

**ESTUDIO DE DIFERENTES MÉTODOS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES
EN LA ETAPA DE CLARIFICACIÓN DE ACEITE DE PALMA EN LA PLANTA
EXTRACTORA ACEITES S.A.**

LUIS ENRIQUE DUARTE RUEDA



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUIMICA
BUCARAMANGA
2010**

**ESTUDIO DE DIFERENTES MÉTODOS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES
EN LA ETAPA DE CLARIFICACIÓN DE ACEITE DE PALMA EN LA PLANTA
EXTRACTORA ACEITES S.A.**

Autor:

LUIS ENRIQUE DUARTE RUEDA

Trabajo de grado presentado para optar por el título de Químico

Directora:

Marianny Yajaira Combariza Montañez, Química, Ph. D.

Co-directores:

Diego Ignacio Nieto Angarita, Ingeniero Agroindustrial

Auxiliar Investigación Cenipalma

Edgar Yáñez Angarita, Ingeniero Químico, M.Sc.

Líder Plantas de Beneficio Cenipalma

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA DE QUIMICA

BUCARAMANGA

2010

Dedicado especialmente:

A Dios todopoderoso, que me dio el mejor regalo que cualquiera pueda esperar en la vida "La Familia".

A mis queridos padres; Teresa y Luis Jesús, que con sus enseñanzas y sacrificios hicieron posible este logro. Siempre creyeron en mí, y estuvieron en todo momento apoyándome y dándome fuerzas para sobrepasar las adversidades.

A mis hermanos Bryan y Jhon, que con su buen humor y compañía alegran mi vida en todo momento.

A mi padrino Jaime que siempre me ha tratado como un hijo más.

Gracias por su apoyo y amor incondicional.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco:

A mi abuela Jovita, porque siempre con su amor y entrega a su familia, siempre nos mantuvo unidos.

A mi tío Edgar “El Mono”, por su apoyo incondicional en las situaciones difíciles.

A mis Tías por su amor, comprensión y ternura.

A todos los demás integrantes de mi familia que de una u otra forma siempre me apoyaron y me dieron fuerzas para salir adelante.

A los profesores de la universidad que compartieron sus conocimientos desinteresadamente.

A la Dra. Yajaira que siempre creyó en mí y compartió sus valiosos conocimientos.

A Cenipalma y Aceites S.A. por la financiación de este proyecto y por brindarme la oportunidad de vivir una experiencia laboral.

TABLA DE CONTENIDO

| | pág. |
|---|-------------|
| INTRODUCCION | 1 |
| 1. ESTADO DEL ARTE | 3 |
| 1.1. EXTRACCIÓN DE ACEITE CRUDO DE PALMA..... | 3 |
| 1.1.1. Clarificación | 4 |
| 1.2 TÉCNICAS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES | 7 |
| 1.2.1. Coagulación Química por sales | 7 |
| 1.2.2. Coagulación por polímeros | 8 |
| 1.2.3. Coagulación por biopolímeros (Quitosan)..... | 10 |
| 1.2.4. Electrocoagulación | 11 |
| 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL | 13 |
| 2.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS MEZCLAS DE ESTUDIO | 13 |
| 2.1.1. Análisis rápidos | 13 |
| 2.1.2. Pérdidas de aceite en efluentes líquidos | 13 |
| 2.1.3. Demanda Química de Oxígeno | 14 |
| 2.1.4. Sólidos totales | 14 |
| 2.1.5. Pruebas de sedimentación | 15 |
| 2.2. MEDICIÓN DE FLUJOS DE LAS MEZCLAS DE ESTUDIO..... | 16 |
| 2.3. TÉCNICAS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES | 19 |
| 2.3.1. Tratamiento de aguas residuales de proceso..... | 20 |
| 2.3.1.1. Coagulación química por sales | 20 |
| 2.3.1.2. Coagulación con polímeros..... | 21 |
| 2.3.1.3. Electrocoagulación..... | 23 |
| 2.3.2. Eficiencia de separación de aceite | 24 |
| 2.3.2.1. Pruebas de coagulación con polímeros en recuperados de centrifuga | 25 |

| | |
|--|-----------|
| 2.3.2.2. Pruebas de coagulación con polímeros en licor de prensa diluido..... | 25 |
| 2.3.2.3. Electrocoagulación..... | 26 |
| 3. RESULTADOS Y DISCUSION | 28 |
| 3.1. CARACTERIZACIÓN DE LAS MEZCLAS DE ESTUDIO | 28 |
| 3.2. EVALUACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES | 30 |
| 3.2.1. Coagulación química por sales inorgánicas | 32 |
| 3.2.2. Coagulación por polímeros..... | 36 |
| 3.2.2.1. Coagulación por polímeros para efluentes..... | 37 |
| 3.2.2.2. Coagulación por polímeros para separación de aceite en licor de prensa diluido y recuperados de centrifuga..... | 43 |
| 3.2.3. Electrocoagulación | 47 |
| 3.2.3.1. Purificación de efluentes por electrocoagulación | 50 |
| 3.2.3.2. Separación de aceite en LPD y RC por electrocoagulación | 56 |
| 3.2.4. Tratamiento de efluentes por coagulación con Biopolimeros (Quitosa) | 57 |
| 3.3. ANÁLISIS ECONÓMICO DE LAS TÉCNICAS | 58 |
| 4. CONCLUSIONES | 63 |
| 5. RECOMENDACIONES..... | 64 |
| 6. BIBLIOGRAFÍA | 65 |
| ANEXOS..... | 68 |

INDICE DE FIGURAS

| | pág. |
|---|------|
| Figura 1. Diagrama general del proceso de extracción de aceite crudo de palma | 3 |
| Figura 2. Estructura Química de los polímeros coagulantes | 9 |
| Figura 3. Formación de Quitosano a partir de la Quitina..... | 10 |
| Figura 4. Esquema de electrocoagulación | 12 |
| Figura 5. Tratamientos para efluentes con sales coagulantes | 21 |
| Figura 6. Tratamientos para los efluentes con polímeros | 22 |
| Figura 7. Montaje de Electrocoagulación | 23 |
| Figura 8. Tratamientos de EC para los efluentes | 24 |
| Figura 9. Tratamientos para RC con polímeros | 25 |
| Figura 10. Tratamientos para LPD con polímeros..... | 26 |
| Figura 11. Montaje de EC para LPD y RC | 26 |
| Figura 12. Tratamientos de electrocoagulación para efluentes..... | 27 |
| Figura 13. Efecto de las sales en la coloración de la muestra | 34 |
| Figura 14. Coagulación de condensados con sulfato de aluminio y cloruro de calcio | 35 |
| Figura 15. Coagulación de efluente de tricánter con sulfato de aluminio y cloruro de calcio | 35 |
| Figura 16. Polímeros coagulantes-floculantes | 36 |
| Figura 17. Formación de floculos por adición de polímeros | 39 |
| Figura 18. Muestra de condensados después de la coagulación..... | 40 |
| Figura 19. Tratamientos condensados de esterilización con polímeros..... | 40 |
| Figura 20. Tratamiento efluente Tricánter con polímeros..... | 41 |
| Figura 21. Separación por filtración de la materia coloidal en los efluentes..... | 43 |
| Figura 22. Montaje de sedimentación y fenómeno de separación del aceite | 44 |
| Figura 23. Curvas de eficiencia para el LPD | 45 |
| Figura 24. Curvas de eficiencia para RC | 47 |

| | |
|---|----|
| Figura 25. Forma y dimensiones del electrodo | 48 |
| Figura 26. Electrodo de Hierro y Aluminio para electrocoagulación | 51 |
| Figura 27. Montaje de electrodos para electrocoagulación | 51 |
| Figura 28. Procedimiento de electrocoagulación para efluentes..... | 52 |
| Figura 29. Mantenimiento de electrodos | 53 |
| Figura 30. Mezclas de efluentes después de la electrocoagulación | 53 |
| Figura 31. Remoción de sólidos de totales vs densidad de corriente para condensados de esterilización | 54 |
| Figura 32. Remoción de sólidos de totales vs densidad de corriente para la fase líquida de Tricánter | 55 |
| Figura 33. Mezcla de LPD después de la electrocoagulación..... | 56 |
| Figura 34. Quitosano de bajo peso molecular (75-85% deacetilación) | 57 |

INDICE DE TABLAS

| | pág. |
|--|------|
| Tabla 1. Ubicación de los diferentes flujos | 17 |
| Tabla 2. Cubicación de los tanques y vertederos | 17 |
| Tabla 3. Dimensiones internas de los tanques | 18 |
| Tabla 4. Flujos a estudiar y técnicas a evaluar | 19 |
| Tabla 5. Composición condensados de esterilización | 28 |
| Tabla 6. Composición fase líquida del tricánter | 29 |
| Tabla 7. Composición del licor de prensa diluido | 29 |
| Tabla 8. Composición volumétrica de los recuperados de centrifugas | 30 |
| Tabla 9. Sales inorgánicas coagulantes | 32 |
| Tabla 10. Resultados de coagulación para la fase líquida del tricánter | 33 |
| Tabla 11. Resultados de coagulación para los condensados de esterilización | 33 |
| Tabla 12. Tipos de polímeros y sus características principales..... | 37 |
| Tabla 13. Pruebas preliminares en condensados | 38 |
| Tabla 14. Pruebas preliminares para la fase líquida del tricánter | 38 |
| Tabla 15. Parámetros iniciales efluentes..... | 42 |
| Tabla 16. Eficiencias de separación para el LPD a 3, 5, 8, 10 y 40 min..... | 46 |
| Tabla 17. Eficiencias de separación para RC a 3, 5, 8, 10 y 40 min | 46 |
| Tabla 18. Dimensiones de los electrodos de EC | 49 |
| Tabla 19. Dimensiones efectivas de los electrodos de EC | 50 |
| Tabla 20. Dimensiones efectivas del sistema para cuatro electrodos | 50 |
| Tabla 21. Costos de materiales para las técnicas | 58 |
| Tabla 22. Costos para el tratamiento de efluentes por coagulación con sales y polímeros | 59 |
| Tabla 23. Costos para el tratamiento de efluentes por electrocoagulación | 60 |
| Tabla 24. Variables para el cálculo de costos en efluentes por EC | 61 |
| Tabla 25. Costos para la separación de aceite en LPD y RC por polímeros..... | 61 |

LISTA DE ANEXOS

| | pág. |
|---|-------------|
| Anexo 1. CARACTERIZACIÓN DE LOS EFLUENTES..... | 68 |
| Anexo 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL..... | 73 |

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS Y ACRONIMOS

- **Ton:** Tonelada
- **RFF:** Racimo de fruto fresco
- **POME:** Palm oil mil effluent
- **T:** Tricánter
- **Cl:** Clarificadores
- **Ce:** Centrifugas
- **S:** Secadores
- **Pre:** Preclarificadores
- **L.L:** Lodos livianos
- **L.P:** Lodos Pesados
- **LPSD:** Licor de prensa sin diluir
- **LPD:** Licor de prensa diluido
- **RC:** Recuperados de centrifuga
- **SSNA:** Sólidos Secos no Aceitosos
- **Ac:** Aceite
- **Sol:** Solución
- **EC:** Electrocoagulación
- **CS:** Coagulación por sales
- **CP:** Coagulación por Biopolímeros
- **CB:** Coagulación por polímeros
- **ac:** Acuoso
- **ST:** Sólidos totales
- **RST:** Remoción de sólidos totales
- **DQO:** Demanda química de oxígeno
- **SDT:** Sólidos disueltos totales
- **Conc:** Concentración

RESUMEN

TITULO: ESTUDIO DE DIFERENTES MÉTODOS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES EN LA ETAPA DE CLARIFICACIÓN DE ACEITE DE PALMA EN LA PLANTA EXTRACTORA ACEITES S.A.*

AUTOR: DUARTE RUEDA, Luis Enrique**

PALABRAS CLAVES: Emulsión, clarificación, aceite de palma, polímeros, coagulación, electrocoagulación.

CONTENIDO:

La etapa de clarificación es la más importante en el proceso de extracción de aceite de palma pues es donde se recupera la mayor cantidad de aceite. El entendimiento de los fenómenos físicos y químicos que regulan la separación de aceite de los demás componentes que acompañan la mezcla de prensado, denominado licor de prensas, son por consiguiente de vital importancia.

En este trabajo se investigaron algunas técnicas, alternativas a la tradicional sedimentación y centrifugación, que pueden ofrecer mejoras y soluciones al proceso de separación de aceite de palma. La optimización del proceso de separación del aceite de palma es importante, no solo por el impacto económico, sino también por sus consecuencias ambientales. La disminución de la carga orgánica en los efluentes de los procesos de beneficio de la palma, como consecuencia del mejoramiento en la recuperación del aceite, disminuye el impacto de los vertimientos del proceso sobre los cuerpos de agua en términos de DQO (Demanda Química de Oxígeno) y ST (Sólidos totales).

Se evaluaron los siguientes métodos: coagulación por sales, coagulación por polímeros, coagulación por biopolímeros y electrocoagulación. Estas técnicas han sido evaluadas con anterioridad en diferentes industrias, inclusive la industria palmera. Colombia como el principal productor de aceite de palma de Latinoamérica está enfrentando las diferentes problemáticas que se presentan en la etapa de extracción, por medio de entidades especializadas en el tema como lo es CENIPALMA. La Universidad Industrial de Santander en convenio con este tipo de entidades ha desarrollado estudios que han servido de solución a diversas problemáticas que enfrenta la industria palmera.

* Proyecto de Grado

** Facultad de Ciencias. Escuela Química. Marianny Yajaira Combariza Montañez, *Ph. D.*
Diego Ignacio Nieto Angarita, Ing. Agroindustrial; Edgar Yáñez Angarita, *M.Sc.*

ABSTRAC

TITLE: ESTUDY OF DIFERENTS METHODS OF BREAKING OF EMULSIONS IN THE STAGE OF CLARIFICATION OF PALM OIL IN THE FACTORY EXTRACTION OILS S.A.*

AUTHOR: DUARTE RUEDA, Luis Enrique**.

KEYWORDS: Emulsion, palm oil, polymers, coagulation, electrocoagulation.

CONTENT:

The clarification stage is the most important in the extraction process of palm oil because it is where he is recovering as much oil. Understanding the physical and chemical phenomena governing the separation of oil from other components that accompany the pressing mixture called press liquor, is therefore vital.

This paper investigated some techniques, alternatives to the traditional sedimentation and centrifugation, which may offer improvements and solutions to the separation process of palm oil. The optimization of the separation process of palm oil is important not only for the economic impact but also for its environmental consequences. The decrease in organic load in the effluent from processes for the benefit of the palm, as a result of improved oil recovery, reduces the impact of dumps of the process on water bodies in terms of COD (Chemical Oxygen Demand) and TS (total solids).

We evaluated the following methods: Coagulation salts, coagulation polymers, biopolymers Coagulation and electrocoagulation. These techniques have previously been evaluated in different industries, including palm industry. Colombia as the largest producer of palm oil in Latin America is facing various problems that arise in the extraction stage, through agencies specializing in the subject as it is CENIPALMA. Industrial University of Santander in agreement with such entities has developed studies that have provided solutions to various problems facing the palm industry.

* Undergraduate thesis

** Faculty of Sciences. School of Chemistry. Marianny Yajaira Combariza Montañez, *Ph. D.*
Diego Ignacio Nieto Angarita, Eng. Agroindustrial; Edgar Yáñez Angarita, *M.Sc.*

INTRODUCCIÓN

El arrastre de aceite en efluentes representa aproximadamente el 32 % de las pérdidas totales de producto en el proceso de extracción de aceite de palma en las plantas de beneficio de la zona norte de Colombia. Para el 2005, se reportó una pérdida total de 0.63 %aceite/TonRFF (Tonelada de Racimo de Fruto Fresco). Considerando que en ese año se procesaron 946.180 Ton RFF la pérdida ascendió a 5961 Ton de aceite que equivale a 6500' millones de pesos. A nivel nacional la pérdida corresponde aproximadamente 3.4 veces este valor.¹

La etapa de clarificación en el proceso de beneficio del fruto de palma, es determinante para la recuperación del aceite y por ende influye directamente en las pérdidas en efluentes. Básicamente el sistema de recuperación de aceite en clarificación se basa en la aplicación de principios de sedimentación estática y dinámica. Cenipalma, en convenio con la Universidad Industrial de Santander, ha enfrentado este problema desarrollando diversos estudios enfocados a la parte operativa y de variables de proceso, de igual forma ha desarrollado estudios en alternativas tecnológicas de clarificación como es el caso de microondas y campos magnéticos.^{2,3}

Los principales focos de pérdida en el proceso de extracción de aceite se manifiestan en mayor proporción en las etapas de desfrutamiento, esterilización y en la clarificación. En el proceso de clarificación se utilizan equipos para la separación estática y dinámica. Esta etapa, en donde se recupera el aceite que ha sido extraído en el prensado de los frutos, es de suma importancia en el proceso ya que una operación ineficiente da como resultado pérdidas económicas. En el año 2008 se presentó un promedio de 0,60 % en pérdidas de aceite en clarificación por tonelada de racimo procesada, que dentro de las pérdidas globales representa el 33,77% para la Zona Norte del País.

El objetivo de este proyecto es evaluar las técnicas de coagulación por sales, coagulación por polímeros, electrocoagulación y coagulación por biopolímeros (Quitosa) a escala de laboratorio en mezclas de clarificación (Licor de prensa, Recuperados de centrifuga y efluentes). Estas técnicas se examinaron como posibles alternativas para aumentar el rendimiento de recuperación de aceite en el proceso de clarificación, disminuir las pérdidas y mitigar el impacto ambiental por la disminución de carga orgánica arrojada a los efluentes naturales.

