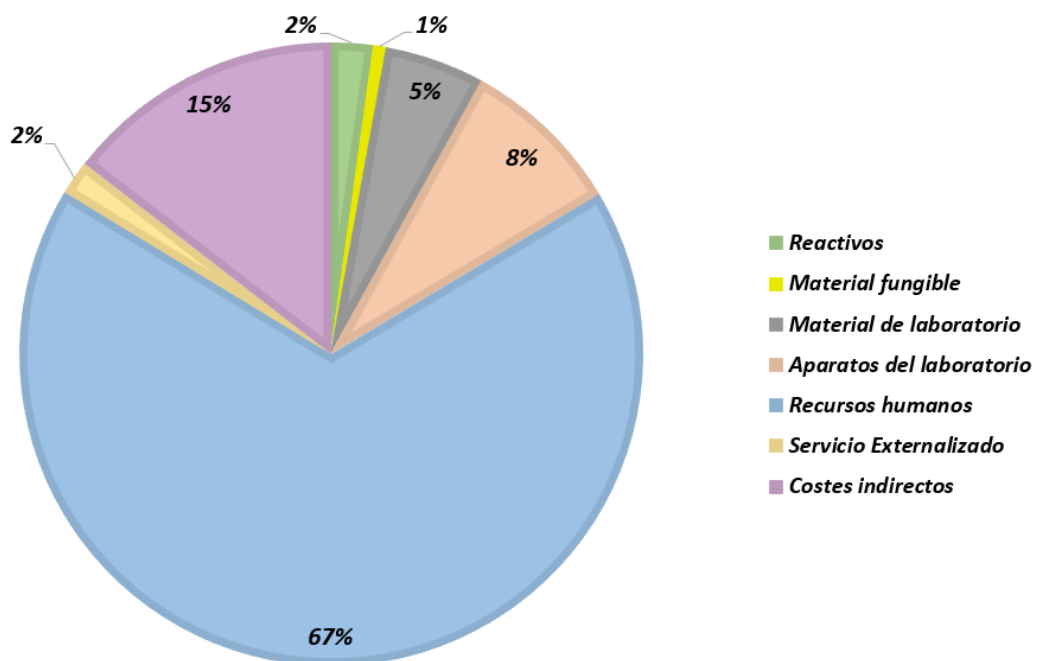


Figura 48. Gráfico circular de todos los gastos involucrados en este proyecto.

10. Bibliografía

Aruna ST, Mukasyan AS. “*Combustion synthesis and nanomaterials*”. Curr Opin Solid State Mater Sci. 2008;12(3–4):44–50.

Bradford, Scott, Jirka Simunek, Mehdi Bettahar, Martinus Van Genuchten, and Scott Yates. 2003. “*Modeling Colloid Attachment, Straining, and Exclusion in Saturated Porous Media.*” Environmental Science & Technology 37 (10): 2242–50.

Calvopiña P, Valdivieso C. “*Síntesis catalítica de nanopartículas de hematita y su aplicación en la remoción de cromo (V)*”. Revista politécnica del Ecuador, vol.32, N.º 1, páginas: 60-69, 2013.

Carlos Almau López, 2012. “*Metodología para la descontaminación de aguas procedentes de lavaderos de instalaciones mineras*”. Universidad politécnica de Cartagena 2012, Trabajo final de grado.

C. Arroyave, J.G Castaño. “*La funcionalidad de los óxidos de hierro*”. Revista de metalurgia, ISSN 0034-8570, Vol. 34, N.º 3, 1998, págs. 274-280.

Celeste. A. 2020. “*Estudio de la movilidad de micropartículas de adsorbentes en medios porosos*” Universidad Politécnica de Cataluña. Trabajo Final de Grado.

Chaturvedi S, Dave PN. “*Aplicação ambiental da fotocatalise*”. Vol. 734, Fórum de Ciência dos Materiais. 2013. 273–294 p.

Collado. A. 2021. “*Estudio de la estabilidad y movilidad de micropartículas para eliminación contaminantes en agua subterránea*”. Universidad Politécnica de Cataluña. Trabajo Final de Grado.

