

**RECUPERACIÓN DE LA BENTONITA, UTILIZADA EN EL PROCESO DE
FILTRADO DE ACEITES VEGETALES Y SU APLICACIÓN EN LA
ELIMINACIÓN DE LOS PRINCIPALES CATIONES METÁLICOS CONTENIDOS
EN LAS AGUAS RESIDUALES PROVENIENTES DE LOS TALLERES DE
GALVANOPLASTIA**

ELIANA LINSAY ESPINEL



**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA
2008**

**RECUPERACIÓN DE LA BENTONITA, UTILIZADA EN EL PROCESO DE
FILTRADO DE ACEITES VEGETALES Y SU APLICACIÓN EN LA
ELIMINACIÓN DE LOS PRINCIPALES CATIONES METÁLICOS CONTENIDOS
EN LAS AGUAS RESIDUALES PROVENIENTES DE LOS TALLERES DE
GALVANOPLASTIA**

ELIANA LINSAY ESPINEL



**QUIMICA
INDUSTRIAL**

**TRABAJO DE GRADO PRESENTADO COMO REQUISITO PARA OBTENER
EL TÍTULO DE QUÍMICA**

Director:

JOSÉ CARLOS GUTIÉRREZ GALLEGO Ms.C.

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUÍMICA
BUCARAMANGA
2008**

DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado para aquellos que siempre estuvieron conmigo y creyeron en mis capacidades intelectuales, para aquellos que creen que la vida no tiene recompensas y quieren desfallecer al estar en la mitad del sendero, para aquellos que han sufrido un tortuoso camino tratando de alcanzar sus metas, para aquellos que no creen tener esperanzas de terminar lo que un día empezaron, porque siempre por muy difícil que sea una situación si hay perseverancia y esfuerzo se puede lograr.

En especial a mi querida hermana incondicional Esina Yosyabeth Melo Espinel y principalmente a mi madre Flor Emisiana Espinel Guerrero.

AGRADECIMIENTOS

- **Director del trabajo de grado: Msc. JOSÉ CARLOS GUTIÉRREZ**
- **EMPRESAS:**
 - **S&S (Simons&Simons)**
 - **SACEITES S.A.**
- **LABORATORIOS**
 - **CROMATOGRAFÍA UIS (Directora: Dra. Helena Stachenko)**
 - **RAYOS X UIS (Director: Dr. José Antonio Henao)**
- **Qca. MARY HELENA TORRES**
- **Qco. JOSÉ LUIS CABALLERO**
- **Qca. INGRID MIRANDA**
- **Técnicos de la escuela de Química: Adolfo Hernández, Jesús Ramírez y Alejandro Torres**
- **MIS AMIGOS Y COMPAÑEROS:**
 - **Ing. YEBRAIL BOTELLO**
 - **XIMENA ZÁRATE**
 - **ÁNGELA RODRÍGUEZ**
 - **MELBA SÁNCHEZ**
 - **MANUEL ROA**
 - **JONHANSON STRAUSS**
 - **A MI FAMILIA, EN ESPECIAL A MI HERMANA ELINA.**

ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

A	Absorbancia
A.A.	Absorción atómica
ac	Acuoso
Ads.	Adsorbida
BAN	Bandera
DRX	Difracción de Rayos X
GS/MS	Espectroscopia de gases acoplada a masas
h	Horas
IR	Infra-rojo
Kd	Constante de distribución
l	Líquido
M	Molaridad
MP	Muestra problema
mT	muestra Tonsil
N	n/g (Moles/gramos, no confundir con normalidad)
n/g Ads.	Moles/gramos adsorbidos
n/L Ads.	Moles/litro adsorbidos
PET	Petrel
SACEITES S.A	Santandereana de aceites sociedad anónima
V	Versión
YAC	Yacimiento

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
1. OBJETIVOS	16
1.1 OBJETIVO GENERAL.....	16
1. 2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	17
5. MARCO TEÓRICO	20
5.1 Galvanotecnia	27
6. ESTADO DEL ARTE	28
7. PARTE EXPERIMENTAL.....	30
7. 1 Preliminares.....	30
7. 2 Adsorción.....	31
7. 3 Estadística	32
8. 1. Fase orgánica	33
8. 2 Fase inorgánica	33
8. 3 Porcentaje de humedad.....	42
8. 4 Extracción en caliente	43
8. 5 Extracción en frío	45
8. 6 Tratamiento térmico.....	47
8. 7 Adsorción azul de metileno.....	49
8. 8 Adsorción violeta de Genciana	50
8. 9 Adsorción cationes metálicos.....	52
9. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	61
9.1 Propiedades organolépticas de la muestra	61
9. 2. 1 Análisis de sustancias presentes en la muestra.....	61
9. 2. 2 Espectros GC/MS	61
9. 2. 3 Análisis por Difracción de Rayos X:	62
La Muestra 8 es la bentonita post consumo tratada térmicamente a 1000°C y contiene los siguientes compuestos inorgánicos:.....	63
9.3 Porcentaje de humedad.....	63
9.4 Extracción en caliente	64
9.5 Comparación de los tres métodos.....	64
CONCLUSIONES	69
RECOMENDACIONES.....	70
BIBLIOGRAFÍA	71
ANEXOS.....	75

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Análisis químico, Capacidad de intercambio catiónico (CIC) y cationes totales por elemento	24
Tabla 2. Características de la montmorillonita en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.	34
Tabla 3. Características de la nontronita en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.	34
Tabla 4. Características de la gipsum syn en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.	35
Tabla 5. Características de la anhidrita en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.	35
Tabla 6. Características del cuarzo en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.	36
Tabla 7. Características de la illita en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.	36
Tabla 8. Características de la montmorillonita en el difractograma de rayos X en la muestra cero.	37
Tabla 9. Características de la anhidrita en el difractograma de rayos X en la muestra cero.	37
Tabla 10. Características del alfa cuarzo alfa en el difractograma de rayos X en la muestra cero.	38
Tabla 11. Características de la montmorillonita 15A en el difractograma de rayos X en la muestra cero.	38
Tabla 12. Características del cuarzo alfa en el espectro de difracción de rayos X en la muestra cinco.	39
Tabla 13. Características de la muscovita M•1 en el espectro de difracción de rayos X en la muestra cinco.	39
Tabla 14. Características de la anhidrita en el espectro de difracción de rayos X en la muestra cinco.	40
Tabla 15. Características de la bentonita en el espectro de difracción de rayos X en la muestra cinco.	40
Tabla 16. Características de la cristobalita del espectro de difracción de rayos X en la muestra ocho.	41
Tabla 17. Características de la anhidrita del espectro de difracción de rayos X en la muestra ocho.	41
Tabla 18. Características de la Cristobalita low del espectro de difracción de rayos X en la muestra ocho.	42
Tabla 19. Resultados del porcentaje de Humedad en la muestra.	42
Tabla 20. Resultados de la extracción en caliente.	43
Tabla 21. Resultados de la extracción en frío.	45
Tabla 22. Resultados del tratamiento térmico a 600 ⁰ C.	47
Tabla 23. Resultados de adsorción del azul de metileno	50
Tabla 24. Resultados de adsorción del violeta de genciana.	52

LISTA DE GRÁFICOS

Pág.

Grafica 1. Peso inicial y final en cada muestra.	42
Grafica 2. Porcentaje de humedad en cada muestra.	43
Grafica 3. Relación de sustancias recuperadas de la muestra inicial después de realizada la extracción en caliente.	44
Grafica 4. Comparación de las sustancias recuperadas en el proceso de extracción en caliente en términos de porcentaje.	44
Grafica 5. Relación de sustancias recuperadas de la muestra inicial después de realizada la extracción en frío.	46
Grafica 6. Comparación de las sustancias recuperadas en el proceso de extracción en frío en términos de porcentaje.	46
Grafica 7. Relación de la muestra inicial y después de realizado el tratamiento térmico.	48
Grafica 8. Relación de la muestra inicial y después de realizado el tratamiento térmico en términos de porcentaje.	48
Grafica 9. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del Azul de Metileno:	49
Grafica 10. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del Violeta de Genciana.	51
Grafica 11. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del catión Ni^{2+}	52
Grafica 12. Curva de concentración del catión Ni^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Ni^{2+} en la muestra TONSIL 261 y 267.	53
Grafica 13. Curva de concentración del catión Ni^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Ni^{2+} en la muestra problema.	53
Grafica 14. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del catión Cr^{6+}	54
Grafica 15. Curva de concentración del catión Cr^{6+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Cr^{6+} en la muestra TONSIL 261 y 267.	54
Grafica 16. Curva de concentración del catión Cr^{6+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Cr^{6+} en la muestra problema.	55
Grafica 17. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del catión Cu^{2+}	55
Grafica 18. Curva de concentración del catión Cu^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Cu^{2+} en la muestra TONSIL 261 y 267.	56
Grafica 19. Curva de concentración del catión Cu^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Cu^{2+} en la muestra problema.	56
Grafica 20. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del catión Zn^{2+}	57

Grafica 21. Curva de concentración del catión Zn^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Zn^{2+} en la muestra TONSIL 261 y 267.....	57
Grafica 22. Curva de concentración del catión Zn^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Zn^{2+} en la muestra problema.....	58
Grafica 23. Curva de concentración del catión Pb^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Pb^{2+} en la muestra TONSIL 261 y 267.....	58
Grafica 24. Curva de concentración del catión Pb^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Pb^{2+} en la muestra problema.....	59
Grafica 25. Datos de absorbancia y concentración de cada catión obtenidos en A.A. Datos de relación de moles/gramos adsorbidos de los diferentes cationes individuales y en la mezcla de las muestras tonsil y problema.	60

LISTA DE FIGURAS

Pág.

Figura 1. Estructura interlaminar de las montmorillonitas de tipo esmectitas.	21
Figura 2. Montaje de un soxhlet para la extracción en caliente.....	45
Figura 3. Extracción en frío.....	45
Figura 4. Mufla utilizada para el tratamiento térmico:	47
Figura 5. Muestras obtenidas después del tratamiento térmico.	47
Figura 6. Espectro de IR del azul de metileno	49
Figura 7 Estufa usada en el proceso para llevar a sequedad el violeta de genciana	50
Figura 8. Espectro IR del violeta de genciana:.....	51
Figura 9. Muestra de Bentonita después de usada en el proceso de filtración de aceites vegetales.	61
Figura 10. Violeta de Genciana en solución.....	63
Figura 11. Azul de metileno en solución	63

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO. 1: Cromatograma de la muestra orgánica	75
ANEXO 2: Cromatograma ampliado de la muestra orgánica	76
ANEXO 3: Picos presentes en la muestra orgánica	77
ANEXO 4: Cromatograma de la muestra orgánica diluida	78
ANEXO 5: Picos presentes en la muestra orgánica diluida	79
ANEXO 6: Cromatograma del ácido hexadecanoico	80
Anexo 7: Cromatograma de 3, 5,24-trimetiltetracontano	81
ANEXO 8: Cromatograma del Hexatriacontano	82
ANEXO 9: Cromatograma del 1-Dotriacontanol	83
ANEXO 10: Lista de picos del espectro de difracción de rayos X y difractograma en la muestra blanco	84
ANEXO 11: Lista de picos del espectro de difracción de rayos X y difractograma en la muestra cero	91
ANEXO 12: Lista de picos del espectro de difracción de rayos X y difractograma en la muestra cinco	97

RESUMEN

TITULO: RECUPERACIÓN DE LA BENTONITA, UTILIZADA EN EL PROCESO DE FILTRADO DE ACEITES VEGETALES Y SU APLICACIÓN EN LA ELIMINACIÓN DE LOS PRINCIPALES CATIONES METÁLICOS CONTENIDOS EN LAS AGUAS RESIDUALES PROVENIENTES DE LOS TALLERES DE GALVANOPLASTIA.*

ESPINEL ELIANA LINSAY**

e-mail: linsay02@hotmail.com

Palabras claves: Montmorillonita ácida activada, recuperación, tratamiento de aguas residuales, talleres de galvanoplastia.

Descripción: Para la recuperación de la bentonita o montmorillonita ácida activada usada en el proceso de filtración de aceites vegetales se utilizaron tres procedimientos por separado para la separación de las fases orgánica e inorgánica: dos de extracción, en frío y en caliente, y un tratamiento térmico. De la realización de estas tres metodologías se concluyó que el proceso más apropiado para la separación de dichas fases es el tratamiento a 600°C debido a que presenta un mayor porcentaje de extracción de la fase orgánica, aunque se encontró que es un método degradativo. Por otro lado, de los procesos de extracción en caliente y en frío resultaron buenos rendimientos, siendo mayor en el caso de la extracción en frío con rendimientos alrededor del 90%, pero dada la inviabilidad económica en cuanto al gasto de solventes y tiempo de tratamiento de las muestras no son apropiadas para su uso industrial.

Adicionalmente, se evaluó la capacidad de adsorción de la bentonita libre de aceite vegetal usando como adsorbatos dos colorantes, el azul de metileno y violeta de genciana. Los resultados mostraron una mejor adsorción del azul de metileno debido al tamaño atómico.

Finalmente, se efectuó el proceso de adsorción de cationes Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} y Cr^{6+} en solución, siendo los más encontrados en las aguas residuales de los talleres de galvanoplastia. Los resultados hallados revelan que el catión de mayor adsorción en la bentonita corresponde al Cu^{2+} , debido a que es el único que no depende de la concentración de la solución para la determinación de su constante de distribución, obteniendo en este caso un comportamiento lineal, mientras en el caso de los demás cationes se hallaron ecuaciones polinómicas de tipo cuadrática.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ciencias, Escuela de Química. Director: Ms. C. José Carlos Gutiérrez Gallego

ABSTRACT

TITLE: TO RECOVER THE BENTONITA USED IN THE FILTRATION PROCESS OF THE VEGETABLE OILS, IT'S APLICATION WHEN ARE GOING TO BE ELIMINATED THE MAIN METTALIC CATIONS CONTAINED IN THE RESIDUAL WATERS PROCEEDING OF THE WORKSHOP OF GALVANOPLASTY □

Authors: ESPINEL ELIANA LINSAY**

e-mail: linsay02@hotmail.com

Keywords: Activated acid montmorillonite, recovery, wastewater treatment, electroplating workshops.

DESCRIPTION:

To recover the activated acid montmorillonite or Bentonite used in the process of filtration of vegetable oils, three procedures are utilized also separated in order to recover the organic and inorganic phases: two for extraction in cold and in hot and also in a termic treatment, as the execution of the three methodologies are accomplished, it is concluded that the better appropriated process for the separation of the described phases is the treatment of 600° C because it presents a better percentage of the extraction of the organic phase, however it is found that it is a degrading method. In the other hand from the processes of extraction in hot and cold there are good performances , being bigger when the extraction is in cold with performance around the 90% but when it is given the economic inability referring to the expenditure of solvents and the time of treatment of the samples they are not appropriated to the industrial use, then it is evaluated the capacity of adsorption of the free Bentonite of vegetable oil it is used as adsorbates, two colorants: the blue of methylene and violet of gencyane. The results showed a better adsorption of the blue of methylene due to the atomic size.

At the end it is effectuated the process of cations Cu^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} , y Cr^{6+} , in solution being found in the residual waters of the workshops of galvanoplastics. The found results show that the cation of bigger adsorption of the Bentonite correspond to the Cu^{2+} , due that is the only one that doesn't depend of the concentration of the solution to determinate its constancy of distribution , obtaining in this case a lineal behavior while in the case of the other cations there were found polinomics equations, kind of quadratics.

*Work of degree □

**Faculty of Sciences, School of Chemical.

Director: Ms. C. José Carlos Gutiérrez Gallego

INTRODUCCIÓN

La importancia de cuidar los recursos naturales nace con la esencia de entender que el hombre se ha empeñado en dañar lo que le rodea, por ello surge este trabajo de grado, en donde se tiene en cuenta la contaminación que crean los productos de desecho industrial y el daño que ocasiona la presencia de cationes metálicos en los distintos afluentes. Pero como no se pueden tratar en un solo proyecto todos los desechos generados por las industrias, se toma únicamente el producto Tonsil 261 y 267 o bentonita empleado como agente filtrante en la producción de aceites vegetales, después de ser usada en este proceso. Posteriormente, es aprovechada en la depuración de aguas de los principales cationes que son arrojados a los afluentes por los talleres de galvanoplastia.

En este escrito, se presenta los resultados obtenidos al recuperar la montmorillonita ácida activada o bentonita utilizada en el proceso de filtración de aceites vegetales y su uso en la depuración de cinco cationes metálicos (Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cr^{6+} , Zn^{2+} y Ni^{2+}) y como complemento su comportamiento en la adsorción de dos indicadores como son el violeta de genciana y el azul de metileno. Aclarando, que en el proceso de recuperación se emplean tres métodos diferentes (extracción con solvente en frío, extracción con solvente en caliente con el uso de un Soxhlet y un tratamiento térmico), del cual el más factible fue el tratamiento a 600°C debido a su bajo costo y tiempo empleado.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

- Recuperar y estudiar las propiedades físico-químicas de la montmorillonita ácida activada utilizada en el proceso de filtración de aceites vegetales.
- Aplicar la bentonita recuperada como adsorbente en el proceso de depuración de aguas residuales de talleres de galvanoplastia.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1.2.1 Recuperar la montmorillonita ácida activada por medio del proceso de extracción y/o tratamiento térmico.

1.2.2 Identificar las fases minerales, presentes en la montmorillonita ácida activada antes y después de su utilización en el proceso de filtrado de aceites vegetales, por medio de la técnica de difracción de Rayos X.

1.2.3 Estudiar la capacidad de adsorción de la bentonita recuperada usando como patrones: bentonita virgen, azul de metileno, violeta de genciana, soluciones de los cationes metálicos de Cu^{2+} , Pb^{2+} , Cr^{6+} , Zn^{2+} y Ni^{2+} que se encuentran presentes en aguas residuales de industrias que usan procesos electroquímicos.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La montmorillonita ácida activada es una materia que es usada en el proceso de filtrado en aceites vegetales. Luego de ser utilizada en este campo, es empleada en abonos, compostaje, pero en su mayoría es desechada. El uso de dicho material en solo una empresa bumanguesa (Saceites S.A.) es de 3-4 toneladas mensuales, se puede analizar el gran cúmulo residual que esta genera en un año y si estudiamos sus costos, los cuales representan un valor de \$57'600.000 pesos anuales a parte de los gastos de importación. Si se observa que en Colombia existen alrededor de 38 empresas que elaboran el aceite vegetal comestible, el monto se incrementa a 2.108.800.000 pesos, lo cual permite ver que es muy importante crear una forma de recuperar la bentonita y reducir la contaminación que se produce al desecharla después de ser utilizada.*

Por otra parte, se encuentra el cúmulo de iones de metales en los afluentes debido a las diversas industrias, un ejemplo específico son los talleres de galvanoplastia.

Según estudios realizados se ha encontrado que generalmente se aprovecha muy poco del metal y que el 90% de los iones (Cd, Cr, Pb, Cu, Zn, Al, Ni, CN⁻) son desechados, estos representan para la ciudad de Bogotá un valor de 2400 m³/año. Ahora, si se globaliza en todo el país, se tiene un monto de 9216000 m³/año de residuos líquidos en este sector aproximadamente (sin contar con aquellos talleres que no están debidamente registrados). Los procesos de galvanotecnia utilizan soluciones ácidas y alcalinas que pueden contener metales pesados, los cuales al ser vertidos sin tratamiento previo a los sistemas de descarga o recolección los afectan gravemente debido a sus efectos al ser mezclados con otro tipo de aguas residuales.¹

De manera que resolviendo el problema de la bentonita post-consumo, también se puede dar un valor agregado a este residuo en el tratamiento de aguas residuales que contienen iones metálicos provenientes de los procesos de galvanoplastia.

* **Datos obtenidos de la empresa Saceites S.A ubicada en Bucaramanga.**

3. JUSTIFICACION, VIABILIDAD Y FINALIDAD

En Colombia según la División de Política Ambiental de Planeación Nacional, se combinan dos fuentes principales de contaminación; por un lado la erosión de los suelos y, por otro, la descarga de contaminantes industriales y domésticos. Específicamente, la industria contribuye notablemente con la generación de materia orgánica diluida. El decreto 1594 de 1984 rige las industrias colombianas en cuanto al contenido de sustancias de interés sanitario en las aguas de vertimiento de sus procesos. Sin embargo, a pesar de la existencia de legislaciones adecuadas, se registran niveles dramáticos en zonas cercanas a complejos industriales, evidenciando la gravedad del problema.²

De otro lado, las esmectitas son de interés particular en Colombia, toda vez que su variedad en la conformación geológica, topográfica y climática le permite contar con una gran diversidad de importantes yacimientos de minerales arcillosos los cuales, en sinergismo con el conocimiento fundamental, podrán generar productos elaborados científicamente, ofrecer al sector productivo soporte y alternativas de alta calidad tecnológica³.

De acuerdo con esta información, se puede buscar la recuperación de la bentonita utilizada en el proceso de filtrado de aceites vegetales, con la finalidad de caracterizarla encontrando de esta forma una aplicación en el proceso de adsorción de aguas residuales industriales y a su vez estudiar si es posible conseguir en el país este producto, disminuyendo de esta forma la contaminación ambiental y reducción de costos en el proceso por vía de reinserción del producto o consiguiendo otro elaborado en el país que permita su sustitución. Logrando de esta manera, mejorar la competitividad de la industria a nivel nacional e internacional.

4. MARCO DE REFERENCIA

De acuerdo a la información suministrada por la empresa SACEITES S.A. se conoce que utilizan el producto Tonsil 261 y 267, importado desde el Perú. Esta materia está compuesta básicamente, por montmorillonita ácida activada o bentonita. Actualmente, gastan alrededor de 3- 4 toneladas mensuales para el proceso del blanqueo del aceite vegetal, el cual es desechado después de su uso.

Con respecto a la adsorción, históricamente se ha empleado en el tratamiento de aguas para la eliminación del olor y el sabor. Actualmente, se dirige más hacia la eliminación de compuestos orgánicos naturales o sintéticos. La experiencia demuestra que por ejemplo los carbones activados son buenos, ya que son adsorbentes de amplio espectro.⁴

En el área de la galvanotecnia se considera que hay una gran cantidad de contaminantes, entre estos se encuentran los metales como el zinc, níquel, cromo hexavalente, cadmio entre otros. Su potencialidad contaminante se verifica en la gran proporción de agua utilizada en los procesos, sobre todo en el lavado o enjuague que presentan contaminantes en descargas continuas. Hasta un 90% de las sustancias en los talleres de galvanoplastia, pueden evacuarse a través de las aguas residuales y el volumen de efluentes oscila entre 0.05 m³/hora y 0.2 m³/hora. Los efectos producidos en el medio circundante abarcan el deterioro de los sistemas de recolección de aguas servidas, el deterioro de sistemas de tratamientos microbiológicos, inhibiendo el desarrollo microbiano, hasta el efecto en la salud de los trabajadores expuestos y la población en general.⁵

En Colombia hay aproximadamente 1800 talleres de galvanoplastia de los cuales 450 quedan en Bogotá. De ellos el 5 % se dedican a la anodización del aluminio, el 8% a operaciones de preparación de superficies, una buena parte son pequeños joyeros que hacen electrodeposición con material precioso y el resto son plantas galvánicas sobre algunos plásticos y metales bases como el caso del hierro y aleaciones ferrosas, cobre, zinc y sus aleaciones; existen algunos talleres de metalizado galvánico de aluminio, especialmente para rines y autopartes.⁶

5. MARCO TEÓRICO

El término Bentonita es el nombre comercial de la arcilla formada por silicatos de la familia de Montmorillonitas (esmeclitas) ⁷, aunque este es ambiguo. Son definidas por los geólogos como rocas formadas por minerales plásticos y altamente coloidales, cuya composición mayoritaria está constituida por montmorillonita y en segunda instancia por feldespatos, biotita, caolinita, illita, cristobalita, cuarzo, piroxeno y circonio ⁸.