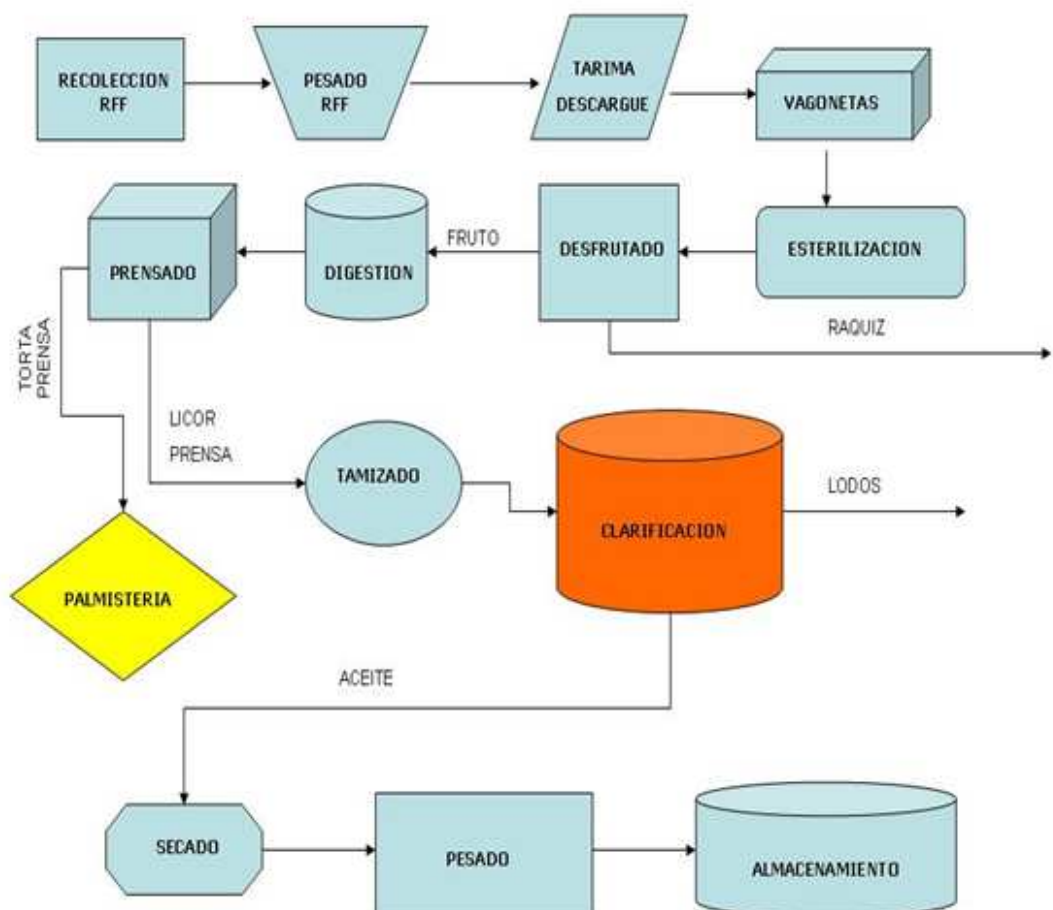
La investigación se desarrollo en su totalidad en el Centro de Investigaciones de Palma de Aceite (Cenipalma).

1. ESTADO DEL ARTE

1.1 EXTRACCIÓN DE ACEITE CRUDO DE PALMA

La planta extractora ACEITES S.A. se dedica principalmente a la extracción de aceite crudo de palma, aceite crudo de palmiste, aceite blanqueado de palmiste y torta de palmiste (ver **Figura 1**). La extracción de aceite crudo de palma es el producto que se obtiene en mayores proporciones en comparación con los mencionados anteriormente.

Figura 1. Diagrama general del proceso de extracción de aceite crudo de palma.



1.1.1 Clarificación

En esta fase del proceso de extracción se producen grandes cantidades de efluentes. En el proceso de separación se usa agua para diluir la mezcla del licor de prensa, que es muy viscosa.

➤ *Vertedero Licor Prensa*

El licor proveniente de las prensas cae a un vertedero cuyo diseño permite recibir el licor en una sección del vertedero y luego dejarlo pasar por medio de una rendija diseñada para controlar el nivel de acuerdo con número de prensas que están trabajando. La altura del flujo que pasa por la rendija se mide constantemente por un sensor de sonido que controla el nivel de dilución (1,4:1 aceite: agua) que se maneja en la siguiente sección del vertedero. La señal enviada por el sensor es transmitida a un regulador de flujo que controla la cantidad de agua que se debe adicionar. Simultáneamente el nivel del licor de prensa diluido en el vertedero es controlado por un flotador de nivel que controla el llenado y vaciado del vertedero. Finalmente el vertedero tiene dos salidas del LPD que lo llevan a los tamices circulares.

➤ *Tamices Circulares*

El vertedero tiene dos salidas que conectan a dos bombas, que llevan independiente el LPD (licor de Prensa Diluido) a los tamices. La función de los tamices es realizar por vibración la separación del material sólido (Jamiche) del material líquido. Los lodos tamizados son enviados a los Preclarificadores respectivamente. El Jamiche es enviado nuevamente a los digestores. La composición de estos lodos es: aceite, lodos livianos, agua y lodos pesados.

➤ *Tanques Preclarificadores*

Los lodos tamizados son recibidos en los tanques Preclarificadores de forma independiente.

La entrada del LPD de los tamices a los clarificadores consta de dos tuberías llamadas flautas, la función de estas es distribuir el flujo de forma que sea homogéneo y laminar. El flujo es acumulado en una canaleta que luego por rebose permite dejar caer el flujo en forma constante y llenar el tanque. La mezcla es sometida a calentamiento suave por medio de serpentines de vapor, que elevan la temperatura facilitando la separación de aceite.

El aceite es recuperado por unos conos, los cuales son de altura graduable de acuerdo a la altura de la capa de aceite que se va formando. Los lodos pesados que se van formando en el fondo del tanque van pasando al final del tanque que es separado por una lámina diseñada para tal fin. Estos lodos aceitosos caen a un sector del tanque que tiene un medidor de nivel y permite evacuarlos constantemente al clarificador 1. La capa formada por lodos livianos, aceite y agua van ya sea directamente al Tricánter o a las centrifugas. El aceite recuperado del Tricánter cae a la chaza de aceite de los Preclarificadores.

➤ *Tricánter*

El Tricánter es un tipo de centrifuga de sedimentación dinámica que trabaja con parte de los lodos de los Preclarificadores. El nombre de Tricánter proviene de la separación de tres fases que realiza (Lodos Secos + Lodos Húmedos + Aceite). Los lodos secos son pasados a una banda que los lleva a una góndola para posteriormente utilizarlos como compost. Los lodos húmedos son recibidos en un vertedero que posteriormente los deja caer en las alcantarillas que llevan a las lagunas. El aceite recuperado es llevado nuevamente al vertedero de aceite de los Preclarificadores.

➤ *Tanques Clarificadores*

El objetivo de los tanques de clarificación es la de separar aceite de la mezcla de los lodos por medio de la sedimentación estática. Los tiempos de retención en estos tanques son largos en comparación con la de los Preclarificadores. Estos tanques tienen un sistema de agitación de 1-2 rpm y están a una temperatura de 90 °C, condiciones que son las óptimas para la disminución de viscosidad y así facilitar la separación de fases por sus diferencias en las densidades.

El clarificador 1 recibe los lodos del Pre-1 y el Pre-2 simultáneamente y separa esta mezcla en cuatro fases (Aceite + L.L. + Agua + L.P.), el aceite flotante es recolectado por una abertura (oído) situado en la parte superior del tanque y lo lleva directamente al secador 1. Los lodos sedimentados son pasados por un tamiz y luego pueden ser pasados por las centrifugas o al Tricánter donde se recupera un porcentaje de aceite. Este sistema fue adecuado por eficiencia y por la tener la opción de tener alguna falla en los separadores dinámicos se pueden suplantar.

El clarificador 2 recibe los recuperados de las centrifugas, este flujo tiene un alto contenido de aceite. El flujo de entrada a este tanque depende del número de centrifugas que estén trabajando.

El clarificador 3 es usado actualmente como tanque auxiliar y en algunos casos se usa para recibir recuperado de aceite de los Tanques Florentinos.

➤ *Centrifugas*

Las centrifugas reciben los lodos tamizados provenientes de los clarificadores para recuperar algo de aceite, los lodos que salen de las centrifugas van a los Florentinos. La mezcla aceitosa o recuperados de las 4 centrifugas se dirigen hacia el clarificador 2.

1.2 TÉCNICAS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES

En el proceso de clarificación del aceite de palma se forman emulsiones estabilizadas por la presencia de agentes tensoactivos que se encuentran naturalmente en el fruto de la palma. Actualmente se han desarrollado estrategias que permiten mejorar la eficiencia de separación de este tipo de emulsiones. Diversos autores han propuesto técnicas novedosas para tratar de resolver este problema.⁴

La demulsificación se define como el procedimiento o técnica que intenta romper una emulsión que se encuentra estabilizada por alguna sustancia. Existen diversas técnicas que se usan para romper emulsiones, tales como los procesos de membrana (microfiltración y ultrafiltración)^{5,6}, desestabilización química (coagulación convencional)⁷, y en menor grado la destilación, que no se usa debido a sus altos costos de operación. Los tratamientos químicos son utilizados principalmente para el tratamiento de las aguas de desecho. El tratamiento químico de una emulsión está usualmente dirigido hacia la desestabilización de gotas de aceite o la destrucción de agentes demulsificantes presentes en una primera fase, seguida de una remoción del aceite separado.

A continuación se describe las el fundamento técnico que rige el mecanismo de cada una de las diferentes técnicas estudiadas.

1.2.1 Coagulación Química por sales

El modelo químico de la coagulación considera que la carga primaria de las partículas coloidales se debe a la ionización directa de los grupos químicos presentes en la superficie de ellas, tales como hidroxilos, carboxilos, fosfatos, o sulfatos; y, que la precipitación de los coloides se realiza por reacción de estos grupos con los cationes metálicos polivalentes agregados con los coagulantes.

➤ *Fases de la coagulación*

1ra. Fase - Hidrólisis de los coagulantes y desestabilización de las partículas existentes en la suspensión.

2da. Fase - Precipitación y formación de compuestos químicos que se polimerizan.

3ra. Fase - Adsorción de las cadenas poliméricas en la superficie de los coloides.

4ta. Fase - Adsorción mutua entre coloides

5ta. Fase - Acción de barrido.

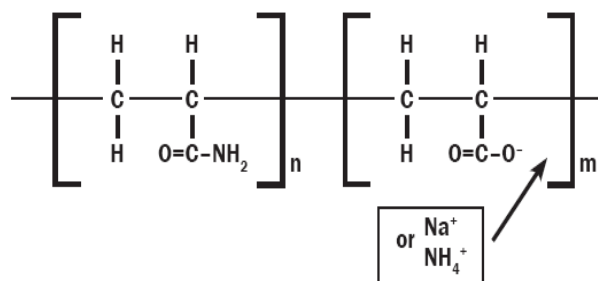
Los productos de la hidrólisis (Fase 1) de los coagulantes sufren reacciones de polimerización, se transforman en largas cadenas tridimensionales con extremos activos (2da Fase). Estas cadenas pueden ser fácilmente adsorbidas en los sitios vacantes de adsorción de los coloides existentes en la suspensión, dejando los extremos extendidos en el agua (3ra. Fase). Dichos extremos pueden adherirse a otros coloides que tengan sitios vacantes también, formando así masas esponjosas de partículas de la suspensión ligadas por cadenas poliméricas (4ta. Fase). Este proceso debe ser ayudado agitando lentamente el agua. Al sedimentar, estos coágulos hacen un efecto de barrido (5a. Fase), atrapando en su caída nuevas partículas que se incorporan a los microflóculos en formación. La aparición de hidróxidos metálicos insolubles en agua, que se precipitan, puede también contribuir y, en algunos casos, producir por sí sola el efecto de barrido.⁸

1.2.2 Coagulación por polímeros

Los polímeros han sido usados ampliamente en la industria por su gran versatilidad. La estructura determina las propiedades del polímero, y estas pueden ser cambiadas modificando las cadena monoméricas (Ver **Figura 2**). En el tratamiento de efluentes de plantas industriales han tenido una amplia acogida por sus resultados óptimos y bajos costos de aplicación.

En la coagulación se aprovechan principalmente los fenómenos electrostáticos que ocurren en la interacción del polímero y la sustancia a coagular. La densidad de carga ya sea catiónica o aniónica juega un papel importante en el fenómeno de coagulación que es similar al de las sales, esto se debe a que si existe una suficiente densidad de carga opuesta a la del coloide puede haber una atracción que permita formar floculos de gran tamaño y sedimentar fácilmente.

Figura 2. Estructura Química de los polímeros coagulantes.⁹



Los polímeros en muchas ocasiones no son suficientes para desestabilizar una emulsión, por esta razón se deben adicionar aditivos que estimulen al polímero a formar puentes, y así formar agregados moleculares de gran tamaño y alta estabilidad.¹⁰

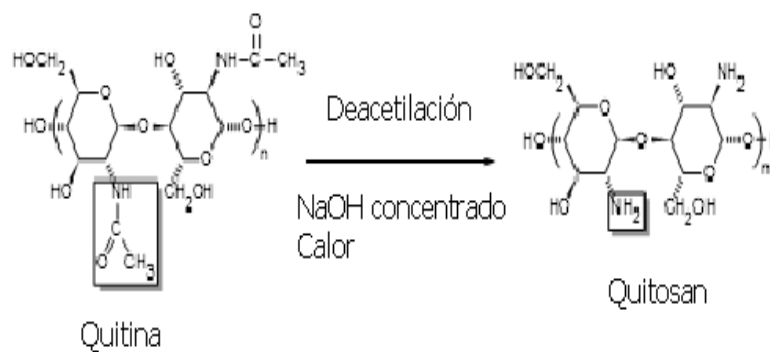
El fenómeno de coagulación en los polímeros es bastante complejo y depende en gran parte de las propiedades fisicoquímicas de los componentes de las mezclas a coagular. Cada proceso de coagulación tiene sus variables específicas, es decir cualquier cambio en una muestra puede tener condiciones de coagulación diferentes.¹¹

1.2.3 Coagulación por biopolímeros (Quitosan)

El Quitosan, poli(β -(1-4)-2-amino-2-deoxi-D-glucopiranososa), es un polímero de celulosa obtenido por la deacetilación de la Quitina. La Quitina es un polisacárido de cadena lineal, y es el segundo material orgánico más abundante después de la celulosa, siendo el mayor componente estructural del exoesqueleto de los invertebrados, particularmente en crustáceos, moluscos e insectos. Ver estructura en la **Figura 3**.¹²

La protonación de los grupos aminos (NH_2) del Quitosan en solución hace que se cargue positivamente (exhibe propiedades similares a los polielectrolitos), haciéndolo bastante atractivo en la Coagulación - Floculación de partículas coloidales de carga negativa.

Figura 3. Formación de Quitosano a partir de la Quitina.



El Quitosan ofrece una amplia gama de aplicaciones gracias a las propiedades únicas de la Quitina, tales como la biocompatibilidad, biodegradación, actividad biológica, no toxicidad, no alergicidad y la habilidad para formar fibras y laminas. El Quitosan es usado como un metal ligando en la formación de complejos con muchos iones metálicos, aplicación que se aprovecha en la remoción de metales tóxicos de las aguas industriales. Algunos de los metales con los que forma

complejos son: molibdeno, arsénico, oro, cadmio, vanadio, cromo, cobalto, hierro, manganeso, plata, cobre, mercurio y zinc.

El Quitosan se ha utilizado en el tratamiento de aguas residuales de fábricas de procesamiento de pescados, minerales, polímeros, microorganismos y POME (Palm oil mill effluent).

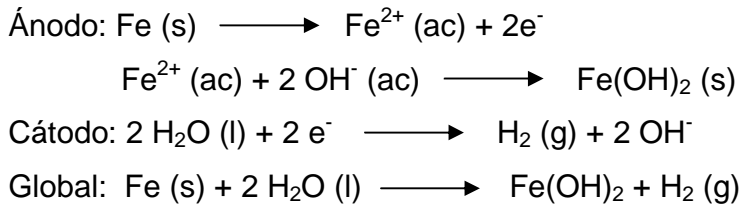
1.2.4 Electrocoagulación

La electrocoagulación es una tecnología novedosa utilizada para el tratamiento de aguas residuales, que actualmente está adquiriendo bastante popularidad por su versatilidad y bajos costos de operación. El proceso en general es bastante complejo, ya que envuelve fenómenos físicos y químicos que van en conjunto, manifestándose en diferentes etapas: electrocoagulación, electroflotación y electro-oxidación¹³.

El proceso de electrocoagulación consta de un sistema de electrodos, en el cual uno de ellos actúa como electrodo de sacrificio (ánodo - oxidación), es decir suministra los iones a la solución, y el otro como electrodo de reducción (cátodo). Los electrodos están conectados a una fuente de corriente continua que suministra el potencial necesario para que comience la reacción redox, el ánodo se consume y arroja iones de carga positiva a la solución que actúan como coagulantes, a su vez que se generan electrones que se dirigen al cátodo llevando a cabo así la reducción de la molécula de agua, produciendo hidrógeno gaseoso e iones hidroxilo, que posteriormente formarán hidróxidos del metal de los electrodos. El hidrógeno producido puede en principio hacer flotar la materia coloidal floculada a la superficie.¹⁴ Los electrodos usados generalmente son de aluminio, hierro y plata. Ver la **Figura 4** para el montaje básico de electrocoagulación para electrodos de hierro.

