

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
INGENIERÍA QUÍMICA**



**REMOCIÓN DE COBRE Y ZINC DE SOLUCIONES ACUOSAS
USANDO COLUMNAS EMPACADAS CON QUITOSANO**

TRABAJO DE DIPLOMA PRESENTADO POR:

**Maxwell David Palma Lira
Lester Antonio Ampié Hernández**

PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO

TUTOR:

LicEng. Martha Benavente

Managua, Nicaragua, Febrero 2014

DEDICATORIA

A mi hija BrissaNathalia, mis padres Reyna Lira y Alejandro Palma.

Maxwell Palma Lira.

A mis padres María J. Hernández y Santos Ampié S.

Lester Antonio Ampié Hernández.

AGRADECIMIENTO

A nuestra tutora, LicEng Martha Benavente por ser nuestra guía y brindarnos sus conocimientos, tiempo y dedicación en este largo trabajo.

A nuestros padres y hermanos, en especial a nuestros padres, ya que sin su ayuda incondicional no habiéramos logrado terminar nuestra carrera y este trabajo monográfico.

Al Ing. Denis Escorcía por su valiosa colaboración. A la Dirección de Bienestar Estudiantil (DBE) por proporcionarnos los recursos necesarios para llevar a cabo esta investigación.

A la Empresa CAMANICA por proporcionar la materia prima para la realización de este proyecto investigativo.

OPINIÓN DEL CATEDRÁTICO GUÍA

El trabajo de Diploma titulado "*Remoción de Cobre y Zinc de Soluciones Acuosas usando Columnas Empacadas con Quitosano*", realizado por los bachilleres **Maxwell David Palma Lira y Léster Antonio Ampié Hernández**, es un valioso aporte en el estudio y aplicación del quitosano en la remoción de metales pesados a partir de soluciones binarias.

El problema de la escasez de agua y la contaminación de los recursos acuáticos por vías antropogénicas o naturales ha conducido a investigar la capacidad de adsorción de biomateriales provenientes de desechos pesqueros, para ser utilizados en sistemas de tratamiento de aguas. Este trabajo de investigación representa una importante contribución ya que permitió obtener información acerca de las interacciones entre dos iones metálicos y la influencia de otros iones en la adsorción cuando se encuentran simultáneamente presentes en el agua. Así también, permitió recabar información relacionada a la regeneración del adsorbente usando diferentes agentes regenerantes.

En el desarrollo de este estudio, los Btes. Palma Lira y Ampié Hernández demostraron una gran capacidad de trabajo y de equipo, independencia, buena organización, responsabilidad y destreza en la resolución de problemas de carácter práctico, logrando con ello obtener excelentes resultados.

Como catedrático guía considero que este trabajo cumple con la calidad técnica y científica requerida, por lo que solicito a los honorables miembros del tribunal examinador evaluar el gran esfuerzo desarrollado y otorgar a los bachilleres **Maxwell David Palma Lira y Léster Antonio Ampié Hernández** el título de Ingeniero Químico.

LicEng. Martha Benavente
Tutora del estudio,
Profesora Titular, UNI- FIQ

RESUMEN

El objetivo principal de este trabajo fue estudiar la remoción de cobre y zinc de soluciones acuosas utilizando columnas empacadas con quitosano el cual se extrajo del caparazón del camarón. En el estudio de absorción los factores considerados fueron la concentración de los iones metálicos, la velocidad de flujo volumétrico y volumen de lecho.

La obtención de quitosano se realizó en dos etapas: la primera fue la obtención de quitina a nivel de planta piloto mediante tratamientos químicos tales como NaOH al 10% para desproteinizar, HCl al 1.8N para desmineralizar y NaClO al 0.38% para la eliminación del pigmento. La segunda etapa fue la obtención de quitosano a partir de quitina mediante el proceso de desacetilación a nivel de laboratorio este proceso se realizó tratando la quitina seca con NaOH al 50% a una temperatura de 100°C. El porcentaje de recuperación de quitina en base seca fue de 90% a nivel de planta piloto y de quitosano fue del 35% a nivel de laboratorio, con un grado de desacetilación del 60%,

El estudio mostró que el comportamiento del pH durante el proceso de adsorción fue similar para ambos iones, independientemente de su concentración. Durante el proceso, el pH inicial de las soluciones de ambos iones (6.0 ± 0.3) fue aumentando hasta aproximadamente 8.0 y posteriormente, el pH fue disminuyendo hasta aproximadamente 6.0 hasta mantenerse constante.

Para el estudio de absorción de los iones de cobre y zinc se utilizaron dos columnas, la primera con una altura de 16.5 cm y un diámetro interno de 2.60 cm y la segunda con una altura de 33.5 cm y un diámetro de 2.90 cm, por la cual se pasaron las soluciones de cobre y zinc. El estudio de la absorción utilizando columnas empacadas con quitosano demostró que el quitosano tiene mayor afinidad por los iones de cobre que por los iones de zinc, también demostró que a una menor velocidad de flujo, baja concentración de los iones metálicos y mayor altura de columna, la absorción de cobre fue mayor. En el caso del zinc la variación de los diferentes parámetros no mostró ningún cambio en la absorción, el cual fue bien bajo.

Por otro lado, los resultados de la desorción demostraron que el ácido sulfúrico (H_2SO_4 0.1M) es un buen eluyente para el cobre, mientras que con el ácido etilendiamintetracético (EDTA) no se obtuvieron buenos resultados. El hidróxido de sodio (NaOH) demostró ser un buen eluyente para el zinc. En este mismo estudio se analizó la capacidad de reutilización del quitosano, el cual mostró que en tres ciclos hubo una buena adsorción y desorción para ambos iones metálicos.

TABLA DE CONTENIDO

	Página
DEDICATORIA.....	1
AGRADECIMIENTO	2
OPINIÓN DEL CATEDRÁTICO GUÍA	3
RESUMEN.....	4
Lista de Tablas.....	7
Lista de Figuras.....	8
I. Introducción.....	10
II. Objetivos.....	13
2.1 Objetivo General.....	13
2.2 Objetivos Específicos.....	13
III. Marco Teórico.....	14
3.1 Metales pesados.....	14
3.1.1 Cobre (Cu).....	14
3.1.2 Zinc (Zn)	17
3.2 Quitina y Quitosano	20
3.2.1 Características de la quitina.....	21
3.2.2 Proceso de obtención de la quitina	22
3.2.3 Obtención de quitosano a partir de la quitina.....	23
3.3 Remoción de Cu y Zn con Quitosano	23
3.4 Columnas Empacadas	25
3.4.1 Curvas de Rotura	28
IV. Metodología.....	30
4.1 Material	30
4.1.1 Quitosano	30
4.1.2 Soluciones de Iones Metálicos	30
4.1.3 Material y Equipo de Laboratorio	30
4.1.4 Reactivos	31
4.2 Método	32

4.2.1	Obtención de quitosano.....	32
4.2.2	Remoción de Cu y Zn en una columna empacada con quitosano	32
4.2.3	Estudio de Desorción y reutilización del Adsorbente.....	35
4.3	Diseño Experimental.....	36
4.3.1	Para soluciones conteniendo un solo ión	36
4.3.2	Para Soluciones Binarias.....	38
V.	Resultados y Discusión.....	40
5.1	Producción de Quitina y Quitosano	40
5.2	Análisis de la adsorción con quitosano: Soluciones con cobre y soluciones con zinc.....	41
5.3	Adsorción de iones Cu(II) y Zn(II) en columnas empacadas con quitosano	42
5.3.1	Adsorción de Cu(II) en columnas de 16.5 cm de altura	42
5.3.2	Adsorción de Zn(II) en columnas de 16.5 cm de altura.....	44
5.3.3	Adsorción de Cu(II) y Zn(II) en columnas de 16.5 cm de altura a partir de soluciones binarias	46
5.3.4	Adsorción de Cu(II) y Zn(II) en columnas de 33.5 cm de altura	48
5.4	Estudio de Desorción y reutilización del Adsorbente.....	50
5.4.1	Desorción de Cu(II) y Zn(II) del Adsorbente.....	50
5.4.2	Reutilización del Adsorbente en la adsorción de Cu(II) y Zn(II).....	51
VI.	Conclusiones	53
VII.	Recomendaciones.....	55
VIII.	Referencias Bibliográficas	56
APENDICES	59