Para la industria interesan las bentonitas que comprende a la montmorillonita sódica con capacidad de expansión y la montmorillonita cálcica sin capacidad de expansión. ⁹

De la montmorillonita se conoce que posee un retículo 2:1 dilatado se caracteriza por tener 2 láminas de sílice y una de alúmina, en las cuales el retículo cristalino se dilata y se contrae conforme a la cantidad de agua y a los cationes intermedios. ¹⁰

El gran poder de absorción de la bentonita cálcica se aprovecha para limpieza de líquidos y catalizadores en la industria del petróleo. También como agente de peletización y dispersión. Tratada con ácido, se usa como decolorante y filtrante de aceites. La bentonita magnesiana o tierra de Fuller decoloran los aceites sin este tratamiento. La bentonita sódica en suspensión aumenta la viscosidad de los líquidos y es muy importante para la preparación de lodos de perforación. Al disecarse la bentonita, cementa los granos sueltos, característica muy útil en la preparación de moldes de fundición metalúrgica. También se usa en el proceso de intercambio iónico, como clarificante en jugos de frutas y otros; tales bentonitas llevan el nombre de atapulguita y se caracteriza por la presencia de montmorillonita entre 80 y 90%. ¹¹

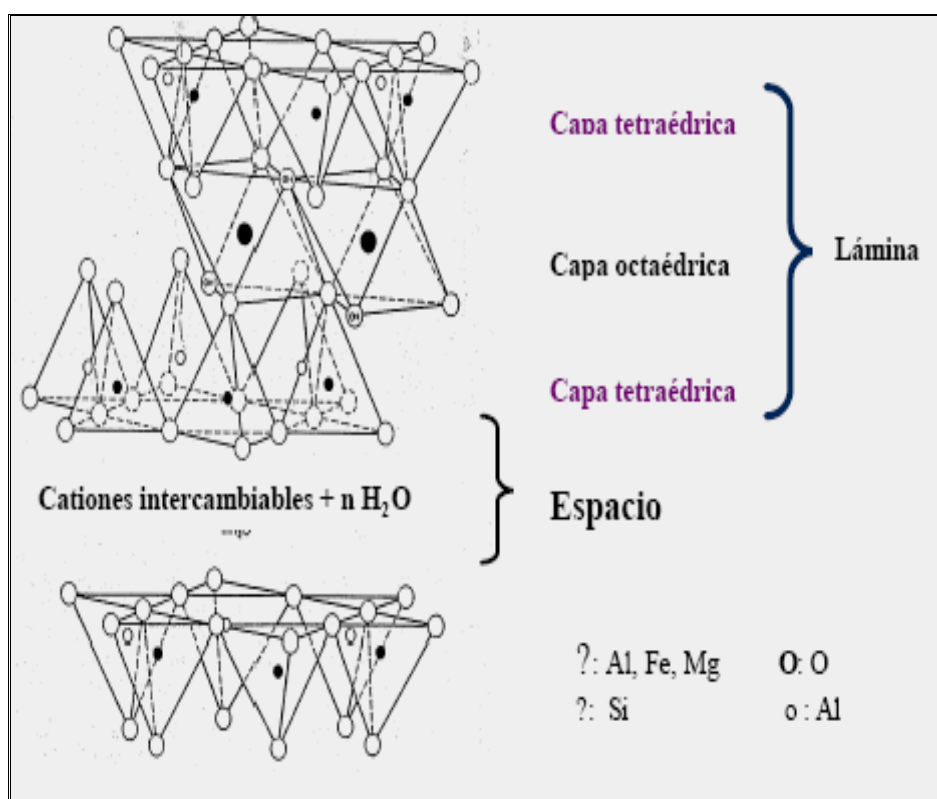
La capacidad de intercambio catiónico de la montmorillonita varía entre 80 y 150 meq/100g en el conjunto de superficies externas e internas. Esta alta capacidad de intercambio catiónico y la naturaleza expansiva de la red del cristal influyen mucho en la viscosidad, hinchazón, plasticidad y otras propiedades físicas. ¹²

Las esmeclitas son filosilicatos con estructura 2:1, presentando una gran diversidad composicional. Se trata, además, del único grupo de filosilicatos que aparece únicamente en las fracciones finas (< 2 µm). Como en el resto de los filosilicatos, su estructura se basa en el apilamiento de planos de iones oxígeno e hidroxilos. Los oxígenos se unen formando capas de extensión infinita con coordinación tetraédrica. Tres de cada cuatro oxígenos están compartidos con los tetraedros vecinos. En el interior de los tetraedros se alojan cationes Si⁴⁺. Los hidroxilos forman capas con coordinación octaédrica. Los oxígenos tetraédricos

sin compartir con otros oxígenos (oxígenos apicales) forman parte de la capa octaédrica adyacente. Los cationes octaédricos son, generalmente, Al^{3+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} o Fe^{3+} y, más raramente, Li^+ , Cr^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} o Zn^{2+} (Fig. 1). Una capa octaédrica entre dos tetraédricas, unidas fuertemente por enlace covalente, forman la unidad estructural básica de las esmectitas.¹³

En la montmorillonita hay sustitución de Si por Al en la lámina de sílice y de Al por Fe y Mg en la lámina de alúmina. Las cargas negativas se originan en las capas tetraédricas y en las octaédricas y son equilibradas por los cationes de intercambio que se encuentran entre las capas de las celdas unitarias. La hidratación de estos cationes y la adsorción de moléculas de agua en los planos de oxígeno de las láminas de sílice mediante enlaces de hidrógeno causan la hinchazón entre las capas y la dilatación de la red cristalina. El grado de esta dilatación o contracción de la red varía con la naturaleza del catión intercambiable y con el grado de hidratación de las superficies internas.¹⁴

Figura 1. Estructura interlamina de las montmorillonitas de tipo esmectitas.



Fuente: GRIM, R. E. & GUVEN, N. Bentonites: Geology, Mineralogy and Uses.1978. New York, Ámsterdam: Elsevier.

Estas láminas se encuentran separadas por cationes débilmente hidratados (fundamentalmente Ca, Mg y Na), que compensan las cargas negativas resultantes de las sustituciones isomórficas -tanto tetraédricas como octaédricas- de cationes por otros con valencias diferentes. Dichas sustituciones isomórficas, en las esmectitas, hacen que la lámina tenga una carga comprendida entre 0,2 y 0,6 para una fórmula unidad con $O_{10}(OH)_2$. La presencia de la superficie interlaminar, así como de una débil carga en la misma, son características esenciales de este grupo de minerales. Como consecuencia de ello son capaces de incluir en ella no sólo cationes hidratados, sino también agua u otros líquidos polares, dando lugar a una mayor separación de las capas (aumento de su espaciado reticular) y por tanto hinchamiento.¹⁵

Las esmectitas se dividen en dos subgrupos, en función del tipo de ocupación de las posiciones octaédricas: dioctaédricas y trioctaédricas. Se denominan trioctaédricas aquellas en que están ocupadas todas las posiciones octaédricas y dioctaédricas las que sólo tienen ocupados 2/3 de los huecos.

Los criterios de clasificación utilizados por la industria se basan en su comportamiento y propiedades físico-químicas; así la clasificación industrial más aceptada establece tipos de bentonitas en función de su capacidad de hinchamiento en agua:

- Bentonitas altamente hinchables o sódicas
- Bentonitas poco hinchables o cálcicas
- Bentonitas moderadamente hinchables o intermedias

El término fuller'earth, también conocidas en español como tierras de batán, los ingleses lo usan para denominar a arcillas constituidas fundamentalmente por montmorillonita con Ca como catión de cambio, mientras que los americanos se lo dan a arcillas paligorskíticas. A las bentonitas cálcicas que los ingleses denominan fuller'earth los americanos las llaman bentonitas no hinchables. Otras clasificaciones se basan en criterios distintos, así, por ejemplo, en USA se utiliza el término "Bentonitas del Sur" (Southern Bentonites) como equivalentes de bentonitas cálcicas, ya que la mayor parte de la bentonita cálcica norteamericana se explota cerca del Golfo de México, denominándose "bentonita tipo Wyoming" a las bentonitas sódicas.¹⁶

En ocasiones se procede a someter a las bentonitas a procesos físicos y químicos que tienen por objeto potenciar algunas de sus propiedades para determinadas aplicaciones industriales. Desde el punto de vista industrial tienen gran

importancia los procesos destinados bien a modificar las propiedades de superficie del mineral mediante tratamientos de distinta naturaleza (tratamiento ácido, térmico, o de pilarización) o bien a modificar el quimismo del espacio interlaminar. El tratamiento ácido produce la destrucción del mineral por disolución de la capa octaédrica, generando sílice amorfa procedente de la capa tetraédrica lo cual conlleva a un considerable incremento de la superficie específica. Así mismo, aumentan la capacidad de intercambio iónico y la actividad catalítica. Las variaciones en el tipo de arcilla (granulometría y mineralogía) y en el tipo y grado de acidulación (tipo de ácido, temperatura, tiempo de contacto, proporción de arcilla, etc.) darán lugar a diferentes productos con diversas propiedades. Igualmente, se puede efectuar una activación sódica, sobre bentonitas cálcicas, tratándolas con carbonato cálcico, para obtener bentonitas sódicas.¹⁷

La composición química de muestras montmorilloníticas como la capacidad de intercambio catiónico y tipos de cationes intercambiables se muestran en la tabla 1. Se destacan los elevados contenidos en Fe_2O_3 , que varían entre 4,90 y 7,30 %, lo que le confiere a la roca colores relativamente oscuros y constituye un limitante para determinados usos (por ejemplo, cosmética, jabón, carga de pinturas). También el sodio predomina sobre el calcio, potasio y magnesio, formando parte de las sales solubles y de los cationes adsorbidos en la superficie de la arcilla. Las muestras poseen una capacidad de intercambio (CIC), entre 68 y 80 meq/100 g, siendo el sodio el principal catión, lo cual las define como bentonitas sódicas naturales y como tales se comportan. El catión Ca^{2+} se encuentra en menor proporción y el K^+ y Mg^{2+} en cantidades mínimas.¹⁸

Tabla 1. Análisis químico, Capacidad de intercambio catiónico (CIC) y cationes totales por elemento

YAC.	CER RO BAN.	PET.	OLASCOAGA	LA VICTORIA	SOLEDAD	7 DE MAYO	7 DE MAYO 2
PPC	4.7	4.9	2.8	4.8	5.0	7.4	9.1
SiO ₂	60.8	60.6	58.3	62.4	62.0	63.5	56.7
Al ₂ O ₃	17.8	19.5	18.5	19.1	18.0	16.1	19.0
Fe ₂ O ₃	7.1	6.5	7.3	5.8	4.9	5.5	7.3
CaO	1.1	1.2	1.5	1.6	2.0	1.6	2.2
MgO	2.3	1.8	1.3	1.6	2.0	1.6	2.2
Na ₂ O	3.7	3.1	2.4	2.8	3.0	2.8	3.3
K ₂ O	1.6	0.6	0.5	1.8	1.1	0.3	0.0
CIC (meq/100g)	70.0	73.0		68.0	80.0	78.0	
Na ⁺ (meq/ 100g)	88.0	70.0		55.0	54.0	61.0	
Ca ⁺⁺ (meq/100g)	19.0	13.0	9.0	22.0	8.0		
K ⁺ (meq/100g)	2.0	2.5		0.6	1.0	3.0	
Mg ⁺⁺ (meq/100g)	1.0	4.0		2.0	2.0	1.0	

Fuente: IMPICCINI, A. y VALLÉS, J. M. Los depósitos de bentonita de Barda Negra y Cerro Bandera, departamento Zapala, provincia de Neuquén, Argentina. Rev. Asoc. Geol. Argentina-Buenos Aires jul. /sep.2002. Vol.57, n.3.

La bentonita es una roca cuya composición mayoritaria es la montmorillonita, por esto comúnmente se denominan con ambos nombres en la actualidad.

Su descubrimiento se remonta al 16 de noviembre de 1846 en donde fue presentada en la sociedad geológica de Francia, por Mauduyt, el cual le colocó el

nombre de monmorillonite, por encontrarlo cerca de Montmorillon , en un lugar de Maison-Dieu.

Maudyut reportó las siguientes características de la sustancia hallada: “de aspecto terroso, pero al tocarlo parece un pedazo de jabón, untuoso. Su dureza es poco considerable dejándose rayar por la uña fácilmente y cortar con la navaja sobre todo cuando está mojado, se deja pulir con facilidad con el dedo. Se adhiere ligeramente a la lengua, su sabor es nulo, no es efervescente con los ácidos, pero con el agua se convierte en una pasta que al cabo del tiempo se vuelve gelatinosa. Expuesto al aire y al fuego ordinario se endurece, se blanquea, perdiendo el agua que había penetrado en él”. Este mineral constituye un elevado porcentaje de la composición de la roca denominada bentonita, de aplicación en la perforación de pozos, excavación mecanizada de túneles, ingeniería de cimentaciones, pantallas de impermeabilización y edificaciones.¹⁹

La bentonita ha sido utilizada desde siglos pasados en obras civiles debido a sus propiedades, las cuales permiten un aumento en la plasticidad y resistencia a diversos ácidos al ser mezclada con el cemento.²⁰

De forma análoga con la montmorillonita la bentonita inicialmente tuvo un nombre diferente “taylorita” por Knigh en 1897 y en 1898 le cambio el nombre por el actual, debido a su localización en el yacimiento en Fort Benton (Montana, U.S.A.). La bentonita es una arcilla compuesta por minerales de tipo esmectita, con independencia de su génesis y modo de aparición. Ello significa que está conformada por más de un tipo de minerales, pero quien le da las propiedades características son la montmorillonita y las esmectitas. Las arcillas bentoníticas en contacto con el agua, tras de un tiempo de reposo dan lugar a geles. Si es sometida a agitación el gel pasa a una suspensión fluida, pudiéndose repetir indefinidamente dicha transformación (conociendo este fenómeno como tixotropía, esto se explica porque las partículas de la arcilla cuando están en suspensión toman un arreglo similar al de un castillo de naipes), las moléculas de agua se introducen en los intersticios y pierden su libertad de movimiento, pero cualquier acción brusca puede hacer que la recupere. Su aplicación en obras civiles incluyen las mencionadas anteriormente para la montmorillonita y adicionalmente se encuentra la de georevestimientos.²¹

El gran poder de absorción de la bentonita cálcica se aprovecha para limpieza de líquidos y catalizadores en la industria del petróleo. También como agente de peletización y dispersión. Tratada con ácido, se usa como decolorante y filtrante de aceites. La bentonita magnesiana o tierra de Fuller decoloran los aceites sin este tratamiento.²²

Otra aplicación importante de la bentonita cálcica y sódica en estos últimos años se encuentra en la remoción de metales como el cromo, níquel, cinc y cadmio en aguas residuales debido a su gran capacidad de intercambio catiónico.²³

Las arcillas son productos de alto valor añadido en el sector farmacéutico, como excipiente de medicamentos, en la industria petroquímica, como soporte de catalizadores, y en otros sectores, como aditivos para pinturas, betunes, cosmética, agricultura, etc.²⁴

La Bentonita es el clarificante de mayor difusión, debido a su bajo costo, ser totalmente inerte, inalterable, de fácil aplicación y notable acción estabilizadora sobre el vino, de jugos en general y de frutas en especial. Además de los diversos campos de aplicación industrial indicados anteriormente, las bentonitas se utilizan:

- Como abrasivos (estabilizador de arco, formador de escoria, como auxiliar de extrusión, etc.)
- Como absorbente: se aplica en la industria de los absorbentes en cama de mascotas y como desecante.
- Como portadores de pesticidas y otros biocidas.
- En agricultura para mejorar las propiedades de suelos arenosos o ácidos, así mismo se utilizan esmectitas sódicas para recubrir ciertos tipos de semillas, de forma que su tamaño aumente, y resulte más fácil su distribución mecánica, a la vez que se mejora la germinación.
- En aplicaciones cerámicas como agente de suspensión y plastificante en vidrios.
- En electrodos para soldadura como estabilizadores del arco, protectores de grupos de soldaduras, agentes de fundición y modificadores de escoria.
- En la industria del papel (desteñir el papel reciclado, clarificación de aguas servidas, auxiliar de retención, cobertura, papel de copia sin carbón, etc.)
- En pinturas son usadas en pinturas tixotrópicas o impermeables.
- En porcelanas eléctricas la bentonita es usada como un plastificante que incrementa la resistencia en seco, quemado y reduce la absorción.
- Para desarrollar el color en leuco-colorantes, en papeles autocopiativos, se utilizan bentonitas activadas con ácido.
- Para la fabricación de pinturas, grasas, lubricantes, plásticos, cosméticos, se utilizan arcillas organofílicas, capaces de hinchar y dispersarse en disolventes orgánicos, y utilizarse, por lo tanto, como agentes gelificantes, tixotrópicos o emulsionantes.
- Para pesticidas y otros biocidas son ampliamente usadas como transportadores en seco y diluyentes.
- Para plásticos la bentonita reduce la permeabilidad del gas en películas plásticas.²⁵

5.1 Galvanotecnia

En galvanotecnia se consideran dos tipos de procesos: la galvanoplastia y la galvanostegia. El primero se refiere al proceso en que los recubrimientos metálicos se hacen sobre superficies de materiales no conductores. Mientras que en el segundo los recubrimientos siempre se realizan sobre materiales metálicos.

La galvanoplastia se utiliza cuando se requieren formas completas y depósitos de materiales bastante finos. Los moldes de plástico, cera y parafina se hacen conductores utilizando grafito o zinc en polvo, recubriéndolas electrolíticamente con un metal. Este es el proceso de fabricación de moldes, básico para las industrias manufactureras de muñecos, discos fonográficos, de algunas partes automotrices y otras. En algunos casos, las partes de plásticos se metalizan directamente para lograr objetos con acabado metálico como en el caso de la bisutería, tapas de recipientes para perfumes, algunas autopartes, placas para circuitos impresos, artículos para el hogar, grifería, etc.

La galvanostegia puede clasificarse en dos categorías, catódica o anódica, según si la pieza es colocada para su tratamiento en el terminal catódico o en el anódico.

La galvanostegia catódica tiene tres objetivos fundamentales: ejercer protección contra la corrosión, dar buen aspecto, cambiar alguna propiedad superficial como dar mayor dureza, mejorar la conductividad, ejercer lubricación. La galvanostegia anódica conocida comúnmente como anodizado, implica la formación de películas de óxido del mismo metal para que aisle y proteja las piezas metálicas.

El sector de galvanotecnia está agrupado bajo el sector de industrias dedicadas a la fabricación de productos metálicos, con excepción de maquinaria y equipo. La industria de galvanotecnia incluye un gran número de empresas dedicadas a prestar el servicio de cincado, cromado, niquelado, cobreado, plateado, dorado, etc.; cuyas actividades se resumen como dedicadas a los acabados, exceptuando aquellas que manufacturan totalmente las piezas. Estos procesos son realizados para herramientas agrícolas, rines electrodomésticos, autopartes, entre otras, el plateado y dorado para las joyerías y bisutería, el anodizado para el aluminio en el sector de la construcción y el galvanizado para elementos de ferretería. El tamaño de operación de las plantas de galvanotecnia varía desde pequeños talleres hasta organizaciones más consolidadas. ²⁶

6. ESTADO DEL ARTE

En procesos de adsorción se han utilizado algunas arcillas. A continuación se enumeran algunos estudios:

1) GRIFFIN et al. (1977), encontraron que la remoción de mercurio por caolinita y montmorillonita fue dependiente del pH y se incrementa con la elevación en el pH de 2,0 a 8,0. La fracción de remoción más alta de mercurio fue atribuida a la volatilización y precipitación. La remoción de mercurio en la montmorillonita fue cinco veces más grande que en caolinita.²⁷

2) SLAVEC & PICKERING (1981), estudiaron los efectos de pH en la retención de cobre, plomo, cadmio, cromo y zinc en mezclas arcillosas en medio ácido. Las suspensiones arcillosas usadas fueron: caolinita, illitas y montmorillonitas (bentonita). La adición de ácidos dio por resultado un incremento en la adsorción de metales pesados en el rango de pH entre 3,0 – 6,0; y este fue atribuido al límite de solubilidad de la especie metálica formada. Cuando el pH de la solución fue incrementado por encima de 6,0, los iones metálicos residuales permanecieron en solución en vez de precipitar como sus respectivos hidróxidos.²⁸

3) HELIOS & RYBICKA (1983), estudiaron la adsorción de zinc, cadmio y magnesio en arcillas minerales tales como montmorillonita (bentonita), beidelita, caolinitas e illitas. Basado en sus estudios, ellos sugirieron el uso de mezclas de minerales conteniendo arcillas caolinitas, illitas y montmorillonitas para uso como adsorbentes para la remoción de metales pesados. Los experimentos de tipo batch mostraron que a bajas concentraciones de metal (1 a 40 mg/l), usando arcillas de la serie de las esmectitas (illita y montmorillonita) se conseguía de un 80 a 90 % de la remoción de dichos metales y sólo un 50% de la velocidad de remoción usando caolinita.²⁹

4) MOHAMED et al (1984), estudiaron la remoción de cromo a través de arena y arcilla. Ellos notaron que la máxima adsorción de cromo hexavalente fue obtenida en muestras puras de arcilla sin presencia de arena. Un 96% de la velocidad de remoción fue logrado por el ion cromato y un 99% de la velocidad de remoción por el Cr(IV). Estas altas velocidades de remoción fueron atribuidas a la fuerte capacidad de intercambio catiónico de la arcilla.³⁰

5) SRIVASTAVA et al. (1989), encontraron que la montmorillonita (bentonita) era mejor adsorbente para el Pb(II) y Cd (II), comparado con la caolinita. El cadmio exhibió mayores adsorciones que el plomo en ambos minerales. Ellos encontraron que la adsorción de los metales aumenta con el incremento del pH y disminuye con el aumento de la temperatura. Además, encontraron que ni la isoterma de Freundlich, ni la isoterma de Langmuir podría describir la adsorción de los metales

en la caolinita. Sin embargo, el modelo de Langmuir dio una mejor representación de los datos de adsorción de metales en la montmorillonita. El adsorbato requerido para la formación de una monocapa completa fue de 0,41 meq/g para el Pb (II) y 0,52 meq/g para el Cd (II). La difusión intrapartícula fue encontrada como el mecanismo limitante de la velocidad de adsorción del Pb (II) y Cd (II) en la montmorillonita.³¹

6) BARNES et al. (1990), utilizaron caolinitas y bentonitas para la remoción del cromo en los desechos del Estado de New Jersey, y encontraron que el cromo trivalente precipita a un pH por encima de 5.5, donde el cromo hexavalente no precipita. Además demostraron que las bentonitas eran mejores adsorbentes que las caolinitas para dicha adsorción.³²

7) Los estudios de adsorción batch que se vienen realizando en la Universidad Nacional de Ingeniería. Lima Perú, por M.R. Sun Kou y H. Fayad San Nieto, utilizando bentonitas peruanas termoactivadas para remover cromo de los efluentes provenientes del desagüe del proceso de curtido de una curtiembre, han mostrado que:

- El tratamiento termo ácido aplicado a las bentonitas afecta el grado de adsorción del cromo. Dicha adsorción es favorecida a una temperatura de 100°C en el tratamiento ácido.
- Concentraciones de ácido moderadas (1 N) favorece la adsorción del cromo sobre las arcillas.
- La adsorción del cromo hexavalente es afectada por el pH, siendo mayor en el rango de 2,5 a 3,5. La especie predominante en la adsorción es el ión bicromato.
- La capacidad de adsorción de la arcilla aumenta a temperaturas menores de 30°C.
- El proceso de adsorción del cromo (III) sobre la arcilla es muy lento, requiriéndose de 12 horas.³³

En cuanto al uso de la bentonita y la montmorillonita no se han encontrado efectos adversos en ningún sistema viviente ni en el medio ambiente, por lo tanto es tan variable su aplicabilidad de acuerdo a lo descrito con anterioridad.³⁴ Pero, en cuanto al proceso de recuperación de la bentonita no se encuentra información al respecto.

7. PARTE EXPERIMENTAL

El proceso desarrollado en la elaboración de este trabajo de grado, se encuentra generalizado en los siguientes ítems:

7.1 Preliminares

En esta etapa se buscó encontrar los parámetros y condiciones a trabajar con la muestra Montmorillonita ácida activada usada en el proceso de filtración en la industria de aceites vegetales.

Para lograr este fin, se realizó una caracterización de la muestra de trabajo determinando: humedad a condiciones de 100 °C y tiempo de 24 h, extraíbles con xileno comercial, uso de la cromatografía para analizar la parte orgánica contenida en la muestra, la cual se separó por medio del proceso de extracción en caliente.

Por otra parte, la difracción de rayos X fue requerida para la fase inorgánica, haciendo uso del programa Search/Match. Además, el estudio de propiedades organolépticas como el olor, color, aspecto y textura.

Por otro lado, se realizó el proceso de calcinación a diferentes temperaturas para observar el comportamiento de la muestra y si era posible la eliminación de la parte orgánica, haciendo variación del tiempo para hallar el más óptimo.

Finalmente, se hizo una comparación de estas propiedades con el producto virgen a una temperatura de 600 °C, la cual fue la temperatura empleada en la muestra.

Se debió tener en cuenta en la extracción con solvente, que esta es una técnica de tratamiento, la cual consiste en usar un solvente, que es un líquido capaz de disolver a otra sustancia (en este caso el Xileno comercial, el cual es una mezcla de orto, para y meta Xileno), para separar o retirar contaminantes orgánicos peligrosos de fangos residuales, sedimentos o tierra (la bentonita post-consumo) . El fango residual es un material parecido al barro que se forma a partir de desechos industriales o cloacales; los sedimentos son fragmentos de rocas y minerales de grano fino que se han depositado en el fondo de una masa de agua, como un río o un lago. La extracción con solventes no destruye los contaminantes, sino que los concentra para que sea más fácil reciclarlos o destruirlos con otra técnica. Cuando la muestra sólida entra en el extractor (tanque donde la tierra contaminada se mezcla con el solvente), se separa en tres componentes o "fracciones": solvente con contaminantes disueltos, sólidos y agua. Los distintos

contaminantes se concentran en fracciones diferentes. Cada fracción, individualmente, puede ser tratada o eliminada en una forma más eficaz en función del costo.³⁵

El proceso de extracción con solventes abarca cinco pasos:

- Preparación (clasificación del material contaminado)
- Extracción
- Separación de contaminantes concentrados del solvente
- Remoción del solvente residual
- Recuperación de los contaminantes, reciclaje o tratamiento ulterior.