Existen dos mecanismos que explican el fenómeno de oxidación-reducción para la electrocoagulación, se describen sus reacciones a continuación:

➤ *Mecanismo 1*



➤ *Mecanismo 2*

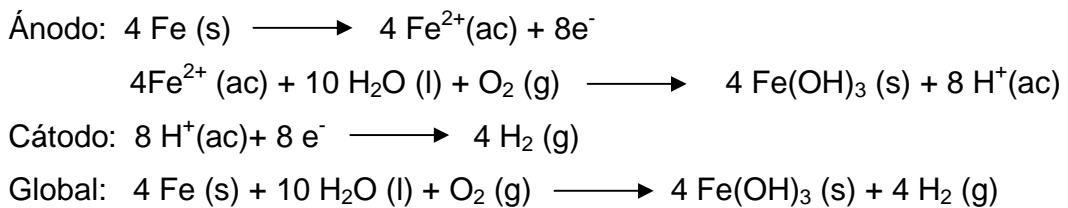
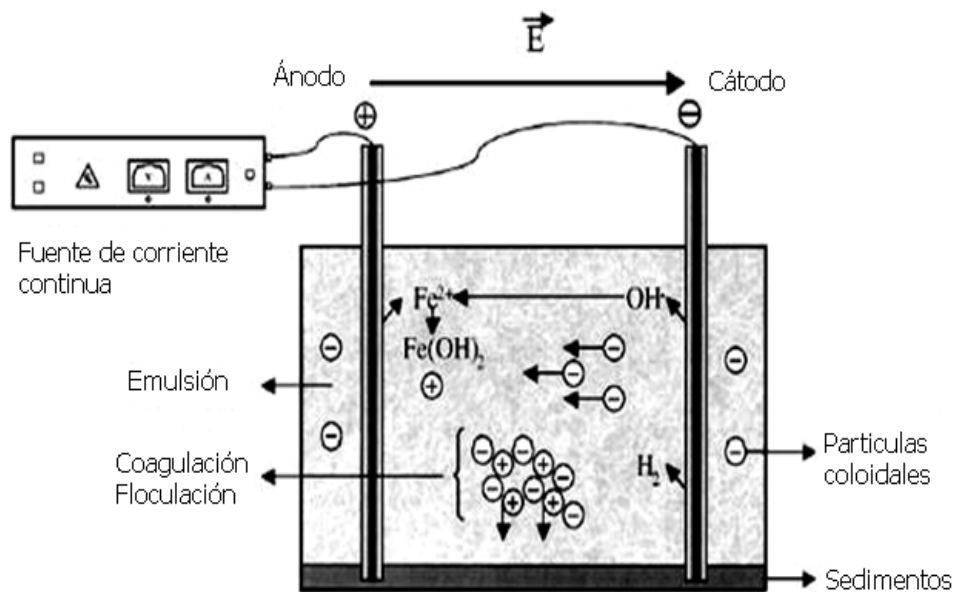


Figura 4. Esquema de electrocoagulación.¹⁵



2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 CARACTERIZACIÓN DE LAS MEZCLAS DE ESTUDIO

Las mezclas de clarificación son variables en composición pues dependen del tipo de fruta que se esté procesando y la etapa del proceso. Por esta razón en los laboratorios de calidad de extracción de aceite existen manuales específicos para cada evaluar parámetros críticos en cada etapa del proceso. En el desarrollo de este proyecto se tuvieron en cuenta solo ciertos procedimientos que se describen en el **Anexo 1**.¹⁶

2.1.1 Análisis rápidos

Los análisis rápidos permiten conocer la composición volumétrica de un flujo líquido por medio de la centrifugación y se usan para calcular los siguientes parámetros:

Cálculos

$$\% \text{ de Aceite} = (\text{ml de aceite} / \text{volumen de la muestra}) * 100$$

$$\% \text{ de Lodos livianos} = (\text{ml de lodos livianos} / \text{volumen de la muestra}) * 100$$

$$\% \text{ de Agua} = (\text{ml de agua} / \text{volumen de la muestra}) * 100$$

$$\% \text{ de Lodos pesados} = (\text{ml de lodos pesados} / \text{volumen de la muestra}) * 100$$

2.1.2 Pérdidas de aceite en efluentes líquidos

Este procedimiento se realiza en el laboratorio de calidad de Aceites y es tomado del manual de laboratorio de plantas de beneficio de Cenipalma.

Cálculos

$$\text{Peso aceite} = (\text{peso matraz con aceite} - \text{peso matraz vacío})$$

$$\text{g/L aceite} = (\text{peso de aceite} * 1000) / 50$$

% aceite = (peso aceite/peso muestra)*100

% ac/ssna = (peso aceite/peso muestra seca - peso aceite)*100

% humedad lodos = $\frac{(\text{peso muestra} - \text{peso muestra seca}) * 100}{\text{Peso muestra seca}}$

% ssna = 100 – (% humedad + % aceite)

2.1.3 Demanda Química de Oxígeno

La muestra se sometió a un calentamiento con reflujo en presencia ácido sulfúrico y una cantidad conocida de Dicromato potásico. El exceso de Dicromato se valora con Sulfato de amonio ferroso (FAS). La cantidad de materia oxidable es proporcional al Dicromato potásico consumido. Los reactivos utilizados fueron preparados en el laboratorio.

Se Calculo la D.Q.O., en mg de oxígeno por litro, de la siguiente manera:

D.Q.O = $(V_o - V) * N \text{ del FAS} * 8000 * F.D / V_m$

Donde:

V_o = volumen de FAS gastado para el blanco.

V = volumen de FAS gastado para la muestra.

N = normalidad de la solución de FAS (0.056).

V_m = volumen de muestra (10 mL).

F.D = Factor de dilución (100).

2.1.4 Sólidos totales

La determinación de sólidos totales, permite cuantificar cuanta materia orgánica e inorgánica está contenida en una muestra. Estos contienen sólidos suspendidos, sólidos sedimentables, sólidos disueltos, sólidos orgánicos volátiles.

Cálculos

$$\text{Sólidos Totales (g/L)} = (W_{\text{cap+ms}}/W_{\text{cap}})/V_m$$

Donde:

W_{cap} = Peso capsula seca, g.

W_{cap+ms} = Peso capsula + muestra seca, g.

V_m = Volumen de muestra, L.

2.1.5 Pruebas de sedimentación

El procedimiento de sedimentación consiste en tomar una muestra homogenizada y verterla en un recipiente graduado, que permite conocer la altura de las capas que se van formando en determinado tiempo, y así poder medir la eficiencia y la velocidad de separación.¹⁷ En este caso el sistema de estudio es el licor de prensa y los recuperados de centrifugas. Se pretende observar la altura de la capa de aceite que se va separando de los lodos en una probeta graduada de 250 mL.

Calculo de agua de dilución

$$\text{Vol. H}_2\text{O} = (\text{Vol. L.P.} * X_A) / D$$

Donde:

Vol. H₂O = Volumen de agua de proceso, mL.

Vol. L.P. = Volumen de licor de prensa sin diluir, mL.

X_A = Composición de aceite en el licor de prensa sin diluir.

D = Relación de dilución aceite: agua.

Cálculos

$$\% \text{ Eficiencia} = (V_A / (V_{\text{LPD}} * \%A)) * 100$$

Donde:

V_A = Volumen total de la capa de aceite formada en el ensayo, mL.

V_{LPD} = Volumen de muestra en la probeta, mL.

%A = Composición de aceite en el licor de prensa diluido.

$\% = \text{Recuperación} = \text{Vol. Aceite formado} / \text{vol. Muestra}) * 100$

$\text{Velocidad de formación} = \text{Vol. Aceite formado} / \text{tiempo}$

2.2 MEDICION DE FLUJOS DE LAS MEZCLAS DE ESTUDIO

El balance de masa es un procedimiento que se realiza para conocer los flujos individuales y totales de un proceso, determinar las capacidades que manejan ciertos equipos o tanques y mejorar el diseño y funcionamiento. Conociendo el tipo de flujo, propiedades, caudal etc., se pueden proponer alternativas de funcionamiento del proceso, tales como redimensionamiento de tanques, ajuste de bombas, calibración de válvulas, etc. Esto en últimas se ve reflejado en las tasas de extracción, permitiendo de manera eficiente la separación del aceite, en este caso de clarificación de crudo de palma.¹⁸

Los balances de masas se desarrollaron para cada una de las etapas del proceso de clarificación, siempre teniendo en cuenta que el proceso fuera continuo. Las mediciones de caudal y de composiciones se realizaron por triplicado. Los flujos fueron medidos por volumen de llenado o vaciado en los respectivos tanques y vertederos (**ver Tabla 1**).

Para la medición de los caudales, es necesario conocer los volúmenes de los tanques donde se almacenan las mezclas, para esto es necesario conocer sus dimensiones tanto externas como internas. La cubicación de los tanques se puede observar en la **Tabla 2**. El volumen real que ocupa cada mezcla, se conoce por las dimensiones internas (**ver Tabla 3**).

Tabla 1. Ubicación de los diferentes flujos.

| Flujos | Ubicación |
|-------------------------------|---|
| • Licor de prensa | Segunda sección del vertedero de licor de prensas. |
| • Agua dilución | Dato obtenido en el cuarto de control. |
| • Licor de prensa diluido | Entrada a los Preclarificadores. |
| • Lodos preclarificadores | Canaleta salida de los preclarificadores y entrada al clarificador 1. |
| • Aceite Preclarificadores | Vertedero aceite entre los dos preclarificadores. |
| • Lodos clarificadores | Tanque lodos. |
| • Lodos tamizados | Tanque pulmón a centrifugas. |
| • Lodos aceitosos centrifugas | Vertedero recuperados de centrifugas. |

Tabla 2. Cubicación de los tanques y vertederos.

| Tanque/Equipo | Dimensión | Medida(m) |
|----------------------------------|----------------------|------------------|
| Vertedero licor de prensa | Ancho | 0,79 |
| | Longitud A | 1,08 |
| | Longitud B | 0,705 |
| | Profundidad total | 1,305 |
| | Profundidad sensor 1 | 0,5 |
| | Profundidad sensor 2 | 0,76 |
| Vertedero Preclarificadores | Ancho | 0,687 |
| | Largo | 1,21 |
| | Profundidad | 0,505 |
| Preclarificadores | Largo | 4,73 |
| | Ancho | 3,04 |
| | Altura | 1,628 |
| | Altura liquido | 1,138 |
| Tanque de lodos | Diámetro | 1,67 |
| | Altura total | 4,15 |
| | Altura cono | 0,46 |
| | Altura cilindro | 3,69 |
| Vertedero recuperados centrifuga | Largo | 2 |
| | Ancho | 1 |
| | Profundidad | 0,775 |

Tabla 3. Dimensiones internas de los tanques.

| Tanque/Equipo | Dimensión | Medida(m) |
|-----------------------------------|------------------|------------------|
| Vertedero licor prensas | Ancho A | 0,7 |
| | Ancho B | 1,01 |
| | Alto | 1,3 |
| | Largo | 0,78 |
| | Prof. Sensor 1 | 0,76 |
| | Prof. Sensor 2 | 0,5 |
| Preclarificador 1 | Ancho | 0,5 |
| | Largo | 3,02 |
| | Alto | 1,625 |
| Preclarificador 2 | Ancho | 0,49 |
| | Largo | 3,05 |
| | Alto | 1,623 |
| Vertedero aceite | Ancho | 0,485 |
| | Largo | 0,69 |
| | Alto | 0,505 |
| Clarificador 1 | Diámetro | 3,8 |
| Clarificador 2 | Diámetro | 2,51 |
| Vertedero lodos Tricánter | Ancho | 0,9 |
| | Largo | 1,2 |
| | Altura Separador | 0,5 |
| Tanque pulmón centrifugas | Diámetro | 1,7 |
| Tanque lodos | Diámetro | 1,67 |
| Vertedero recuperados centrifugas | Ancho | 1 |
| | Largo | 2 |

2.3 TÉCNICAS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES

Las técnicas de rompimiento de emulsiones se aplicaron con la idea de recuperar agua para reutilizar en el proceso, disminuir la descarga de sólidos a las lagunas de oxidación y mejorar la eficiencia de separación de aceite.

Para este estudio se seleccionaron cuatro mezclas de clarificación y cuatro metodologías de rompimiento de emulsión. La **Tabla 4** muestra la clasificación realizada. Esta tabla cataloga las técnicas que se van a evaluar para cada mezcla.

Tabla 4. Flujos a estudiar y técnicas a evaluar.

| Mezclas | Técnicas | | | |
|-----------------|----------|----|----|----|
| | EC | CS | CB | CP |
| Condensados | X | X | X | X |
| Fase Liquida | | | | |
| Tricánter | X | X | X | X |
| Licor de Prensa | | | | |
| Diluido | X | | | X |
| Recuperados | | | | |
| Centrifuga | X | | | X |

EC = Electrocoagulación

CS = Coagulación por sales

CB = Coagulación por biopolimeros (Quitosan)

CP = Coagulación por polímeros (Poliacrilamidas, Poliamidas, Polidadmas)

La coagulación por sales y por biopolimeros no se evaluó en las mezclas con potencial de aceite, debido a que el análisis bibliográfico se encontró que estas sustancias se comportan mejor en fases acuosas.

A continuación se describen los procedimientos de acuerdo con los tipos de mezcla y sus técnicas de tratamiento. Las metodologías específicas se describen en el **Anexo 2**.

2.3.1 Tratamiento de aguas residuales de proceso

Las mezclas de estudios seleccionadas como efluentes para tratamiento y recuperación de agua fueron: Fase líquida de tricánter y condensados de esterilización.

2.3.1.1 Coagulación química por sales

El objetivo de esta técnica es realizar la coagulación de la materia coloidal en las mezclas a estudiar por medio del uso de algunas sales inorgánicas.

Se prepara un volumen determinado de solución madre y se realiza el cálculo para obtener la concentración requerida. La dosis de coagulante se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Dosis coagulante (mg/L)} = \text{Conc. Sol. Stock (mg/L)} * \frac{\text{Vol. Sol. Stock (mL)}}{\text{Vol. Muestra (mL)}}$$

➤ *Diseño experimental*

Mezcla: Condensados y Tricánter

Numero de tratamientos: 16

Factor: 1. Sal Sulfato de aluminio 2. Cloruro de Calcio

Nivel: 8 concentraciones ppm

Número de repeticiones: 3

Total de ensayos: $16 * 3 = 48$ (48 para condensados y 48 para Tricánter)

Bloques completos al azar.

La **Figura 5** permite observar los tratamientos seleccionados para las dos sales coagulantes.

Figura 5. Tratamientos para efluentes con sales coagulantes.

| tratamiento | sal | concentración(ppm) | tratamiento | sal | concentración(ppm) |
|-------------|------------------|--------------------|-------------|---------------|--------------------|
| 0 | ninguna | 0 | 0 | ninguna | 0 |
| 1 | Aluminio Sulfato | 3000 | 1 | CalcioCloruro | 3000 |
| 2 | Aluminio Sulfato | 3500 | 2 | CalcioCloruro | 3500 |
| 3 | Aluminio Sulfato | 4000 | 3 | CalcioCloruro | 4000 |
| 4 | Aluminio Sulfato | 4500 | 4 | CalcioCloruro | 4500 |
| 5 | Aluminio Sulfato | 5000 | 5 | CalcioCloruro | 5000 |
| 6 | Aluminio Sulfato | 5500 | 6 | CalcioCloruro | 5500 |
| 7 | Aluminio Sulfato | 6000 | 7 | CalcioCloruro | 6000 |

2.3.1.2 Coagulación con polímeros

El objetivo de esta técnica es sedimentar los sólidos suspendidos en los efluentes de fase líquida de Tricánter y condensados de esterilización, para clarificar el agua y posteriormente reutilizarla.

➤ *Materiales y reactivos*

Polímeros coagulantes

- S-200AL (2000 ppm)
- S-300 VAL (2000 ppm)
- S-400VAL (2000 ppm)

Polímeros floculantes

- SRH-100 (10%)

Aditivos

- hidróxido de calcio (20% p/v)

Material de vidrio y de porcelana

- 6 Vasos de precipitados de 600mL (coagulación de la muestra)
- Barra Agitadora
- vasos de 400mL (preparación de los polímeros y aditivos)
- 6 capsulas (sólidos totales)

Equipos

- Equipo de jarras de 6 puestos
- Montaje para DQO
- Balanza
- pHmetro (pH, conductividad y SDT)

➤ *Diseño experimental*

Mezcla: Condensados y Tricánter

Numero de tratamientos: 6

Número de repeticiones: 6

Total de ensayos por mezcla: $6 \cdot 6 = 36$ por Mezcla

Bloques completos al azar

Figura 6. Tratamientos para los efluentes con polímeros.

| Tratamiento | Polímero | Dosis polímero (ppm) |
|-------------|-----------|----------------------|
| 1 | S-200 AL | 32 |
| 2 | S-200 AL | 40 |
| 3 | S-200 AL | 48 |
| 4 | S-400 VAL | 32 |
| 5 | S-400 VAL | 40 |
| 6 | S-400 VAL | 48 |

Tratamientos condensados

| Tratamiento | Polímero | Dosis polímero (ppm) |
|-------------|-----------|----------------------|
| 1 | S-200 AL | 12 |
| 2 | S-200 AL | 24 |
| 3 | S-200 AL | 36 |
| 4 | S-400 VAL | 12 |
| 5 | S-400 VAL | 24 |
| 6 | S-400 VAL | 36 |

Tratamientos tricánter

2.3.1.3 Electrocoagulación

En esta técnica se pretende observar el efecto de la corriente eléctrica suministrada por una fuente de corriente continua, conectada a un par de electrodos de hierro y aluminio (Ver **Figura 7**).

- La eficiencia de la EC, se calcula por medio del porcentaje de remoción de sólidos totales:

$$\%RST = \frac{(ST_i - ST_f)}{ST_i} * 100$$

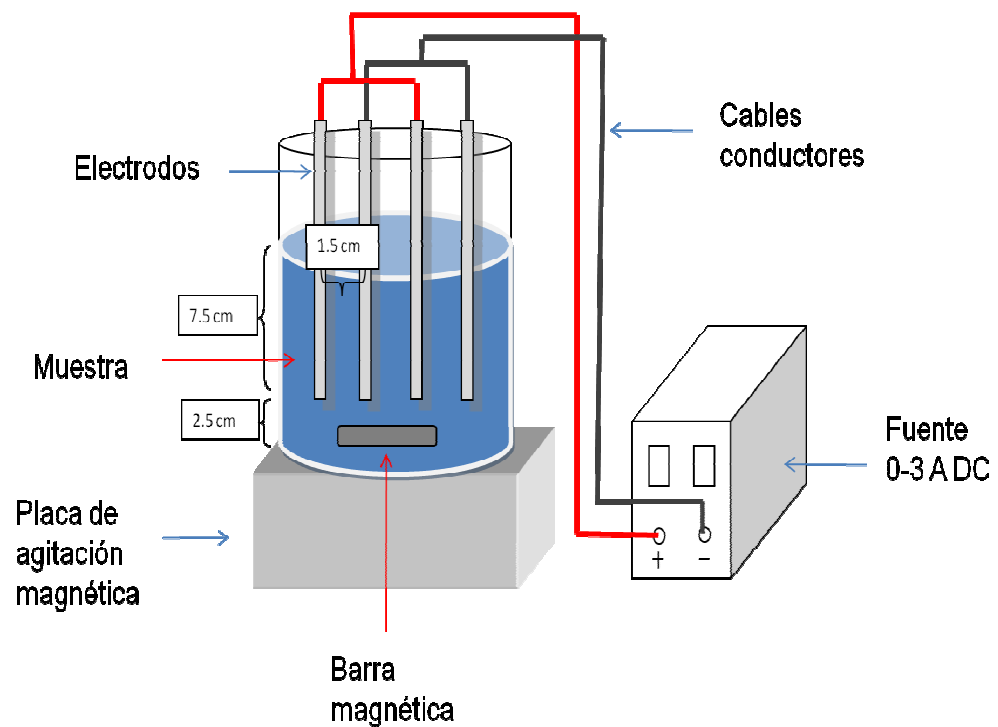
Donde:

%RST = Porcentaje de Remoción de Sólidos Totales.