Dixit, R., Wasiullah Malaviya, D., Pandiyan, K., Singh, U.B., Sahu, A., Shukla, R., Singh, B.P., Rai, J.P., Sharma, P.K., Lade, H., Paul, D., 2015.” *Bioremediation of heavy metals from soil and aquatic environment: An overview of principles and criteria of fundamental processes*”. Sustain 7, 2189–2212.

Dr. Osvaldo Aduvire “*Drenaje acido de mina: generación y tratamiento*”. Instituto Geológico y Minero de España. Dirección de Recursos Minerales y Geoambiente.

Environment & Society Portal. “*Los residuos y la contaminación del agua*”. Consultado en diciembre 2021. Enlace web <https://www.environmentandsociety.org/exhibitions/agua-en-la-bogota/los-residuos-y-la-contaminacion-del-agua>.

F. Lu, D. Astruc, “*Nanomaterials for removal of toxic elements from water*”, Coord. Chem. Rev. 356 (2018) 147–164.

Fuente, Figura1.Enlace: https://insuma.es/suelos-contaminados/descontaminacion-de-suelos/infiltracion-reductora/figure_1_zhang/.

García-Rojas, Norma; Villanueva-Díaz, Paola; Campos-Medina, Eduardo; Velázquez-Rodríguez, Alma. "Análisis de la adsorción como método de pulimento en el tratamiento de aguas residuales" Quivera, vol. 14, núm. 1, enero-junio, 2012, pp. 109-129. Universidad Autónoma del Estado de México, Toluca, México.

Haider, R.A. Anbari, G.R. Kadhim, Z.N. Jameel, "Synthesis and photocatalytic activity for TiO₂ nanoparticles as air purification", MATEC Web Conf. 162 (2018) 05006, <https://doi.org/10.1051/mateconf/20181620>.

Lovell, J. F.; Jin, C. S.; Huynh, E.; Jin, H.; Kim, C.; Rubinstein, J. L.; Chan, W. C.; Cao, W.; Wang, L. V.; Zheng, G. Porphyrin Nanovesicles Generated by Porphyrin Bilayers for Use as Multimodal Biophotonic Contrast Agents. Nat. Mater. 2011, 10, 324–332.

Millán C. E. (2008). "Remoción de cadmio (II) y plomo (II) en soluciones acuosas usando *Citrus limonum* sp. Como biosorbente". Tesis de Maestría en Ciencias Ambientales. Universidad autónoma del estado de México.

Mohan, D. y Pittman Jr., CU. 2007 "Eliminación de arsénico del agua/aguas residuales mediante adsorbentes: una revisión crítica". Revista de Materiales Peligrosos, 142, 1-53.

O. Agboola, P. Popoola, R. Sadiku, S.E. Sanni, S.O. Fayomi, S.O. Fatoba, "Nanotechnology in wastewater and the capacity of nanotechnology for sustainability", in: Environ. Nanotechnol., vol. 3, Springer Nature, e Switzerland, 2020, pp. 1–46, <https://doi.org/10.1007/978-3-030-26668-4>.

Sag, Y., Acikel, ü., Aksu, Z. and Kutsal, T. (1998). "A Comparative Study for the Simultaneous Biosorption of Cr (VI) and Fe (III) C. Vulgaris and R. Arrhizus Aplicación of the Competitive Adsorption Models". Process Biochemistry, 33, 273-28

Santiago Pablo Baggini, 2021. "Gestión integral del agua en el mundo (El recurso más preciado) ". Libro

Shimomura M, Sawadaishi T. "Bottom-up strategy of materials fabrication: a new trend in nanotechnology of soft materials". Curr Opin Colloid In 2001;6(1):11–6.

Tosco. T. 2009. "MNM1D: A Numerical Code for Colloid Transport in Porous Media: Implementation and Validation." American Journal of Environmental Sciences 5 (4): 517–25.

Tosco. T, Bianco. C, Sethi. R. 2018. "Colloid Transport in Porous Media: Interaction Mechanisms and Governing Equations." In MNMs: A Modelling Tool for Nanoparticle Transport in Porous Media. Torino: Politécnico di Torino.