Las especificaciones anteriores se tuvieron en cuenta para el desarrollo de las extracciones en caliente y en frío de la muestra.

Las variables experimentales en la extracción en caliente son el porcentaje de extracción de la muestra y el tiempo que fue de seis horas. De igual forma en la extracción en frío se tiene en cuenta el porcentaje de extracción en la muestra y el tiempo que en este caso fue de seis meses. Además, se realizó una destilación simple para recuperar el solvente (xileno) y separar la fase orgánica.

En la calcinación las variables son la temperatura de 600 °C y el tiempo de calcinación de tres horas (obedeciendo a las condiciones óptimas encontradas en los preliminares).

7. 2 Adsorción

En esta etapa, se utilizó el violeta de genciana y el azul de metileno como referencia para establecer las variables independientes del proceso de adsorción. Realizando cinco patrones de cada indicador y dejando la bentonita tratada en contacto. Para la preparación de las soluciones se requirió secar en una estufa a 100 °C durante 12 horas, para tomar un valor específico de azul de metileno y así efectuar las soluciones. De acuerdo a las condiciones encontradas con los anteriores indicadores durante un tiempo de máxima adsorción, se midió la concentración de las soluciones patrones.

La capacidad de adsorción se halló por colorimetría utilizando el equipo Milton Roy spectronic 20D, disponible en el laboratorio de Química Industrial.³⁶ Luego, se tomaron diferentes sales de metales en solución (iones Cu^{2+} , Cr^{6+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} y Pb^{2+}), elaborando cuatro patrones de cada sal, de los cuales se colocaron tres en contacto con la montmorillonita tratada y la industrial, durante 12 h. Después se hizo una mezcla de dichas sales y se pusieron en contacto con la bentonita recuperada para establecer las condiciones de las aguas residuales de los talleres

de galvanoplastia.³⁷ La adsorción de los metales se estableció por adsorción atómica.³⁸

En la adsorción el tiempo de doce horas de contacto entre adsorbato (solución) – adsorbente (bentonita) y la concentración del adsorbato, constituyen las variables experimentales. Cabe aclarar que todos los ensayos se efectuaron por triplicado.

7. 3 Estadística

Es muy importante el desarrollo de un buen proceso estadístico, teniendo en cuenta que todas las pruebas se desarrollaron por triplicado, pero para poder utilizar un programa estadístico se requiere de alrededor de treinta datos por experimento como este no fue el caso solo se aplicó la estadística inferencial de cada muestra. Además, en la fase de adsorción de iones fue indispensable la realización de regresiones lineales ya que con esto y con la ayuda de un espectrofotómetro, midiendo absorbancias se definió la concentración que se queda atrapada en el espacio interlamina de la montmorillonita.³⁹

En la adsorción de los indicadores se hizo uso de la ley de Lambert-Beer, para establecer la concentración antes y después de estar en contacto con la bentonita recuperada.⁴⁰ También, se calculó la constante de distribución que relaciona la concentración inicial con la final, lo cual permite establecer la mejor adsorción, debido a que mientras mayor sea este valor mejor es el proceso. Definiendo de esta forma, el mejor proceso de adsorción de la bentonita tratada a 600 °C.⁴¹

Otro aspecto importante de mencionar es que se trabajó con el programa de Microsoft Excel 2007 para la elaboración de los respectivos cálculos y gráficos empleados en este trabajo.

8. RESULTADOS

Para el análisis de las fases presentes en este trabajo de grado de aplicación industrial de la Química, se usaron como herramientas algunos análisis instrumentales como la cromatografía de gases acoplado a masas para la parte orgánica de la muestra y la técnica de Difracción de rayos X en la inorgánica, cuyos resultados se obtuvieron de los respectivos laboratorios de la Universidad Industrial de Santander como donación para la elaboración del mismo. Por lo tanto, los resultados presentados son los obtenidos por los anteriores laboratorios mencionados.

8. 1. Fase orgánica

En esta fase se realizó un análisis de cromatografía de gases acoplado a masas como herramienta para conocer las fases presentes en donde se obtuvo la presencia de:

- Ácido hexadecanoico
- 3,5,24-trimetiltetracontano
- Hexatriacontano
- 1-Dotriacontanol

Los cromatogramas de la muestra de interés y demás resultados obtenidos del Laboratorio de Cromatografía de la Universidad Industrial de Santander se presentan en los anexos 1- 9.

8. 2 Fase inorgánica

A continuación se presentan los resultados obtenidos del Laboratorio de Rayos X en donde se encuentran las especificaciones respectivas de las fases minerales presentes en la bentonita virgen y en la muestra, después de realizar el análisis cualitativo utilizando el programa Search/Match V.3.0.0.3.⁴²

Los difractogramas se encuentran en los anexos No 10-12.

a) Muestra blanco es el producto Tonsil 261y 267 utilizado a nivel industrial, a continuación se presenta la composición de dicho producto:

- **A Montmorillonite (bentonite)**

Tabla 2. Características de la montmorillonita en el espectro de difracción de rayos X en la muestra blanco.

Formula	$(\text{Na, Ca})_{0.3} (\text{Al, Mg})_2 \text{Si}_4 \text{O}_{10} (\text{OH})_2 \cdot x \text{H}_2 \text{O}$
Pdf Number	000-03-0015
Figure of Merit	23%
Total Peaks	9
Peaks Matched	6
New Matches	6
Strong	0
Unmatched	
Peak Shift	0
Scale Factor	0.651848

- **B Nontronite clay**

Tabla 3. Características de la nontronita en el difractograma de rayos X de la muestra blanco.

Formula	$\text{Fe}_2 \text{Si}_4 \text{O}_{10} (\text{OH})_2 \cdot 4 \text{H}_2 \text{O}$
Pdf Number	000-03-0180
Figure of Merit	13%
Total Peaks	6
Peaks Matched	5
New Matches	5
Strong Unmatched	1
Scale Factor	0.196954

- C Gypsum, syn

Tabla 4. Características de la gipsum syn en el difractograma de rayos X de la muestra blanco.

Formula	Ca S O ₄ ·2 H ₂ O
Pdf Number	000-33-0311
Figure of Merit	8%
Total Peaks	61
Peaks Matched	29
New Matches	29
Scale Factor	0.32662
Concentración	0.294913
I / Icorundum	1.83

- D Anhydrite

Tabla 5. Características de la anhidrita en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.

Formula	Ca (S O ₄)
Pdf Number	010-86-2270
Figure of Merit	10%
Total Peaks	39
Peaks Matched	19
New Matches	19
Scale Factor	0.454228
Concentración	0.329451
I / Icorundum	1.47

- E Quartz

Tabla 6. Características del cuarzo en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.

Formula	Si O ₂
Pdf Number	010-85-0798
Figure of Merit	14%
Total Peaks	18
Peaks Matched	11
New Matches	11
Scale Factor	0.227941
Concentración	0.375637
I / Icorundum	3.34

- F Illite-2M2

Tabla 7. Características de la illita en el difractograma de rayos X en la muestra blanco.

Formula	K _{0.7} Al _{2.1} (Si , Al) ₄ O ₁₀ (O H) ₂
Pdf Number	000-24-0495
Figure of Merit	14%
Total Peaks	49
Peaks Matched	31
New Matches	31
Scale Factor	0.273492

b) Muestra cero corresponde a el Tonsil 261 de la muestra industrial utilizada en el proceso de filtración en la industria de aceites vegetales.

- **A Montmorillonite (bentonite)**

Tabla 8. Características de la montmotillonita en el difractograma de rayos X en la muestra cero.

Fórmula	$(Na, Ca)_{0.3} (Al, Mg)_2 Si_4 O_{10} (OH)_2 \cdot x H_2 O$
Pdf No.	000-03-0015
Figure of Merite	21%
Total Peaks	9
Peaks Matched	5
New Matches	5
Scale Factor	0.824123

- **B Anhydrite**

Tabla 9. Características de la anhidrita en el difractograma de rayos X en la muestra cero.

Formula	$Ca (SO_4)$
Pdf Number	010-72-0503
Figure of Merit	21%
Total Peaks	42
Peaks Matched	15
New Matches	15
Scale Factor	0.475162
Concentración	0.388659
I / Icorundum	1.75

- C alpha-Quartz-alpha

Tabla 10. Características del alfa cuarzo alfa en el difractograma de rayos X en la muestra cero.

Formula	Si O ₂
Pdf Number	010-70-8054
Figure of Merit	17%
Total Peaks	18
Peaks Matched	8
New Matches	8
Scale Factor	0.421922
Concentración	0.611341
I / Icorundum	3.1

- D Montmorillonite-15A

Tabla 11. Características de la montmorillonita 15A en el difractograma de rayos X en la muestra cero.

Formula	Ca _{0.2} (Al , Mg) ₂ Si ₄ O ₁₀ (O H) ₂ · 4 H ₂ O
Pdf Number	000-13-0135
Figure of Merit	21%
Total Peaks	15
Peaks Matched	11
New Matches	11
Scale Factor	0.473882
Concentración	Not available

- **A Quartz alpha**

Tabla 12. Características del cuarzo alfa en el difractograma de rayos X en la muestra cinco.

Formula	Si O ₂
Pdf Number	000-89-8936
Figure of Merit	35 %
Total Peaks	17
Peaks Matched	3
New Matches	3
Scale Factor	0.680759
Concentration	0.65473
I / Icorundum	2.96

- **B Muscovite 2 M #1**

Tabla 13. Características de la muscovita M•1 difractograma de rayos X en la muestra cinco.

Formula	K Al ₂ (Si ₃ Al) O ₁₀ (O H) ₂
Pdf Number	000-74-0345
Figure of Merit	11%
Total Peaks	145
Peaks Matched	23
New Matches	23
Strong Unmatched	1
Scale Factor	0.324402
Concentration	0.0516484
I / Icorundum	0.49

- **C Anhydrite**

Tabla 14. Características de la anhidrita difractograma de rayos X en la muestra cinco.

Formula	Ca (S O4)
Pdf Number	000-72-0916
Figure of Merit	45%
Total Peaks	40
Peaks Matched	10
New Matches	10
Scale Factor	0.510549
Concentration	0.293622
I / Icorundum	1.77

- **D Bentonite**

Tabla 15. Características de la bentonita en el difractograma de rayos X en la muestra cinco.

Formula	Na - Al - Si - O - O H - H2 O
Pdf Number	000-03-0019
Figure of Merit	18%
Total Peaks	9
Peaks Matched	5
New Matches	5
Strong Unmatched	1
Scale Factor	0.206335

C. Muestra 8 bentonita post consumo tratada térmicamente a 1000°C

- Cristobalite-beta (high)

Tabla 16. Características de la cristobalita del difractograma de rayos X en la muestra ocho.

Formula	Si O ₂
Pdf Number	010-71-6246
Figure of Merit	27%
Total Peaks	8
Peaks Matched	1
New Matches	1
Scale Factor	0.286962
Concentración	0.351375
I / Icorundum	5.46

- Anhydrite

Tabla 17. Características de la anhidrita del difractograma de rayos X en la muestra ocho.

Formula	Ca (S O ₄)
Pdf Number	010-72-0503
Figure of Merit	21%
Total Peaks	42
Peaks Matched	15
New Matches	15
Scale Factor	0.475162
Concentración	0.388659
I / Icorundum	1.75

- Cristobalite low

Tabla 18. Características de la Cristobalita low del difractograma de rayos X en la muestra ocho.

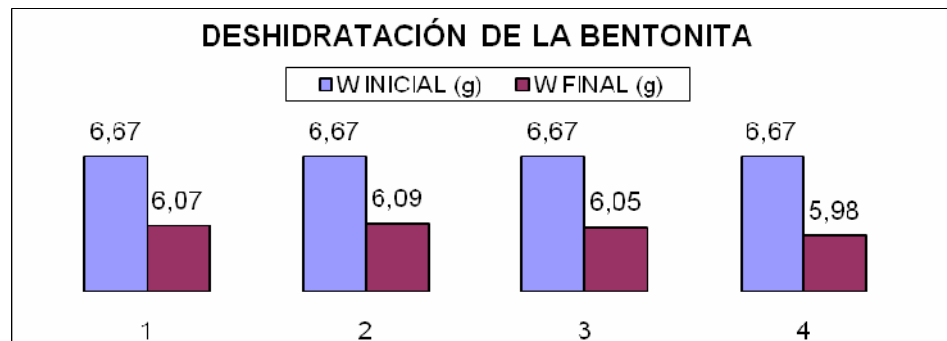
Formula	Si O ₂
Pdf Number	010-71-0785
Figure of Merit	20%
Total Peaks	31
Peaks Matched	4
New Matches	4
Scale Factor	0.255604
Concentración	0.290622
I / Icorundum	5.07

8. 3 Porcentaje de humedad

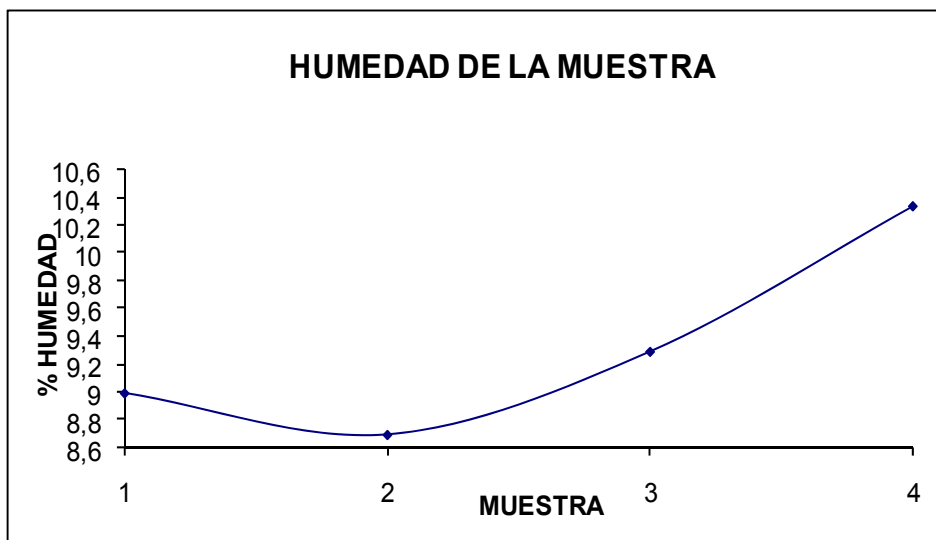
Tabla 19. Resultados del porcentaje de Humedad en la muestra.

MUESTRA	W INICIAL (g)	W FINAL (g)	% HUMEDAD
1	6,67	6,07	8,99
2	6,67	6,09	8,69
3	6,67	6,05	9,29
4	6,67	5,98	10,34

Grafica 1. Peso inicial y final en cada muestra.



Grafica 2. Porcentaje de humedad en cada muestra.

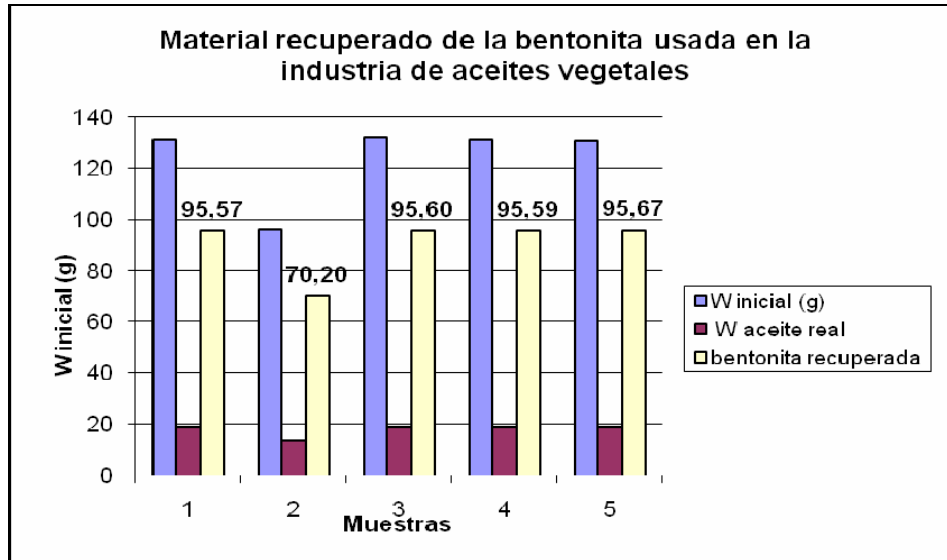


8. 4 Extracción en caliente

Tabla 20. Resultados de la extracción en caliente.

Muestras	W inicial (g)	W final (g)	W aceite real (g)
1	131.0	95.57	19.04
2	96.02	70.20	13.99
3	131.7	95.60	19.05
4	131.0	95.59	19.04
5	130.8	95.67	19.06
% aceite	% Bentonita	% aceite aparente	
14.53	72.95	27.05	
14.57	73.11	26.89	
14.46	72.56	27.44	
14.54	72.98	27.01	
14.57	73.15	26.85	

Grafica 3. Relación de sustancias recuperadas de la muestra inicial después de realizada la extracción en caliente.



Grafica 4. Comparación de las sustancias recuperadas en el proceso de extracción en caliente en términos de porcentaje.

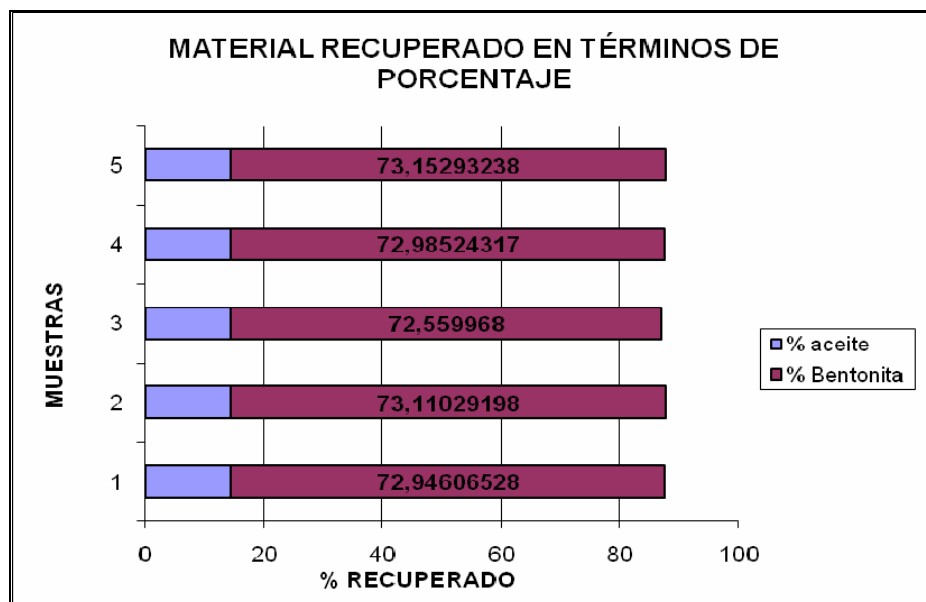


Figura 2. Montaje de un Soxhlet para la extracción en caliente.



8. 5 Extracción en frío

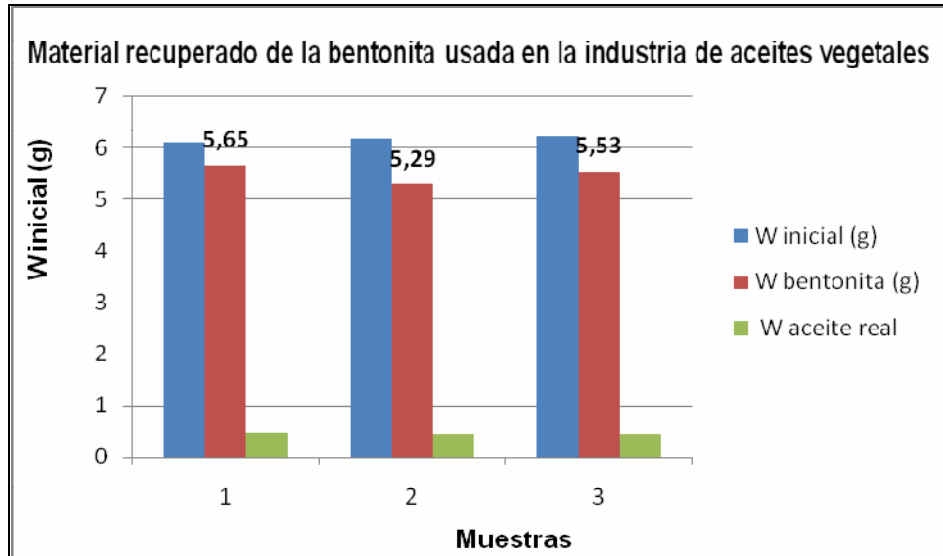
Figura 3. Extracción en frío.



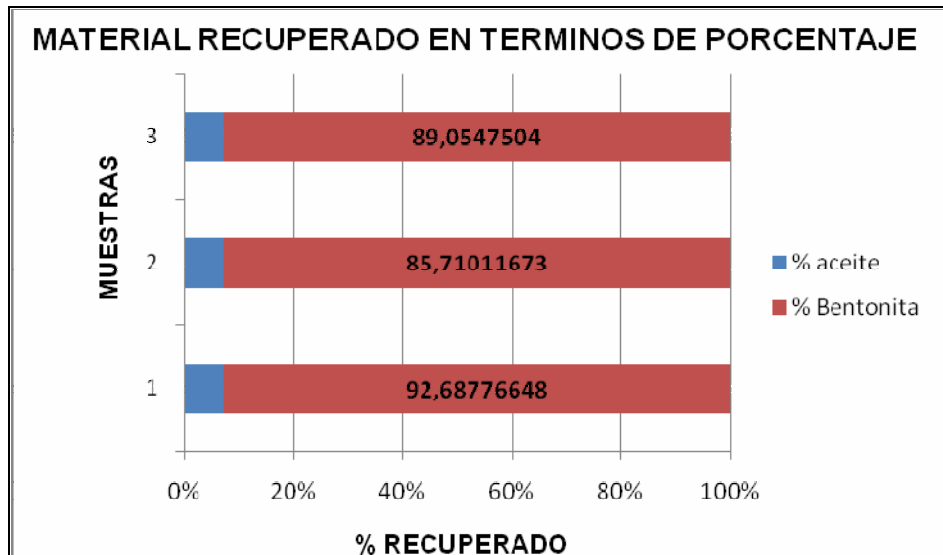
Tabla 21. Resultados de la extracción en frío.

Muestras	W inicial (g)	W final (g)	% aceite aparente
1	6,090	5,650	7,310
2	6,170	5,270	14,29
3	6,210	5,530	10,94
W aceite real	W inicial (g)	% aceite	% Bentonita
0,4459	6,098	7,31	92,69
0,4170	6,168	6,76	85,71
0,4363	6,210	7,03	89,05

Grafica 5. Relación de sustancias recuperadas de la muestra inicial después de realizada la extracción en frío.



Grafica 6. Comparación de las sustancias recuperadas en el proceso de extracción en frío en términos de porcentaje.



8. 6 Tratamiento térmico

Figura 4. Mufla utilizada para el tratamiento térmico:



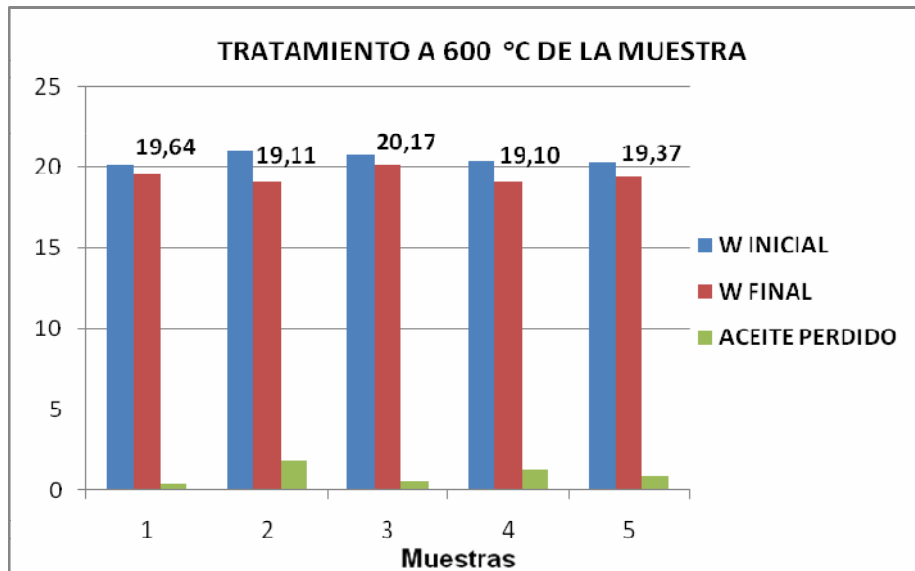
Figura 5. Muestras obtenidas después del tratamiento térmico.