ST_i = Sólidos Totales Iniciales.

ST_f = Sólidos Totales Finales.

Figura 7. Montaje de Electrocoagulación.



➤ *Variables de proceso*

En esta técnica se estudiará el efecto del cambio de la corriente en la EC. Los valores a estudiar son: 0.5, 1, 1.5, 2 A.

➤ *Diseño experimental*

Mezclas: Condensados y Tricánter

Numero de tratamientos: 8

Número de repeticiones: 6

Total de ensayos por mezcla: $8 \cdot 6 = 48$

Bloques completos al azar

Figura 8. Tratamientos de EC para los efluentes.

| Tratamiento | Electrodo | Corriente(A) | DC(mA/cm ²) |
|-------------|-----------|--------------|-------------------------|
| 0 | Testigo | 0 | 0 |
| 1 | Aluminio | 0,5 | 4,4 |
| 2 | Aluminio | 1 | 8,7 |
| 3 | Aluminio | 1,5 | 13,1 |
| 4 | Aluminio | 2 | 17,4 |
| 5 | Hierro | 0,5 | 3,9 |
| 6 | Hierro | 1 | 7,8 |
| 7 | Hierro | 1,5 | 11,7 |
| 8 | Hierro | 2 | 15 |

2.3.2 Eficiencia de separación de aceite

En esta técnica se desea evaluar la eficiencia de separación de aceite en las mezclas de licor de prensa diluido y recuperados de centrifuga.

2.3.2.1 Pruebas de coagulación con polímeros en recuperados de centrifuga

➤ *Diseño experimental*

Mezcla: Recuperados de centrifuga

Numero de tratamientos: 4

Número de repeticiones: 6

Total de ensayos por mezcla: $4 \times 6 = 24$

Bloques completos al azar.

Figura 9. Tratamientos para RC con polímeros.

| Tratamiento | Nivel | Dosis (ppm) |
|-------------|----------|-------------|
| 1 | Testigo | 0 |
| 2 | S-1000AL | 20 |
| 3 | S-1100AL | 20 |
| 4 | SL-2700 | 20 |

2.3.2.2 Pruebas de coagulación con polímeros en licor de prensa diluido

➤ *Diseño experimental*

Mezcla: Licor de prensa diluido

Numero de tratamientos: 4

Número de repeticiones: 6

Total de ensayos por mezcla: $4 \times 6 = 24$

Bloques completos al azar.

Figura 10. Tratamientos para LPD con polímeros.

| Tratamiento | Nivel | Dosis (ppm) |
|-------------|----------|-------------|
| 1 | Testigo | 0 |
| 2 | S200 AI | 20 |
| 3 | S300 VAL | 20 |
| 4 | S400 VAL | 20 |

2.3.2.3 Electrocoagulación

➤ Diseño experimental

Mezclas: Licor de prensa diluido y recuperados de centrifuga

Numero de tratamientos: 8

Número de repeticiones: 6

Total de ensayos por mezcla: $8 \cdot 6 = 48$

Bloques completos al azar.

Figura 11. Montaje de EC para LPD y RC.

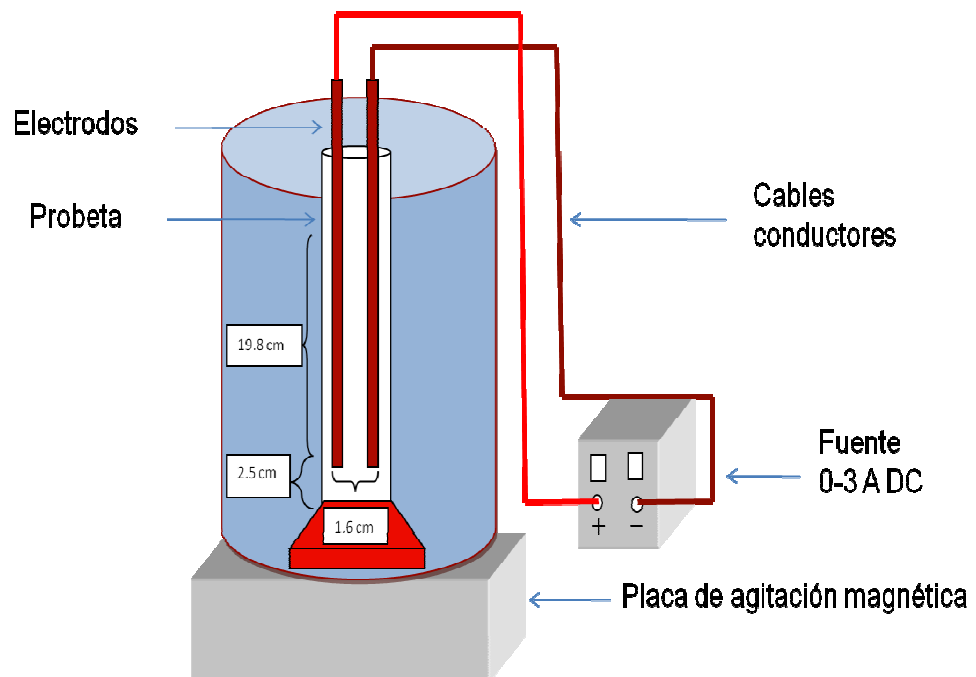


Figura 12. Tratamientos de electrocoagulación para efluentes.

| Tratamiento | Electrodo | Corriente(A) | DC(mA/cm ²) |
|-------------|-----------|--------------|-------------------------|
| 0 | Testigo | 0 | 0 |
| 1 | Aluminio | 0,5 | 4,4 |
| 2 | Aluminio | 1 | 8,7 |
| 3 | Aluminio | 1,5 | 13,1 |
| 4 | Aluminio | 2 | 17,4 |
| 5 | Hierro | 0,5 | 3,9 |
| 6 | Hierro | 1 | 7,8 |
| 7 | Hierro | 1,5 | 11,7 |
| 8 | Hierro | 2 | 15 |

3. RESULTADOS Y DISCUSION

El desarrollo de este trabajo se enfocó en el estudio de diferentes técnicas para el rompimiento de emulsiones, que permitieran remover materia orgánica de los efluentes y desestabilizar las emulsiones ricas en aceite para acelerar el proceso de separación de aceite y mejorar su recuperación. En este sentido el desarrollo del estudio se inició con la caracterización de las mezclas a estudiar, seguida de la evaluación de la técnica, posteriormente un análisis estadístico de los resultados para terminar con el análisis económico de las técnicas.

3.1 CARACTERIZACIÓN DE LAS MEZCLAS DE ESTUDIO

Los procedimientos realizados para la caracterización de los efluentes y mezclas de clarificación se tomaron del manual de laboratorio de Cenipalma.

➤ Condensados de esterilización

Esta mezcla heterogénea proviene del vapor con el que se esteriliza el fruto antes de poder procesarlo. Los condensados de esterilización tienen alto contenido de sólidos totales, aceite y cationes metálicos, provenientes de las autoclaves, que contribuyen a la rápida oxidación de la mezcla ver composición **tabla 5**.

Tabla 5. Composición condensados de esterilización.

| VAR.EST* | aceite (g/L) | % Humedad | % ssna** | % aceite | % aceite/ssna |
|----------|--------------|-----------|----------|----------|---------------|
| Promedio | 9,68 | 94,48 | 4,55 | 0,97 | 22,74 |
| D.S | 0,53 | 0,85 | 0,88 | 0,05 | 8,23 |
| C.V | 5,47 | 0,90 | 19,25 | 5,33 | 36,21 |

* Variables estadísticas.

** Sólidos secos no aceitosos.

➤ **Fase líquida del tricánter**

Esta mezcla proviene de los lodos que entran al tricánter a los que se les ha recuperado aceite, dejando así un lodo seco y un lodo húmedo, en el cual se pierde una cierta cantidad de aceite (Ver composición en la **Tabla 6**).

Tabla 6. Composición fase líquida del tricánter.

| VAR.EST | Aceite (g/L) | % Humedad | % ssna | % Aceite | % ac/ssna |
|-----------------|--------------|-----------|--------|----------|-----------|
| Promedio | 10,56 | 94,24 | 4,71 | 1,06 | 22,69 |
| D.S | 0,45 | 0,43 | 0,44 | 0,05 | 2,94 |
| C.V | 4,24 | 0,45 | 9,46 | 4,29 | 12,95 |

➤ **Licor de prensa diluido**

Esta mezcla es el licor que ya ha pasado por la dilución con agua y el tamizado, y que se dirige a los preclarificadores donde se recupera la mayor parte de aceite del proceso de clarificación. La composición se determina por un centrifugado a 3000rpm durante 10 min. A este tipo de análisis se le denomina Análisis Rápidos (Ver **Tabla 7**).

Lo ideal es que esta mezcla conserve un factor de dilución 1.4:1 (aceite/agua), que según estudios realizados por Cenipalma es óptima para mejorar la eficiencia de separación.

Tabla 7. Composición del licor de prensa diluido.

| VAR.EST | Composición | | | | Factor Dilución |
|-----------------|-------------|-------|--------|-------|-----------------|
| | % Aceite | % L.L | % Agua | % L.P | |
| Promedio | 38,5 | 4,8 | 25,9 | 30,8 | 1,5 |
| D.S | 1,46 | 1,15 | 0,79 | 1,94 | 0,09 |
| C.V | 3,78 | 23,88 | 3,06 | 6,30 | 5,79 |

➤ Recuperados de centrifuga

Esta mezcla, con alto contenido de aceite, proviene de las cuatro centrifugas que hay en la planta. Los recuperados de centrifuga son difíciles de desestabilizar por ser productos de una separación dinámica, la cual tiende a formar una microemulsión. La única forma de separar el aceite remante es por sedimentación estática en los tanques clarificadores. Pero este proceso requiere bastante tiempo, por esta razón se busca la forma de mejorar la eficiencia y velocidad de separación de aceite. La composición de Los recuperados de centrifuga se determina por análisis rápidos (Ver **Tabla 8**).

Como existen cuatro centrifugas, de las cuales solo tres están en funcionamiento, se midieron las composiciones de los recuperados por separado y luego se promediaron.

Tabla 8. Composición volumétrica de los recuperados de centrifugas.

| R.C. | Composición volumétrica | | | |
|-----------------|-------------------------|-------------|-------------|-------------|
| | % ACEITE | % L.L | % AGUA | % L.P |
| C1 | 34 | 9 | 33 | 25 |
| C3 | 30 | 10 | 34 | 26 |
| C4 | 24 | 10 | 37 | 30 |
| Promedio | 29 | 10 | 35 | 27 |
| D.S | 4,19 | 0,66 | 1,80 | 2,32 |
| C.V | 14,24 | 6,92 | 5,21 | 8,65 |

3.2 EVALUACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE ROMPIMIENTO DE EMULSIONES

En esta sección se evalúan las técnicas de rompimiento de emulsiones sobre las muestras descritas anteriormente. Las variables de respuesta para medir la eficiencia de la técnica, en el caso de efluentes, son el porcentaje de remoción de

sólidos totales y el porcentaje de volumen clarificado. En el caso de la separación de aceite se tendrá en cuenta la eficiencia de separación de aceite.

El porcentaje de remoción de sólidos totales se calcula de la siguiente forma:

$$\% R.S.T = \frac{STi - STf}{STf} * 100$$

Donde:

% R.S.T = Porcentaje de remoción de sólidos totales.

STi = Sólidos totales iniciales.

STf = Sólidos totales finales.

El porcentaje de volumen clarificado se calcula de la siguiente forma:

$$\% \text{ Volumen clarificado} = \frac{\text{Volumen clarificado}}{\text{Volumen muestra}} * 100$$

El porcentaje de volumen clarificado es la porción de líquido que queda de sobrenadante con menor cantidad de sólidos.

La eficiencia de separación de aceite se calcula de la siguiente forma:

$$\% \text{ Eficiencia} = \frac{\% \text{ Recuperacion de aceite}}{\% \text{ Composicion aceite}} * 100$$

$$\% \text{ Recuperacion de aceite} = \frac{\text{Volumen aceite separado}}{\text{Volumen de muestra}} * 100$$

La eficiencia de separación tiene que ver con la facilidad que se separa el aceite de los lodos con la aplicación de la técnica.¹⁹

3.2.1 Coagulación química por sales inorgánicas

Las sales utilizadas para la coagulación de la fase líquida de Tricánter y los condensados de esterilización son las reportadas en la **Tabla 9**. Como se disponían de una gran variedad de sales para evaluar se optó por realizar la medición de remoción de carga orgánica en cada efluente y de ahí seleccionar las dos sales con mejores resultados para poder realizar un desarrollo experimental.

Tabla 9. Sales inorgánicas coagulantes.

| Nombre | Formula | Peso molecular | Marca |
|-----------------------------|----------------------|----------------|---------|
| (a) Sulfato de Aluminio | $Al_2(SO_4).18H_2O$ | 666.42 | Panreac |
| (b) Sulfato de Hierro (III) | $Fe_2(SO_4)_3.xH_2O$ | 399.87 | Panreac |
| (c) Cloruro de Hierro (III) | $FeCl_3.6H_2O$ | 270.30 | Panreac |
| (d) Cloruro de Calcio | $CaCl_2.2H_2O$ | 147.02 | Panreac |

Pruebas preliminares permitieron encontrar que las muestras de los efluentes poseen un DQO bastante elevado, 78000 para la fase líquida de Tricánter y 56000 para los condensados de esterilización. Según la literatura estos niveles de DQO necesitan alrededor de 10 g/L de sal para obtener remociones del 40 %. En términos prácticos estas concentraciones de sal son muy elevadas para aplicaciones industriales. Con el ánimo de disminuir costos se realizaron experimentos variando la dilución de la muestra con relaciones 1:1, 1:2, 1:3 y 1:4. De las pruebas anteriores se encontró que la dilución 1:1 (muestra:agua) es óptima. Tanto para el efluente de Tricánter como para los Condensados, se encontró en las pruebas preliminares que el sulfato de aluminio y el cloruro de calcio, presentan las más altas remociones de carga orgánica (ver **tablas 10,11**).

Tabla 10. Resultados de coagulación para la fase líquida del tricánter.

| Sales | Fase Líquida Tricánter | | |
|---------------------|------------------------|-----------|------------|
| | DQO inicial | DQO final | % Remoción |
| Sulfato de aluminio | 78266 | 9328 | 88,08 |
| Sulfato férrico | 78266 | 17068 | 78,19 |
| Cloruro férrico | 78266 | 14336 | 81,68 |
| Cloruro de calcio | 78266 | 8780 | 88,78 |

Tabla 11. Resultados de coagulación para los condensados de esterilización.

| Sales | condensados de esterilización | | |
|---------------------|-------------------------------|-----------|------------|
| | DQO inicial | DQO final | % Remoción |
| Sulfato de aluminio | 56800 | 6506 | 88,55 |
| Sulfato férrico | 56800 | 14424 | 74,61 |
| Cloruro férrico | 56800 | 11698 | 79,40 |
| Cloruro de calcio | 56800 | 5987 | 89,46 |

Las sales de hierro no son favorables para el tratamiento de este tipo de efluentes debido a su alto poder de oxidación, las muestras pasan de un color verde oscuro a negro (ver **Figura 13**), mientras las sales de aluminio y calcio no provocan este cambio, razón por la cual se seleccionaron para el diseño experimental.

Según el diseño experimental los intervalos de variación de la dosis de sal son de 500 mg/L. La dosis mínima fue de 3000 mg, y la dosis máxima fue de 6000 mg/L, estas dosis fueron seleccionadas de las pruebas preliminares.

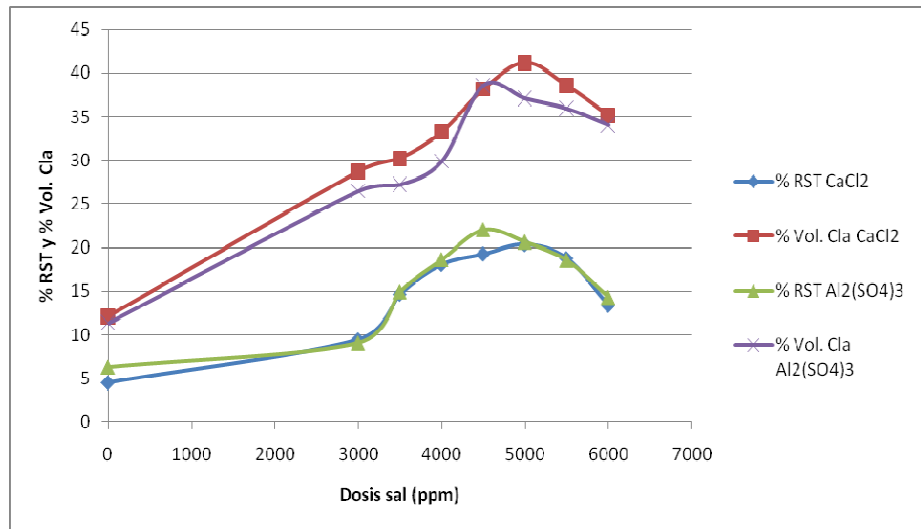
Figura 13. Efecto de las sales en la coloración de la muestra.



De la **Figura 14**, se puede establecer que los comportamientos de las tendencias de las dos sales es casi semejante y solo se diferencian en las dosis optimas tanto para la remoción de sólidos como para la cantidad de clarificado. La dosis optima del Cloruro de calcio fue de 5000 mg/L para una remoción del 19.3 % y clarificado del 41.23%, mientras que para el sulfato de aluminio la dosis optima 4500 mg/L para una remoción del 22% y clarificado del 38.6%.