Treybal, R. (1986). "Operaciones de transferencia de masa". México: McGraw-Hill pp 625-645.

11. Anexos

11.1. A1. Caracterización de los sólidos

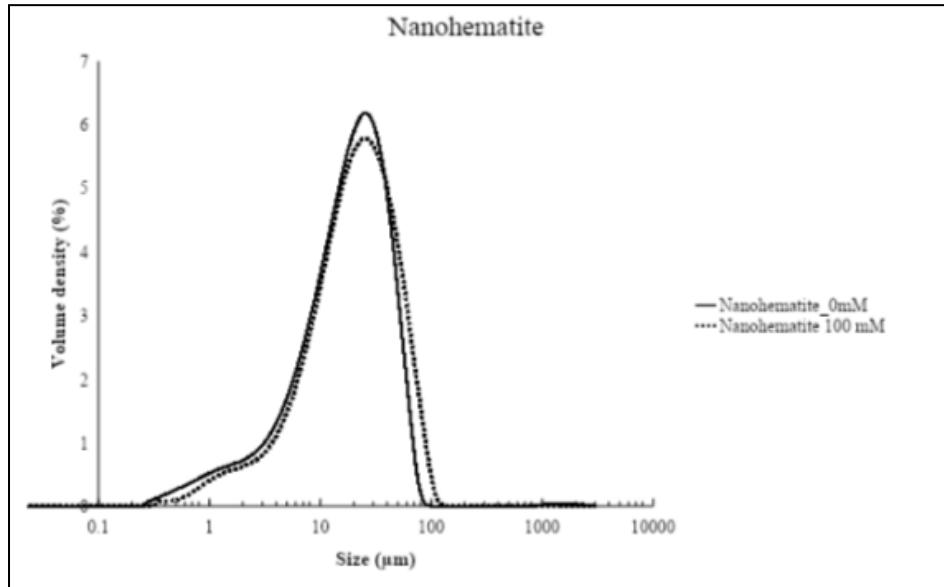


Figura A1.1 Datos granulométricos de la hematita

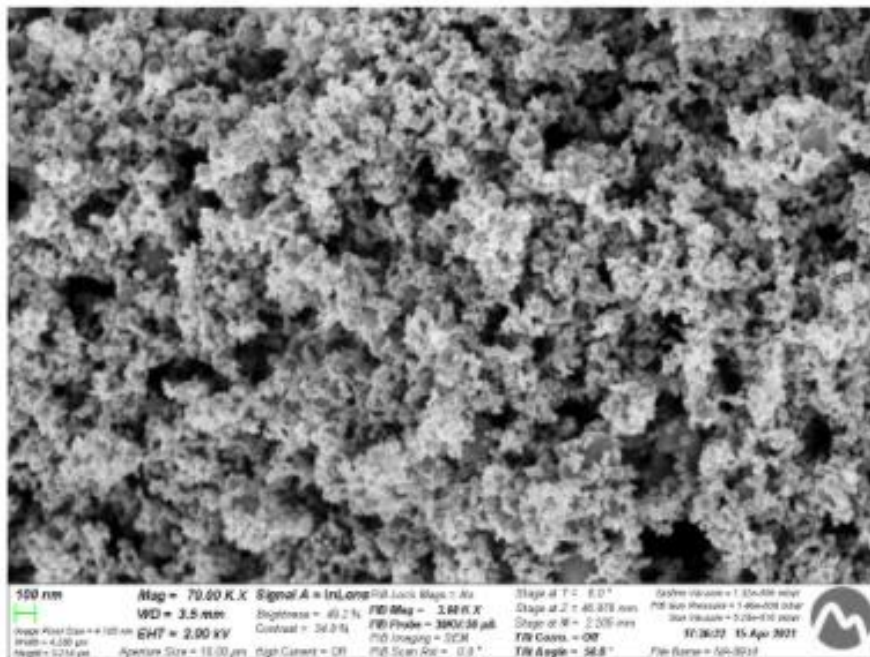


Figura A1.2 Micrografía electrónica de la hematita.

Tabla A1.1 Valores granulométricos de las micropartículas.