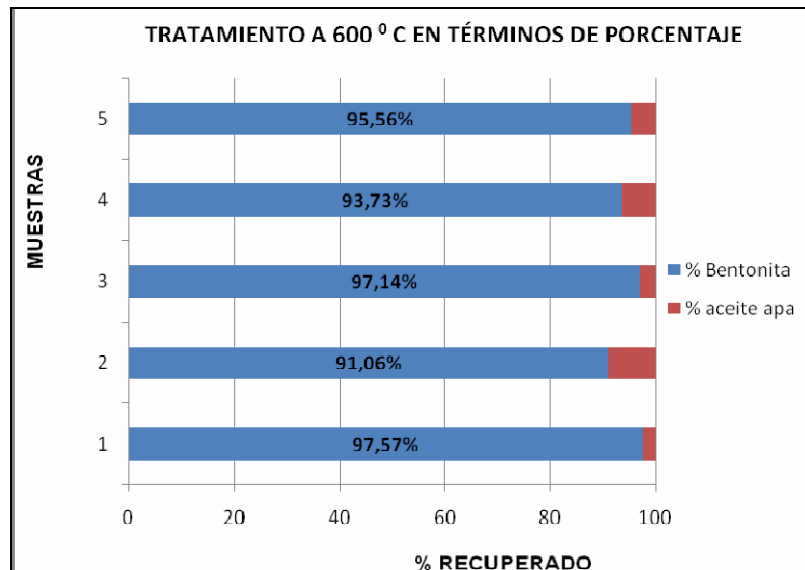
Tabla 22. Resultados del tratamiento térmico a 600°C.

Muestras	W inicial (g)	W final (g)	% aceite aparente	W inicial (g)	% Bentonita	% aceite aparente
1	20,13	19,64	0,49	19,64	97,57	2,43
2	20,98	19,11	1,88	19,11	91,06	8,94
3	20,76	20,17	0,59	20,17	97,13	2,86
4	20,38	19,10	1,28	19,10	93,72	6,27
5	20,26	19,37	0,90	19,37	95,56	4,47

Grafica 7. Relación de la muestra inicial y después de realizado el tratamiento térmico.



Grafica 8. Relación de la muestra inicial y después de realizado el tratamiento térmico en términos de porcentaje

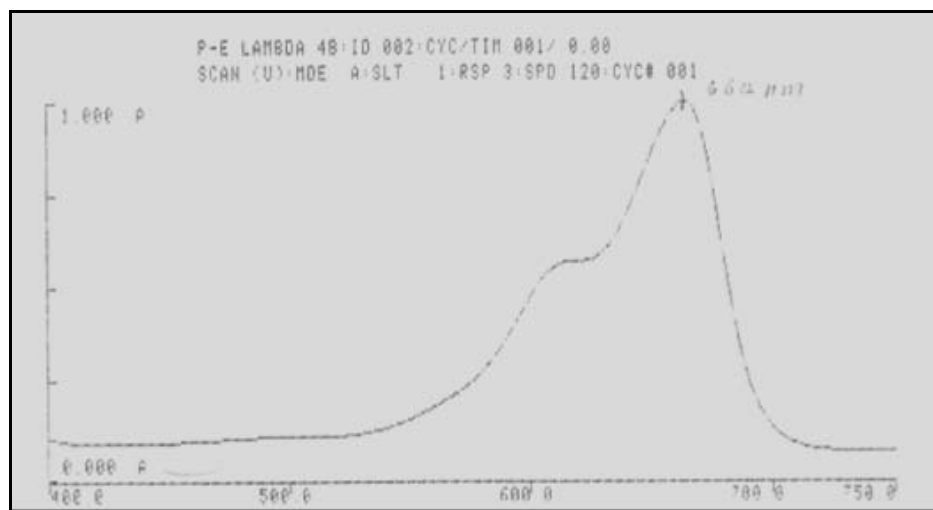


8. 7 Adsorción azul de metileno

λ Máx.: 664 nm

Fórmula Química: $C_{16}H_{18}N_3S$

Figura 6. Espectro de IR del azul de metileno



Grafica 9. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del Azul de Metileno:

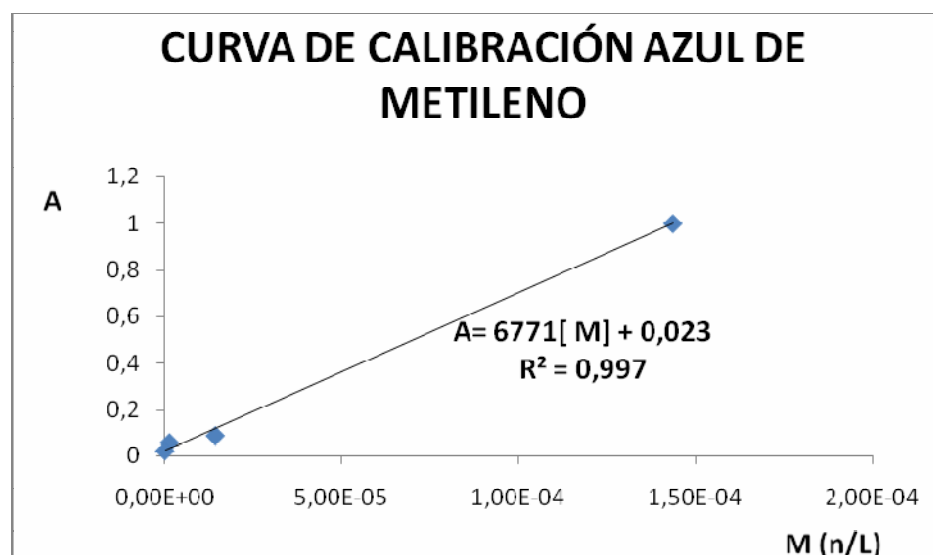


Tabla 23. Resultados de adsorción del azul de metileno

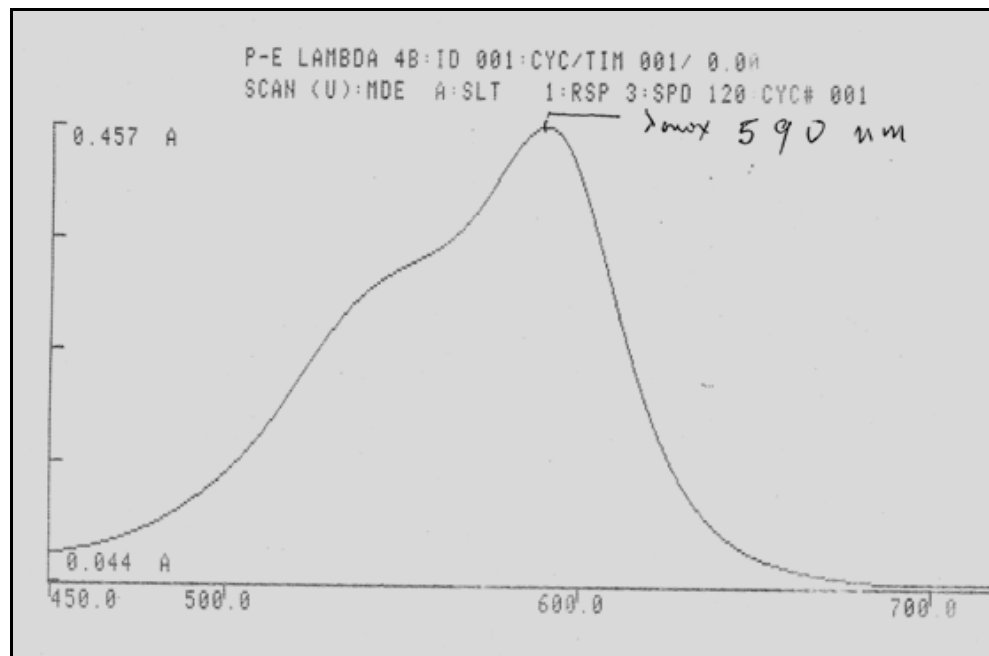
M	A	A1	A2	A3
1,44E-04	1	1	1	1
1,44E-05	0,091	0,091	0,091	0,091
1,44E-06	0,061	0,061	0,061	0,061
1,44E-07	0,024	0,024	0,024	0,024
MP(A)	M inicial(n/L)	M final(n/L)	M Ads.	
5,24E-03	1,44E-04	0,00E+00	1,44E-04	
4,36E-03	1,44E-05	0,00E+00	1,44E-05	
5,54E-03	1,44E-06	0,00E+00	1,44E-06	
BLANCO (A)	M inicial(n/L)	M final (n/L)	M Ads.	
4,90E-02	1,44E-04	3,84E-06	1,40E-04	
5,00E-02	1,44E-05	3,99E-06	1,04E-05	
5,04E-02	1,44E-06	0,00E+00	1,44E-06	

8. 8 Adsorción violeta de Genciana

Figura 7. Estufa usada en el proceso para llevar a sequedad el violeta de genciana



Figura 8. Espectro IR del violeta de genciana:



Grafica 10. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del Violeta de Genciana.

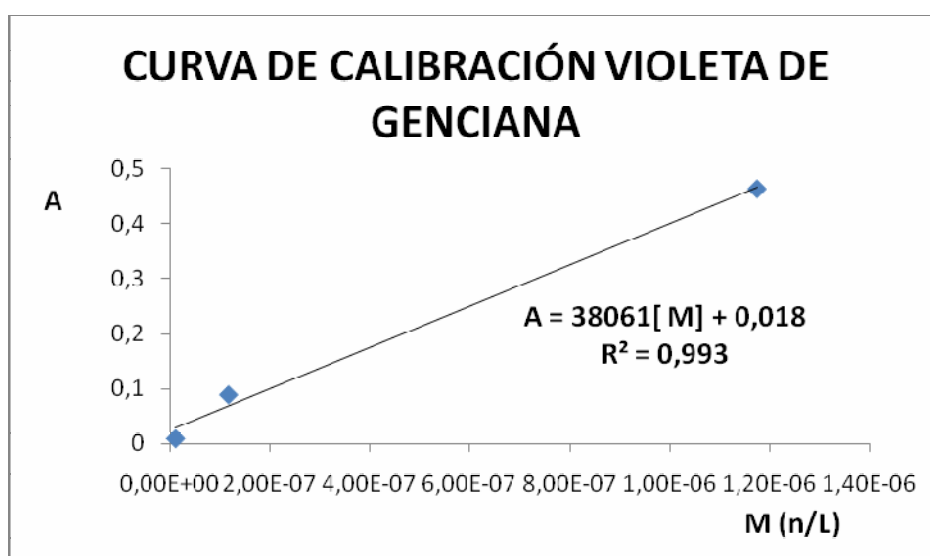


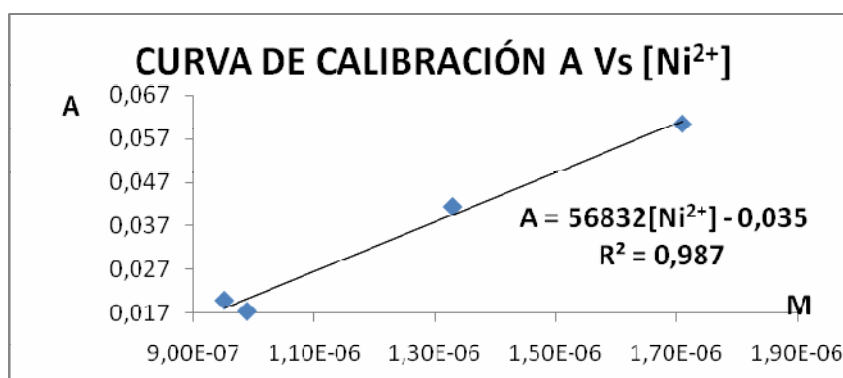
Tabla 24. Resultados de adsorción del violeta de genciana.

M	A	A1	A2	A3
1,18E-05	0,464	0,464	0,464	0,464
1,18E-06	0,089	0,089	0,089	0,089
1,18E-07	0,009	0,009	0,009	0,009
1,18E-08	0,01	0,01	0,01	0,01
BLANCO (A)		M inicial(n/L)	M final (n/L)	
0		1,18E-05	0	
0,00E+00		1,18E-06	0	
0,00E+00		1,18E-07	0	
MP(A)	M inicial(n/L)	M final(n/L)	M Ads.	
3,47E-02	1,18E-05	4,38E-07	1,13E-05	
3,83E-02	1,18E-06	5,34E-07	6,42E-07	
1,80E-02	1,18E-07	0,00E+00	1,18E-07	

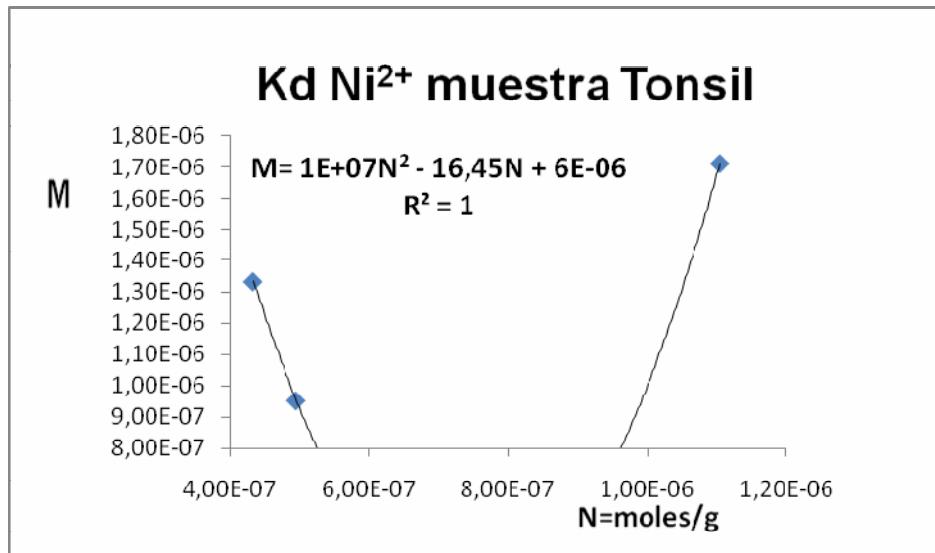
8. 9 Adsorción cationes metálicos

✓ Ni²⁺: λ= 232 nm

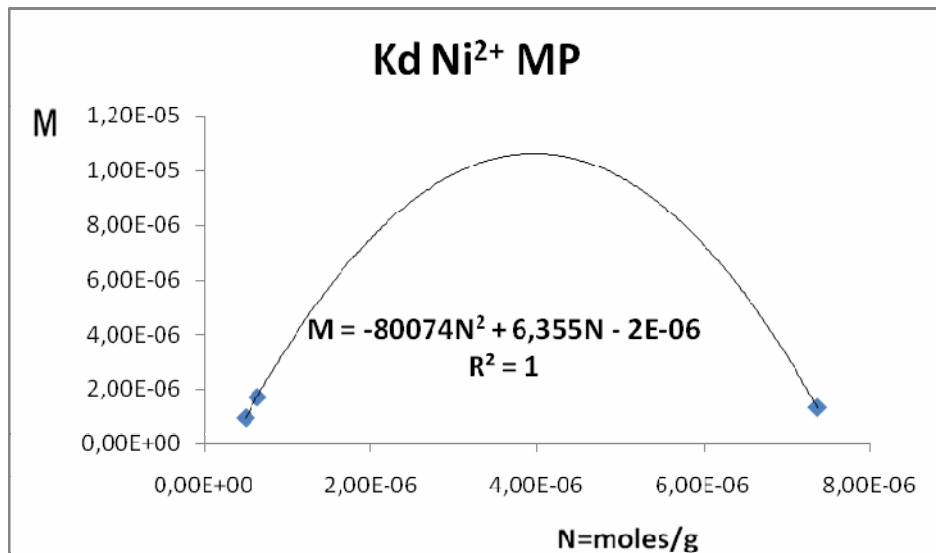
Grafica 11. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del catión Ni²⁺



Grafica 12. Curva de concentración del catión Ni²⁺ contra la relación de moles/gramo adsorbido del Ni²⁺ en la muestra TONSIL 261 y 267.

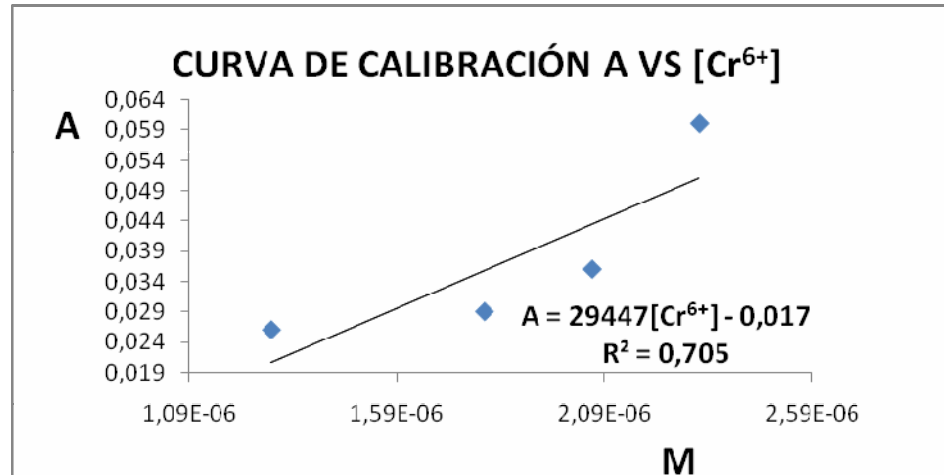


Grafica 13. Curva de concentración del catión Ni²⁺ contra la relación de moles/gramo adsorbido del Ni²⁺ en la muestra problema.

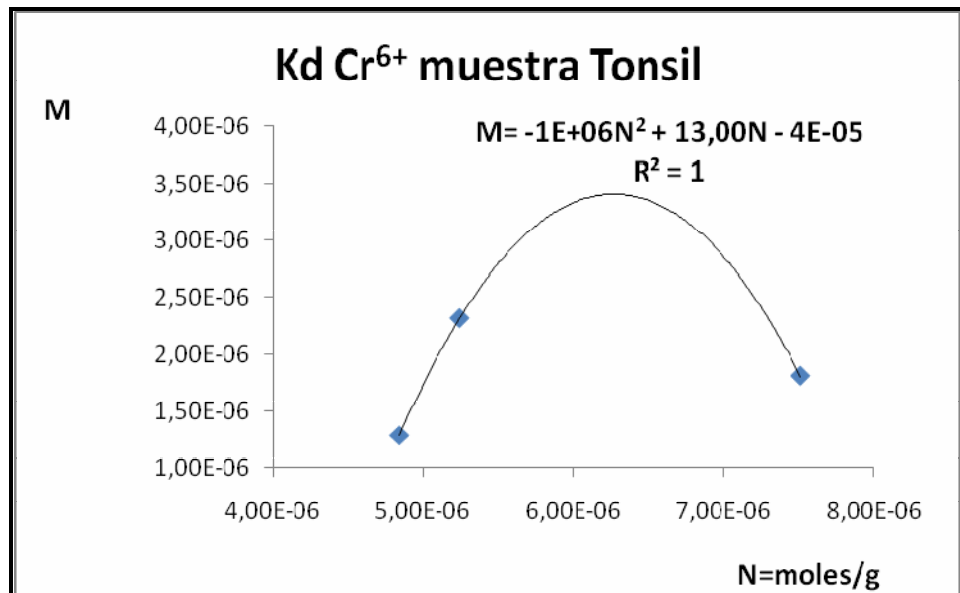


✓ Cr^{6+} : $\lambda = 357,9 \text{ nm}$

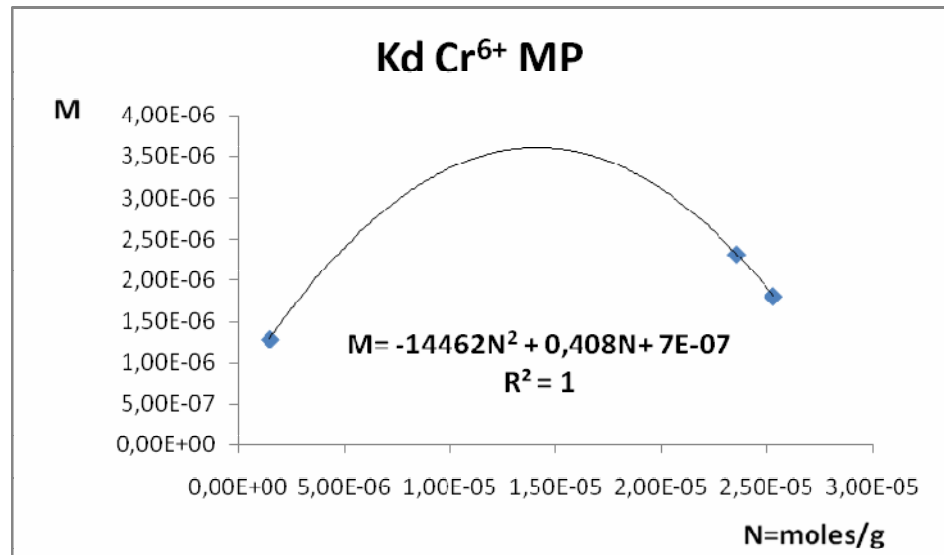
Grafica 14. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del catión Cr^{6+}



Grafica 15. Curva de concentración del catión Cr^{6+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Cr^{6+} en la muestra TONSIL 261 y 267.

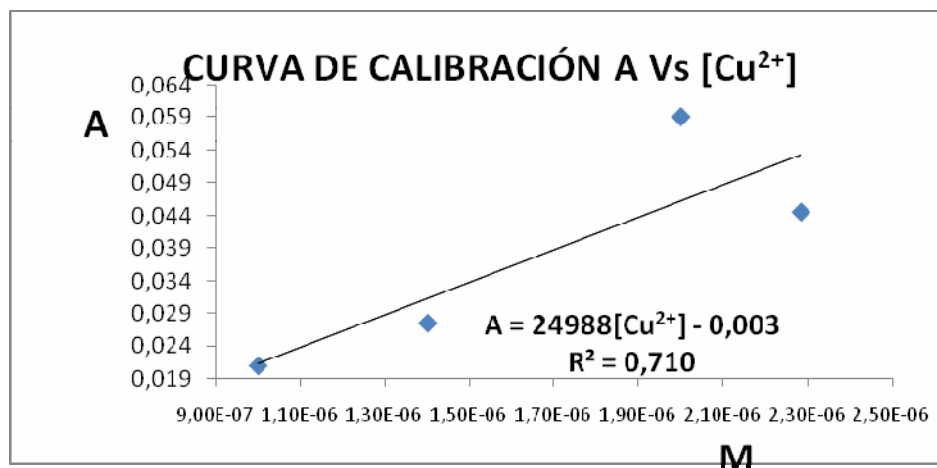


Grafica 16. Curva de concentración del catión Cr^{6+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Cr^{6+} en la muestra problema.

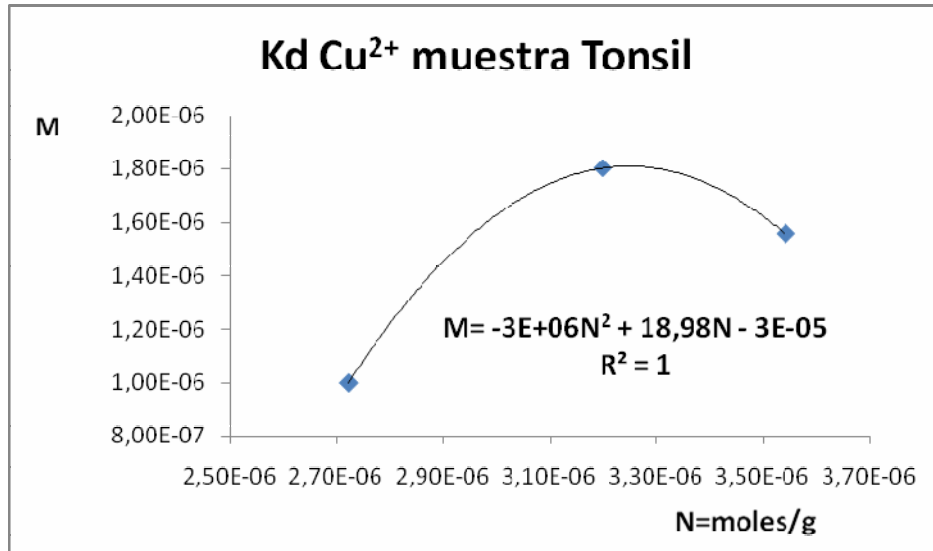


✓ Cu^{2++} : $\lambda = 324,8 \text{ nm}$

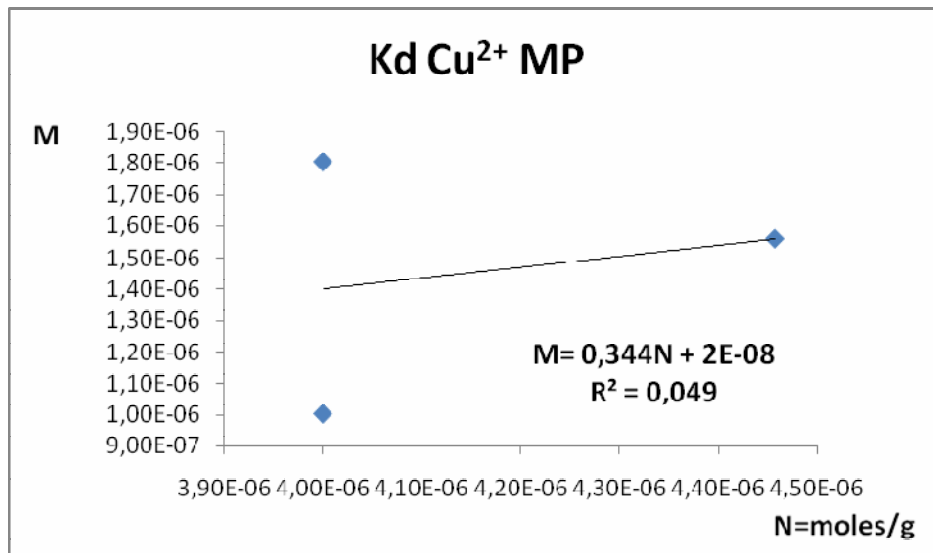
Grafica 17. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del catión Cu^{2+} .