Lista de Tablas

No.	Descripción	Página
3.1	Propiedades químicas del cobre	15
3.2	Propiedades químicas del zinc	18
4.1.	Equipos de laboratorio	30
4.2	Material de laboratorio y cristalería	31
4.3	Reactivos	31
4.4	Variables de estudios para la adsorción de Cu(II) y Zn(II) en un columna empacada con quitosano.	33
4.5	Resultados de la determinación de la densidad del quitosano.	34
4.6	Soluciones regenerantes a utilizar para la desorción de Cu(II) y Zn(II) de quitosano	35
4.7	Factores en el Diseño Experimental para la adsorción del ión Cu(II) ó ión Zn(I) en quitosano a partir de soluciones conteniendo un solo ión.	37
4.8	Diseño Experimental de la adsorción del ión Cu(II) ó ión Zn(I) en quitosano a partir de soluciones conteniendo un solo ión	37
4.9	Factores en el Diseño Experimental para la adsorción del ión Cu(II) y ión Zn(I) en quitosana a partir de soluciones binarias.	38
4.10	Diseño Experimental de la adsorción del ión Cu(II) y ión Zn(I) en quitosana a partir de soluciones binarias.	39
5.1	Resultados de la desorción de iones Cu(II) y Zn(II) de quitosano usando diferentes soluciones regenerantes.	50
5.2	Ciclos de adsorción–desorción de iones Cu(II) en quitosano usando H ₂ SO ₄ 0.1M como agente regenerante.	52
5.3	Ciclos de adsorción–desorción de iones Zn(II) en quitosano usando NaOH 1.0M como agente regenerante.	52

Lista de Figuras

No.	Descripción	Página
3.1	Estructura molecular de la quitina.	20
3.2	Reacción de desacetilación química de quitina con hidróxido de sodio para producir quitosano.	21
3.3	Sistema de adsorción en fase de vapor.	27
3.4	Curvas de ruptura.	29
4.1	Equipo Experimental para llevar a cabo la adsorción de los iones metálicos usando quitosano como adsorbente.	33
5.1	Espectro IR de Quitosano obtenido a nivel de laboratorio a partir de quitina extraída de caparazón de camarón.	40
5.2	Cambios observables en el color del quitosano: (a) antes del proceso de adsorción, (b) después del proceso de adsorción con Cu^{2+} y (c) después del proceso de adsorción con Zn^{2+} .	42
5.3	Adsorción de iones Cu(II) , a diferentes concentraciones, en columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo de 1.15 mL/s.	43
5.4	Adsorción de iones Cu(II) , a diferentes concentraciones, en columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo de 2.56 ml/s.	44
5.5	Adsorción de iones Zn(II) , a diferentes concentraciones, en columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo de 1.15 mL/s.	45
5.6	Adsorción de iones Zn(II) , a diferentes concentraciones, en columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo de 2.56 mL/s.	45
5.7	Adsorción de los iones metálicos a diferentes velocidades de flujos y diferentes concentraciones de iones Cu(II) y de iones Zn(II) , en columnas empacadas con quitosano.	46

No.	Descripción	Página
5.8	Adsorción de los iones metálicos a diferentes velocidades de flujos y concentraciones similares de iones Cu(II) y de iones Zn(II), en columnas empacadas con quitosano a partir de una solución binaria.	47
5.9	Adsorción de los iones metálicos a diferentes velocidades de flujos y diferentes concentraciones de iones Cu(II) y de iones Zn(II), en columnas empacadas con quitosano a partir de una solución binaria.	48
5.10	Adsorción de los iones metálicos a una velocidad de flujo de 1.15 mL/s en una columna de 33.5 cm de altura, empacada con quitosano.	49

I. Introducción

Nicaragua es uno de los países de América Central más privilegiados en cuanto a recursos hídricos se refiere (38,668 m³/cápita/año) (FAO-Aquastat, 2003). Cuenta con uno de los lagos más grandes del continente y con 21 cuencas de las cuales trece drenan hacia el Atlántico y ocho hacia el Pacífico con características diferentes (Mendoza Correa, 2000). A pesar de ello, una de las causas por la cual se considera que Nicaragua tiene escasez de los recursos hídricos es la contaminación de estos, tanto a nivel superficial como subterráneo, ya sea por la deposición directa de efluentes industriales, efluentes domésticos, desechos agrícolas y desechos mineros o por la contaminación natural de arsénico en el occidente del país (FAO-CEPAL, 2012).

La actividad industrial y minera emite al ambiente metales pesados como plomo, mercurio, cadmio, cobre, arsénico y cromo, los cuales al ser depositados en las aguas superficiales pueden contaminar, en corto o largo plazo, las aguas subterráneas y el suelo, ocasionando daños a la salud humana y a la mayoría de las formas de vida. La peligrosidad de los metales pesados es mayor al no ser química ni biológicamente degradables (EROSKI, 2011).

Hoy en día se conoce mucho más sobre los efectos de los metales pesados ya que su exposición está relacionada con problemas de salud como retrasos en el desarrollo, varios tipos de cáncer, daños en el riñón, e incluso, con casos de muerte. La relación con niveles elevados de mercurio, cobre zinc y plomo ha estado asociada al desarrollo de la autoinmunidad, por lo tanto es de mucha importancia la remoción de dichos metales del agua antes de su consumo.

Diversos métodos para la remoción de metales pesados de aguas contaminadas han sido aplicados, entre ellos se encuentran: la electrolisis, osmosis, tratamientos electroquímicos, tratamientos biotecnológicos, resinas de intercambio iónico y adsorción. Sin embargo, algunos de estos métodos pueden ser demasiados costosos o no logran alcanzar la calidad del agua para consumo humano (Benavente, 2011).

La técnica de adsorción ha sido ampliamente utilizada principalmente en la remoción de contaminantes tales como gases, materiales orgánicos y metales. Entre los adsorbente más utilizados se encuentran el carbón activado, la sílica gel, alúmina, zeolita y en los últimos años, el quitosano. Este último es un polisacárido natural que se obtiene a partir de la desacetilación de la quitina, uno de los principales componentes de los desechos de crustáceos, hongos e insectos (Muzarelli, 1977).

La quitina y el quitosano presentan numerosas aplicaciones en diversas áreas de la industria tales como medicina, farmacia, cosméticos, industria alimenticia y medioambiente, (Harishet *al.*, 2007). En particular, debido a los grupos amino presentes en su estructura, el quitosano tiene una gran capacidad de absorción lo cual ha promovido su uso para la remoción de cationes (Cu^{2+} , Zn^{2+} , Hg^{2+} , Ni^{2+} , Cd^{2+} , Fe^{3+} , Pb^{2+}), aniones (AsO_3^{3-} , AsO_4^{3-} , Cr_2O_7^-) y componentes orgánicos (ácidos fúlvicos y ácidos húmicos)(Benavente *et al.*, 2006; Sjörénet *al.*, 2006; Álvarez Barrantes, 2007; Benavente, 2011; García *et al.*, 2011).