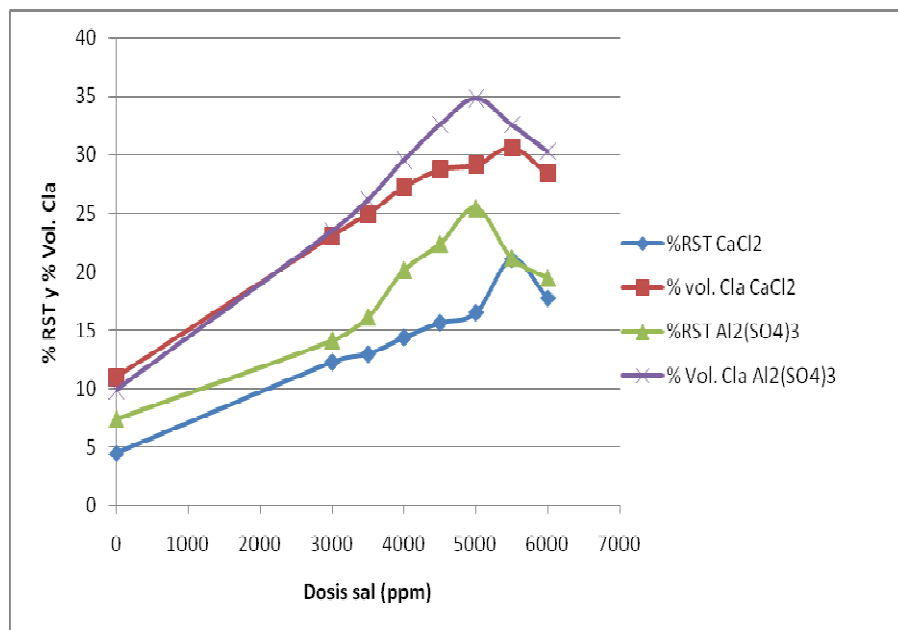
Aunque los porcentajes de remoción son relativamente bajos es interesante observar que no existe una relación directa entre la remoción de sólidos con el volumen clarificado. En síntesis las sales no proveen una alternativa eficiente para el tratamiento de este tipo de efluentes, ya que su costo es relativamente alto en comparación con el beneficio que ofrece. Para la fase liquida del Tricánter el comportamiento es semejante que para los condensados, pero con la diferencia que los niveles de sólidos totales son más altos por lo que la remoción también es más elevada. La dosis optima del Cloruro de calcio fue de 5500 mg/L para una remoción del 21.1 % y clarificado del 34.64%, mientras que para el sulfato de aluminio la dosis optima 5000 mg/L para una remoción del 25.4% y clarificado del 34.8%.

Figura 14. Coagulación de condensados con sulfato de aluminio y cloruro de calcio.



La **Figura 15** permite ver claramente que la sal con mejores resultados de remoción de sólidos es el sulfato de aluminio.

Figura 15. Coagulación de efluente de tricánter con sulfato de aluminio y cloruro de calcio.



3.2.2 Coagulación por polímeros

Los polímeros fueron suministrados por Soil Net, LLC. Compañía que presta soluciones industriales con polímeros, esta compañía es dirigida por el Ph.D. Aicardo Roa Espinosa, quien tiene establecido un convenio con Cenipalma. Los detalles específicos de estos productos son reservados por confidencialidad, sin embargo, se puede afirmar que son polímeros a base de poliacrilamidas como se menciona en el marco teórico.

Se disponía de gran variedad de polímeros para evaluar, por lo que se realizaron pruebas preliminares para seleccionar los más adecuados para tratar cada tipo de mezcla. La **Figura 16** muestra los polímeros que se probaron, unos en fase sólida y otros en fase líquida, los cuales se utilizaron en las concentraciones indicadas por el proveedor, alrededor de 500–2000 ppm. Estas soluciones tienen vida útil de una semana.

Figura 16. Polímeros coagulantes-floculantes.



Los polímeros evaluados difieren en sus características tales como peso molecular y carga. La **Tabla 12** muestra los tipos de polímeros y sus características.

Tabla 12. Tipos de polímeros y sus características principales.

| polímeros | anionicos | cationicos | alto P.M | bajo P.M | Coagulante | Floculante |
|-----------|-----------|------------|----------|----------|------------|------------|
| SRH-100 | | x | | x | x | |
| SRH-300 | | x | | x | x | |
| SRH-400 | | x | | x | x | |
| SL-5000 | x | | x | | x | |
| SL-2700 | x | | x | | x | |
| SL-3000 | x | | x | | x | |
| S-200AL | | x | | x | | x |
| S-400VAL | x | | | x | | x |
| S-300VAL | x | | | x | | x |
| S-400SAL | x | | | x | | x |
| S-500VAL | x | | | x | | x |
| S-1000AL | | x | x | | | x |
| S-1100AL | | x | x | | | x |
| S-1000SAL | x | | x | | | x |
| S-1100SAL | x | | x | | | x |

3.2.2.1 Coagulación por polímeros para efluentes

Se realizó observación del grado de claridad del sobrenadante. El objetivo era obtener agua libre de carga orgánica (material coloidal), se seleccionaron las muestras con mayor claridad. El efecto de coagulación es visible y notable para cada tipo de polímero probado. Se asignó una escala de símbolos representados por signos más (+), en la que a mayor símbolos, mayor es la claridad del sobrenadante y también mayor la cantidad de volumen clarificado.

En las **Tablas 13 y 14** se relacionan los polímeros seleccionados para el desarrollo experimental para los condensados y la fase líquida del tricáncer.

Tabla 13. Pruebas preliminares en condensados.

| Polímeros | Claridad sobrenadante | Volumen clarificado(mL) |
|------------------|----------------------------------|------------------------------------|
| SL- 2500 | + | 20 |
| SL- 2400 | + | 15 |
| SL-2700 | ++ | 15 |
| SL-3000 | ++ | 20 |
| SL- 5000 | ++ | 20 |
| S-200AL | ++++ | 200 |
| S-300 VAL | ++ | 150 |
| S-400 SAL | ++ | 100 |
| S-400 VAL | +++ | 180 |
| S-500 VAL | ++ | 80 |

Tabla 14. Pruebas preliminares para la fase líquida del tricánter.

| Polímeros | Claridad sobrenadante | Volumen clarificado(mL) |
|------------------|----------------------------------|------------------------------------|
| SL- 2500 | + | 50 |
| SL- 2400 | ++ | 55 |
| SL-2700 | + | 60 |
| SL-3000 | + | 45 |
| SL- 5000 | + | 52 |
| S-200AL | ++++ | 167 |
| S-300 VAL | ++ | 180 |
| S-400 SAL | ++ | 97 |
| S-400 VAL | +++ | 184 |
| S-500 VAL | ++ | 75 |

Lo interesante de estos resultados es la diferencia en la densidad de carga de cada polímero, aunque ambos son de bajo peso molecular, su estructura es diferente.

La adición del polímero permite la formación de coágulos, que posteriormente forman floculos más densos que caen rápidamente (ver **Figura 17**). Se aclara que el proceso de coagulación es bastante delicado ya que depende de variables como: Velocidad de agitación, tiempo de agitación, tiempo de sedimentación etc. Las anteriores variables fueron tenidas en cuenta en las pruebas preliminares y se seleccionaron las óptimas para este tipo de mezclas.

Figura 17. Formación de floculos por adición de polímeros.



Como se describe en la metodología la velocidad de agitación es determinante, ya que una agitación muy rápida rompe la formación de floculos, y una agitación muy lenta no permite el contacto suficiente entre los coágulos.

Un aspecto importante antes de enunciar los resultados de los efluentes, es que en las pruebas preliminares se encontró que la coagulación se da por la adición de un aditivo cationico, que en este caso es el hidróxido de calcio. En este caso se uso cal apagada marca Argos. En la **Figura 18**, se puede observar la claridad del

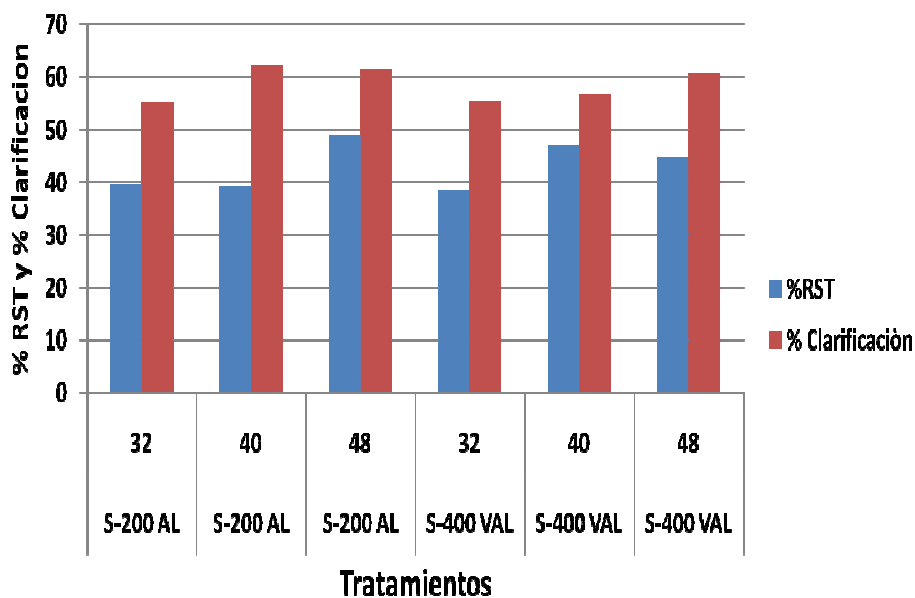
sobrenadante y el sedimento de material coloidal en el fondo. La dosis óptima de cal difiere para cada tipo de mezcla. La solución madre de cal es al 20% p/V.

Figura 18. Muestra de condensados después de la coagulación.



La **Figura 19** muestra los resultados encontrados para la mezcla de condensados, en esta se puede observar el comportamiento de las variables respuesta.

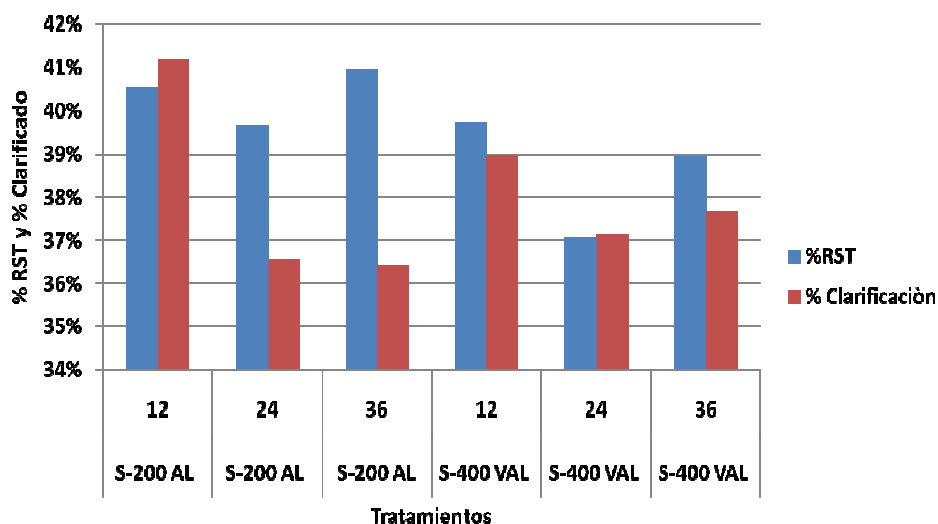
Figura 19. Remoción de sólidos y volumen clarificado vs tratamientos con polímeros a diferentes dosis para los condensados.



Los resultados obtenidos para los polímeros son muy semejantes, y no existe una tendencia que marque cual es el mejor tratamiento, pero si es claro que el tratamiento con mejores resultados se obtiene con el polímero S-200 Al a una concentración de 48 ppm con una remoción de sólidos del 49%. La dosis óptima de cal es de 2400 ppm con un pH ajustado de 6.5. Analizando la cantidad de clarificado se encontró que el mejor tratamiento se da con el mismo polímero pero a 40 ppm, con un 62 % de clarificado.

Para el tratamiento de Tricánter se encuentra una tendencia más marcada en los resultados, en la **Figura 20** se puede observar que el tratamiento optimo para la remoción de sólidos se logra con el S-200 Al a 36 ppm (41%). La dosis óptima de cal es a 4000 ppm a un pH ajustado de 6.

Figura 20. Remoción de sólidos y volumen clarificado vs tratamientos con polímeros a diferentes dosis para la fase liquida de tricánter.



Se midieron las propiedades físicas iniciales de las mezclas (ver **Tabla 15**), estos valores son promedios de todas las mediciones, ya que la composición de estas mezclas durante el proceso es muy variable.

Tabla 15. Parámetros iniciales efluentes.

| Efluentes | pH | Conductividad (ms/cm) | Sol. Totales Iniciales (g/l) | Sólidos Disueltos (g/l) | DQO |
|-------------|-----|--------------------------|---------------------------------|-------------------------------|-------|
| Tricánter | 4,5 | 5 | 68,6 | 2,5 | 67000 |
| Condensados | 4,7 | 6,7 | 65,5 | 3,3 | 65000 |

Observando la tabla anterior se puede inferir que la carga orgánica es más elevada en la fase de Tricánter que en los condensados esto explica la alta concentración de cal que se debe usar, como aditivo. El fenómeno se explica por la gran cantidad de área superficial del material coloidal, que deben cubrir los átomos de calcio, cuya función es servir de puente entre las cadenas del polímero y las cadenas del coloide, haciendo que los floculos se hagan más pesados y puedan caer con más velocidad.

El contenido de sólidos disueltos es más elevado en los condensados, este se explica por los metales arrastrados por las paredes de las autoclaves, lo que hace que la mezcla se oxide más rápidamente por su alto contenido de hierro.

El volumen de agua clarificada que se puede obtener de estos efluentes es similar, alrededor de un 40-60% con remoción del 40-50%.

Existen otras formas de purificar el agua de estos efluentes (ver **Figura 21**), como aplicar el polímero en exceso para gelificar la materia coloidal, formando así una pasta que es filtrable fácilmente. La mezcla hay que saturarla con cal e ir adicionando el polímero lentamente hasta observar la compactación del coloide.

Figura 21. Separación por filtración de la materia coloidal en los efluentes.



Esta técnica se exploró de manera superficial, y no se realizó cuantificación de la separación, pero es interesante reportar que sería otra alternativa para tratar este tipo de efluentes, y que más adelante se podría estudiar más a fondo.

3.2.2.2 Coagulación por polímeros para separación de aceite en licor de prensa diluido y recuperados de centrifuga

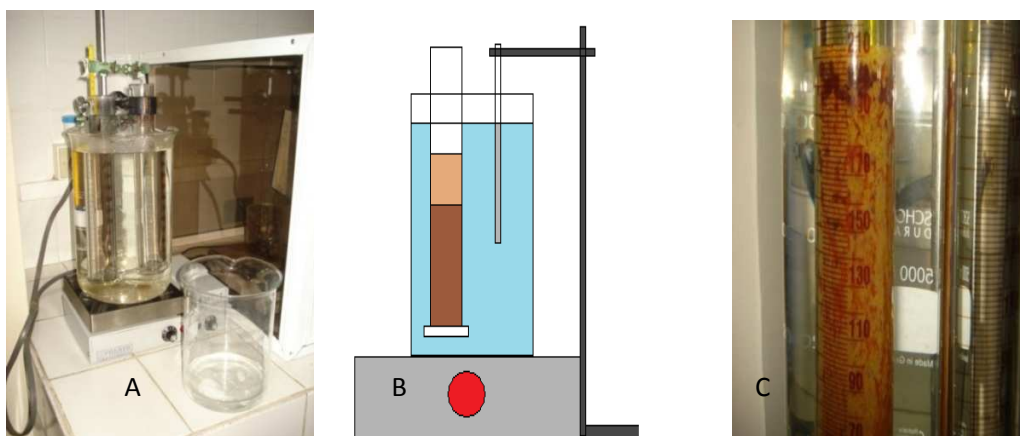
Aunque las mezclas de licor de prensa diluido y recuperados de centrifuga son intermedios en el proceso de clarificación son las más importantes en el proceso extractivo por poseer un alto contenido de aceite. El LPD tiene un contenido del 36 % de aceite y 25 % de agua, el resto son lodos livianos y lodos pesados. El factor de dilución es de 1,4:1 (aceite:agua). La temperatura óptima para la separación es de 90°C.

Cuando se realizaron pruebas preliminares para encontrar los polímeros adecuados para la separación se observó lo siguiente:

- a) Al adicionar cierto tipo de polímeros la emulsión sufre una desestabilización inmediata, que se presenta como un agrietamiento de la materia coloidal y una separación inmediata del aceite.
- b) Los polímeros funcionan a temperatura ambiente, es decir no es necesario calentar la mezcla a 90°C.
- c) El aceite separado tiene un color más claro que el aceite separado por calentamiento.
- d) No es necesario utilizar aditivo de calcio.
- e) La homogenización de la mezcla con el polímero debe ser vigorosa para garantizar un buen mezclado.

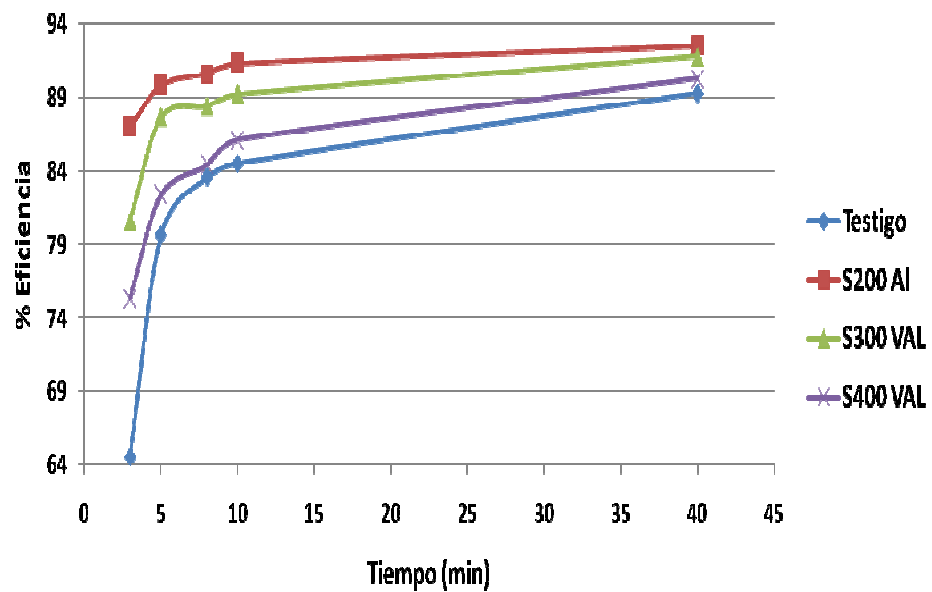
La **Figura 22** muestra el montaje usado para la separación de aceite por calentamiento de la mezcla (a), el diagrama de sedimentación (b), y formación de grietas en la mezcla de LPD (c). Se realizaron curvas de sedimentación para cada tratamiento, estas curvas permiten determinar la eficiencia de la separación.