Grafica 18. Curva de concentración del catión Cu^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Cu^{2+} en la muestra TONSIL 261 y 267.

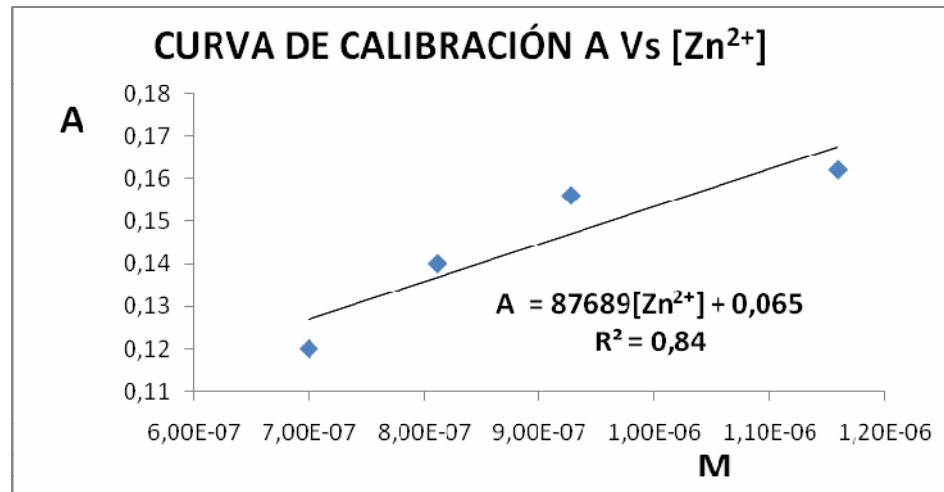


Grafica 19. Curva de concentración del catión Cu^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Cu^{2+} en la muestra problema.

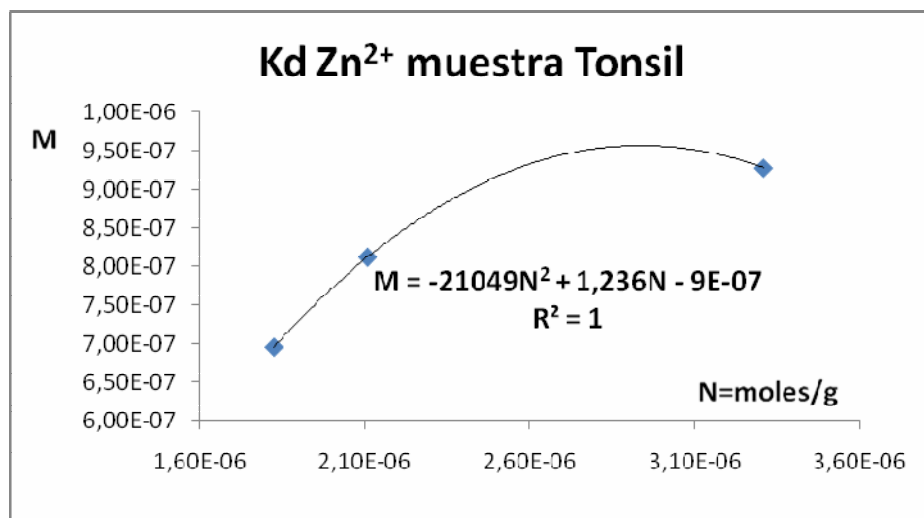


✓ Zn^{2+} : $\lambda = 213,9 \text{ nm}$

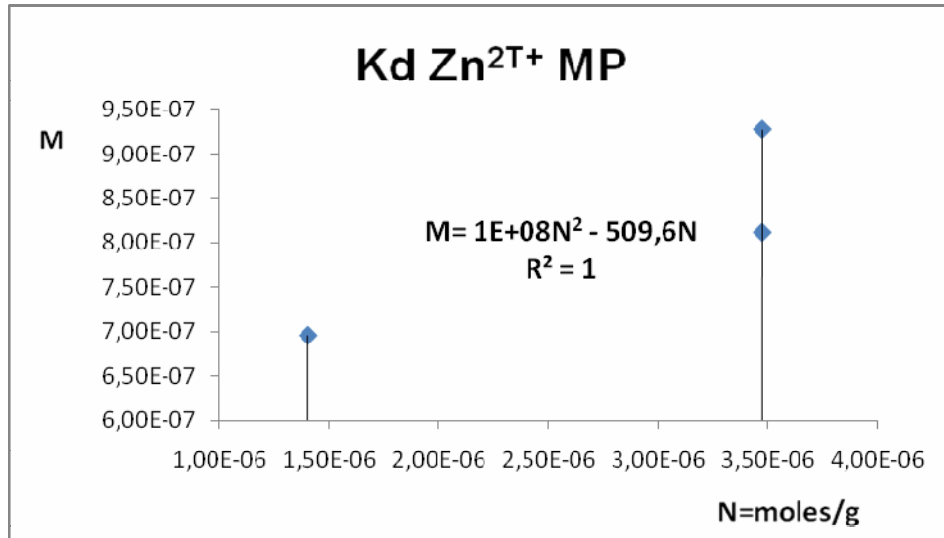
Grafica 20. Curva de calibración de absorbancia contra la concentración del catión Zn^{2+}



Grafica 21. Curva de concentración del catión Zn^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Zn^{2+} en la muestra TONSIL 261 y 267.

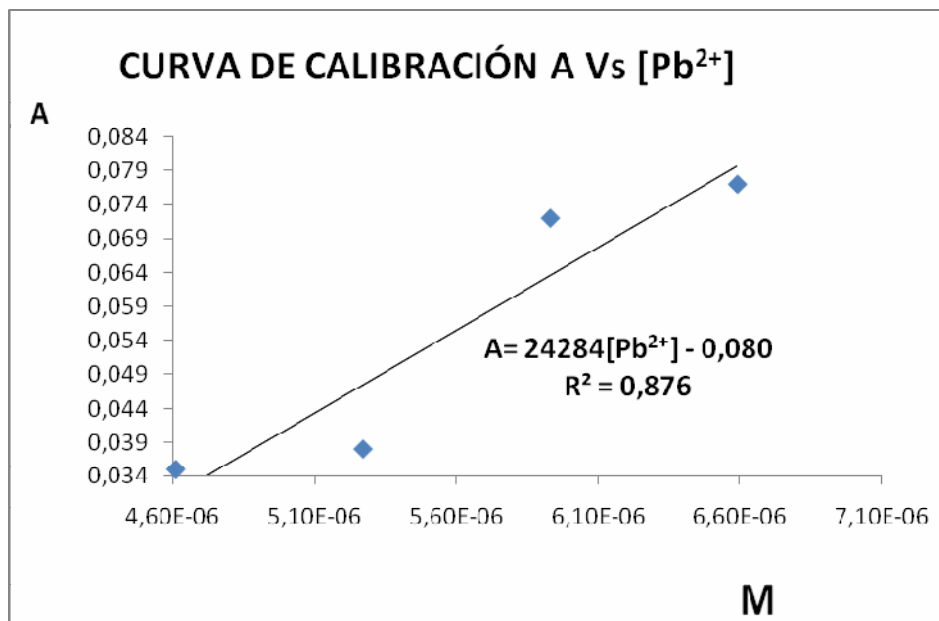


Grafica 22. Curva de concentración del catión Zn^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Zn^{2+} en la muestra problema.

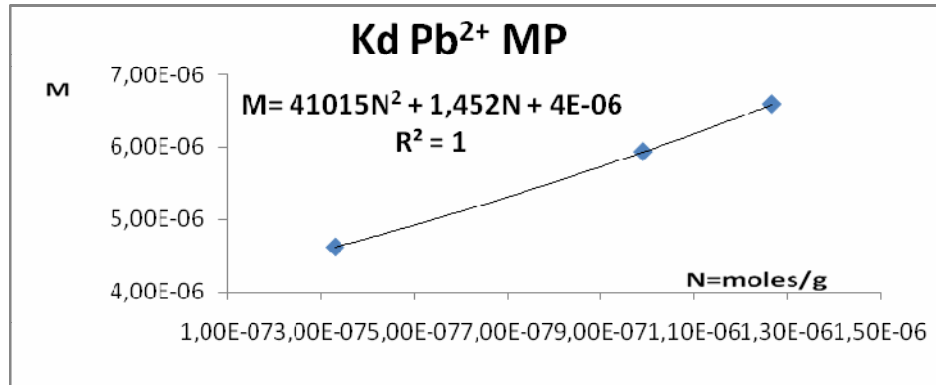


✓ Pb^{2+} : $\lambda = 283 \text{ nm}$

Grafica 23. Curva de concentración del catión Pb^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Pb^{2+} en la muestra TONSIL 261 y 267.



Grafica 24. Curva de concentración del catión Pb^{2+} contra la relación de moles/gramo adsorbido del Pb^{2+} en la muestra problema



✓ Mezcla de iones Cu^{2+} , Cr^{6+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} y Zn^{2+}

Se tuvo en cuenta las siguientes ecuaciones para los cálculos en la mezcla:

✓ $[Ni^{2+}]$

$$A = 56832[Ni^{2+}] - 0,035$$

$$M_{Ni^{2+} mT} = (1E+07) N^2 - 16,45N + 6E-6$$

$$M_{Ni^{2+} MP} = (-80074)N^2 + 6,355N - 2E-6$$

$$Kd_{mT} = |(1E+07)N - 16,45|$$

$$Kd_{MP} = |(-80074)N + 6,355|$$

✓ $[Cu^{2+}]$

$$A = 24988[Cu^{2+}] - 0,003$$

$$M_{Cu^{2+} mT} = (-3E+6)N^2 + 18,98N - 3E-5$$

$$M_{Cu^{2+} MP} = 0,344N + 2E-08$$

$$Kd_{mT} = |(-3E+6) N + 18,98|$$

$$Kd_{MP} = 0,344$$

✓ $[Cr^{6+}]$

$$A = 29447[Cr^{6+}] - 0,017$$

$$M_{Cr^{6+} mT} = (-1E+6)N^2 + 13,00N - 4E-05$$

$$M_{Cr^{6+} MP} = (-14462)N^2 + 0,408N + 7E-7$$

$$Kd_{mT} = |(-1E+6) N + 13,00|$$

$$Kd_{MP} = |(-14462) N + 0,408|$$

✓ $[Zn^{2+}]$

$$A = 87689[Zn^{2+}] + 0,065$$

$$M_{Zn^{2+} mT} = (-21049)N^2 + 1,236N - 9E-7$$

$$M_{Zn^{2+} MP} = (1E+08)N^2 - 509,6N$$

$$Kd_{mT} = |(-21049) N + 1,236|$$

$$Kd_{MP} = |(1E+08) N - 509,6|$$

✓ $[Pb^{2+}]$

$$A = 24284[Pb^{2+}] - 0,080$$

$$M_{Pb^{2+}mT} = 6E+06N^2 - 3,755N + 5E-06$$

$$M_{Pb^{2+}MP} = 41015N^2 + 1,452N + 4E-06$$

$$Kd_{mT} = |6E+06N - 3,755|$$

$$Kd_{MP} = |41015N + 1,452|$$

Grafica 25. Datos de absorbancia y concentración de cada catión obtenidos en A.A. Datos de relación de moles/gramos adsorbidos de los diferentes cationes individuales y en la mezcla de las muestras tonsil y problema.

CATIÓN	M	A	n/g Ads. Tonsil	n/g Ads. MP	CATIÓN	M	A	n/g Ads. Tonsil	n/g Ads. MP
Ni ²⁺	9,52E-7	0,018	4,96E-7	4,96E-7	Cr ⁶⁺	1,29E-6	0,029	4,84E-6	1,48E-6
Ni ²⁺	1,33E-6	0,020	4,34E-7	7,37E-6	Cr ⁶⁺	1,80E-6	0,038	7,51E-6	2,53E-5
Ni ²⁺	1,71E-6	0,042	1,10E-6	6,36E-7	Cr ⁶⁺	2,32E-6	0,050	5,24E-6	2,36E-5
CATIÓN	M	A	n/g Ads. Tonsil	n/g Ads. MP	CATIÓN	M	A	n/g Ads. Tonsil	n/g Ads. MP
Cu ²⁺	1,00E-6	0,048	2,72E-6	4,00E-6	Zn ²⁺	7,00E-7	0,12	1,83E-6	1,41E-6
Cu ²⁺	1,56E-6	0,066	3,54E-6	4,46E-6	Zn ²⁺	8,11E-7	0,14	2,11E-6	3,48E-6
Cu ²⁺	1,80E-6	0,072	3,20E-6	4,00E-6	Zn ²⁺	9,27E-7	0,16	3,31E-6	3,48E-6
CATIÓN	M	A	n/g Ads. Tonsil	n/g Ads. MP	CATIÓN	A	n/g Ads. Tonsil mezcla	A	n/g Ads. MP mezcla
Pb ²⁺	4,61E-6	0,083	3,54E-7	3,30E-7	Ni ²⁺	0,018	4,10E-7	0,009	4,39E-7
Pb ²⁺	5,93E-6	0,072	7,87E-7	9,91E-7	Cr ⁶⁺	0,012	5,37E-6	0,010	5,32E-7
Pb ²⁺	6,59E-6	0,077	8,92E-7	1,27E-6	Zn ²⁺	0,038	7,37E-7	0,045	-
					Pb ²⁺	0,007	3,13E-7	0,009	-
			CATIÓN	A	n/g Ads. Tonsil mezcla	A	n/g Ads. MP mezcla		
			Cu ²⁺	0	3,16E-6	0	5,8E-8		

9. ANÁLISIS DE RESULTADOS

9.1 Propiedades organolépticas de la muestra

Figura 9. Muestra de Bentonita después de usada en el proceso de filtración de aceites vegetales.



Como muestra la Figura 9, se puede observar que el producto tratado presenta una coloración café oscura, de apariencia húmeda, su textura es suave por el contenido de aceite adsorbido. Además, al ser colocada en agua, posee la propiedad característica de hinchamiento.

9. 2. 1 Análisis de sustancias presentes en la muestra

Como se encuentra descrito en la parte experimental se realizaron análisis de cromatografía y difracción de rayos X, para conocer la composición cualitativa inicial de la muestra trabajada, teniendo en cuenta que esta conformada por una parte orgánica e inorgánica. A continuación, se presentan el análisis de los resultados de los espectros obtenidos en ambos casos.

9. 2. 2 Espectros GC/MS

Según los datos hallados en los anexos 1 hasta el 9, aportados por el Laboratorio de Cromatografía de la Universidad Industrial de Santander, se especifica que las posibles sustancias presentes en la fase orgánica de la muestra son:

- Ácido hexadecanoico
- 3,5,24-trimetiltetracontano
- Hexatriacontano
- 1-Dotriacontanol

Las cuales son producto del aceite vegetal retenido en la bentonita después de ser usada en el proceso de filtración.

9. 2. 3 Análisis por Difracción de Rayos X:

La muestra (cero) Tonsil 261 según el análisis cualitativo de difracción de rayos X presenta las siguientes fases minerales:

- ✓ Montmorillonita (bentonita): $(\text{Na,Ca})_{0.3}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$
- ✓ Anhidrita: $\text{Ca}(\text{SO}_4)$
- ✓ Alpha-Quarzo-alpha: SiO_2
- ✓ Montmorillonita-15A: $\text{Ca}_{0.2}(\text{Al, Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

La Muestra blanco corresponde a la mezcla del Tonsil 261 y 267 de la muestra virgen utilizada en el proceso de filtración en la industria de aceites vegetales y posee las siguientes sustancias:

- Montmorillonite (bentonite): $(\text{Na,Ca})_{0.3}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$
- Nontronite clay: $\text{Fe}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Gypsum, syn: $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, posee un sistema monoclinico. Se halla comúnmente en forma tabular, prismática o caras aciculares estriadas o lenticulares con caras redondeadas. Son menos coloreadas pero sus colores característicos son el blanco, amarillo pálido o grisáceo. Presentan lustre vítreo. Son encontradas frecuentemente en agregados que son unidas en rosetas, fibras o en masas unidas fácilmente.⁴³
- Anhidrita: $\text{Ca}(\text{SO}_4)$
- Cuarzo: SiO_2 , posee un sistema trigonal, con dureza de diferentes hábitos cristalinos incluyendo el romboédrico y el prismático. también se puede incluir el seudocúbico (menos coloreado). Dentro de sus coloraciones se destacan el blanco, el rosado, el amarillo, el verde, el violeta, el marrón con un lustre vítreo. Es común en grupo de cristales paralelos y en agregados microcristalinos.⁴⁴
- Illite-2M2: $\text{K}_{0.7}\text{Al}_{2.1}(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$

La Muestra cinco, es la proveniente del tratamiento térmico a 600 °C de la bentonita post consumo obtenida de la empresa Saceites S.A. su composición es:

- Quartz alpha SiO_2
- Muscovite 2 M #1 $\text{KAl}_2(\text{Si}_3\text{Al})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$, posee un sistema monoclinico, de forma laminar, tubular y cristales prismáticos con líneas salientes

seudo hexagonales . De coloración gris, verde - marrón, amarillo o rojo; con un lustre vitreo perlado. Es originado de componentes de rocas metamórficas e incluso de rocas ígneas.⁴⁵

- Anhydrite $\text{Ca}(\text{SO}_4)$
- Bentonite $\text{Na} - \text{Al} - \text{Si} - \text{O} - \text{O H} - \text{H}_2 \text{O}$

La Muestra 8 es la bentonita post consumo tratada térmicamente a 1000°C y contiene los siguientes compuestos inorgánicos:

- Cristobalita $\beta(\text{high}) \text{SiO}_2$
- Anhydrite $\text{Ca}(\text{SO}_4)$
- Cristobalita (low) SiO_2

Según la presencia de cada uno de los minerales en las muestras, se puede observar que se diferencia cada una por dichas fases, en donde algunos casos poseen las mismas, pero en otros no corresponden a las sustancias presentes en las otras fases, debido a que se presenta un reordenamiento estructural y/o degradación al ser tratados térmicamente. Aunque, es importante resaltar que a pesar que el resultado de los espectros difieren, se tratan del mismo tipo de minerales: las esmectitas.

Lo expuesto anteriormente implica que las sustancias obtenidas después de los diversos tratamientos térmicos, conservan sus propiedades características.

Por otra parte, se puede ver que la muestra ocho cambia su composición manteniendo constante la anhidrita, lo cual implica que a esta temperatura de 1000°C se ha degradado totalmente el tonsil 267 y el 261.

Con respecto a la muestra cinco y el blanco (las cuales son de mayor interés en este trabajo de grado), se observa que tres de las fases han cambiado su configuración y/o se han perdido para volverse muscovita, las cuales son la illita, el gypsun y la nontronite clay.

9.3 Porcentaje de humedad

Según los datos obtenidos en la tabla 2, figura 2 y 3, se puede decir que el porcentaje de humedad en las muestras oscilan entre 8.69 % y 10.64 %, lo cual indica que la cantidad de agua contenida en la muestra obtenida de la empresa es baja y el valor no oscila demasiado ya que posee una diferencia de 1.95%.

9.4 Extracción en caliente

De acuerdo a los gráficos 4, 5 y la tabla 23 el contenido de aceite que se recupera es poco apreciable, pero se puede buscar una aplicación de este aceite en otro proyecto, ya que con ello se puede usar todos los materiales extraídos en este producto de desecho industrial. Para este trabajo de grado, en la muestra se presenta en mayor proporción la bentonita recuperada siendo más representativa utilizarla posteriormente en algún proceso, si se compara con el aceite que se obtiene.

9.5 Comparación de los tres métodos

Como se puede observar en las gráficas 4,6 y 8 presenta un mayor porcentaje de bentonita el método de calcinación el cual oscila entre 91 y 98%, en segundo lugar se encuentra la extracción en frío del 82 y 93%, en último lugar se halla la extracción en caliente del 72 al 73%.

Lo anterior hace destacar que el mejor método para este trabajo de grado a emplear es el tratamiento térmico, debido a que permite separar la fase orgánica de la inorgánica en la muestra, salvo que presenta una dificultad, la cual es que se trata de un método degradativo y el material tratado sufre un proceso de combustión, por lo tanto no se recupera la fase orgánica en dicho tratamiento. Pero como se trató de emplear únicamente la fase inorgánica, este método fue el más apropiado para desarrollar los objetivos de este trabajo de grado.

En la extracción en frío se puede verificar que es un método que es beneficioso si se desea recuperar ambas fases de la muestra, el problema que presenta es que requiere de mucho tiempo y gasto de solvente para efectuarse.

Por último, la extracción en caliente es menos variable, pero con este método no se logra la total separación de las fases. Por lo tanto, es el menos indicado para emplear en este trabajo de grado debido a que no permite llegar a los objetivos planteados.

9.6 Adsorción de violeta de genciana y azul de metileno

En el caso del indicador azul de metileno existió una mejor adsorción en la muestra problema que en la virgen, lo contrario se observó en el violeta de genciana, esta respuesta debe inferirse a la naturaleza básica de los colorantes. También, por la competencia existente con el agua y la influencia de sus respectivos pesos moleculares que para este caso es inferior el del azul de metileno que el del violeta de genciana.

Otro aspecto importante de mencionar es que la bentonita empleada en el desarrollo de este trabajo de grado es de carácter ácido, por lo tanto, debería tener mayor afinidad al azul de metileno como se obtuvo en el caso de la muestra problema.

Las mejores condiciones presentadas y observables se dieron cuando se empleó un tiempo de 12 h, debido a que se tenía un mayor contacto superficial de la bentonita con el respectivo indicador.

Figura 10. Violeta de genciana en solución.

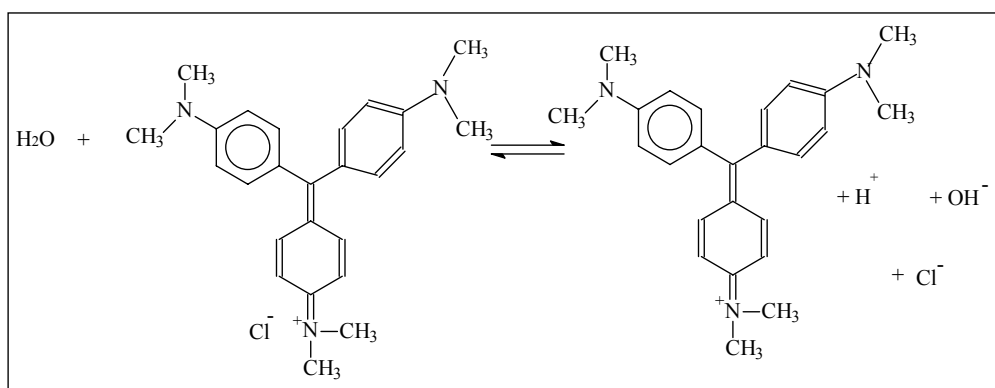
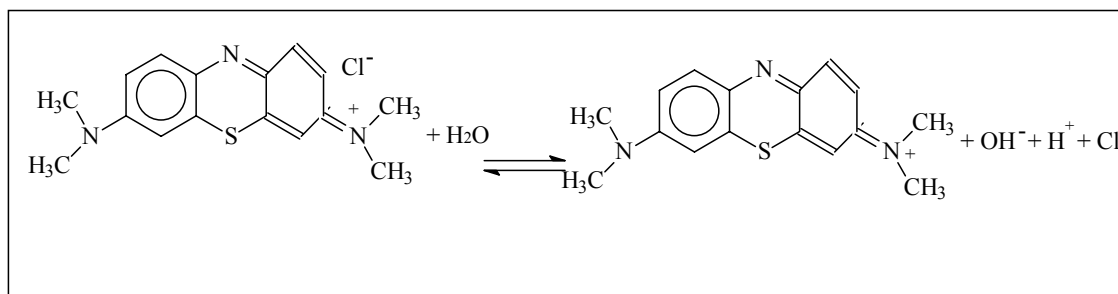


Figura 11. Azul de metileno en solución.