En Nicaragua se han realizados estudios referente a la remoción de metales usando quitosano. Entre ellos, está la adsorción de arsénico en columnas empacadas con quitosano obtenida a nivel de laboratorio, en la Facultad de Ingeniería Química. En este trabajo se determinaron las propiedades físicas del quitosano tales como la densidad de conjunto y de partícula. A partir de estas propiedades se calculó la porosidad total. La conductividad hidráulica fue determinada para comprobar la capacidad de conducción líquida del quitosano (Arévalo, 2005).

En el 2007, Sjörénet *al.* investigaron un proceso de biosorción de bajo costo para la remoción de iones Hg(II) de soluciones estándar y de aguas naturales con quitosano; así como, la regeneración del material sólido utilizando cloruro de sodio. Por su parte, Álvarez Barrantes (2007) determino las isotermas de adsorción de cobre, zinc y hierro en quitosano, donde los factores considerados fueron concentración inicial e influencia del pH en la adsorción de los metales. Este estudio también mostró que la quitosana fue efectiva en la remoción de los iones metálicos de efluentes mineros.

En el 2008, Benavente estudió el equilibrio y la cinética de adsorción de metales pesados (Cu, Zn, Hg y As) con quitosano en sistemas batch, a diferentes concentraciones iniciales y diferentes tamaños de partículas. Se determinó que la capacidad de adsorción de los metales en la quitosano sigue la siguiente secuencia $\text{Hg} > \text{Cu} > \text{Zn} > \text{As}$. Además, que la cinética de adsorción de estos elementos es mejor descrita bajo el modelo de pseudo-segundo-orden. Este estudio incluyó el uso de agentes regenerantes para la desorción de estos elementos del adsorbente. Los resultados mostraron que el sulfato de amonio fue un buen agente regenerante para desadsorber Cu y Zn; mientras que el NaOH fue un buen agente regenerante para el Zn pero no para el Cu. Este trabajo de desorción también mostró que el quitosano regenerado con sulfato de amonio no se pudo reutilizar porque sufrió una modificación en su estructura. Por otro lado, Flores y Barahona (2008) estudiaron el equilibrio y la cinética de adsorción de Pb(II) a diferentes concentraciones iniciales en quitosano y aplicaron este adsorbente en el tratamiento de aguas proveniente de la Laguna de Tiscapa.

Matus y Paniagua (2010) llevaron a cabo el estudio de la cinética de adsorción de dos iones metálicos en quitosano. En este trabajo se consideró la concentración inicial del ion metálico, tamaño de partículas del absorbente y la velocidad de agitación en el sistema. Los resultados mostraron que la adsorción de los iones metálicos depende considerablemente de los parámetros evaluados.

Sin embargo, estos estudios se han llevado a cabo en sistemas continuos con agitación donde el adsorbente se pone en contacto con una solución conteniendo el ión metálico. Con este trabajo se pretende continuar el estudio de remoción de iones metálicos en una columna empacada con quitosano con el propósito de aplicar el conocimiento adquirido en sistemas de tratamiento de aguas naturales y cianuradas para disminuir el contenido de metales pesados y pueda ser aprovechado para el consumo humano. Así también, este trabajo abarca el estudio del proceso de regeneración y reutilización de quitosano saturado con iones Cu y Zn utilizando diferentes agentes regenerantes.

La información obtenida en esta investigación servirá de base para la utilización de este material como una resina de intercambio iónico en los procesos de tratamiento de aguas naturales y aguas residuales, con el fin de disminuir la concentración de dichos metales, debido a su alta peligrosidad para la vida humana incluso a bajas concentraciones.

II. Objetivos

2.1 Objetivo General

- Estudiar la remoción de cobre y zinc de soluciones acuosas en columnas empacadas con quitosano extraído de caparazón de camarón.

2.2 Objetivos Específicos

- Obtener quitina a nivel de planta piloto a partir de desechos de camarón y quitosano a nivel de laboratorio utilizando como base la quitina extraída.
- Estudiar la adsorción de cobre y zinc en columnas empacadas con quitosano a partir de soluciones conteniendo un solo ión metálico y de soluciones binarias, a diferentes concentraciones de ion metálico, velocidades de flujo volumétrico y volumen de lecho.
- Analizar el comportamiento del pH de la solución durante el proceso de adsorción de los iones metálicos en quitosano.
- Estudiar el proceso de desorción de quitosano saturado con el ión metálico (Cu y Zn) utilizando hidróxido de sodio (NaOH), ácido etilendiaminotetracético (EDTA) y ácido sulfúrico (H₂SO₄) como soluciones regenerantes y su reutilización, en sistemas batch.

III. Marco Teórico

3.1 Metales pesados

Se considera que los metales pesados son un grupo de elementos químicos que tienen una densidad relativamente alta y presentan cierta toxicidad para los seres humanos (Wikipedia, 2011). No pueden ser degradados o ser destruidos. Diferentes criterios se han empleado para definir el término "metal pesado". A veces se emplea el criterio de densidad, según la bibliografía pueden ir desde 4 g/cm³ hasta 7 g/cm³. Otros criterios son el número atómico y el peso atómico. El término metal pesado siempre suele estar relacionado con la toxicidad que presentan, ya que a concentraciones altas pueden conducir al envenenamiento (Lenntech, 2011a).

Muchos de los metales que tienen una densidad alta no son especialmente tóxicos y algunos (ej. cobre, selenio, cinc) son elementos esenciales para mantener el metabolismo del cuerpo humano (Lenntech, 2011a). Sin embargo, a determinadas concentraciones puedan ser tóxicos en alguna de sus formas.

Entre los metales pesados tóxicos más conocidos se encuentran el mercurio, el plomo, el cadmio y el talio. Aunque, también se suele incluir el arsénico, el selenio y el antimonio (metaloides) los cuales son contaminantes importantes del agua (Manahan, 2007). A veces también se incluyen otros elementos tóxicos más ligeros, como el berilio o el aluminio (Wikipedia, 2011).

Los metales pesados son peligrosos porque tienden a bioacumularse; es decir, se incrementa la concentración del metal en un organismo biológico en un cierto plazo, comparada a la concentración del metal en el ambiente. Los metales pesados pueden entrar un abastecimiento de agua por medio de residuos industriales y en un grado pequeño se incorporan a nuestros cuerpos vía el alimento, el agua potable y el aire. El envenenamiento por metal pesado podría resultar, por ejemplo, de la contaminación del agua potable (tuberías de plomo), altas concentraciones en el aire cerca de fuentes de la emisión, o producto vía la cadena alimenticia (Lenntech, 2011a).

3.1.1 Cobre (Cu)

El cobre (del latín: Cuprum) es un metal blando, pesado, maleable, dúctil, relativamente fuerte, de color rojizo pardo y brillante. El cobre fue uno de los primeros metales usados por los humanos y es considerado el segundo metal en importancia en la historia de la humanidad, después del oro (Barros Garcés, 1986). Su utilidad se debe a la combinación de sus propiedades químicas, físicas y mecánicas, así como a sus propiedades eléctricas y su abundancia (Lenntech, 2011b). La Tabla 5.1 muestra algunas propiedades químicas del cobre.

Tabla 3.1 Propiedades químicas del cobre (Lenntech, 2011b).