Reactivo	Concentración KNO ₃	d ₁₀ (μm)	d ₅₀ (μm)	d ₉₀ (μm)
Nanohematita	0 mM	3.66 ± 0.08	19.31 ± 0.44	47.20 ± 3.14
	100 mM	4.84 ± 0.04	21.80 ± 0.20	57.90 ± 1.52

11.2. A2. Caracterización de la bomba peristáltica

Para realizar la calibración de la bomba peristáltica es necesario realizar la creación de una recta de calibrado (tabla A2.1), la cual estará formada por el % de la potencia de la bomba (eje abscisas) y el caudal experimental (eje de ordenadas), para ello se ha realizado el proceso detallado en el apartado 6.5, obteniendo los datos que se exponen en la tabla siguiente:

Tabla A2.1 Datos necesarios para la calibración de la bomba peristáltica

Potencia de la bomba (%)	Masa de la probeta (g)	Masa de la probeta + CMC (g)	CMC (g)	CMC (ml)	Q (ml/min)
10	54,61	58,82	4,21	4,23	0,84
20	54,35	62,39	8,04	8,08	1,61
30	54,62	63,94	9,32	9,37	1,87
40	54,68	65,95	11,27	11,33	2,26
50	54,66	68,15	13,49	13,56	2,71
60	54,67	70,69	16,02	16,11	3,22
70	54,69	72,9	18,21	18,31	3,66
80	54,65	75,38	20,73	20,85	4,16
90	54,67	78,35	23,68	23,81	4,76
99	54,67	81,68	27,01	27,16	5,43

Cabe destacar que para transformar la cantidad de CMC de gramos a ml se ha realizado un paso previo, en el cual se han escogido tres matraces aforados de 25 ml, los cuales se pesaron vacíos, después se les introducía CMC y mediante una diferencia de masa se obtiene el peso de CMC (g),

de esta forma se obtenía el valor de la densidad promedio (g/ml), a continuación, se expone la tabla con todos los datos involucrados:

Tabla A2.2 Calculo de la densidad promedio para la calibración de la bomba peristáltica

Ensayo	Masa del matraz (g)	Masa del matraz + CMC (g)	CMC (g)	ρ (g/ml)
1	25,38	50,19	24,81	0,992
2	27,12	52	24,88	0,995
3	25,43	50,31	24,88	0,995
$\rho_{PROMEDIO}$ (g/ml)				0,994

Una vez se obtenida la densidad promedio del CMC y sabiendo que esta es igual a la masa entre el volumen, se puede obtener el volumen de CMC de la tabla x.

Finalmente se obtiene mediante los datos proporcionados por la tabla X, se obtiene la siguiente figura:

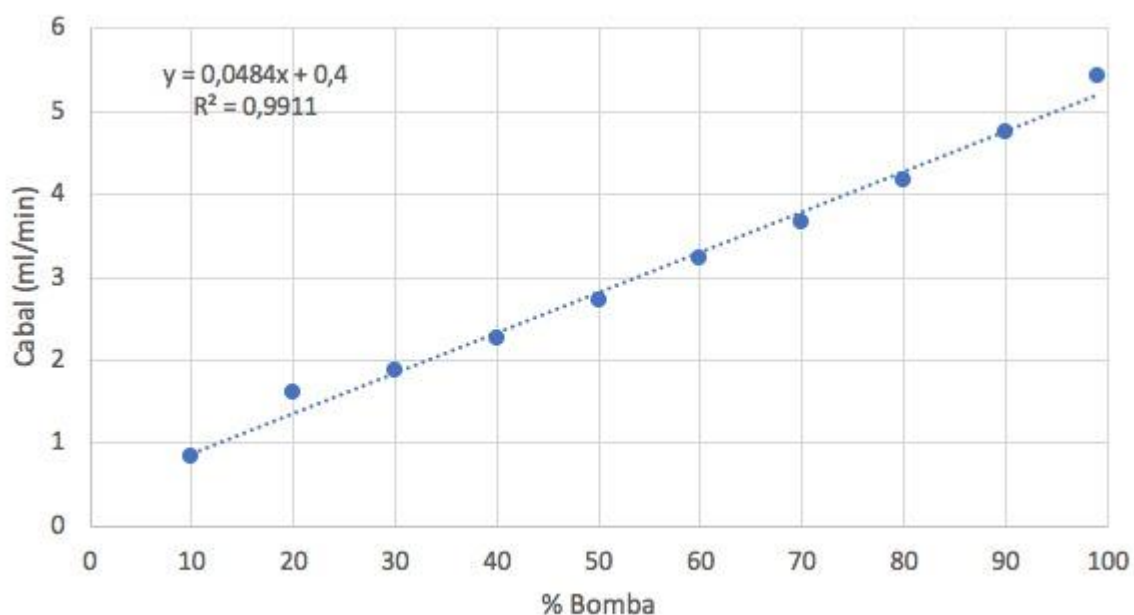


Figura A2.1 Recta de calibrado obtenida de la tabla A2.1

11.3. A3. Obtención del parámetro t_{50} .

A continuación, se observa cómo se ha obtenido el parámetro t_{50} .

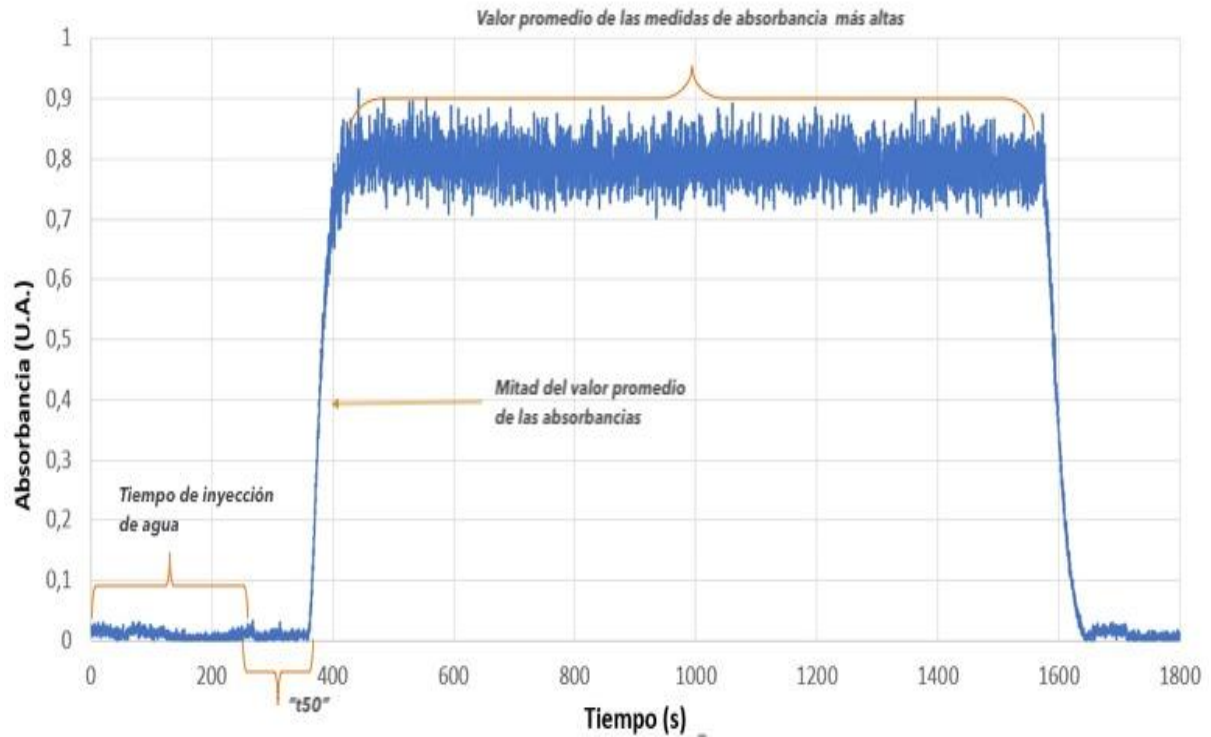


Figura A3.1 Obtención del parámetro t_{50}