Figura 22. Montaje de sedimentación y fenómeno de separación del aceite.



En la **Figura 23**, se aprecian las curvas para cada tratamiento en el LPD, estas curvas se construyen a partir del cálculo de eficiencias a diferentes tiempos de la sedimentación.

Figura 23. Curvas de eficiencia para el LPD.



Los polímeros presentan eficiencias mayores al 70% en los primeros 2 minutos, muy superiores a las encontradas para el blanco en el mismo tiempo (10%). A los 40 minutos de sedimentación se ha separado más del 90% del aceite para todos los tratamientos, pero el polímero con mayor eficiencia es el S-200AI a una concentración de 20 ppm.

Tabla 16. Eficiencias de separación para el LPD a 3, 5, 8, 10 y 40 min.

| Tratamiento | EFICIENCIA | | | | |
|-------------|------------|---------|---------|----------|----------|
| | 3 (min) | 5 (min) | 8 (min) | 10 (min) | 40 (min) |
| Testigo | 64,5 | 79,6 | 83,6 | 84,5 | 89,3 |
| S200 AI | 87,0 | 89,8 | 90,6 | 91,4 | 92,5 |
| S300 VAL | 80,6 | 87,7 | 88,4 | 89,2 | 91,8 |
| S400 VAL | 75,3 | 82,4 | 84,4 | 86,1 | 90,3 |

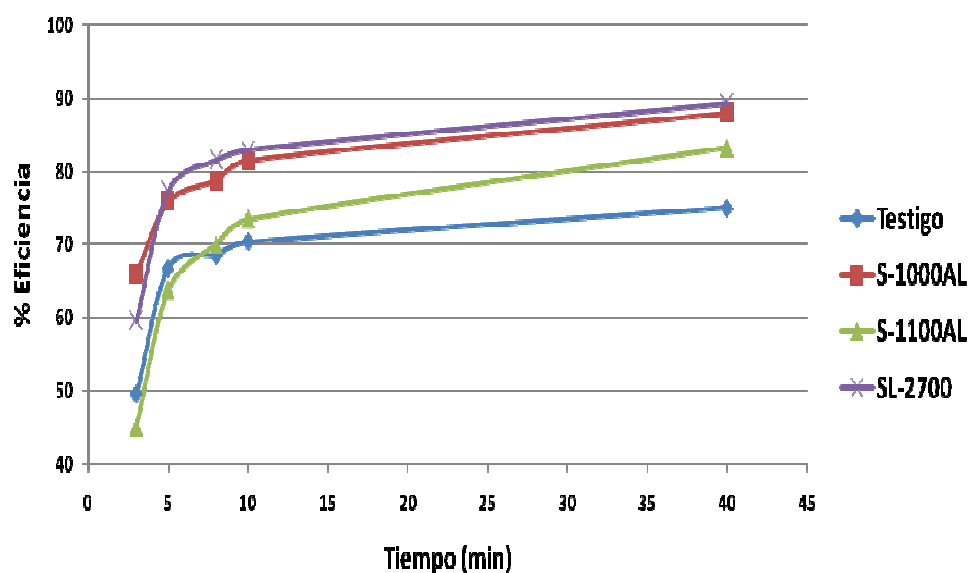
En los recuperados de centrifuga la separación es un poco más lenta, debido a la alta estabilidad que posee esta emulsión, este comportamiento se refleja en los resultados de la **Tabla 17**. La eficiencia a los 3 minutos, es alrededor del 3%, a los 8 minutos de sedimentación se observan eficiencias mayores al 70% para los polímeros. El polímero SL-2700 tiene una eficiencia del 82.93% a los 40 minutos de sedimentación. La concentración óptima del polímero es de 20 ppm.

Tabla 17. Eficiencias de separación para RC a 3, 5, 8, 10 y 40 min.

| Tratamiento | % Eficiencia | | | | |
|-------------|--------------|---------|---------|----------|----------|
| | 3 (min) | 5 (min) | 8 (min) | 10 (min) | 40 (min) |
| Testigo | 2,00 | 60,00 | 65,00 | 65,00 | 70,00 |
| S-1000AL | 3,00 | 57,14 | 74,29 | 80,00 | 80,00 |
| S-1100AL | 4,00 | 70,00 | 75,00 | 75,00 | 77,50 |
| SL-2700 | 4,00 | 59,50 | 77,35 | 81,55 | 82,93 |

En la **Figura 24** se muestran las curvas de eficiencia para los RC, se observa que la eficiencia es casi del 90% para el S-100Al y el SL-2700, estos son polímeros de tipo cationico y anionico respectivamente. En todos los casos la mayor velocidad de separación se da en los primeros 5 minutos, después de este tiempo el porcentaje de eficiencia se mantiene casi constante, pero es notable que existe una diferencia casi del 14% en la eficiencia de separación con el polímero SL-2700, en comparación con la muestra testigo.

Figura 24. Curvas de eficiencia para RC.



El uso de polímeros para aumentar la eficiencia de separación de aceite arroja resultados bastante buenos en comparación con la convencional separación por calentamiento.

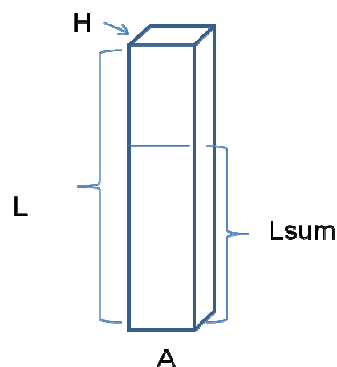
3.2.3 Electrocoagulación

La técnica de electrocoagulación tiene dos efectos sobre la emulsión: electroflotación y coagulación del material coloidal. El primero consiste en el

aprovechamiento del hidrogeno liberado en el cátodo cuya liberación hace que flote parte del coloide. El segundo es una coagulación química ocasionada por el ion del metal del electrodo que se esté utilizando. En este trabajo se usaron pares de electrodos de Hierro y Aluminio, seleccionados por ser elementos metálicos de alta densidad de carga positiva, además que la bibliografía reporta buenos resultados con estos electrodos.²⁰

El procedimiento para la electrocoagulación se describió en detalle en la parte experimental. En la electrocoagulación es importante conocer la densidad de carga que está aportando el electrodo a la mezcla, es decir la cantidad de carga por unidad de superficie, para esto es necesario conocer el área superficial efectiva del electrodo, es decir el área que esta contacto con la mezcla.²¹ La **Figura 25** muestra el esquema de los electrodos que se usaron y sus respectivas dimensiones para el cálculo del área efectiva.

Figura 25. Forma y dimensiones del electrodo.



Los cálculos para determinar el área efectiva se muestran a continuación:

$$\text{Área total} = L \cdot A \cdot 2 + H \cdot A \cdot 2 + H \cdot L \cdot 2$$

$$\text{Área efectiva} = L_{\text{sum}} \cdot A \cdot 2 + H \cdot A + L_{\text{sum}} \cdot H \cdot 2$$

Donde:

L = Altura total del electrodo

Lsum = Altura del electrodo sumergido

H = Grosor del electrodo

A = Ancho del electrodo

La densidad de carga se calcula así:

$$\text{Densidad de corriente} = \text{Corriente} / \text{Área efectiva}$$

Donde:

Densidad de corriente ($\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$, $\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$)

Corriente (A, mA)

Área efectiva (cm^2)

La corriente es suministrada por una fuente de corriente continua, en este proyecto se utilizó una fuente marca PROTEK DF1730SB3A, 0-3A, 0-30V. En las **Tablas 18, 19, 20** se observan las dimensiones reales y efectivas de los electrodos y el sistema de EC.

Tabla 18. Dimensiones de los electrodos de EC.

| Dimensiones | Electrodos | |
|--|------------|-------|
| | Fe | Al |
| Largo (cm) | 20 | 20 |
| Ancho (cm) | 1,8 | 1,8 |
| Grosor (cm) | 0,3 | 0,1 |
| Área Total x Electrodo (cm^2) | 85,08 | 76,36 |

Tabla 19. Dimensiones efectivas de los electrodos de EC.

| Dimensiones | Electrodos | |
|-------------------------------|------------|-------|
| | Fe | Al |
| Lsum (cm) | 7,5 | 7,5 |
| Ancho (cm) | 1,8 | 1,8 |
| Grosor (cm) | 0,3 | 0,1 |
| Área Total (cm ²) | 32,04 | 28,68 |

Tabla 20. Dimensiones efectivas del sistema para cuatro electrodos.

| CARACTERISTICAS MONTAJE | Fe | Al |
|--|--------|--------|
| Numero de Electrodos | 4 | 4 |
| Área Total x Electrodos (cm ²) | 85,08 | 76,36 |
| Área Total Electrodos(cm ²) | 340,32 | 305,44 |
| Área Efectiva x Electrodo (cm ²) | 32,04 | 28,68 |
| Área Total Efectiva(cm ²) | 128,16 | 114,72 |

3.2.3.1 Purificación de efluentes por electrocoagulación

Los efluentes de clarificación son mezclas ricas en agua y material coloidal. La electrocoagulación es una técnica novedosa que ha tenido resultados satisfactorios en el tratamiento de efluentes de industrias de alimentos (vinos, azúcar, cereales), y petróleo. También por su capacidad de retener metales pesados y sustancias toxicas en aguas contaminadas.²²

En este caso los ensayos se realizaron según el diseño experimental expuesto en la metodología, el cual fue optimizado realizando una serie de pruebas exploratorias para encontrar las mejores condiciones operacionales en términos de corrientes, tiempos y cantidad de electrolito de conducción. Este último es

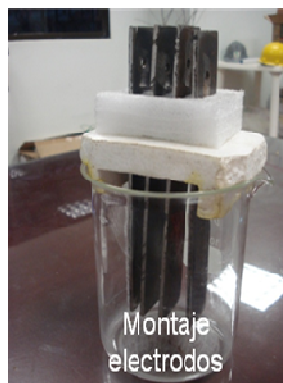
indispensable ya que estas mezclas solas tienen una conductividad muy baja y no permiten el flujo de corriente. La **Figura 26** muestra los electrodos utilizados para los ensayos. Los electrodos, especialmente el ánodo que es el electrodo de sacrificio debían cambiarse aproximadamente cada cuatro ensayos por su desgaste.

Figura 26. Electrodos de Hierro y Aluminio para electrocoagulación.



El sistema de EC se hizo con cuatro electrodos en paralelo (ver **Figura 27**) para garantizar mayor densidad de corriente. El montaje de EC se puede realizar con la cantidad de electrodos que se desee, siempre y cuando exista un número par de estos, además se debe garantizar una separación adecuada entre estos para evitar variaciones en el voltaje.

Figura 27. Montaje de electrodos para electrocoagulación.



Como se menciono anteriormente el electrolito de conducción es importante para garantizar la conductividad en la solución. En los experimentos se utilizó Sulfato de sodio anhidro, que garantiza mayor conductividad iónica que el Cloruro de sodio.

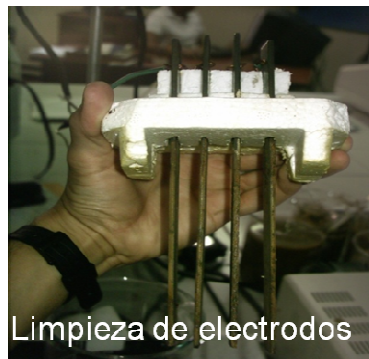
Un experimento de electrocoagulación típico consistía en tomar 800 mL de muestra a la cual se le agregaba el electrolito y se ponía en contacto con el sistema de electrodos. Después de agitar la mezcla a 100 rpm para garantizar su homogeneidad, se encendió la fuente de corriente y se dejo 1 hora de EC. Durante la EC se debe retirar espuma que se forma en la superficie (ver **Figura 28**). Una vez finalizada la EC se miden las propiedades del sobrenadante para determinar la eficiencia de la técnica.

Figura 28. Procedimiento de electrocoagulación para efluentes.



El voltaje de EC aumenta con el tiempo debido a la pasivación de los electrodos, esto ocasiona variaciones de la corriente y por consiguiente cambios en la densidad de corriente, para solucionar este problema se debe detener la EC y lavar los electrodos (ver **Figura 29**). La solución para lavar los electrodos debe ser bastante diluida (0.5 M HCl) para evitar la corrosión de los mismos.²³

Figura 29. Mantenimiento de electrodos.



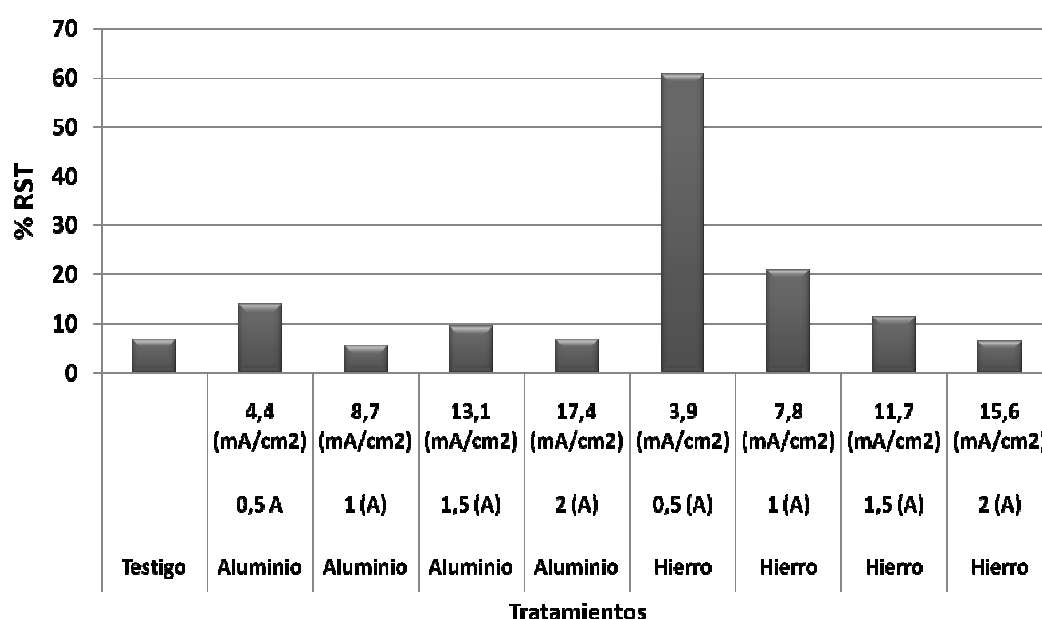
Las mezclas de efluentes toman una coloración diferente de acuerdo con el electrodo utilizado (ver **Figura 30**). El electrodo de hierro tiende a oscurecer la mezcla, y el de aluminio da tonos claros, aunque se observa diferentes fases en la mezcla, y esto se debe a las zonas de reacción inmediata con los iones desprendidos. La fase superior donde está la espuma es de color blanco debido al hidróxido metálico que asciende por flotación, también contiene material coloidal arrastrado por esta espuma. La fase media donde está sumergido el electrodo es la zona de reacción inmediata y la de mayor amplitud, aunque esta puede ir disminuyendo por la formación de espuma y la sedimentación de los lodos.

Figura 30. Mezclas de efluentes después de la electrocoagulación.



La EC arrojó resultados más favorables en comparación con las técnicas de CS y CP en la remoción de sólidos totales, ya que para el electrodo de hierro a la corriente de 0.5 A y densidad de corriente de 3.9 mA/cm² hubo una remoción del 60% para los condensados de esterilización.

Figura 31. Remoción de sólidos de totales vs densidad de corriente para condensados de esterilización.

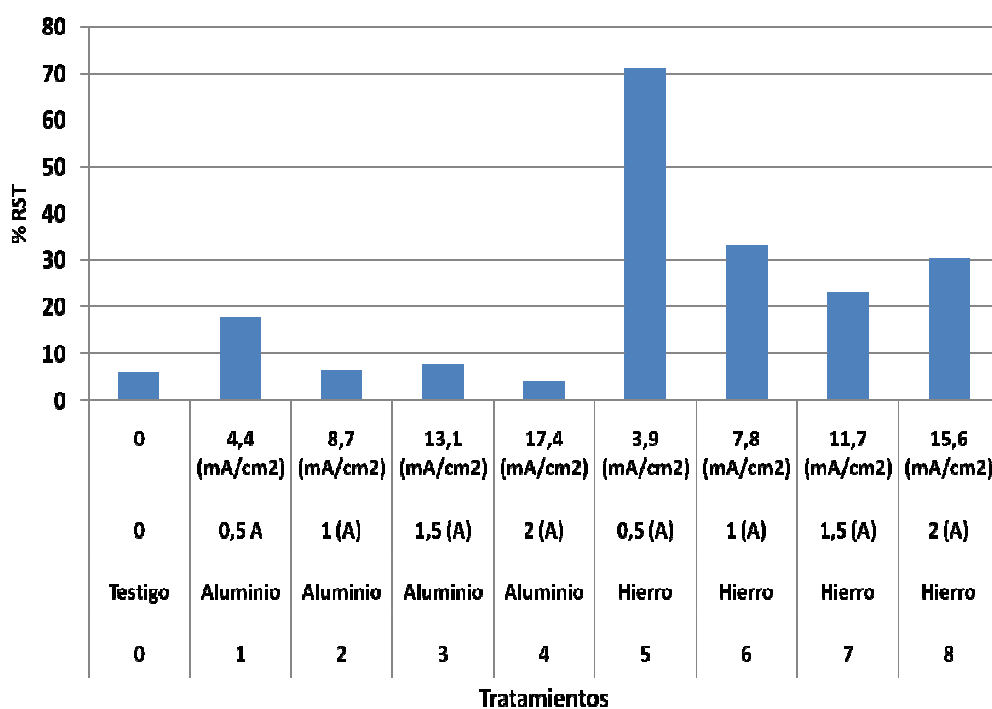


Para los electrodos de aluminio no se observan resultados favorables, menos del 15%, nada comparables con los resultados alcanzados con el hierro. Con los electrodo de hierro se observa que al aumentar la densidad de corriente disminuye la remoción de sólidos, esto se debe a que al aumentar la corriente la liberación de hidrogeno es bastante grande, entonces las burbujas ascienden rápidamente y no tienen un contacto íntimo con la materia coloidal, solo hay arrastre de los hidróxidos metálicos que son menos densos. También de manera semejante el fenómeno de coagulación es como el de las sales, al aumentar la concentración

de iones metálicos puede haber repulsión de cargas positivas que desestabilicen la emulsión. Con la mezcla de tricánter se logran resultados similares. El tratamiento óptimo se logra con electrodo de hierro a 3.9 mA/cm² de densidad de corriente y 0.5A de corriente (20 V). En la **Figura 32** se puede observar los tratamientos para la mezcla de tricánter.