Símbolo	Cu
Número atómico	29
Valencia	1,2
Estado de oxidación	+1; +2
Electronegatividad	1.9
Radio covalente (Å)	1.38
Radio iónico (Å)	0.69
Radio atómico (Å)	1.28
Configuración electrónica	[Ar]3d ¹⁰ 4s ¹
Primer potencial de ionización (eV)	7.77
Masa atómica (g/mol)	63.54
Densidad (g/ml)	8.96
Punto de ebullición (°C)	2595
Punto de fusión (°C)	1083

El cobre puede ser encontrado en la naturaleza en estado libre (cobre nativo) o en forma de compuesto, con otros minerales. Los minerales de cobre pueden ser: Minerales sulfurados (o sulfuros) tales como la calcocita, covelina, calcopirita, bornita, enargita y tenantina, y minerales oxidados tales como la cuprita, atacamita, antherita, malaquita, azurita, crisocola, chalcocita y brochantita. El cobre forma importantes aleaciones con otros metales: el bronce (Cu/Sn), el latón (Cu/Zn), aleación Delta (Cu/Zn/Fe/Pb/Mn) la cual es muy resistente a la acción del agua del mar, aleación Devarda (Cu/Al/Zn) (Barros Garcés, 1986).

Es el primer elemento del subgrupo I B de la tabla periódica. El bajo potencial de ionización del electrón 4s¹, permite su fácil remoción para obtener cobre(I) o ión cuproso (Cu⁺), y el cobre(II) o ion cúprico (Cu²⁺) se forma sin dificultad por remoción de un electrón de la capa 3d. El cobre tiene dos isótopos naturales estables ⁶³Cu y ⁶⁵Cu y además, se conocen nueve isótopos inestables (radiactivos) (Lenntech, 2011b). El cobre se caracteriza por su baja actividad química y es un poco paramagnético. Su conductividad térmica y su conductividad eléctrica son muy altas. Es uno de los metales que puede tenerse en estado más puro, es moderadamente duro, es tenaz en extremo y resistente al desgaste. La fuerza del cobre está acompañada de una alta ductilidad.

De los cientos de compuestos de cobre, sólo unos cuantos son fabricados de manera industrial en gran escala. El más importante es el sulfato de cobre (II) pentahidratado o azul de vitriolo ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$). Otros incluyen la mezcla de Burdeos; ($3\text{Cu}(\text{OH})_2\text{CuSO}_4$), verde de París, un complejo de metaarsenito y acetato de cobre, cianuro cuproso (CuCN), óxido cuproso (Cu_2O), cloruro cúprico (CuCl_2), óxido cúprico (CuO), carbonato básico cúprico y naftenato de cobre, el agente más ampliamente utilizado en la prevención de la putrefacción de la madera, telas, cuerdas y redes de pesca. Las principales aplicaciones de los compuestos de cobre las encontramos en la agricultura, en especial como fungicidas e insecticidas; como pigmentos; en soluciones galvanoplásticas; en celdas primarias; como mordentes en teñido, y como catalizadores (Lenntech, 2011b).

3.1.1.1 Efectos ambientales del cobre

El cobre es una sustancia que ocurre de forma natural y se extiende a través del ambiente a través de fenómenos naturales. El cobre puede ser liberado en el ambiente tanto por actividades humanas como por procesos naturales. Ejemplo de fuentes naturales son las tormentas de polvo, descomposición de la vegetación, incendios forestales y aerosoles marinos. Ejemplos de actividades humanas son la minería, la producción de metal, la producción de madera y la producción de fertilizantes fosfatados (Lenntech, 2011b).

El cobre es a menudo encontrado cerca de minas, asentamientos industriales, vertederos y lugares de residuos. Debido al vertido de aguas residuales contaminadas con cobre, los ríos depositan barro en sus orillas los cuales están contaminados con este metal. Cuando el cobre termina en el suelo este es fuertemente atado a la materia orgánica y minerales. Como resultado, éste no viaja muy lejos antes de ser liberado y es difícil que entre en el agua subterránea. En el agua superficial el cobre puede viajar largas distancias, tanto suspendido sobre las partículas de lodos como iones libres (Lenntech, 2011b).

El cobre entra en el aire generalmente debido a su liberación durante la combustión de fuel y permanece por un periodo de tiempo eminente, antes de depositarse en el suelo cuando empieza a llover. Este metal no se destruye en el ambiente y por eso se puede acumular en plantas y animales. En suelos ricos en cobre sólo un número pequeño de plantas pueden vivir debido a su efecto sobre las plantas ya que puede interrumpir la actividad en el suelo y tiene una influencia negativa en la actividad de microorganismos y lombrices de tierra. La descomposición de la materia orgánica puede disminuir debido a esto (Lenntech, 2011b).

Cuando los suelos de las granjas están contaminados con cobre, los animales pueden absorber concentraciones que dañan su salud. Principalmente las ovejas sufren un gran efecto por envenenamiento, debido a que los efectos del cobre se manifiestan a bajas concentraciones (Lenntech, 2011b).

3.1.1.2 Efectos del Cobre sobre la salud

La absorción de cobre es necesaria ya que es un oligoelemento esencial para la formación y el buen funcionamiento de los seres humanos. Por ejemplo, la falta de cobre puede provocar anemia y osteoporosis (Soltero Baeza *et al.*, 2009).

El cobre puede ser encontrado en muchas clases de comidas, en el agua potable y en el aire, donde es absorbido. Sin embargo, aunque los humanos pueden manejar altas concentraciones de cobre, mucho cobre también puede causar problemas de salud (Lenntech, 2011b).

Los seres humanos usan ampliamente el cobre en la industria y en la agricultura. Aunque la mayoría de los compuestos de cobre liberados se depositan y se enlazan tanto a los sedimentos del agua como a las partículas del suelo, los compuestos solubles del cobre forman la mayor amenaza para la salud humana. Usualmente, estos últimos ocurren en el ambiente después que son liberados a través de aplicaciones en la agricultura (Lenntech, 2011b).

La exposición al cobre por respiración en el ambiente de trabajo o por gente que vive cerca de fundiciones que procesan el mineral cobre, puede ocasionar que contraigan la gripe conocida como la fiebre del metal. Esta fiebre pasará después de dos días y es causada por una sobre sensibilidad. Además, exposiciones por largos periodos pueden irritar la nariz, la boca y los ojos, y causar dolor de cabeza, de estómago, mareos, vómitos y diarreas. Un consumo grande de cobre puede causar daño al hígado y los riñones e incluso la muerte (Lenntech, 2011b).

3.1.2 Zinc (Zn)

El zinc es uno de los elementos más comunes en la corteza terrestre, se estima que forma parte de la corteza terrestre en un 0.0005-0.02 % (Lenntech, 2011c). Se encuentra presente en el aire, el suelo, el agua y en todos los alimentos (ATSDR, 2011). En su forma pura elemental (o metálica), el zinc es un metal brillante de color blanco-azulado, maleable y dúctil. Se conocen 15 isótopos, cinco de los cuales son estables y tienen masas atómicas de 64, 66, 67, 68 y 70. Cerca de la mitad del zinc común se encuentra como isótopo de masa atómica 64 (Lenntech, 2011c). En la Tabla 5.2 se presentan las propiedades químicas del zinc.

El Zinc es un metal químicamente activo. Puede encenderse con alguna dificultad produciendo una flama azul verdosa en el aire y liberando óxido de zinc en forma de humo. En soluciones ácidas, el zinc metálico reacciona liberando hidrógeno para formar iones zinc, Zn^{2+} ; mientras que en soluciones fuertemente alcalinas, forma iones dinegativos de tetrahidroxozincatos, $Zn(OH)_4^{2-}$, escrito algunas veces como ZnO_2^{2-} . El zinc en polvo es explosivo y puede estallar en llamas si se mantiene en lugares húmedos (Lenntech, 2011c).