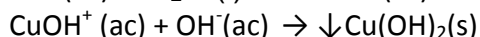
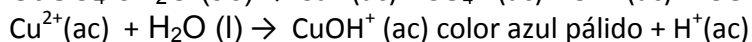
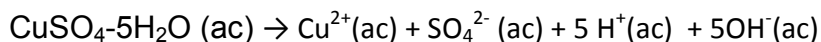
9.7 Adsorción de iones Cu^{2+} , Cr^{6+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} y Zn^{2+}

En los hallazgos observados en los gráficos 11 al 25 y en la tabla 25 se pueden obtener los siguientes aspectos:

- El catión que presenta mayor coeficiente de absorptividad molar en las condiciones de 25°C y presión de 680 mmHg es el Zn^{2+} cuyo valor es de 87689, le sigue el Ni^{2+} con 56832, después el Cr^{6+} con 29447, a continuación el Cu^{2+} con 24988 y finalmente el Pb^{2+} con 24284. De acuerdo con la ecuación de Lambert Beer, este coeficiente va a modificar la respectiva concentración del catión y su absorbancia directamente.
- En los cationes individuales la adsorción es mayor en el cobre y el zinc para el caso de la muestra problema, presentando una variación en el caso de los demás cationes. Algo diferente ocurre en la mezcla del Tonsil 261 y 267, debido a que la mayor retención se da en el zinc, luego siguen el níquel y el plomo, finalizando con el cromo que tiene un comportamiento abrupto y no es específico. Estos resultados se esperarían, teniendo en cuenta que la carga de los cationes difieren del cromo y también interfiere el tamaño atómico de cada catión para ubicarse en el espaciado interlamilar.
- En el comportamiento de adsorción de la mezcla, se encontró que para el caso del Tonsil se adsorbe totalmente el cobre, continúa con el cromo, prosigue el zinc, finaliza con el níquel y el plomo. En el caso de la muestra problema se comporta similarmente en los dos primeros casos, pero en los cationes de plomo y zinc no presentan retención. Lo anterior es debido a la competencia que existe entre los cationes para ubicarse en el espacio interlamilar de la montmorillonita post consumo tratada a 600°C , lo cual hace que el comportamiento difiera del hallado separadamente en cada catión, a esto se le suma la competencia establecida también por el agua.
- En los cationes Cr^{6+} , Ni^{2+} , Pb^{2+} y Zn^{2+} se puede observar que dependen de su concentración en el proceso de adsorción para la muestra problema (muestra cinco) y la muestra tonsil (muestra cero). De acuerdo con las fórmulas, se halla que presentará mayor constante de distribución la muestra virgen que la muestra cinco y existe un rango en que la muestra cinco tendrá menor retención de estos cationes. Esto se debe a que existe una competencia en la retención de los cationes con el agua, repercutiendo en la presentación de ecuaciones de tipo polinomio en el valor de su constante de distribución.

Las reacciones que se dan en las sales utilizadas para las condiciones de trabajo son las siguientes:

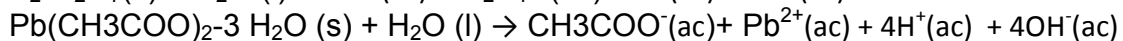
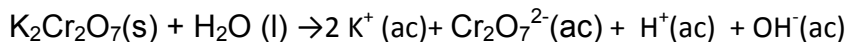
- Para el Cobre



Según las observaciones, se tiene un precipitado producto de reacción de formación de sales de cobre de coloración azul pálido. Además, al tener que la solución de la mezcla de cationes en contacto con el producto tratado térmicamente a 600°C presenta un pH inicial de 4,73 aumentando finalmente a 6,35 se permite que la reacción continúe hasta tener la precipitación del hidróxido de cobre (II).⁴⁶

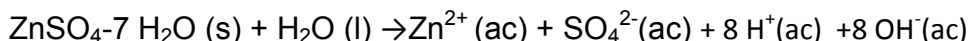
En la muestra Tonsil se encuentra que la variación del pH es de 6,35 a 6,40. Por lo tanto, presenta el mismo comportamiento.

- Para el Cromo y el Plomo



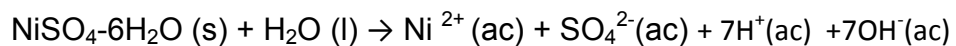
En este caso se encuentra una precipitación del dicromato de plomo (II), lo cual implica que la adsorción del plomo y el cromo no sea muy representativa por esta reacción alterna.⁴⁷

- Para el Zinc



El Zn^{2+} es un catión ácido que necesita acidez para permanecer como catión libre. Si la acidez disminuye se hidroliza precipitando sales básicas del catión ZnOH^+ , que coexiste con el Zn^{2+} .⁴⁸

- Para el Níquel



De acuerdo con las reacciones, quedan los cationes Cu^{2+} , Zn^{2+} y Ni^{2+} en competencia directa, pero el que posee mejor adsorción es el Cu^{2+} debido a su radio atómico intermedio, el cual permite que se sitúe con mayor eficacia en el espaciado interlaminar de la montmorillonita virgen y de la tratada térmicamente.

CONCLUSIONES

- La muestra post consumo presenta dos componentes generales, una orgánica y otra inorgánica. La primera se encuentra compuesta por Ácido hexadecanoico 3, 5, 24-trimetiltetracontano, Hexatriacontano y 1-Dotriacontanol. La segunda por Montmorillonite (bentonite): $(\text{Na,Ca})_{0.3}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, Nontronite clay: $\text{Fe}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Gypsum, syn: $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Anhidrita: $\text{Ca}(\text{SO}_4)$, Cuarzo: SiO_2 e Illite-2M2: $\text{K}_{0.7}\text{Al}_{2.1}(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$
- El proceso de calcinación es el más adecuado para la recuperación de la montmorillonita ácida activada, debido a que requiere de menor tiempo y costos al ser empleada ya que el proceso de extracción en frío es muy eficiente pero se tarda seis meses en lograrse la recuperación completa de la bentonita. Por otro lado, la extracción en caliente es un proceso que requiere de mucho solvente y la extracción del aceite no es totalmente efectuada.
- La muestra cinco es el producto principal usado en este trabajo de grado, debido a que es la muestra con mejores condiciones análogas al patrón empleado (montmorillonita ácida activada virgen). En su composición se mantiene constante la anhidrita $\text{Ca}(\text{SO}_4)$, el cuarzo (SiO_2) y la bentonita se convierte a dos tipos de montmorillonita al comparar la muestra blanco con la muestra cinco.
- El azul de metileno es mejor adsorbido por la muestra tratada térmicamente y el violeta de genciana por la muestra industrial.
- El catión que presenta mejor retención en la muestra es el Cu^{2+} y el indicador de mejor adsorción en la muestra es el azul de metileno por su carácter básico.
- Las constantes de distribución en la mayoría de los cationes depende de la concentración empleada de dichos cationes a condiciones de 25°C y presión de 680 mmHg, a excepción del Cu^{2+} .
- La adsorción de los cationes dependen del pH en que se encuentre la solución, debido a que esto hace que halla precipitación de sales de los mismos.

RECOMENDACIONES

- No acelerar el proceso de calcinación y emplear un tiempo de tres horas como mínimo.
- Realizar un estudio cristalográfico para conocer el espaciado interlaminar en las muestras a diferentes rangos de temperatura.
- Hacer un estudio minucioso de los desechos en talleres de galvanoplastia en la ciudad de Bucaramanga y efectuar las diferentes pruebas de adsorción con la muestra problema a macro escala.

BIBLIOGRAFÍA

1. CDMB, FUNDES, MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE. Guía de buenas prácticas para el sector galvanotecnia.
2. AITEMIN, Asociación para la Investigación y el Desarrollo Industrial de los Recursos Naturales, Memorias 1er Curso internacional en procesos de producción cerámica. UFPS, Cúcuta Nov. 21-24 del 2005.
3. CORNELIUS, H. S. Jr. Y CORNELIS, K. Manual de mineralogía de Dana, Reverté S.A., John Wiley & Sons. N.Y., 1985.
4. HURLBUT, Cornelius. Manual de Mineralogía de Dana. España: Reverté, p. 428-471.
5. AITEMIN, Asociación para la Investigación y el Desarrollo Industrial de los Recursos Naturales, Memorias 1er Curso internacional en procesos de producción cerámica. UFPS, Cúcuta Nov. 21-24 del 2005.
6. <http://www.textoscientificos.com/quimica/carbon-activo/adsorbatos>, [14 de febrero de 2007]
7. <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc231-htm>, [10 de marzo de 2007]
8. SALMANG, Herman. Los fundamentos físicos y químicos de la cerámica; estructuras químicas y físicas de los silicatos y arcillas. 1955. Buenos Aires: Reverte.
9. MALAGON, Dimas. Mineralogía de suelos, sus reacciones con génesis, fertilidad y clasificación de los suelos, Instituto geográfico Agustín Codazzi. 1975. Bogotá. Vol. XI.
10. CORNELIUS, H. S. Jr. Y CORNELIS, K. Manual de mineralogía de Dana, Reverté S.A., John Wiley & Sons. N.Y., 1985.
11. HURLBUT, Cornelius. Manual de Mineralogía de Dana. España: Reverté, p. 428-471.
12. AITEMIN, Asociación para la Investigación y el Desarrollo Industrial de los Recursos Naturales, Memorias 1er Curso internacional en procesos de producción cerámica. UFPS, Cúcuta Nov. 21-24 del 2005.

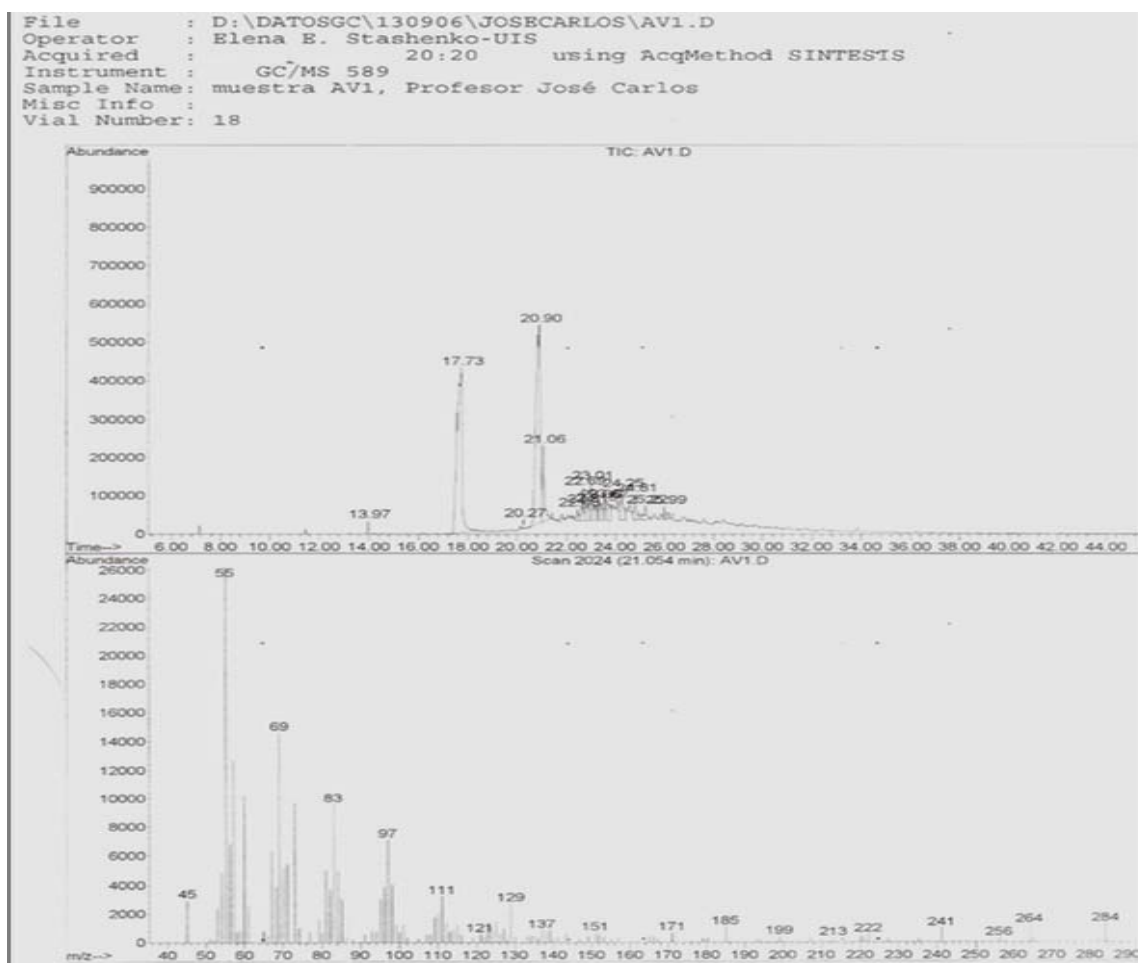
13. HURLBUT, Cornelius. Manual de Mineralogía de Dana. España: Reverté, p. 428-471.
14. HURLBUT, Cornelius. Manual de Mineralogía de Dana. España: Reverté, p. 428-471.
15. GRIM, R. E. & GUVEN, N. Bentonites: Geology, Mineralogy and Uses. 1978. New York, Amsterdam: Elsevier
16. HURLBUT, Cornelius. Manual de Mineralogía de Dana. España: Reverté, p. 428-471.
17. KENDALL, T. Bentonite. Industrial Minerals. Major Market Review May. 1996, p25-37.
18. HERNÁNDEZ, Miguel Ángel. Et al. Evaluación de mesoporos y caracterización de arcillas del estado de Puebla, MÉXICO. Rev. Inst. Contaminación Ambiental, 2003, No.19 Vol.4, p. 183-190
19. PALACIOS, D. et al. Difusión de iones fosfato en la Montmorillonita. Rev. Ing. Revele. Vol.14 No 1 p.83.
20. BISVAL CERVELLÓ, Leopoldo. 1997, Un año de conmemoración del descubrimiento de arcillas de aplicación tecnológica: montmorillonita (150 aniversario), bentonita (1 centenario). Rev.Obras públicas. España, junio 1997. No 3366, p.61-64.
21. DEL CAÑIZO PERATE, Luis. ERASO ROMERO, Adolfo y AGUADO SOLER, Julián. La bentonita-cemento y sus aplicaciones. Rev.Obras públicas. España, febrero 1976. No 3130, p.67-76.
22. BISVAL CERVELLÓ, Leopoldo. 1997, Un año de conmemoración del descubrimiento de arcillas de aplicación tecnológica: montmorillonita (150 aniversario), bentonita (1 centenario). Rev.Obras públicas. España, junio 1997. No 3366, p.61-64.
23. <http://www.minem.gob.pe/archivos/dgm/publicaciones/public03/arcillas.htm>, [09/05/2007]
24. ÁLVAREZ, E. et al. Removal of heavy metals from waste water by natural and Na-exchange bentonites. Rev. Clays and Clay Minerals, Vol. 51, No. 5, 2003, p. 475 – 480.
25. http://www.herbogeminis.com/usos_y_propied.html, [09/05/2007]

26. CDMB, FUNDES, MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE. Guía de buenas prácticas para el sector galvanotecnia.
27. http://www.quiminet.com.mx/art/ar_%25FDf%25D44%2500%2524W%25CC.php, [09/05/2007].
28. FAIR G. Y GAIYER C. Purificación de aguas y tratamiento y remoción de aguas residuales. Ingeniería Sanitaria y de aguas residuales .11ed. Editorial Limusa, 1996, Tomo II, p. 209-212.
29. ENVIROMENTAL SYSTEMS, The use of inexpensive adsorbentes to remove pollutans from wastewater, Vol 36 (1994) p.41-71.
30. FAIR G. Y GAIYER C. Purificación de aguas y tratamiento y remoción de aguas residuales. Ingeniería Sanitaria y de aguas residuales .11ed. Editorial Limusa, 1996, Tomo II, p. 209-212.
31. BARNES L., DORAIRAJA M. Y ZELA M., A feasibility study of removal of chromiun from selected contaminated sites, Wastewater Vol. 35 (1990) p. 446-459.
32. BARNES L., DORAIRAJA M. Y ZELA M., A feasibility study of removal of chromiun from selected contaminated sites, Wastewater Vol. 35 (1990) p. 446-459.
33. BARNES L., DORAIRAJA M. Y ZELA M., A feasibility study of removal of chromiun from selected contaminated sites, Wastewater Vol. 35 (1990) p. 446-459.
34. <http://www.icp.csic.es/cyted/Monografias/MonografiasTeneria/capitulovi.pdf>[1/05/2008]
35. <http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc231.htm>, [10/04/2007]
36. IMPICCINI, A. y VALLÉS, J. M. Los depósitos de bentonita de Barda Negra y Cerro Bandera, departamento Zapala, provincia de Neuquén, Argentina. Rev. Asoc. Geol. Argentina-Buenos Aires jul. /sep.2002. Vol.57, n.3.
37. CDMB, FUNDES, MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE. Guía de buenas prácticas para el sector galvanotecnia.
38. <http://www.epa.gov/tio/download/remed/spansolv.pdf>,[5 de marzo de 2007].

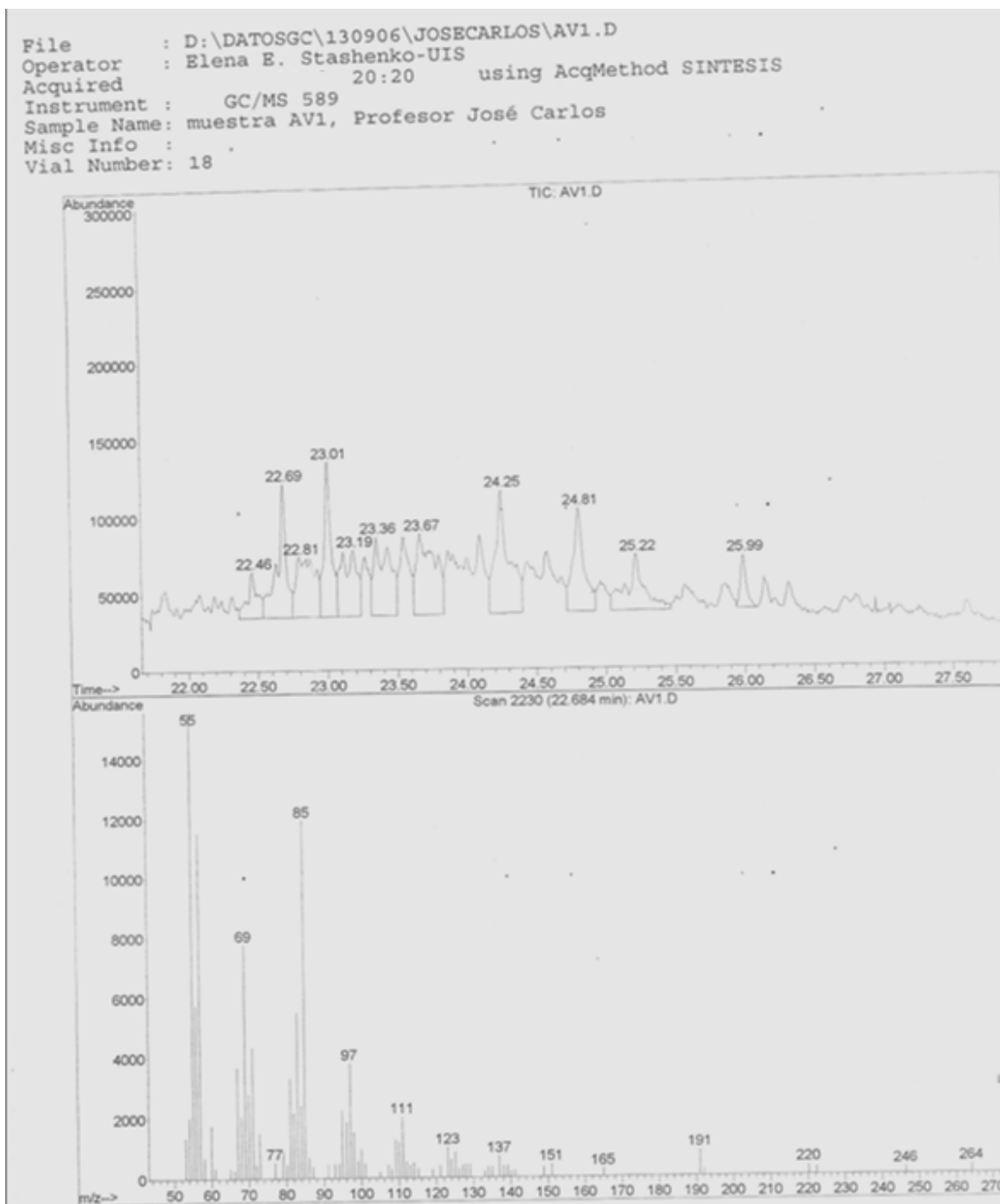
39. TUESTA, Erika. Et al. Modificación química de arcillas y su aplicación en la retención de colorantes. Rev. Soc. Quím. Perú, 2005, 71 No. 1, p. 26-36.
40. CDMB, FUNDES, MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE. Guía de buenas prácticas para el sector galvanotecnia.
41. SKOOG, M., HOLLER, F.J., NIEMAN, T. Análisis instrumental. 5ed. Barcelona: MC Graw Hill. 2001.
42. Oxford cryosystems.<http://www.crystallographica.co.uk/>
43. GUASTONI, Alessandro. APPIANI, Roberto. Minerals. 1 Ed. United States: Firefly books, 2005, p. 57
44. GUASTONI, Alessandro. APPIANI, Roberto. Minerals. 1 Ed. United States: Firefly books, 2005, p. 32
45. GUASTONI, Alessandro. APPIANI, Roberto. Minerals. 1 Ed. United States: Firefly books, 2005. p. 96
46. BURRIEL, F. CONDE, Lucena. Et al. Química Analítica Cualitativa. 18 ed. España: Paraninfo Thomson Learning, 2001, p. 484.
47. BURRIEL, F. CONDE, Lucena. Et al. Química Analítica Cualitativa. 18 ed. España: Paraninfo Thomson Learning, 2001, p.19.
48. BURRIEL, F. CONDE, Lucena. Et al. Química Analítica Cualitativa. 18 ed. España: Paraninfo Thomson Learning, 2001, p.692.

ANEXOS

Anexo 1: Cromatograma de la muestra orgánica.



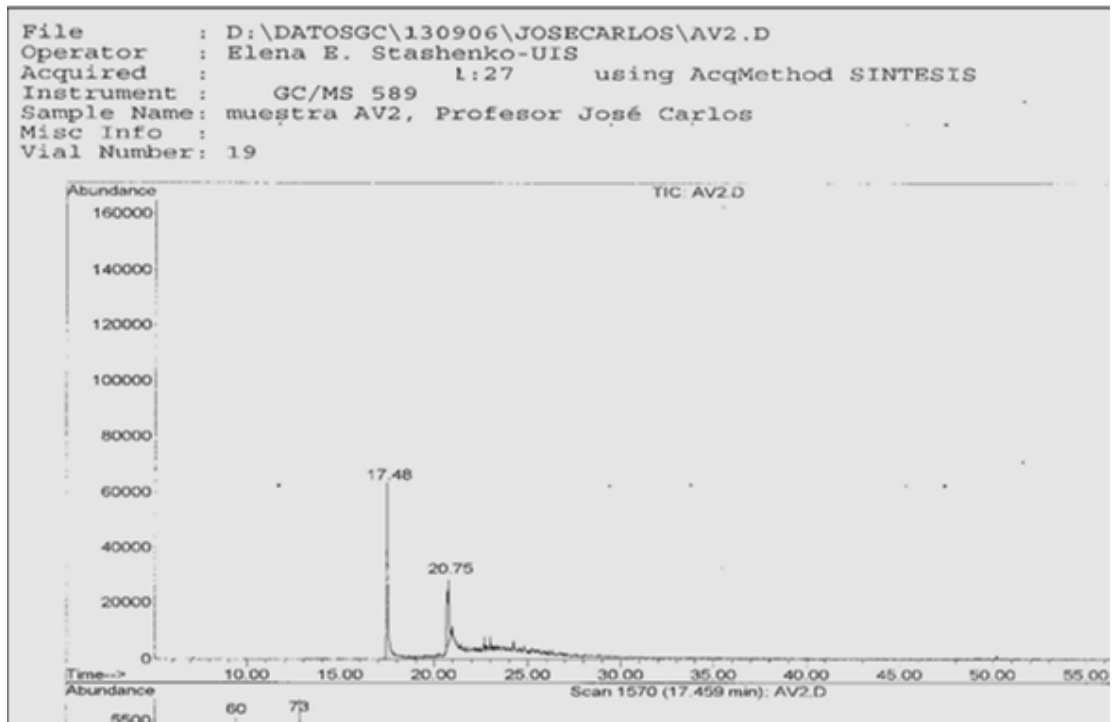
Anexo 2: Cromatograma ampliado de la muestra orgánica.



Anexo 3: Picos presentes en la muestra orgánica.