La técnica de EC es efectiva para la remoción de sólidos, pero posee una desventaja que es la pérdida de efluente por formación de espuma. Se considera que regulando las concentraciones de electrolito y las corrientes a niveles bajos se puede disminuir la formación de la espuma y evitar pérdida de volumen, esta es una de las razones por las que no se cuantifico el nivel de clarificado cuando se usa la EC.

Figura 32. Remoción de sólidos de totales vs densidad de corriente para la fase líquida de tricánter.



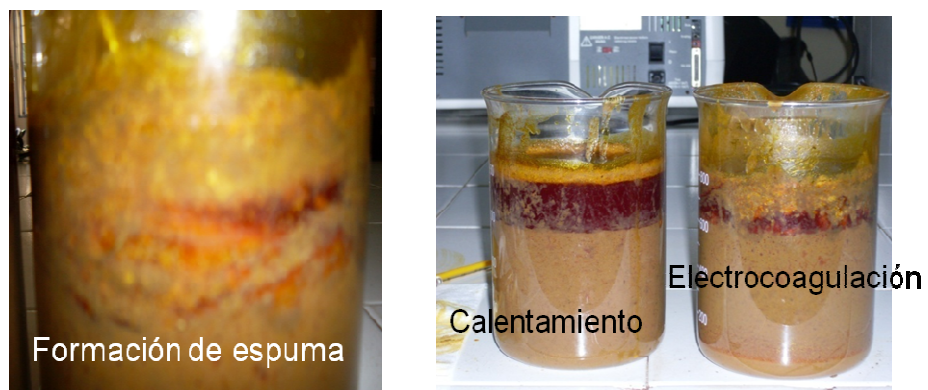
La técnica de EC no ofrece una alternativa positiva para la recuperación de agua en efluente, ya que existe pérdidas de agua por la formación de espumas.

3.2.3.2 Separación de aceite en LPD y RC por electrocoagulación

En el diseño experimental propuesto inicialmente se consideraron pruebas de sedimentación con el LPD y los RC, sin embargo existen una serie de limitaciones que impidieron la aplicación de EC a estos efluentes (Ver **Figura 33**):

- a) Existe formación de hidróxido de aluminio e hidróxido de hierro que se emulsiona en la fase aceitosa y hace difícil su separación.
- b) Los iones metálicos oxidan rápidamente el aceite, cambiándole su color y propiedades.
- c) Disminuye drásticamente el porcentaje de ácidos grasos libres por la presencia de hidróxidos metálicos.
- d) El calentamiento resulta más eficiente para la separación de sólidos.

Figura 33. Mezcla de LPD después de la electrocoagulación.



3.2.4 Tratamiento de efluentes por coagulación con biopolímeros (Quitosano)

El Quitosano es un polímero que se sintetiza a partir de la quitina. Su producción a nivel industrial está limitada por el costo que conlleva la purificación de la quitina, y por esta razón se utiliza principalmente en la medicina y la industria farmacéutica. En los experimentos realizados con Quitosano en el laboratorio no se observó separación alguna en el rango de 0-1000 ppm. El pH se varió entre 3 y 9 en estos experimentos sin ningún efecto. La remoción fue igual que para muestra testigo (6%).²⁴ La **Figura 34** muestra el Quitosano con el que se trabajó. El producto fue suministrado por el INZIT (Instituto Zuliano de Investigaciones Tecnológicas).

Figura 34. Quitosano de bajo peso molecular (75-85% deacetilación).



En síntesis se dejaron de realizar pruebas con el Quitosano, por su ineficiencia y alto costo (\$ 2400/gramo).

3.3 ANÁLISIS ECONÓMICO DE LAS TÉCNICAS

A nivel industrial una de las grandes limitantes para la aplicación de nuevas técnicas y procedimientos es el factor económico, por esta razón el enfoque del proyecto fue encontrar la técnica que diera mejores resultados con mínima inversión. La **Tabla 21** contiene los costos de materiales para cada técnica.

Los costos en efluentes se deben calcular teniendo en cuenta una serie de parámetros como son: Costo de reactivos por peso, flujo del efluente, dosis óptima, y factores de conversión que permitan mostrar dichos costos en pesos por TonRFF. La fórmula para calcular dichos costos es la siguiente:

$$\text{Costo técnica} \left(\frac{\$}{\text{TonRFF}} \right) = \frac{\text{Dosis óptima (ppm)} \cdot \text{Costo reactivo} \left(\frac{\$}{\text{Kg}} \right) \cdot \text{Flujo efluente} \left(\frac{\text{m}^3}{\text{TonRFF}} \right)}{1000}$$

Tabla 21. Costos de materiales para las técnicas.

| Materiales | Descripción | Cantidad/Unidad | Costo (\$) |
|---------------------|--------------------|------------------------|-------------------|
| | Efluentes, | | |
| Polímeros | LP y RC (CP) | 1 Kg | 8000 |
| Cal hidratada | Efluentes (CP) | 1 Kg | 650 |
| Sulfato de aluminio | Efluentes (CS) | 1 Kg | 163200 |
| Cloruro de calcio | Efluentes (CS) | 1 Kg | 148800 |
| Sulfato de sodio | Efluentes (EC) | 1 Kg | 72800 |
| Energía (Tprom) | Efluentes (EC) | Kw-h | 225,42 |

La **Tabla 22** contiene información necesaria para calcular los costos. El flujo para los condensados y tricánter son 0.2 m³/Ton RFF y 0.18 m³/Ton RFF respectivamente.

Tabla 22. Costos para el tratamiento de efluentes por coagulación con sales y polímeros.

| Técnica | Mezcla | Tipo sal/polímero | Dosis (ppm) | % RST | % Vol. Clar. | \$/RFF |
|----------------------------------|--------------------|---------------------|-------------|-------|--------------|---------|
| Coagulación por sales | Condensados | Sulfato de aluminio | 4500 | 22 | 33 | 183.600 |
| | | Cloruro de calcio | 5000 | 20 | 33 | 186.000 |
| | Efluente Tricánter | Sulfato de aluminio | 5000 | 25 | 35 | 146.880 |
| | | Cloruro de calcio | 5500 | 21 | 30 | 147.312 |
| Coagulación por polímeros | Condensados | S-200AL | 48 | 30 | 65 | 193,50 |
| | | S-400VAL | 48 | 30 | 60 | 193,50 |
| | Efluente Tricánter | S-200AL | 24 | 49 | 35 | 164,56 |
| | | S-200AL | 36 | 46 | 38 | 181,84 |

El cálculo para los costos de tratamiento de efluentes por electrocoagulación, ya que hay que calcular un parámetro adicional denominado Consumo de Energía Eléctrica Específico, este parámetro cuantifica la potencia consumida por hora para remover un gramo de sólidos totales, su cálculo se realiza de la siguiente forma:

$$CEEE = \frac{V \cdot I \cdot T}{(ST_i - ST_f) \cdot V_m}$$

Donde:

CEEE = Consumo de Energía Eléctrica Específico (Kw-h/g solido removido)

V = Voltaje (Voltios)

I = Corriente (Amperios)

T = Tiempo de Electrocoagulación (h)

STi = Sólidos Totales Iniciales (g/L)

STf = Sólidos Totales finales (g/L)

Para calcular el costo de la técnica en pesos por tonelada de RFF se procede de la siguiente forma:

$$\text{Costo tecnica} \left(\frac{\$}{\text{TonRFF}} \right) = CEEE \left(\frac{W-h}{g} \right) * T_{\text{prom}} \left(\frac{\$}{W-h} \right) * (STi - STf) \left(\frac{g}{L} \right) * V_m(L) * 1000$$

La **Tabla 23** contiene el costo de la técnica por tonelada de RFF procesado, pero aun así necesita de las variables específicas de la técnica para poder realizar dicho cálculo. T_{prom} es la tarifa promedio que maneja la planta extractora por cada vatio de energía que consume por hora.

La **Tabla 24** contiene los parámetros necesarios para calcular los costos para el tratamiento de efluentes por la técnica de electrocoagulación.

Tabla 23. Costos para el tratamiento de efluentes por electrocoagulación.

| Efluente | Tipo Electrodo | Densidad corriente (mA/cm ²) | % RST | T _{prom} (\$/kW-h) | \$/ RFF |
|-------------|----------------|--|-------|-----------------------------|-----------|
| Condensados | Hierro | 3,9 | 60,68 | 225,42 | 86.823,75 |
| Tricánter | Hierro | 3,9 | 70,95 | 225,42 | 67.099,50 |

Tabla 24. Variables para el cálculo de costos en efluentes por EC.

| Efluente | Corriente (A) | Voltaje (V) | Tprom (\$/W-h) | Tiempo EC (h) | Sti (g/L) | Stf (g/L) |
|-------------|------------------|----------------|-------------------|------------------|--------------|--------------|
| Tricánter | 0,5 | 2 | 0,22542 | 1 | 70,5 | 20,45 |
| Condensados | 0,5 | 2 | 0,22542 | 1 | 52,5 | 20,67 |

Los costos para la separación de aceite por polímeros, que fue la técnica que se encontró más adecuada en términos de recuperación, se calculan de manera diferente que para los efluentes. A continuación se describe la ecuación para realizar dicho cálculo.

$$\text{Costo técnico} \left(\frac{\$}{\text{TonRFF}} \right) = \frac{\text{Dosis óptima (ppm)} \cdot \text{Costo reactivo} \left(\frac{\$}{\text{Kg}} \right) \cdot \text{Flujo salida vertedero} \left(\frac{\text{m}^3}{\text{h}} \right)}{1000 \cdot \text{Capacidad planta} \left(\frac{\text{tonRFF}}{\text{h}} \right)}$$

La **Tabla 25** contiene la información de la dosis óptima y el costo de la técnica, pero no registra alguna información importante, que tiene que ver con el procesamiento y capacidad de la planta. El flujo de salida del vertedero del LPD es de 22 m³/h, la capacidad de procesamiento de la planta es 45 Ton/h.

Tabla 25. Costos para la separación de aceite en LPD y RC por polímeros.

| Tipo Polímero | Mezcla | Dosis (ppm) | % eficiencia (40min) | \$/RFF |
|------------------|--------|-------------|-------------------------|----------|
| S-200 AL | LPD | 20 | 92,6 | \$ 78,22 |
| SL-2700 | RC | 20 | 98 | \$ 71,11 |

Para los RC cambia el flujo de salida de la chaza de recuperados con un valor de $20 \text{ m}^3/\text{h}$, la capacidad de procesamiento de la planta es igual, y tiene que ver con la cantidad de fruta que pueden procesar las prensas que extraen el licor del fruto.

En síntesis la técnica mas económica y viable industrialmente es la utilización de polímeros tanto para la recuperación de efluentes como para la separación de aceite en clarificación.

4. CONCLUSIONES

- La etapa con mayor recuperación de aceite es la de preclarificadores (77%).
- La etapa con menor recuperación de aceite es la de tanques clarificadores (6%).
- La mayor pérdida de aceite se encuentra en la fase líquida del Tricánter (10 g/L).
- La Electrocoagulación es la técnica más eficiente para la Remoción de Sólidos Totales en efluentes (70%).
- Los polímeros son adecuados para la recuperación de agua en los efluentes (40%).
- El tratamiento de efluentes requiere dosis elevadas de sales
- La separación de aceite en clarificación es más eficiente con polímeros.
- El tratamiento de efluentes con polímeros es óptimo con la adición de un aditivo (cal).
- La Electrocoagulación en clarificación es perjudicial para la calidad del aceite.
- En síntesis la técnica con los mejores resultados (tratamiento y costos), es la coagulación con polímeros.

5. RECOMENDACIONES

- Realizar balances periódicos en clarificación para tener conocimiento concreto de las composiciones y flujos durante diferentes etapas del proceso.
- Realizar más estudios con polímeros teniendo en cuenta las condiciones óptimas, y análisis con más variables.
- Realizar pruebas con polímeros en el rango de concentraciones de 10-40 ppm, con intervalos más pequeños.
- Diseñar un sistema de dosificación de cal diluida (agitación continua).
- La preparación de los polímeros debe ser inmediata al uso.
- Realizar prueba piloto con polímeros.
- Realizar curvas de coagulación (%RST vs Tiempo), para determinar tiempos de residencia.
- Realizar caracterización de aceite separado por polímeros mediante un perfil cromatográfico por HPLC acoplado a masas.
- Realizar estudios en microfiltración por membranas poliméricas, biodigestores y sonoquímica.
- Realizar pruebas de coagulación con sales de tipo de comercial para mitigar los altos costos con reactivos analíticos.

6. BIBLIOGRAFIA

- [1] BERNAL, F. El Cultivo de la Palma de Aceite y su Beneficio. Guía para el Nuevo Palmicultor. FEDEPALMA-CENIPALMA. **2005**.
- [2] Bastos, J.M., Zambrano, L.S. Separación de emulsiones aceite-agua-lodos provenientes del proceso de extracción de aceite de palma mediante técnicas de microondas. Trabajo de grado de ingeniería química UIS., **2006**.
- [3] Rojas, L., Hernández, O. Aplicación y Evaluación de los Efectos de Campos Magnéticos en el Rendimiento de la Extracción de Aceite Crudo de Palma. Trabajo de Grado Ingeniería Química UIS., **2004**.
- [4] Adamson, A. W. Physical Chemistry of Surfaces, Wiley-Interscience Publication. **1997**, Sixth Edition.
- [5] Cheryan, M.; Rajagopalan, N. Membrane Processing of Oily Streams, Wastewater Treatment and Waste Reduction, J. Membr. Sci. **1998**, *151*, 13–28.
- [6] Kim, B. R.; Kails, E. M.; Florkey, D. L.; Swatsenbarg, S. L.; Luciw, L.; Bailey, C. H.; Gaines, W. A.; Phillips, J. H.; Kosokowsky, G. G. Evaluation of Commercial Ultrafiltration Systems for Treating Automotive Oily Wastewater, Water Environ. Res. **1998**, *70*, 1280–1289.
- [7] Rios, G.; Pazos, C.; Coca, J. Destabilization of Cutting Oil Emulsions Using Inorganic Salts as Coagulants, Colloid Surf. **1998**, *A (138)*, 383–389.
- [8] Duncan, J. S. Introduction to colloid and surface chemistry, 4th edition, Butterworth. **2003**, 265-270.

- [9] Bolto, B.; Gregory, J. Organic Polyelectrolytes in Water Treatment, *Water Res* **2007**, *41*, 2301-24.
- [10] R. Shrestha, A. Thompson, R. Espinosa. The effectiveness of polymers and additives on reducing suspended sediment. *The journal of soil and water conservation.*, **2006**, 3 169-176.
- [11] R.A. Davidson, C.F. Davidson, A. Roa-Espinosa. Linear anionic polyacrylamide as an effective post-fire soil treatment: Understanding the chemistry and physical science. *journal of soil and water conservation.*, **2009**, 64 243-252.
- [12] Mohd, A. H. , Mohd, H. P. Pre-treatment of Palm Oil mill Effluent (POME): a Comparison Study using Chitosan and Alum, *Malaysian Journal of Civil Engineering*. **2007**, *19*(2), 128-141.
- [13] Bensadok, K.; Benammara, S.; Lopicque, F.; Nezzal, G. Electrocoagulation of Cutting Oil Emulsions using Aluminium Plate Electrodes, *Journal of Hazardous Materials*. **2008**, *152*, 423–430.
- [14] Chen-Lu, Y. Electrochemical Coagulation for Oily Water Demulsification, *Separation and Purification Technology*. **2007**, *54*, 388–395.
- [15] Cañizares, P.; Martínez, F.; Jiménez, C.; Sáez, C.; Rodrigo, M. A. Coagulation and Electrocoagulation of Oil-in-Water Emulsions, *Journal of Hazardous Materials*. **2008**, *151*, 44–51.
- [16] CENIPALMA. Manual de laboratorio. Plantas de beneficio primario para fruto de palma de aceite. **2006**.

[17] Ceniavances. Metodología de las Pruebas de Sedimentación para el estudio del Proceso de Clarificación del Aceite Crudo de Palma, Cenipalma. **2007**, 155.

[18] Hoe, L. K., Whiting, D. A. Material Balances of Palm Oil Mill Clarification Station, Harrisons and Crosfield, Malaysia. **2006**, 51-66.

[19] Diaz, O. M., Yañez, E. E. Estudio del Nivel de Dilución Apropiado del Licor de Prensa, apoyado en el Diseño y Evaluación de los Sistemas de Control Automático. CENIPALMA-Norte Aceites S.A., **2005**.

[20] Ashraf Y. H. Separating Oil from Oil-Water Emulsions by Electroflotation Technique, Separations Technology. **1996**, 6, 9-17.

[21] Chen, G. Electrochemical Technologies in Wastewater Treatment, Sep. Purif. Technol. **2004**, 38 (1), 11–41.

[22] Moh, F. B. Tertiary Treatment of Palm Oil Mill Effluent (POME) using Chemical Coagulation, Bachelor of Civil Engineering, University Technology of Malaysia. **2008**.

[23] Umran, T. U., Savas, K., Ulker, B. O. Electrocoagulation of vegetable oil refinery wastewater using aluminum electrodes, Journal of Environmental Management. **2009**, 428-433.

[24] Bratskaya, S.; Avramenko, V.; Schwarz, S. B.; Philippova, I. A. Enhanced Flocculation of Oil-in-Water Emulsions by Hydrophobically Modified Chitosan Derivatives, Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects **2006**, 275, 168–176.