Tabla 3.2 Propiedades químicas del zinc (Lenntech, 2011c).

Símbolo	Zn
Número atómico	30
Valencia	2
Estado de oxidación	+2
Electronegatividad	1.6
Radio covalente (Å)	1,31
Radio iónico (Å)	0.74
Radio atómico (Å)	1.38
Configuración electrónica	[Ar]3d ¹⁰ 4s ²
Primer potencial de ionización (eV)	9.42
Masa atómica (g/mol)	65.37
Densidad (g/ml)	7.14
Punto de ebullición (°C)	906
Punto de fusión (°C)	419.5

El cinc metálico tiene muchos usos en la industria (ATSDR, 2011). Entre los usos más importantes del zinc están las aleaciones y el recubrimiento protector de otros metales. El hierro o el acero recubiertos con zinc se denominan galvanizados, y esto puede hacerse por inmersión del artículo en zinc fundido (proceso de hot-dip), depositando zinc electrolíticamente sobre el artículo como un baño chapeado (electro galvanizado), exponiendo el artículo a zinc en polvo cerca de su punto de fusión (sherardizing) o rociándolo con zinc fundido (metalizado) (Lenntech, 2011c). Así también, el cinc metálico se mezcla con otros metales tales como cobre para formar aleaciones. Una aleación de cinc y cobre se usa para fabricar las monedas de un centavo en Estados Unidos. El cinc metálico también se usa para fabricar compartimentos de baterías secas (ATSDR, 2011).

El zinc se combina con otros elementos, tales como cloro, oxígeno y azufre para formar compuestos de cinc. Estos compuestos son ampliamente usados en la industria. El sulfuro de cinc y el óxido de cinc se usan para fabricar pintura blanca, cerámicas y otros productos. El óxido de cinc también se usa en la manufactura de caucho. Los compuestos de cinc como el acetato de cinc, cloruro de cinc y sulfato de cinc se usan para preservar madera y en la manufactura de colorantes para telas. El cloruro de cinc también es el ingrediente principal en el humo de bombas de humo. Es por ello que los compuestos de cinc comúnmente encontrados en sitios de desechos peligrosos provienen de estos compuestos (ATSDR, 2011).

3.1.2.1 Efectos ambientales del Zinc

El Zinc ocurre de forma natural en el aire, agua y suelo, pero las concentraciones están aumentando debido a las actividades industriales tales como la minería, la combustión de carbón y residuos, el procesado del acero y la refinación de minerales de cinc, plomo y cadmio (Lenntech, 2011c).

Los desagües de industrias químicas que manufacturan productos de cinc, desagües domésticos y flujos provenientes de terrenos que contienen cinc pueden descargar este metal a corrientes de agua (ATSDR, 2011). Cuando estas aguas no son depuradas satisfactoriamente, provoca que los ríos depositen fango contaminado con zinc en sus orillas incrementando de esta manera, la acidez de las aguas. Algunos peces pueden acumularlo en sus cuerpos, cuando viven en cursos de aguas contaminadas con zinc. Cuando entra en los cuerpos de estos peces, el zinc es capaz de biomagnificarse en la cadena alimentaria (Lenntech, 2011c).

La mayor parte del cinc en el suelo está adherido a éste y no se disuelve en agua. Sin embargo, dependiendo del tipo de suelo, cierta cantidad de cinc puede alcanzar el agua subterránea. El cinc puede contaminar el agua potable en sitios de desechos peligrosos (Lenntech, 2011c).

El cinc, en pequeñas cantidades, es un elemento nutritivo esencial necesario para todos los animales. Sin embargo, altos niveles de zinc en el suelo puede ser una amenaza para el ganado y para las plantas. El zinc puede interrumpir la actividad en los suelos, con influencias negativas en la actividad de microorganismos y lombrices. La descomposición de la materia orgánica posiblemente sea más lenta debido a esto. El cinc puede ser incorporado por animales que comen tierra o toman agua que contiene cinc (Lenntech, 2011c).

3.1.2.2 Efectos del Zinc sobre la salud

El zinc es un elemento esencial que el cuerpo necesita en pequeñas cantidades. Muchos alimentos contienen ciertas concentraciones de Zinc. El agua potable también contiene cierta cantidad de Zinc. La cual puede ser mayor cuando es almacenada en tanques de metal. La ingesta diaria promedio de cinc a través de la dieta varía entre 5.2 y 16.2 mg (ATSDR, 2011).

El cinc también puede entrar a través de los pulmones si se inhala polvos o vapores de zinc provenientes de fundición de cinc o de soldar con cinc en el trabajo. Cuando la gente absorbe demasiado zinc estos pueden experimentar una pérdida del apetito, disminución de la sensibilidad, el sabor y el olor. Pequeñas llagas, y erupciones cutáneas. La acumulación del Zinc puede incluso producir defectos de nacimiento. Así también, puede causar problemas de salud eminentes, como es úlcera de estómago, irritación de la piel, vómitos, náuseas y anemia.

Niveles alto de Zinc pueden dañar el páncreas y disturbar el metabolismo de las proteínas, y causar arterioesclerosis (ATSDR, 2011).

3.2 Quitina y Quitosano

Después de la celulosa, la quitina es el segundo polímero más abundante en la naturaleza. Fue descubierta por Braconnot en 1811 cuando estudiaba las sustancias derivadas del *agaricusvolvaceus* y otros hongos. En 1823, Odier aisló un residuo insoluble a soluciones de KOH en un escarabajo y le dio el nombre de quitina (Lares Velásquez, 2003). El nombre sistemático de la quitina es β (1-4)-2-acetamido-2-desoxi-D-glucosa. Su estructura molecular se muestra a continuación:

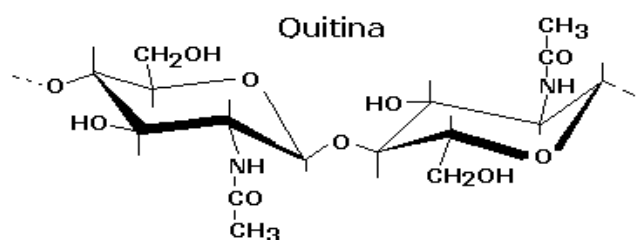


Figura 3.1 Estructura molecular de la quitina.

La quitina es uno de los componentes principales en la estructura esquelética que conforman un grupo de invertebrados se encuentra principalmente en la concha de los crustáceos (camarones, langosta, langostinos, etc.) formando parte del exoesqueleto de los insectos y de los arácnidos, y en las paredes celulares de muchos hongos, levaduras y algas (Hernández y Escorcía, 2009).

El quitosano fue descubierto por Rouget en 1859, quien encontró que al tratar quitina con una solución caliente de hidróxido de potasio se obtiene un producto soluble en ácidos orgánicos. Esta “quitina modificada”, como él la llamó, se tornaba de color violeta en soluciones diluidas de yoduro y ácido, mientras la quitina era verde. En 1894, fue estudiada por Hoppe-Seyler quién la denominó “quitosano”. También se conoce como quitosana en algunos lugares, chitosan en inglés (Agulló *et al.*, 2004).

El quitosano se puede encontrar de forma natural en las paredes celulares de algunas plantas y hongos (por ejemplo en el *Mucorrouxii*). Sin embargo, la fuente más importante de quitosano, a nivel industrial, lo constituye la quitina, la cual, mediante un proceso de desacetilación química o enzimática, ha permitido producirlo a gran escala (Agulló *et al.*, 2004). Desde el punto de vista químico, los procesos para obtener la quitina y el quitosano son relativamente sencillos, aunque el tratamiento con álcali concentrado a temperaturas relativamente altas

implica riesgos importantes para los operadores de las plantas de producción y hostilidad hacia el ambiente (Lares Velásquez, 2003).