Area Percent Report									
Data File : D:\DATOSGC\130906\JOSECARLOS\AV1.D						Vial: 18			
Acq On : 20:20						Operator: Elena E. Stashe			
Sample : muestra AV1, Profesor José Carlos						Inst : GC/MS 589			
Misc :						Multiplr: 1.00			
						Sample Amount: 0.00			
MS Integration Params: autoint1.e									
Method : D:\MSDCHEM\1\METHODS\SINTESIS.M (Chemstation Integrator)									
Title :									
Signal : TIC									
peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	13.964	1114	1128	1168	BB 2	31550	1081838	1.77%	0.630%
2	17.730	1551	1604	1676	BV 4	416326	61187191	100.00%	35.629%
3	20.270	1911	1925	1933	VV 5	22647	729483	1.19%	0.425%
4	20.895	1933	2004	2018	PV 5	511046	60877359	99.49%	35.448%
5	21.062	2018	2025	2065	VV 2	193938	9911664	16.20%	5.771%
6	22.462	2190	2202	2212	VV 2	29601	1488082	2.43%	0.866%
7	22.692	2212	2231	2239	VV 3	83456	3792250	6.20%	2.208%
8	22.810	2239	2246	2263	VV 4	37817	3812142	5.90%	2.103%
9	23.008	2263	2271	2279	VV	97298	3702445	6.05%	2.156%
10	23.190	2279	2294	2300	VV 3	42458	3260157	5.33%	1.898%
11	23.356	2310	2315	2333	VV 2	48247	3880177	6.34%	2.259%
12	23.673	2348	2355	2375	VV 2	48716	4874975	7.97%	2.839%
13	24.250	2417	2428	2447	VV 2	76800	5415448	8.85%	3.153%
14	24.812	2487	2499	2513	VV 2	66234	3773308	6.17%	2.197%
15	25.224	2527	2551	2582	VV 4	36111	3137966	5.13%	1.827%
16	25.991	2642	2648	2660	VV 2	33247	1010514	1.65%	0.588%
Sum of corrected areas:							171735001		
AV1.D SINTESIS.M Mon									

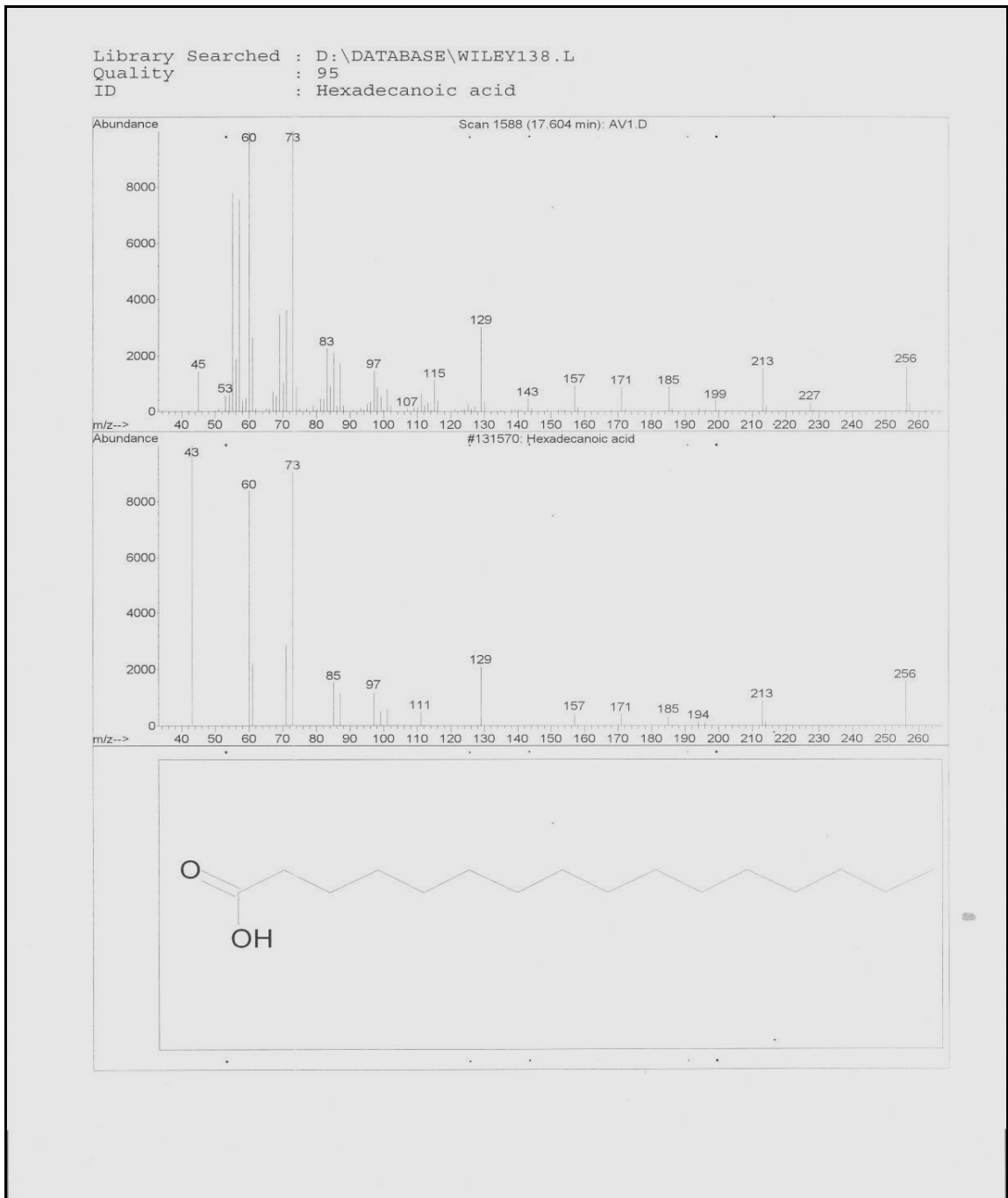
Anexo 4: Cromatograma de la muestra orgánica diluida.



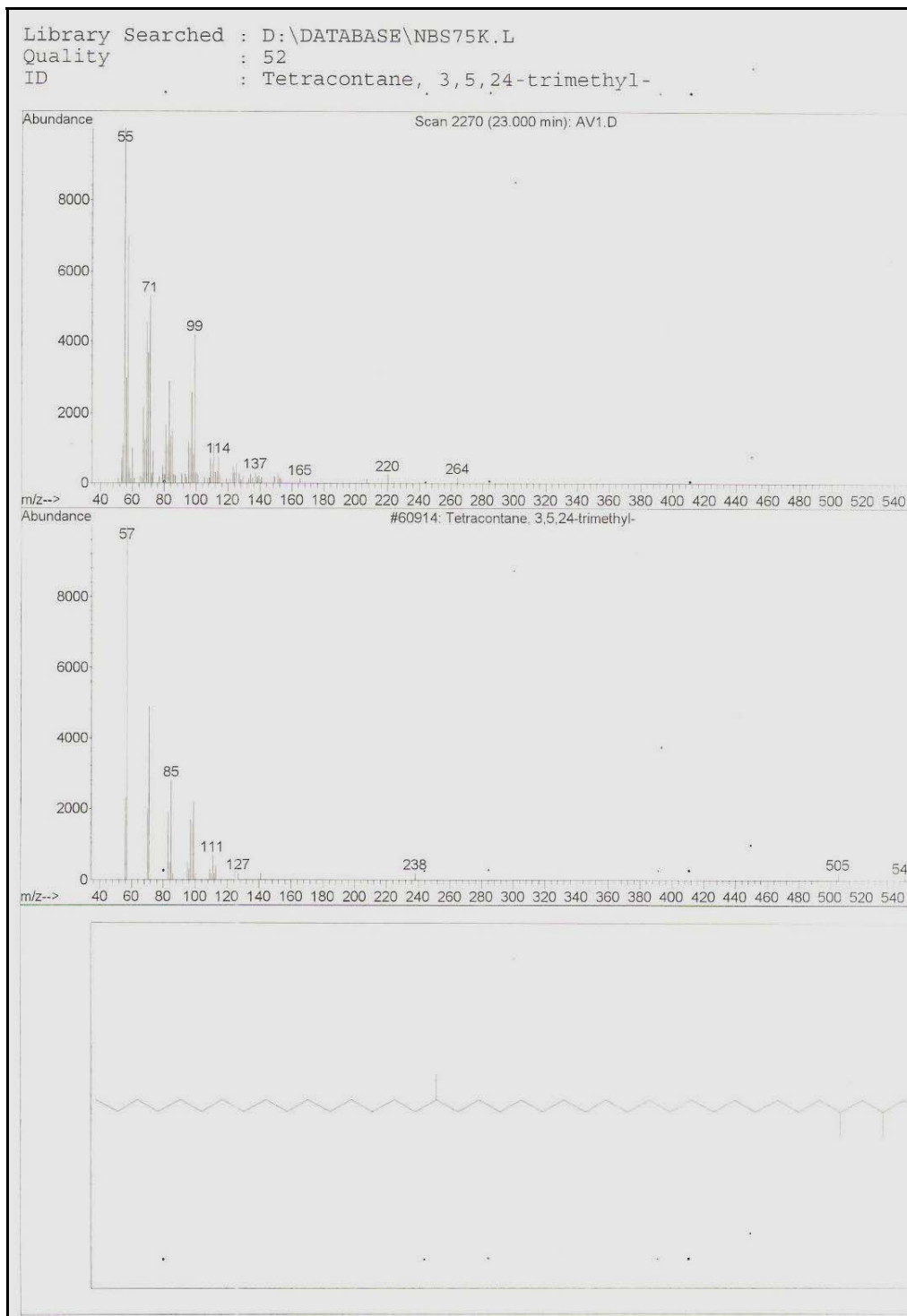
Anexo 5: Picos presentes en la muestra orgánica diluida.

Area Percent Report									
Data File	: D:\DATOSGC\130906\JOSECARLOS\AV2.D					Vial:	19		
Acq On	: 16 Sep 2006 21:27					Operator:	Elena E. Stashe		
Sample	: muestra AV2, Profesor José Carlos					Inst	: GC/MS 589		
Misc	:					Multiplr:	1.00		
						Sample Amount:	0.00		
MS Integration Params: autoint1.e									
Method	: D:\MSDCHEM\1\METHODS\SINTESIS.M (Chemstation Integrator)								
Title	:								
Signal	: TIC								
peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	17.483	1558	1573	1615	BB 2	63346	2996698	100.00%	63.224%
2	20.751	1960	1986	2008	BV 5	23997	1743092	58.17%	36.776%
Sum of corrected areas:							4739791		
AV2.D SINTESIS.M									

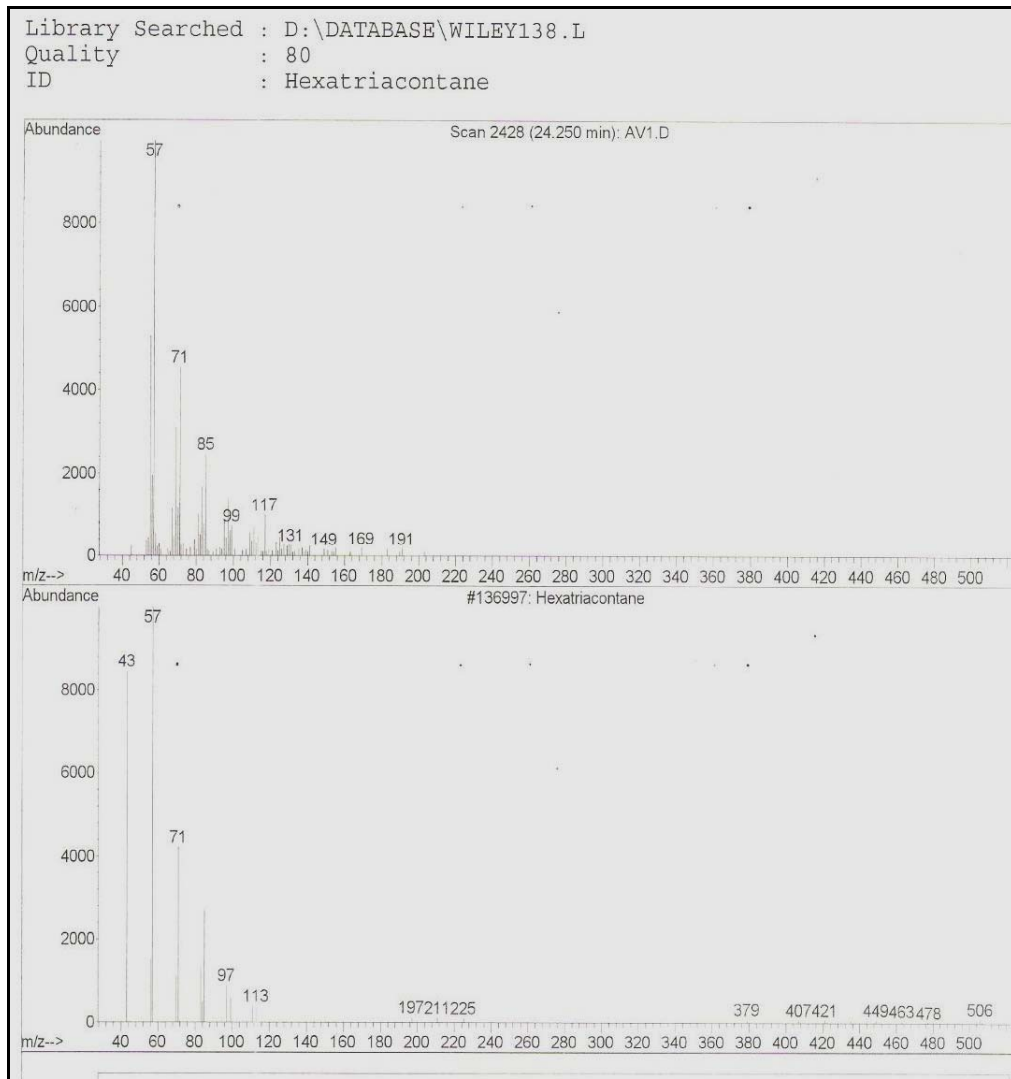
Anexo 6: Cromatograma del ácido hexadecanoico.



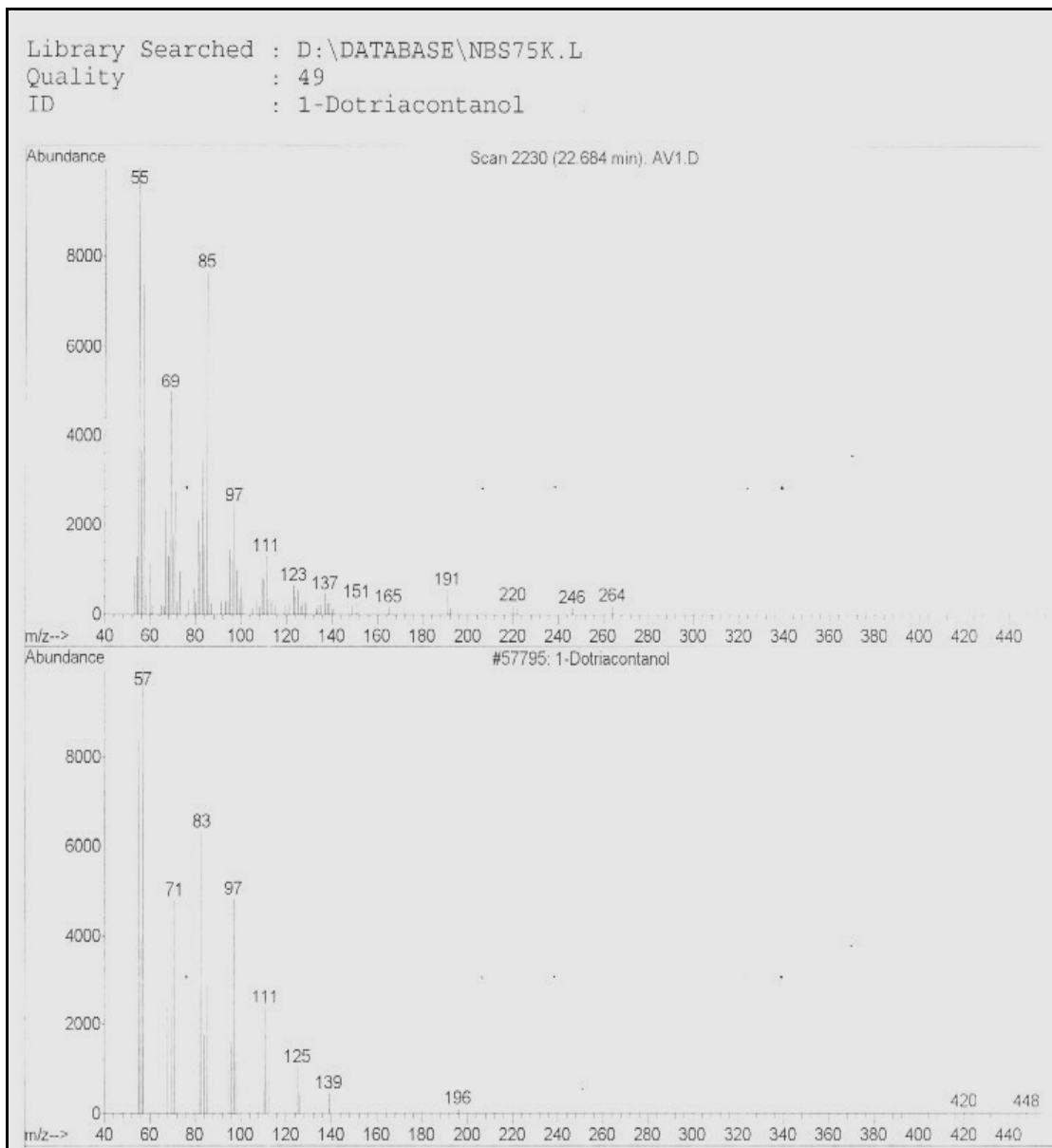
Anexo 7: Cromatograma de 3, 5,24-trimetiltetracontano



Anexo 8: Cromatograma del Hexatriacontano.



Anexo 9: Cromatograma del 1-Dotriacontanol.



Anexo 10: Lista de picos del espectro de difracción de rayos X y difractograma en la muestra blanco.



Fuente: programa Search Mach.

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacing</i>	<i>Intensity</i>	<i>Width</i>	<i>Confidence</i>	<i>Matches</i>
2.154	40.9740	22	0.017	35.5%	
2.213	39.8826	22	0.017	35.8%	
2.383	37.0475	39	0.017	64.9%	
2.763	31.9540	14	0.017	29.5%	
3.126	28.2435	14	0.018	21.2%	
3.358	26.2871	11	0.019	15.4%	
3.467	25.4620	6	0.016	10.1%	

3.732	23.6589	39	0.018	73.1%	
3.789	23.2979	17	0.015	25.7%	
4.295	20.5544	24	0.017	51.5%	
4.352	20.2886	8	0.015	17.1%	
4.483	19.6952	14	0.018	32.0%	
4.570	19.3189	16	0.018	36.2%	
4.880	18.0940	11	0.014	23.1%	
5.026	17.5686	11	0.020	20.5%	
5.098	17.3206	46	0.019	68.2%	
5.153	17.1350	7	0.014	14.0%	
5.353	16.4959	22	0.018	33.3%	
5.454	16.1909	21	0.016	32.4%	
5.723	15.4288	38	0.017	53.1%	
5.775	15.2914	16	0.013	25.5%	
5.823	15.1648	23	0.016	33.1%	A
5.896	14.9782	33	0.016	49.1%	A
6.098	14.4814	20	0.014	34.4%	
6.280	14.0624	19	0.015	41.6%	
6.405	13.7890	5	0.012	12.5%	
6.453	13.6859	19	0.016	42.7%	
6.984	12.6470	25	0.019	65.3%	
7.096	12.4466	14	0.018	40.5%	
7.233	12.2116	10	0.018	31.9%	
8.364	10.5631	12	0.017	14.1%	
8.545	10.3391	16	0.020	54.3%	F
8.695	10.1612	5	0.017	17.1%	
8.780	10.0628	4	0.014	11.4%	
8.835	10.0002	9	0.015	30.2%	
9.100	9.7104	5	0.016	15.7%	
9.183	9.6223	7	0.015	20.8%	
9.537	9.2661	5	0.014	17.5%	
9.671	9.1383	10	0.018	35.2%	
9.756	9.0583	8	0.017	21.5%	
9.889	8.9373	6	0.017	20.2%	
9.956	8.8767	6	0.015	12.8%	
10.011	8.8279	4	0.014	14.1%	
10.074	8.7731	3	0.015	13.4%	
10.136	8.7193	12	0.017	46.5%	
10.271	8.6051	8	0.018	33.7%	
10.405	8.4949	3	0.014	12.6%	
10.531	8.3935	11	0.018	47.4%	
10.742	8.2291	13	0.016	53.6%	
10.799	8.1858	5	0.016	22.2%	
10.920	8.0956	7	0.015	30.7%	

10.977	8.0538	7	0.015	30.6%	
11.310	7.8169	3	0.013	14.8%	
11.366	7.7788	11	0.016	44.6%	
11.517	7.6772	15	0.017	51.3%	C
11.653	7.5875	6	0.018	13.9%	C
12.196	7.2513	4	0.014	19.2%	
12.343	7.1648	19	0.017	71.7%	
12.442	7.1081	9	0.017	36.8%	
12.515	7.0671	9	0.017	35.4%	
12.707	6.9607	6	0.016	25.3%	
13.338	6.6329	11	0.018	46.6%	
13.432	6.5880	9	0.016	25.8%	
13.494	6.5586	18	0.017	54.2%	
13.640	6.4867	4	0.014	14.8%	
13.841	6.3934	5	0.014	14.4%	
13.898	6.3668	13	0.017	52.3%	
14.361	6.1625	5	0.017	22.8%	
14.480	6.1120	10	0.017	27.3%	
14.685	6.0271	13	0.017	50.3%	
14.873	5.9516	4	0.017	13.3%	
14.994	5.9048	5	0.014	12.3%	
15.537	5.7002	6	0.019	16.8%	
15.604	5.6743	7	0.015	17.1%	
15.792	5.6091	23	0.017	64.4%	
16.068	5.5133	31	0.018	77.1%	
16.129	5.4931	11	0.018	21.5%	
16.180	5.4736	7	0.015	21.1%	
16.754	5.2874	3	0.013	12.6%	
17.171	5.1597	7	0.016	25.3%	
17.357	5.1049	7	0.015	25.3%	
17.543	5.0513	11	0.017	39.5%	F
17.704	5.0055	4	0.017	12.5%	
17.853	4.9652	16	0.016	43.7%	
18.628	4.7598	19	0.017	17.0%	
19.652	4.5139	17	0.015	20.2%	B
22.375	3.9731	10	0.018	15.4%	F
22.555	3.9394	13	0.015	30.5%	
22.845	3.8886	29	0.017	67.4%	D
22.952	3.8721	29	0.017	56.4%	D
23.098	3.8472	40	0.018	80.5%	
23.709	3.7499	7	0.018	12.8%	
24.529	3.6262	14	0.016	15.2%	
24.657	3.6078	10	0.015	15.4%	
24.729	3.5972	18	0.017	25.1%	

24.780	3.5889	26	0.015	12.4%	
25.136	3.5426	18	0.017	22.8%	
25.643	3.4708	59	0.019	89.5%	
26.110	3.4100	11	0.017	20.7%	
26.168	3.4018	16	0.014	15.9%	
26.649	3.3422	96	0.030	100%	EF
26.801	3.3253	11	0.016	13.4%	
27.505	3.2413	9	0.017	13.9%	
27.736	3.2135	15	0.014	25.5%	F
27.787	3.2077	23	0.017	36.3%	F
27.845	3.2009	24	0.017	50.8%	F
27.989	3.1852	7	0.016	14.4%	
28.827	3.0943	12	0.015	24.8%	
28.880	3.0881	32	0.016	66.4%	
28.930	3.0835	15	0.016	20.9%	
28.993	3.0772	23	0.017	33.8%	F
29.180	3.0584	19	0.016	45.0%	C
29.760	3.0012	6	0.016	11.0%	
30.033	2.9728	9	0.018	21.3%	
30.461	2.9324	7	0.014	16.5%	
30.553	2.9227	18	0.016	45.1%	
30.760	2.9042	3	0.013	10.2%	
31.480	2.8399	22	0.016	58.1%	
31.558	2.8318	13	0.016	28.3%	
31.970	2.7967	26	0.016	57.7%	D
32.017	2.7921	12	0.015	28.3%	CD
32.448	2.7566	14	0.018	36.7%	
32.585	2.7463	12	0.014	30.6%	
32.634	2.7428	16	0.015	34.8%	
32.860	2.7222	12	0.016	32.1%	
33.688	2.6581	8	0.013	12.0%	
33.741	2.6538	25	0.018	64.0%	
34.102	2.6265	9	0.015	10.3%	
34.280	2.6130	20	0.018	54.2%	
34.344	2.6092	12	0.014	13.6%	
34.590	2.5910	8	0.016	17.8%	C
34.666	2.5850	20	0.018	44.7%	F
34.749	2.5801	10	0.017	21.0%	F
35.334	2.5383	9	0.014	19.9%	AC
35.632	2.5185	13	0.015	23.6%	F
35.913	2.4973	13	0.015	24.9%	C
36.128	2.4843	7	0.013	17.2%	
36.186	2.4805	28	0.017	64.1%	C
36.242	2.4769	13	0.015	24.3%	CD