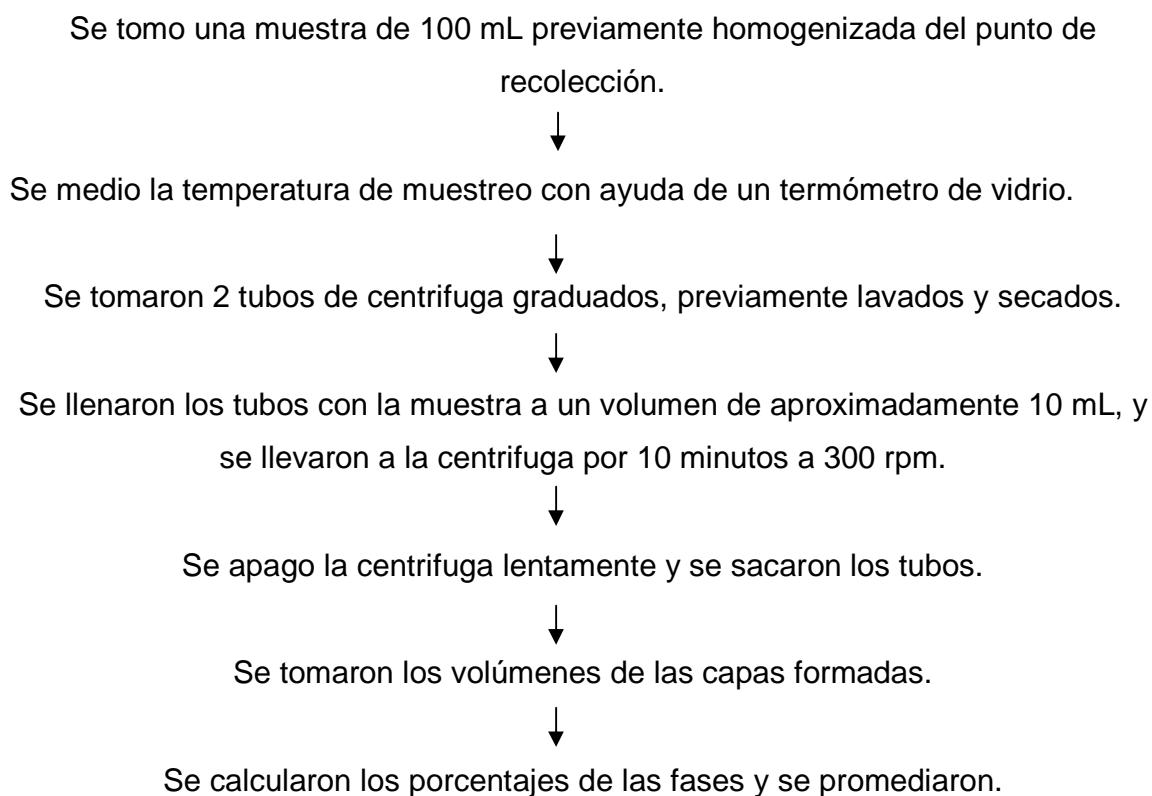
ANEXOS

Anexo 1. CARACTERIZACIÓN DE LOS EFLUENTES

➤ ANÁLISIS RÁPIDOS

Los análisis rápidos permiten conocer la composición volumétrica de un flujo líquido por medio de la centrifugación.

Diagrama de flujo del procedimiento



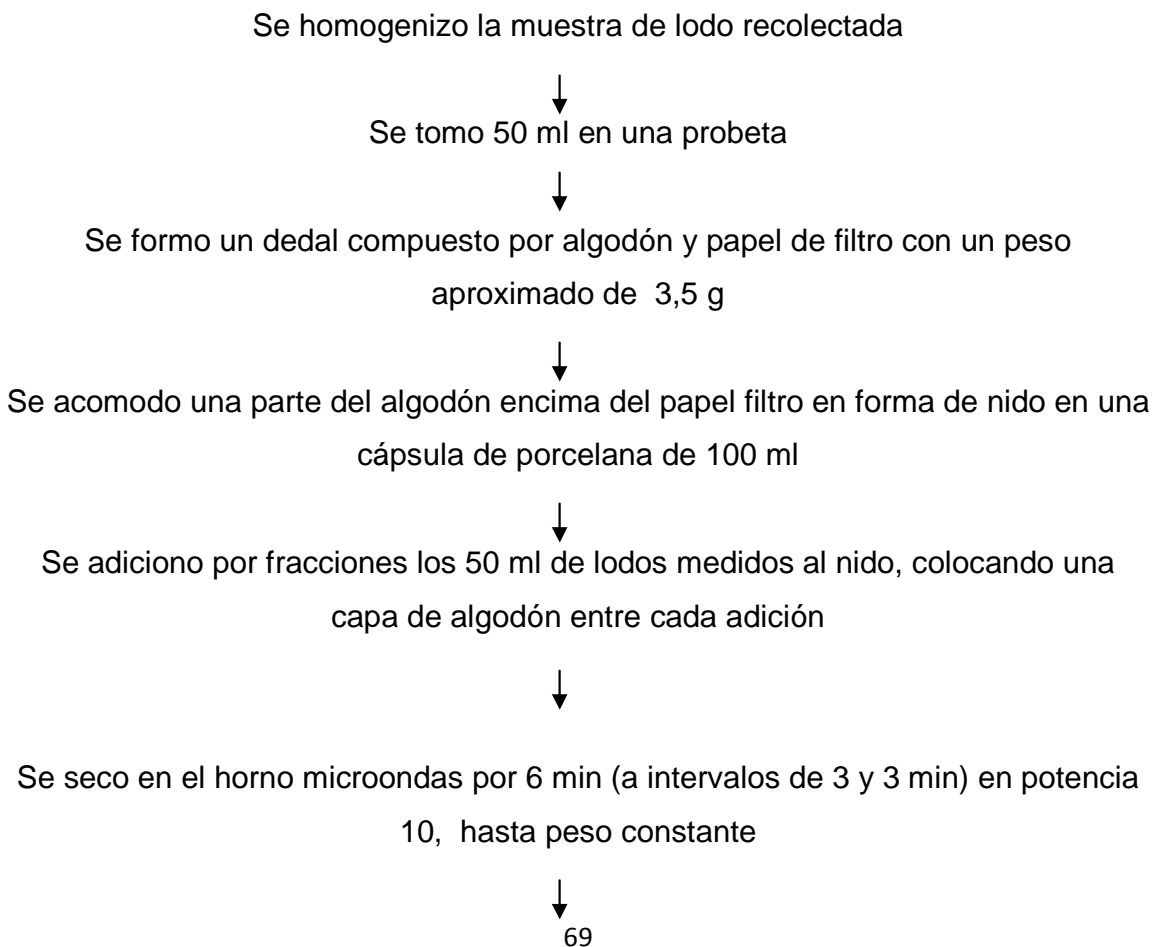
Cálculos

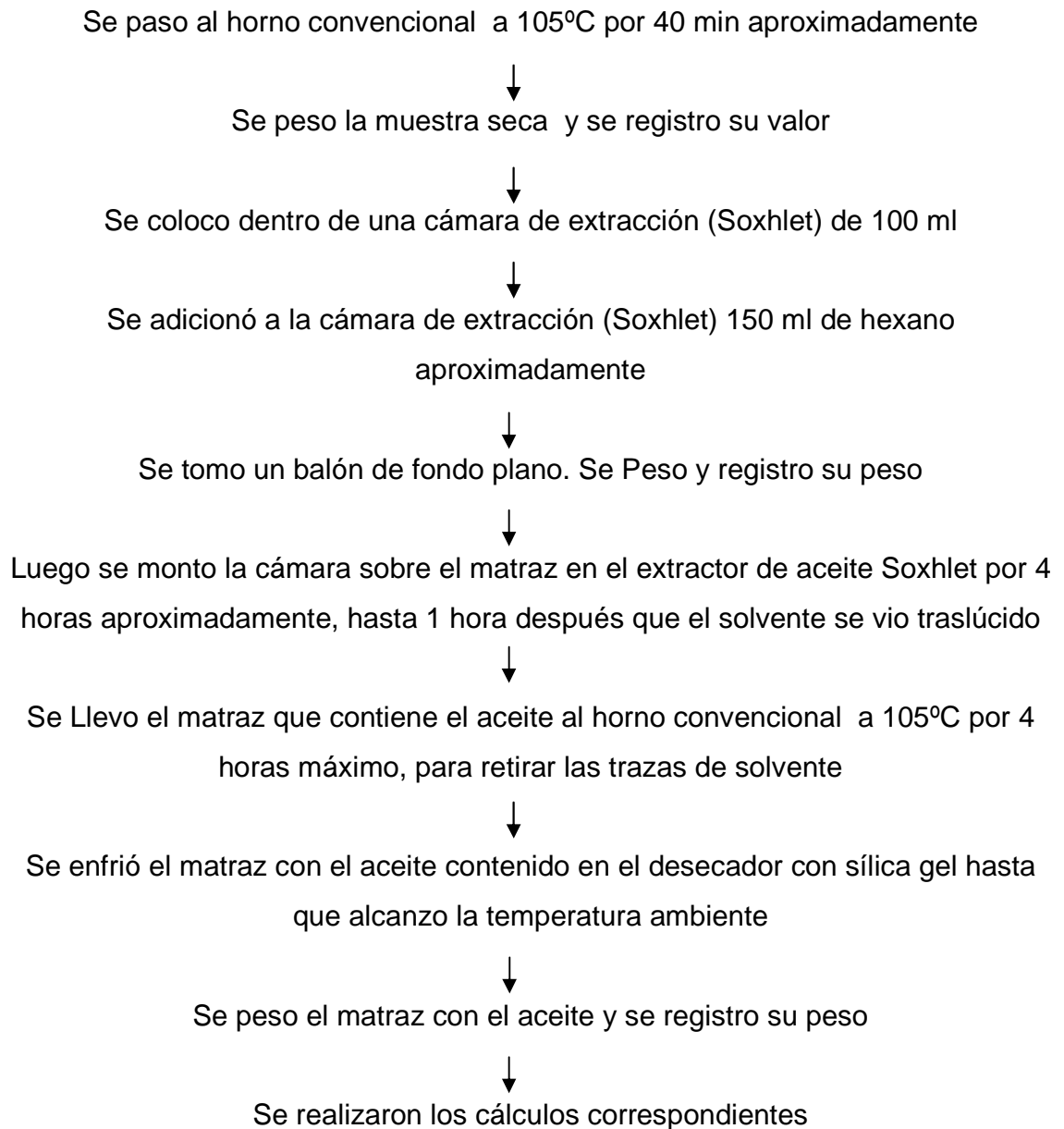
| | |
|-----------------------|---|
| % de Aceite = | (ml de aceite / volumen de la muestra)*100 |
| % de Lodos livianos = | (ml de lodos livianos/ volumen de la muestra)*100 |
| % de Agua = | (ml de agua / volumen de la muestra) *100 |
| % de Lodos pesados = | (ml de lodos pesados / volumen de la muestra)*100 |

➤ PÉRDIDAS DE ACEITE EN EFLUENTES

Este procedimiento se realiza en el laboratorio de calidad de Aceites y es tomado del manual de laboratorio de plantas de beneficio de Cenipalma.

Diagrama de flujo del procedimiento





Cálculos

| | |
|--------------------------|--|
| Peso aceite = | (peso matraz con aceite - peso matraz vacío) |
| g/L aceite = | (peso de aceite*1000)/50 |
| % aceite = | (peso aceite/peso muestra)*100 |
| % ac/ssna = | (peso aceite/peso muestra seca - peso aceite)*100 |
| % humedad lodos = | (peso muestra – peso muestra seca)/peso muestra *100 |
| % ssna = | 100 – (% humedad + % aceite) |

➤ DEMANDA QUÍMICA DE OXIGENO

La muestra se sometió a un calentamiento con reflujo en presencia ácido sulfúrico y una cantidad conocida de dicromato potásico. El exceso de dicromato se valora con Sulfato de amonio ferroso (FAS). La cantidad de materia oxidable es proporcional al dicromato potásico consumido. Los reactivos utilizados fueron preparados en el laboratorio.

Diagrama de flujo del procedimiento

Se Pipetearon 10 ml de muestra, y se llevaron a dilución de 100 mL en un balón aforado, de esta solución se tomo una alícuota de 10 mL y nuevamente se llevo a dilución de 100 mL con agua destilada



Luego se añadió 0.22 g de sulfato mercúrico y 5 ml de solución de sulfato de plata, la mezcla se agito suavemente hasta disolver el sulfato mercúrico



Luego se añadió 5 ml de solución de dicromato potásico 0,025N y después 10 ml de solución de sulfato de plata, lentamente y con agitación suave



Se calentó a ebullición durante dos horas bajo refrigerante a reflujo adaptado al matraz



Luego se dejó enfriar y se tituló con la solución de FAS 0,05N, utilizando ferroína como indicador (2 gotas).



Se realizó paralelamente una determinación del blanco tomando 10 ml de agua destilada y realizando las mismas operaciones que para la muestra



Se calculó la D.Q.O., en mg de oxígeno por litro, de la siguiente manera:

Cálculos

$$\text{D.Q.O} = (V_o - V) * N \text{ del FAS} * 8000 * \text{F.D} / V_m$$

V_o = volumen de FAS gastado para el blanco.

V = volumen de FAS gastado para la muestra.

N = normalidad de la solución de FAS (0.056).

V_m = volumen de muestra (10 mL).

F.D = Factor de dilución (100)

Anexo 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

➤ TRATAMIENTO EFLUENTES CON POLIMEROS

Procedimiento

- Tomar 5 L de muestra tanto de Tricánter como de condensados.
- Medir los parámetros iniciales de las muestras (Temperatura, pH, Sólidos Totales, DQO, Conductividad, SDT).
- Realizar la prueba de coagulación a temperatura de proceso.
- Tomar 500mL de muestra en un vaso de 600mL (es importante homogenizar muy bien la muestra antes de llevarla al vaso donde se va a realizar la sedimentación).
- Los polímeros previamente deben ser preparados a las concentraciones mencionadas con agua de proceso (Se debe agitar por lo menos durante 30min la mezcla del polímero para eliminar los grumos formados).
- Tomar una muestra como testigo y las otras cinco como prueba del polímero, en el montaje de jarras.
- Las condiciones del test de jarras sugeridas son las siguientes:
 - Velocidad de agitación rápida: 100rpm por 1min.
 - Velocidad de agitación lenta: 15rpm por 2min.
 - Tiempo de sedimentación: 60min.
- Colocar las muestras en el equipo de jarras y ajustar el pH a 6 con cal hidratada (hidróxido de calcio al 20%).
- Adicionar los volúmenes de polímeros calculados con jeringas.
- Seguir el procedimiento de coagulación. En el caso de los condensados de esterilización se deben agregar 3 mL del Polímero de aluminio (SRH-100), como floculante, en la etapa de agitación lenta.
- Cuando haya terminado el tiempo de sedimentación, se debe tomar muestra del sobrenadante y medir los parámetros finales, así como el volumen de clarificado.

➤ TRATAMIENTO EFLUENTES POR ELECTROCOAGULACION

Procedimiento

- Tomar 5L de muestra, homogenizar y medir las siguientes propiedades físicas: Temperatura, pH, Conductividad, Sólidos Disueltos Totales, DQO, Sólidos Totales.
- Adicionar 800mL de muestra al vaso de 1L.
- Realizar el montaje de EC. El sistema consta de un sistema de electrodos de Hierro y Aluminio dispuestos en paralelo*. El sistema de electrodos se sumerge a 2.5 cm del fondo del vaso. Los electrodos están separados 1.5cm entre sí. Las dimensiones de los electrodos de aluminio son: 20cm, 19mm, 1mm. Las dimensiones de los electrodos de hierro son: 20cm, 19mm, 3mm. El área efectiva por el electrodo es: Al (30.19 cm²), Fe (33.57cm²).
- Antes de cada corrida de EC, se debe lavar los electrodos con solución diluida de HCl 0.1N.
- Colocar el sistema en agitación por medio de una barra magnética a una velocidad de 100 rpm.
- Adicionar 1g de sulfato de sodio a la muestra como electrolito de conducción.
- El sistema de EC, se debe colocar por una hora a la corriente escogida en el diseño experimental.
- Al finalizar la EC, se toma muestra del sobrenadante y se miden nuevamente las propiedades físicas.
- Medir el volumen de clarificado.

➤ TRATAMIENTO DE RECUPERADOS DE CENTRIFUGA POR
POLIMEROS

Procedimiento

- Tomar 5 L de muestra de Recuperados de Centrifuga.
- Determinar la composición volumétrica de sus componentes (análisis rápidos).
- Distribuir en 5 beaker muestras de 500 ml de RC en cada vaso.
- Luego tomar uno de los beaker con muestra y agregar ml a ml de polímero según la distribución del diseño experimental.
- Una vez notado el cambio, Hacer un mezclado suave por transvasado y agregar 250 ml a la probeta en Baño de María a 95 °C
- Registrar el volumen y tiempo de separación del aceite en la probeta por 40 minutos.

➤ TRATAMIENTO DE LICOR DE PRENSA DILUIDO POR POLIMEROS

Procedimiento

- Tomar 5 L de muestra de licor de prensa diluido
- Determinar la composición volumétrica de sus componentes.
- Distribuir en 6 beaker muestras de 500 ml de LP en cada uno
- Luego tomar uno de los beaker con muestra y agregar ml a ml de polímero según la distribución del diseño experimental.
- Una vez notado el cambio, Hacer un mezclado suave por transvasado y agregar 250 ml a la probeta en Baño de María a 95 °C
- Registrar el volumen y tiempo de separación del aceite en la probeta por 40 minutos.

➤ TRATAMIENTO DE LPD Y RC POR ELECTROCOAGULACION

Procedimiento

- Tomar 5 L de muestra de LPD y RC. Homogenizar y determinar su composición por análisis rápidos.
- Homogenizar y agregar 500 mL de muestra en un vaso de 600 mL. Mantener la muestra en un calentamiento suave a 80°C.
- Realizar el montaje de EC, acoplado al sistema de sedimentación. Los electrodos se sumergen a 2.5 cm del fondo de la probeta. Los electrodos se separan a una distancia de 1.6 cm. La altura sumergida del electrodo es 19.8 cm en los 250 mL de muestra.
- El baño de agua se debe mantener a 90°C .
- A la muestra precalentada se le debe adicionar 1g de sulfato de sodio a la muestra como electrolito de conducción y se homogeniza por trasvasado suave.
- Adicionar en la probeta 250 mL de muestra de LPD o RC.
- Medir los tiempos de formación de aceite por 40min.
- La eficiencia de la EC, se calcula por el procedimiento de eficiencia y velocidad de separación.