3.2.1 Características de la quitina

La quitina es un sólido blanco de alta resistencia mecánica y química. Es un polímero lineal de alto peso molecular de la clase de los polisacáridos, compuesto de unidades de N-acetilglucosamina (exactamente N-acetil-D-glucos-2-amina). Estas están unidas entre sí con enlaces β -1,4 de la misma forma que las unidades de glucosa componen la celulosa (ver Fig. 1) (Galindo *et al.*, 2009).

La quitina tiene estructura cristalina altamente ordenada. Se han encontrado tres formas polimórficas, α -, β - y γ -quitina las cuales difieren en el arreglo de las cadenas dentro de las regiones cristalinas. En la α -quitina las cadenas están anti paralelas, en la β -quitina están paralelas y en la γ -quitina dos cadenas están hacia arriba por una hacia abajo. La forma que parece ser la más estable es la α -quitina (Hernández y Escorcía, 2009).

Es un material altamente insoluble en agua y en la mayoría de los solventes orgánicos debido a los enlaces de hidrógeno que presenta la molécula. Sin embargo, es posible disolverla en soluciones de sales neutras, en medio ácido y solventes orgánicos. La quitina se solubiliza en ácido clorhídrico (HCl), ácido sulfúrico (H₂SO₄) y ácido fosfórico (H₃PO₄) concentrados, produciendo, al mismo tiempo, reacciones de hidrólisis. En el caso del ácido sulfúrico, se presentan además reacciones de sulfatación. La hidrólisis de la quitina con ácidos concentrados bajo condiciones agresivas produce D-glucosamina (Agulló *et al.*, 2004).

Cuando la quitina es sometida a la acción de un medio alcalino muy concentrado (NaOH o KOH al 50%) y a temperaturas superiores a 60 °C se produce la reacción de desacetilación. Esta reacción consiste en la pérdida del resto acetilo del grupo amido del carbono 2, mientras queda un grupo amino en esa posición. El producto de la reacción es quitosano y presenta propiedades significativamente diferentes a la quitina original (Agulló *et al.*, 2004).

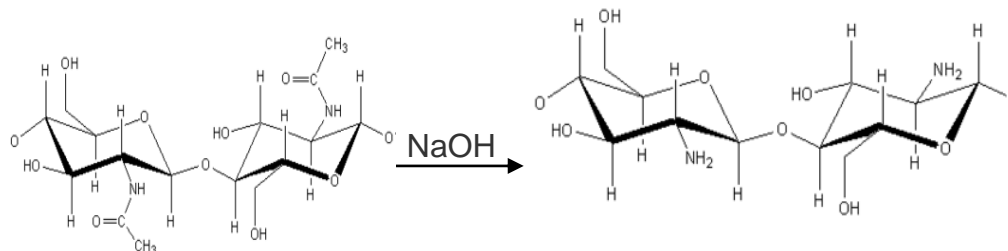


Figura 3.2. Reacción de desacetilación química de quitina con hidróxido de sodio para producir quitosano.

3.2.2 Proceso de obtención de la quitina

Los desechos del caparazón de los crustáceos están compuestos por proteínas (20–40%), sales de calcio y magnesio, mayormente carbonato y fosfato (30–60%), quitina (20–30%) y lípidos (0–14%), variando éstas proporciones con la especie y la estación (Gerente, 2007). Por lo tanto, el aislamiento de la quitina de los bio-desechos de crustáceos, implica 3 operaciones básicas (Hernández y Escorcía, 2009):

- Eliminación del residual proteico.
- Eliminación de la materia inorgánica.
- Eliminación de pigmentos lipídicos (carotenoides).

Generalmente los métodos utilizados para su elaboración son muy costosos y drásticos, debido a que el uso de ácidos y bases fuertes pueden modificar su estructura, principalmente en los procesos a partir de residuos (caparazón de camarón) (Agulló *et al.*, 2004).

Los procesos químicos convencionales se llevan a cabo con operaciones que incluyen: eliminación de proteínas con dilución de álcali y eliminación de sales minerales por tratamiento con ácido. Aunque también, el paso de la desmineralización puede también preceder el paso de desproteización. Un cuidadoso control sobre estas operaciones es esencial para alcanzar una alta pureza y características fisicoquímicas uniformes de la quitina. También las condiciones de proceso pueden ser adaptadas para obtener características específicas de la quitina de acuerdo con la finalidad propuesta (Hernández y Escorcía, 2009)

3.2.2.1 Descripción del Proceso de obtención

A continuación se describen las principales etapas de obtención de quitina a partir de desechos de crustáceos (Hernández y Escorcía, 2009):

- **Eliminación del residual proteico:** Previo a esta etapa el material se debe lavar y descongelar. En la eliminación del residuo proteico se trata el material (desechos de camarón) con hidróxido de sodio (NaOH) al 10 % a temperatura ambiente con agitación continua durante 2 horas. Posteriormente, el líquido se separa de los sólidos para un tratamiento con HCl hasta disminuir su pH a 4.5 y por decantación separar la proteína. El material sólido se lava con abundante agua para eliminar desechos de NaOH para que no afecte la acción del ácido que se utilizara en la etapa de desmineralización.
- **Eliminación de la materia inorgánica:** el material proveniente de la etapa anterior, se trata con ácido clorhídrico (HCl) al 1.8 N a temperatura ambiente y se deja de un día para otro. Se separa y se descarta el líquido. Esta etapa es muy importante ya que con

ella se pretende eliminar los componentes inorgánicos tales como el magnesio (Mg) y el calcio (Ca). Al igual que en la desproteización, después de separar la solución acida del material este se lava con abundante agua y se procede a la siguiente etapa.

- **Eliminación de pigmentos lipídicos (carotenoides):** El material sólido que se obtuvo de la etapa de desmineralización se trata con hipoclorito de sodio (NaClO) al 0.38% para lavar los pigmentos que dan el color característico al caparazón del camarón. Después de esta etapa se enjuaga con bastante agua y se procede al secado y almacenamiento.

3.2.3 Obtención de quitosano a partir de la quitina

El proceso de obtención de quitosano a partir de la quitina consta de tres etapas: desacetilación, lavado y trituración del producto (Matus y Paniagua, 2010). El diagrama del proceso se muestra en el Apéndice A.1.

Para llevar a cabo la desacetilación de la quitina, se agrega 750mL de NaOH al 50% a 150 g del material y se introduce la mezcla en el horno a una temperatura de 100 °C por una hora. Posteriormente, el producto es lavado con agua destilada hasta que la solución de lavado alcance un pH de aproximadamente 7 (Matus y Paniagua, 2010).

A continuación, el quitosano se filtra, se seca y se tritura en un procesador de alimentos. Para obtener quitosano a diferentes tamaños de partículas, el material se hace pasar por tamices de diferente diámetro (Matus y Paniagua, 2010).

3.3 Remoción de Cu y Zn con Quitosano

Muchos estudios se han hecho para investigar la remoción de metales pesados con quitosano a partir de soluciones simples, es decir soluciones conteniendo un ión metálico, y soluciones binarias.

En el estudio de la obtención de las isothermas de adsorción de Cu, Zn y Fe, Álvarez Barrantes (2007) determinó que el pH y el tiempo de agitación son variables importantes en los experimentos de adsorción de Cu y Zn a nivel de laboratorio. Los datos experimentales demostraron que estos parámetros influyen en la remoción de estos metales ya que la capacidad de adsorción de cobre incrementa con el aumento del pH; además, que para los tiempos de agitación utilizados (30 y 60 min) el comportamiento de remoción era similar.