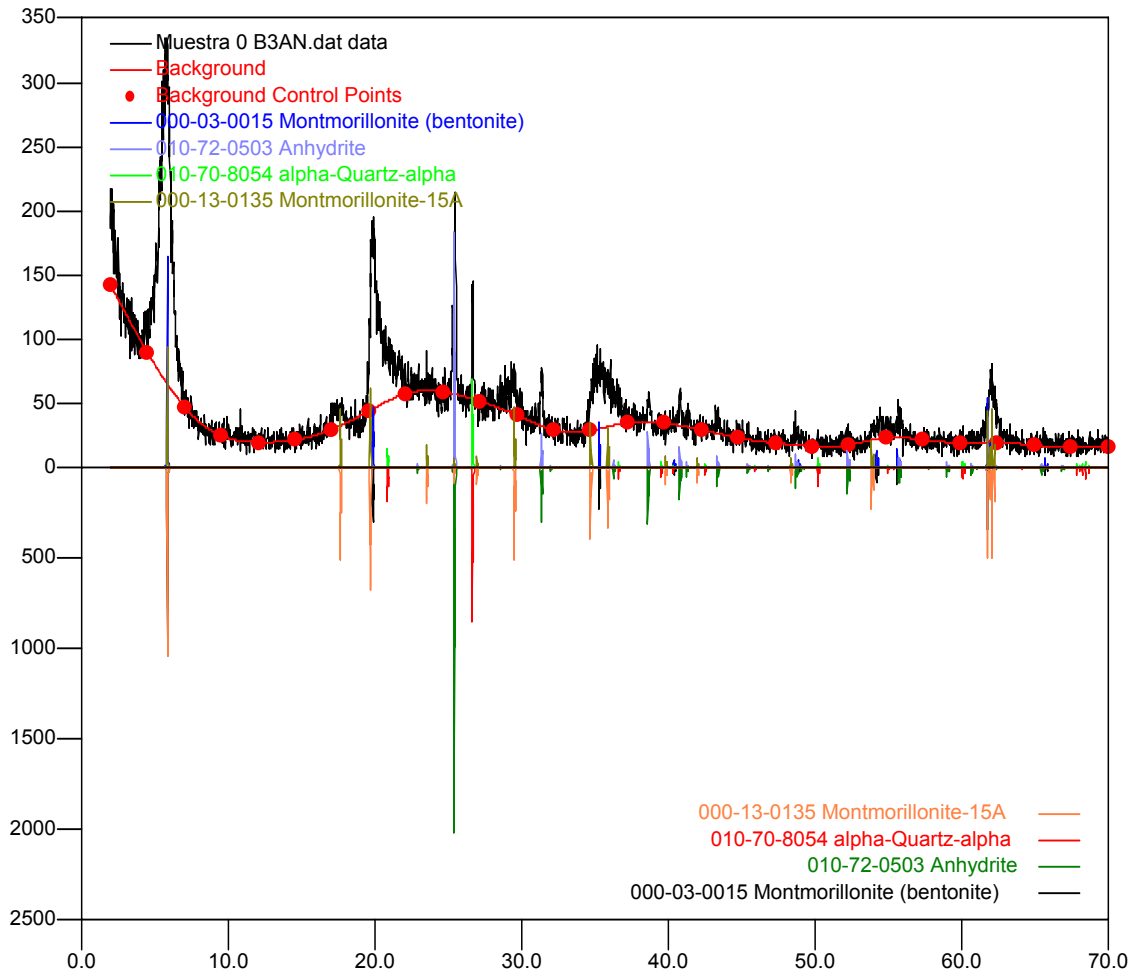
36.261	2.4736	8	0.014	12.0%	CD
38.306	2.3483	7	0.014	16.4%	
38.646	2.3268	25	0.017	57.2%	D
38.877	2.3142	22	0.019	45.2%	
38.954	2.3104	18	0.019	35.9%	
39.115	2.3010	12	0.015	23.4%	
39.329	2.2893	11	0.018	31.6%	CF
39.387	2.2858	10	0.015	22.6%	CEF
39.448	2.2826	6	0.015	11.6%	EF
39.830	2.2613	7	0.014	12.2%	
39.879	2.2586	25	0.016	22.1%	
41.000	2.1985	7	0.017	12.4%	
42.318	2.1337	5	0.016	11.2%	
42.676	2.1170	8	0.016	23.2%	
44.848	2.0198	11	0.015	38.1%	
44.891	2.0173	12	0.017	25.6%	
45.078	2.0095	16	0.014	38.1%	F
45.184	2.0049	13	0.017	23.1%	F
45.229	2.0029	11	0.013	26.4%	F
45.281	2.0009	23	0.017	58.0%	
45.484	1.9927	7	0.015	24.8%	CD
45.969	1.9723	29	0.018	73.3%	
46.160	1.9650	19	0.020	52.0%	C
46.684	1.9441	4	0.014	11.1%	
46.834	1.9388	15	0.015	53.0%	D
47.332	1.9191	10	0.017	29.9%	D
47.481	1.9133	19	0.018	51.6%	
47.552	1.9107	9	0.018	18.3%	
47.712	1.9049	14	0.018	40.6%	
47.778	1.9020	6	0.017	16.2%	C
48.306	1.8820	11	0.016	24.7%	C
49.066	1.8552	6	0.015	21.0%	D
49.217	1.8500	5	0.014	15.6%	D
49.845	1.8277	11	0.015	36.8%	
51.017	1.7888	4	0.014	14.5%	
51.185	1.7836	5	0.015	13.7%	C
52.175	1.7516	11	0.018	36.5%	DF
52.370	1.7455	14	0.018	41.5%	D
52.493	1.7419	9	0.016	28.7%	
53.338	1.7160	5	0.015	14.3%	F
54.042	1.6957	12	0.014	40.8%	F
54.090	1.6942	16	0.015	45.7%	F
54.210	1.6906	6	0.014	13.7%	A
54.275	1.6891	22	0.017	58.7%	A

54.357	1.6864	26	0.017	61.0%	C
55.138	1.6641	7	0.014	23.4%	C
55.836	1.6450	25	0.017	58.8%	CD
56.422	1.6299	12	0.015	40.4%	
56.886	1.6173	5	0.013	12.0%	
56.944	1.6157	7	0.016	14.5%	F
57.006	1.6142	11	0.015	19.9%	F
57.045	1.6128	19	0.019	59.2%	F
57.186	1.6097	5	0.014	12.0%	E
57.686	1.5968	13	0.017	40.4%	
58.624	1.5732	14	0.016	43.2%	
58.685	1.5719	20	0.017	53.6%	
58.836	1.5682	12	0.017	34.8%	F
58.940	1.5660	5	0.018	13.4%	D
59.370	1.5554	4	0.015	11.2%	
59.549	1.5514	18	0.018	58.1%	
59.735	1.5467	8	0.016	19.3%	
59.879	1.5433	16	0.018	52.2%	E
60.026	1.5398	14	0.016	47.1%	E
60.750	1.5233	6	0.015	19.5%	CD
61.446	1.5082	9	0.015	25.2%	
61.460	1.5071	7	0.014	22.8%	
62.171	1.4920	6	0.015	14.0%	BD
62.709	1.4800	6	0.016	18.1%	F
63.210	1.4697	13	0.017	46.1%	
63.302	1.4678	5	0.018	14.4%	
63.589	1.4618	12	0.016	32.8%	
63.649	1.4606	14	0.016	44.2%	C
63.995	1.4534	16	0.017	44.0%	E
64.284	1.4478	10	0.016	28.8%	
64.597	1.4415	9	0.018	21.9%	
64.831	1.4370	10	0.016	25.2%	C
65.012	1.4333	20	0.017	62.5%	C
65.561	1.4228	8	0.018	23.5%	
65.624	1.4214	5	0.016	14.5%	A
65.769	1.4187	5	0.017	17.1%	ACDE
66.563	1.4037	12	0.018	40.8%	
66.698	1.4013	17	0.016	51.4%	C
67.057	1.3946	7	0.016	12.3%	
67.154	1.3928	3	0.013	12.2%	
67.294	1.3903	15	0.017	49.7%	
67.502	1.3864	8	0.016	18.6%	
67.625	1.3844	15	0.019	48.7%	
67.688	1.3831	6	0.017	16.1%	E

67.848	1.3803	10	0.017	30.1%	E
67.900	1.3793	18	0.016	50.5%	
68.054	1.3765	6	0.015	16.0%	E
68.254	1.3731	5	0.014	17.9%	E
68.628	1.3665	4	0.016	14.0%	CD
68.856	1.3624	14	0.017	40.1%	
69.253	1.3556	7	0.016	21.5%	
69.529	1.3509	6	0.017	16.0%	
69.673	1.3486	12	0.016	41.7%	

Fuente: programa Search Mach.

ANEXO 11: Lista de picos del espectro de difracción de rayos X y difractograma en la muestra cero.



Fuente: programa Search Mach.

<i>2-Theta</i>	<i>D-Spacing</i>	<i>Intensity</i>	<i>Width</i>	<i>Confidence</i>	<i>Matches</i>
2.076	42.5264	29	0.017	47.1%	
2.135	41.3446	38	0.020	59.3%	
2.228	39.6123	33	0.018	51.2%	
2.451	36.0193	18	0.015	35.0%	
2.507	35.2062	26	0.016	46.9%	
2.555	34.5549	37	0.017	62.5%	
2.769	31.8766	8	0.014	11.1%	
2.927	30.1608	10	0.014	15.1%	

3.375	26.1548	31	0.019	53.5%	
3.476	25.3997	30	0.017	54.8%	
3.570	24.7257	15	0.015	28.4%	
3.843	22.9752	18	0.015	28.1%	
4.300	20.5306	31	0.017	62.8%	
4.360	20.2497	7	0.015	14.8%	
4.423	19.9630	9	0.016	20.6%	
4.500	19.6192	28	0.017	58.8%	
4.554	19.3889	27	0.016	58.0%	
4.608	19.1615	9	0.013	20.2%	
4.740	18.6272	7	0.015	16.6%	
4.803	18.3838	5	0.013	11.8%	
5.265	16.7700	19	0.015	31.0%	
5.359	16.4755	16	0.014	26.3%	
5.512	16.0211	67	0.018	77.3%	
5.563	15.8723	62	0.016	74.7%	
5.610	15.7406	27	0.015	38.2%	
5.871	15.0403	20	0.016	28.4%	AD
5.979	14.7690	19	0.015	24.6%	AD
6.109	14.4558	7	0.012	10.4%	
6.161	14.3333	78	0.017	90.5%	
6.296	14.0266	8	0.013	14.1%	
6.584	13.4146	8	0.014	20.1%	
6.645	13.2915	13	0.017	34.9%	
6.865	12.8662	12	0.017	32.8%	
6.920	12.7632	28	0.017	70.4%	
7.301	12.0987	12	0.017	33.8%	
7.384	11.9623	10	0.015	18.1%	
7.529	11.7325	13	0.018	39.7%	
7.600	11.6231	4	0.019	11.2%	
8.432	10.4775	13	0.018	38.1%	
8.731	10.1190	9	0.016	22.3%	
8.890	9.9394	9	0.017	31.6%	
9.436	9.3649	5	0.016	19.8%	
9.620	9.1862	4	0.017	14.6%	
9.699	9.1120	23	0.019	77.1%	
9.922	8.9070	11	0.024	39.6%	
10.098	8.7524	3	0.014	12.3%	
10.747	8.2250	3	0.012	12.5%	
10.877	8.1273	30	0.018	87.7%	
11.219	7.8800	9	0.018	32.7%	
11.383	7.7673	4	0.013	14.9%	
11.444	7.7257	3	0.020	13.6%	
11.757	7.5210	4	0.016	14.6%	

11.866	7.4523	4	0.019	16.3%	
12.277	7.2037	6	0.014	26.3%	
12.485	7.0842	8	0.016	34.9%	
13.024	6.7917	4	0.014	13.4%	
13.555	6.5268	7	0.017	29.5%	
13.659	6.4777	7	0.017	32.3%	
13.874	6.3777	7	0.016	12.6%	
13.938	6.3485	4	0.018	17.4%	
14.290	6.1930	4	0.015	17.6%	
14.522	6.0978	24	0.017	70.6%	
14.936	5.9264	7	0.021	29.1%	
15.141	5.8466	4	0.016	13.0%	
15.472	5.7222	5	0.016	21.8%	
15.621	5.6679	8	0.015	28.4%	
15.893	5.5718	6	0.014	21.1%	
16.115	5.4954	9	0.017	24.3%	
16.342	5.4196	6	0.016	20.1%	
16.721	5.2977	4	0.016	15.7%	
17.059	5.1935	9	0.015	29.7%	
17.436	5.0821	5	0.014	19.1%	
17.630	5.0276	15	0.019	38.9%	D
17.693	5.0088	8	0.017	19.2%	D
17.803	4.9779	4	0.014	13.6%	
18.663	4.7524	23	0.018	30.9%	
18.974	4.6740	12	0.016	11.5%	B
19.554	4.5365	40	0.019	71.2%	
19.671	4.5098	28	0.019	43.2%	D
19.734	4.4953	21	0.016	24.8%	D
19.797	4.4833	18	0.015	28.2%	AD
20.066	4.4217	53	0.017	64.4%	
20.198	4.3939	40	0.017	62.7%	
21.004	4.2263	31	0.017	48.0%	C
21.251	4.1805	13	0.017	28.0%	
21.879	4.0594	29	0.017	61.4%	
22.771	3.9015	8	0.013	14.1%	
23.391	3.7999	8	0.013	12.1%	
23.568	3.7723	40	0.019	72.6%	D
23.769	3.7419	25	0.016	47.3%	
24.207	3.6735	12	0.015	20.1%	
24.264	3.6646	17	0.016	12.9%	
24.741	3.5952	11	0.015	20.8%	
24.787	3.5882	18	0.015	11.8%	
24.949	3.5656	17	0.017	13.2%	
25.365	3.5085	32	0.017	47.9%	D

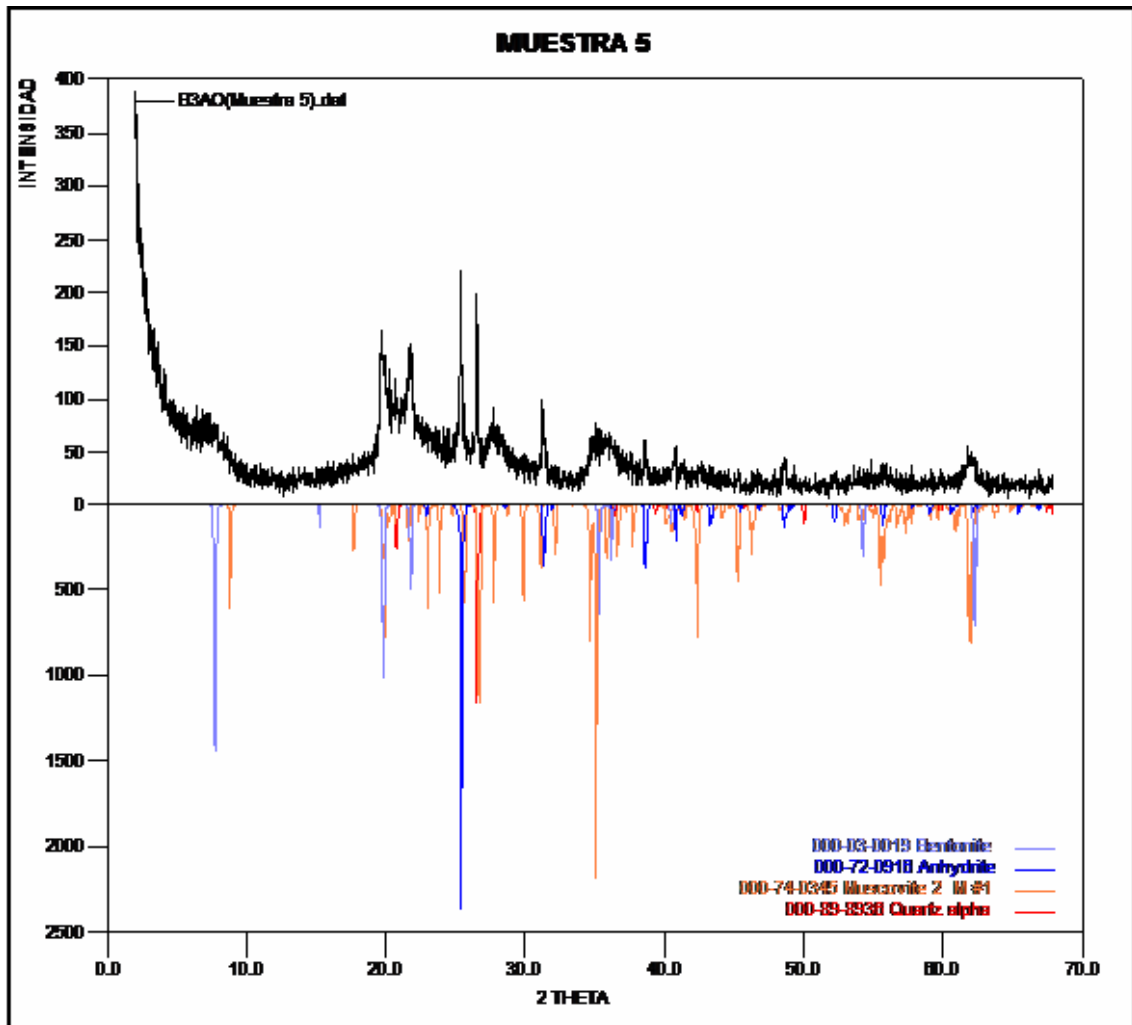
25.444	3.5000	12	0.018	10.3%	BD
25.724	3.4599	9	0.014	20.4%	
25.774	3.4531	7	0.012	11.5%	
26.673	3.3387	37	0.017	55.3%	C
26.721	3.3326	20	0.015	27.7%	C
27.321	3.2614	17	0.017	36.4%	
27.394	3.2538	17	0.018	27.5%	
27.762	3.2108	27	0.018	50.3%	
28.102	3.1721	16	0.016	35.3%	
28.683	3.1107	11	0.020	26.4%	B
28.783	3.0990	9	0.017	20.1%	
28.848	3.0922	14	0.015	27.4%	
28.906	3.0864	40	0.017	68.1%	
29.052	3.0707	12	0.017	26.7%	
29.505	3.0246	9	0.017	18.7%	D
29.911	2.9849	15	0.016	41.1%	
29.990	2.9770	6	0.013	10.3%	
30.040	2.9719	42	0.017	77.8%	
30.171	2.9588	20	0.016	44.7%	
30.342	2.9428	19	0.019	24.1%	
30.746	2.9054	11	0.016	17.3%	
30.820	2.8999	17	0.017	45.8%	
30.961	2.8849	17	0.015	48.3%	
31.445	2.8422	11	0.016	25.9%	B
31.508	2.8367	8	0.015	16.4%	
31.578	2.8315	11	0.016	26.7%	
31.626	2.8261	12	0.015	28.8%	
31.685	2.8221	8	0.014	12.2%	
31.819	2.8115	17	0.016	39.2%	
32.379	2.7635	5	0.018	10.1%	
33.613	2.6633	10	0.017	20.4%	
34.481	2.5995	19	0.016	53.3%	
34.577	2.5910	12	0.017	22.8%	
34.878	2.5698	26	0.017	56.8%	
35.038	2.5590	29	0.017	57.3%	
35.106	2.5522	8	0.014	11.7%	
35.628	2.5170	25	0.016	54.2%	
36.131	2.4841	24	0.022	43.9%	
36.518	2.4595	20	0.016	36.4%	
36.677	2.4481	15	0.015	36.6%	C
36.872	2.4358	6	0.013	15.2%	
36.929	2.4321	8	0.013	17.5%	
36.976	2.4292	10	0.014	22.1%	
37.020	2.4258	16	0.016	41.1%	

37.072	2.4222	13	0.018	31.3%	
37.628	2.3873	8	0.015	14.2%	
39.295	2.2909	11	0.015	14.1%	
39.677	2.2701	9	0.015	16.0%	
40.947	2.2010	11	0.016	23.7%	
41.234	2.1877	18	0.016	41.8%	B
41.271	2.1851	33	0.017	74.5%	B
41.347	2.1814	10	0.019	15.9%	B
41.760	2.1611	10	0.016	15.0%	
42.266	2.1367	11	0.014	16.1%	
42.473	2.1272	6	0.013	20.7%	C
43.267	2.0888	12	0.015	30.5%	
44.041	2.0540	14	0.021	44.2%	
44.732	2.0242	7	0.014	21.5%	
44.792	2.0220	12	0.014	36.8%	
44.834	2.0197	11	0.018	33.0%	
44.945	2.0157	10	0.018	23.0%	
46.153	1.9651	11	0.015	32.3%	
46.336	1.9579	15	0.017	44.1%	
46.619	1.9469	5	0.016	19.5%	
46.844	1.9377	12	0.015	39.6%	B
47.235	1.9227	11	0.016	33.4%	
47.532	1.9112	15	0.019	43.5%	
47.724	1.9048	4	0.014	12.8%	
48.402	1.8791	4	0.013	13.0%	D
48.506	1.8751	7	0.015	21.7%	
48.565	1.8733	10	0.015	33.4%	
48.617	1.8712	8	0.016	19.7%	
49.839	1.8284	9	0.015	29.4%	
50.767	1.7969	7	0.015	22.7%	C
51.514	1.7726	5	0.016	16.0%	
51.676	1.7674	14	0.015	41.4%	
51.825	1.7630	10	0.016	31.7%	
52.468	1.7425	4	0.013	11.9%	
52.608	1.7384	4	0.017	11.3%	
52.845	1.7306	7	0.017	13.0%	B
53.753	1.7039	6	0.014	21.2%	
54.450	1.6838	19	0.016	44.3%	
54.972	1.6691	13	0.017	35.4%	C
55.027	1.6674	5	0.013	14.4%	C
55.168	1.6639	6	0.016	14.2%	
55.656	1.6501	9	0.017	27.3%	A
55.722	1.6482	13	0.016	32.8%	AB
55.801	1.6459	10	0.017	23.7%	B

55.931	1.6428	12	0.016	32.8%	
56.125	1.6378	14	0.016	38.5%	B
57.585	1.5992	4	0.014	11.7%	
58.550	1.5753	13	0.017	46.4%	
59.214	1.5589	7	0.015	22.3%	B
59.535	1.5515	11	0.016	21.2%	
59.719	1.5473	9	0.017	19.4%	
60.143	1.5372	21	0.016	62.4%	C
60.443	1.5304	5	0.015	10.4%	
61.004	1.5179	4	0.015	11.2%	
61.489	1.5068	9	0.019	27.2%	
61.541	1.5056	10	0.015	27.9%	
61.627	1.5041	9	0.016	28.9%	
62.106	1.4934	45	0.017	78.5%	D
62.421	1.4865	24	0.015	55.8%	
63.148	1.4712	15	0.016	44.1%	
63.347	1.4670	24	0.018	55.8%	
63.852	1.4566	4	0.013	10.3%	
64.194	1.4496	14	0.016	47.8%	C
65.226	1.4292	21	0.018	58.6%	
66.148	1.4115	8	0.014	19.2%	
67.346	1.3892	15	0.018	56.2%	
67.545	1.3859	5	0.016	14.3%	
67.896	1.3795	9	0.015	26.9%	C
67.942	1.3785	30	0.017	81.3%	C
68.002	1.3775	7	0.017	22.4%	C
68.312	1.3721	7	0.014	25.1%	C
69.660	1.3483	6	0.018	17.1%	

Fuente: programa Search Mach.

ANEXO 12: Lista de picos del espectro de difracción de rayos X y difractograma en la muestra cinco.



Fuente: programa Search Mach.

Theta	D-Spacing	Intensity	Width	Confidence	Matches
7.756	11.3899	14	0.100	100%	D
13.721	6.4485	7	0.100	100%	
19.737	6.4485	65	0.100	100%	BD
20.752	4.2768	33	0.100	100%	A
21.729	4.0866	55	0.100	100%	BD
25.382	3.5061	90	0.095	100%	C
26.568	3.3522	103	0.091	100%	AB
27.703	3.2174	28	0.100	100%	B
31.278	2.8574	19	0.087	95.6%	C

35.066	2.5569	29	0.100	100%	B
35.866	2.5017	23	0.100	100%	B
38.580	2.3317	19	0.104	98.3%	BC
40.787	2.2105	16	0.100	100%	BC
42.696	2.1160	8	0.100	100%	
48.668	1.8694	16	0.100	100%	C
52.246	1.7495	8	0.100	100%	C
55.830	1.6453	11	0.100	100%	B
62.023	1.4951	19	0.100	100%	B

Fuente: programa Search Mach.