Así también, Álvarez Barrantes (2007) observó que la adsorción de cobre y cinc dependen fuertemente del pH de la solución. Se observa que para el cobre la adsorción aumenta con el incremento del pH por lo que se puede considerar que el mecanismo predominante en la

remoción de estos metales por adsorción. Para el caso del cinc, el comportamiento fue diferente ya que la mayor adsorción fue a pH 4. En este caso, se puede suponer que el mecanismo de adsorción puede ocurrir por intercambio iónico entre las especies acuosas del cinc a ese pH y los grupos aminos existentes en la estructura del quitosano. Así también, Álvarez Barrantes (2007) determinó que la mayor adsorción de cobre fue a pH 6 donde la capacidad de adsorción fue de 69.9 y 77.5 mg/g para los tiempos de agitación de 30 y 60 min, respectivamente. Mientras que para el Zn la mayor adsorción se dio a pH 3 con una capacidad de adsorción de 64.2 y 64.9 mg/g para 30 y 60 min, respectivamente. Como puede observarse, aunque el tiempo de agitación fue un factor considerado, éste no tuvo mucha influencia en los experimentos de adsorción de Cu y Zn ya que los valores calculados de la capacidad de adsorción máxima fueron muy cercanos para los tiempos de agitación estudiados. Según sus resultados, la capacidad de adsorción de los iones metálicos en el quitosano sigue la secuencia $Cu > Zn > Fe$.

Por otro lado, Matus y Paniagua (2010) estudiaron la cinética de adsorción de Cu (II) y Zn (II) en quitosano usando soluciones binarias. Los autores consideraron que la adsorción de iones metálicos en el adsorbente puede depender de los siguientes factores: grado de afinidad del solvente por el soluto, concentración del ion metálico en la solución, velocidad de agitación, tamaño de partícula y disponibilidad de sitios activos en el quitosano (grupos aminos disponibles). En el estudio de la cinética de adsorción a partir de soluciones binarias de Cu(II) y Zn(II) se tomaron en cuenta los siguientes parámetros: concentración inicial del ion metálico, tamaño de partícula y la velocidad de agitación. Para ello, se utilizaron diferentes concentraciones iniciales de 1, 20 y 50 mg/L, diferentes velocidades de agitación (300 y 600 rpm) y diferentes tamaños de partículas: <0.22 y 0.22–0.45 mm a un pH inicial de 6.

Los resultados del estudio mostraron que los porcentajes de adsorción de Cu(II) alcanzados fueron tan altos en las soluciones binarias como los resultados obtenidos a partir de una solución que contiene únicamente Cu(II). Esto indica que la presencia de Zn(II) influye muy poco en la velocidad de adsorción de los iones de Cu(II) en el adsorbente así como en el porcentaje de adsorción y que además el quitosano tiene mayor afinidad por los iones de Cu(II) que por los iones de Zn(II) (Matus y Paniagua, 2010). Así también, demostraron que el porcentaje de adsorción de Cu(II) disminuía a medida que aumentaba la concentración inicial del ión en la solución debido a que no hay suficientes sitios activos en el adsorbente para interactuar con el ion metálico ya que la masa de quitosano utilizada es la misma en cada experimento.

El estudio demostró que hay poca diferencia entre el porcentaje de adsorción con las soluciones a bajas concentraciones y que este disminuye a medida que incrementa la concentración de ambos iones. Además, se observó un mayor porcentaje de adsorción a un menor tamaño de partícula. El análisis de los modelos cinéticos mostró que el mecanismo de

Pseudo-segundo orden es el predominante. Esto indica que el proceso de adsorción está controlado por la reacción de adsorción, propiamente dicha, y no por la transferencia de masa en el rango de concentración de ambos iones y el tamaño de partículas examinadas en este estudio (Matus y Paniagua, 2010).

Matus y Paniagua (2010) concluyeron que el quitosano obtenido a nivel de laboratorio con un nivel de desacetilación del 60 % puede ser usado como un adsorbente efectivo para la remoción de iones metálicos cuando se encuentran en mezclas binarias. Así también, el estudio de desorción mostró que una solución de ácido sulfúrico 0.1 M es un buen eluyente para remover ambos iones del adsorbente; mientras, una solución de hidróxido de sodio 1 M es un buen eluyente solo para remover iones Zn(II) del adsorbente.

3.4 Columnas Empacadas

La adsorción es un proceso de separación en la que ciertos componentes de una fase fluida se transfieren hacia la superficie de un sólido adsorbente. Generalmente las pequeñas partículas de adsorbente se mantienen en un lecho fijo mientras que el fluido pasa continuamente a través del lecho hasta que el sólido está prácticamente saturado y no es posible alcanzar ya la separación deseada. Se desvía entonces el flujo hacia un segundo lecho hasta que el adsorbente saturado es sustituido o regenerado (McCabe *et al.*, 2007).

El intercambio de ion es otro proceso que generalmente se lleva a cabo en semi-continuo en un lecho fijo de forma similar. Así, agua que se desea ablandar o desionizar se hace pasar sobre un lecho de esferas de resina de intercambio de ion, situadas en una columna, hasta que la resina alcanza prácticamente la saturación. La separación de trazas de impurezas por reacción con sólidos puede también realizarse en lechos fijos, siendo un ejemplo bien conocido la separación del H₂S contenido en el gas de síntesis utilizando pellets de ZnO. En todos estos procesos la eficacia depende del equilibrio sólido-fluido y de las velocidades de transferencia de materia. Las separaciones típicas de líquidos incluyen la eliminación de humedad disuelta en gasolina, decoloración de productos de petróleo y soluciones acuosas de azúcar, eliminación de sabor y olor desagradables del agua y el fraccionamiento de mezclas de hidrocarburos aromáticos y parafínicos (McCabe *et al.*, 2007).

Todas estas operaciones son similares en que la mezcla por separar se pone en contacto con otra fase insoluble, el sólido adsorbente, y en que la distinta distribución de los componentes originales entre la fase adsorbida en la superficie sólida y el fluido permite que se lleve a cabo una separación. Todas las técnicas que previamente se consideraron valiosas para el contacto entre fluidos insolubles, también son útiles en la adsorción. Por tanto, se tienen separaciones por lotes en una sola etapa, separaciones continuas en varias etapas y separaciones análogas a la absorción y desorción a contracorriente en el campo del contacto gas-líquido y a la rectificación y extracción mediante reflujo (Treybal, 1988).

Se debe distinguir para principiar entre dos tipos de fenómenos de adsorción: físicos y químicos. La adsorción física, o adsorción de “van der Waals”, fenómeno fácilmente reversible, es el resultado de las fuerzas intermoleculares de atracción entre las moléculas del sólido y la sustancia adsorbida (Treybal, 1988). En los procesos de adsorción los equipos utilizados son las columnas empacadas. Estas están conformadas por un tubo en posición vertical que en su interior está relleno de un material (adsorbente) que se encarga de separar la sustancia deseada (adsorbato).

Las columnas empacadas son utilizadas en una gran gama de procesos, como destilación, extracción, humidificación (deshumidificación) y en absorción gaseosa. El diseño de una columna de relleno supone las siguientes etapas (García, 2012):

- Seleccionar el tipo y el tamaño del relleno.
- Determinar el diámetro de la columna (capacidad) necesario en función de los flujos de líquido y vapor.
- Determinar la altura de la columna que se necesita para llevar a cabo la separación específica.
- Seleccionar y diseñar los dispositivos interiores de la columna: distribuidor del líquido de alimentación, redistribuidores de líquido, platos de soporte y de inyección del gas y platos de sujeción.

Este tipo de equipos se usan para proveer un contacto íntimo entre las fases que coexisten en un proceso determinado que se sucede a contracorriente; esto proporciona grandes áreas de contacto interfacial con el objeto de facilitar el intercambio de masa, calor o ambos simultáneamente. En general se recomienda seleccionar un tamaño de empacado menor al 10% del diámetro de la columna. Se ha observado que en general, la eficiencia de transferencia de masa es similar para empacados del mismo tamaño (García, 2012).

En la Figura 3.3 se muestra un sistema de equipo típico utilizado para la adsorción de vapores de disolventes. Las partículas de adsorbente se colocan en un lecho de 0,3 a 1,2 m de espesor soportado sobre un matiz o placa perforada. La alimentación gaseosa circula en sentido descendente a través de uno de los lechos mientras que el otro se encuentra en regeneración. El flujo descendente es preferible debido a que el flujo ascendente a velocidades elevadas puede dar lugar a la fluidización de las partículas, lo que provoca colisiones y formación de tinos. Cuando la concentración de soluto en el gas de salida alcanza un cierto valor, o bien para un tiempo previamente establecido, se accionan automáticamente las válvulas con el fin de dirigir la alimentación al otro lecho e iniciar la secuencia de regeneración (McCabe *et al.*, 2007).

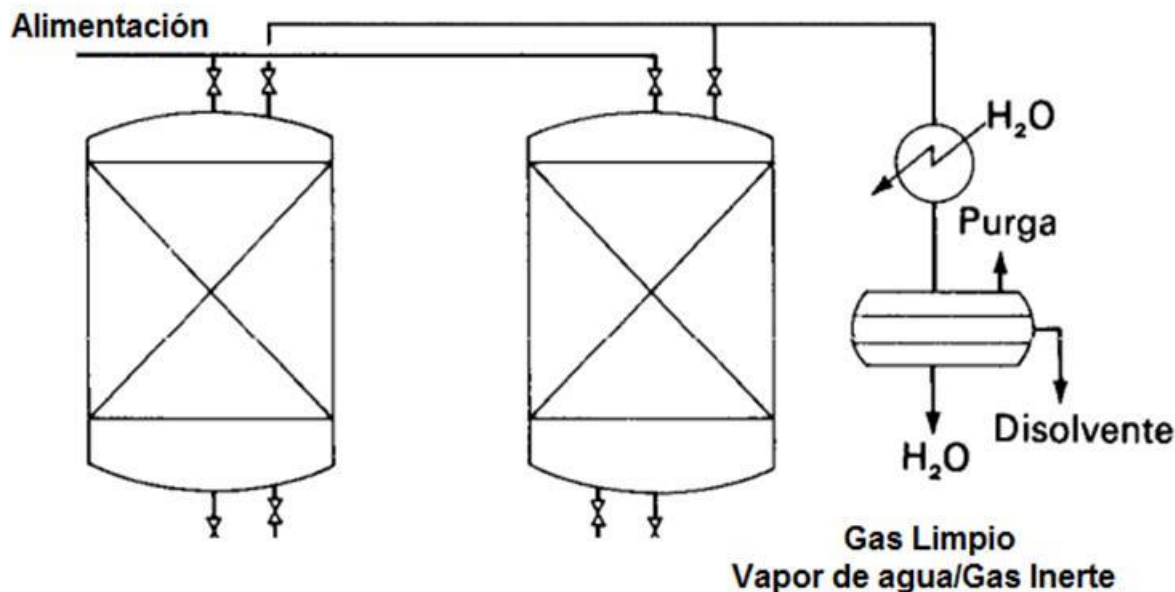


Figura 3.3 Sistema de adsorción en fase de vapor.

Se han desarrollado muchos adsorbentes para una amplia gama de separaciones. Por lo común, los adsorbentes tienen forma de pelotitas, pequeñas cuentas o gránulos cuyo tamaño va de cerca de 0,1 mm a 12 mm, y las partículas más grandes se usan en los lechos empacados. Una partícula de adsorbente tiene una estructura muy porosa, con numerosos poros muy finos, cuyo volumen alcanza hasta el 50% del volumen total de la partícula. La adsorción suele ocurrir como una monocapa sobre la superficie de los poros, pero a veces se forman varias capas. La adsorción física, o de Van der Waals, por lo general sucede entre las moléculas adsorbidas y la superficie interna sólida del poro, y es fácilmente reversible (Geankoplis, 1998).

Existen varios adsorbentes comerciales y algunos de los principales se describen en seguida. Todos se caracterizan por grandes áreas superficiales de los poros, que van desde 100 hasta más de 2000 m²/g. A continuación se detallan algunos de los principales adsorbentes utilizados (Geankoplis, 1998):

- **Carbón activado.** Éste es un material microcristalino que proviene de la descomposición térmica de madera, cortezas vegetales, carbón, etc., y tiene áreas superficiales de 300 a 1200 m²/g con un promedio de diámetro de poro de 10 a 60 Å. Las sustancias orgánicas generalmente se adsorben carbón activado.
- **Gel de sílice.** Este adsorbente se fabrica tratando con ácido una solución de silicato de sodio y luego secándola. Tiene un área superficial de 600 a 800 m²/g y un promedio de

diámetro de poro de 20 a 50 Å. Se utiliza principalmente para deshidratar gases líquidos y para fraccionar hidrocarburos.

- **Alúmina activada.** Para preparar este material se activa el óxido de aluminio hidratado calentándolo para extraer el agua. Se usa ante todo para secar gases y líquidos. Las áreas superficiales fluctúan entre 200 y 500 m²/g con un promedio de diámetro de poro de 20 a 140 Å.
- **Zeolitas tipo tamiz molecular.** Estas zeolitas son aluminosilicatos cristalinos porosos que forman una red cristalina abierta que tiene poros de uniformidad precisa. Por tanto, el tamaño uniforme del poro es diferente al de otros tipos de adsorbentes que tienen una gama de tamaños de poro. Las diversas zeolitas tienen tamaños de poro que van de cerca de 3 a 10 Å. Las zeolitas se usan para secado, separación de hidrocarburos y de mezclas y muchas otras aplicaciones.
- **Polímeros o resinas sintéticas.** Se fabrican polimerizando dos tipos principales de monómeros. Los que se generan a partir de compuestos aromáticos como el estireno y el divinilbenceno se usan para adsorber compuestos orgánicos no polares de soluciones acuosas. Los que provienen de ésteres acrílicos se utilizan para solutos más polares en soluciones acuosas.

3.4.1 Curvas de Ruptura

Cuando el agua residual fluye a través de una columna, los iones o contaminantes se separarán gradualmente y el agua residual se va purificando progresivamente. No hay separación neta entre el agua depurada y la de alimentación. Se forma una zona de transición en la cual la concentración de contaminante varía desde un máximo, al final de la zona, hasta prácticamente cero en la parte inicial de la misma. Esta zona es la porción activa de la columna, y se denomina "zona de adsorción".

El movimiento progresivo de esta zona de adsorción puede verse mediante la representación de las llamadas "Curvas de ruptura" (Figura 3.4). Las ordenadas de una curva de ruptura corresponden a la concentración del efluente; por ejemplo en mg/L de DQO (Demanda Química de Oxígeno), y las abscisas corresponden a la duración del flujo a través de la columna; por ejemplo, en horas de flujo. Con frecuencia las abscisas se expresan también en función de los volúmenes de lecho de flujo total; por ejemplo, en cientos de volúmenes de lecho (BV por las siglas en inglés de BedVolume).

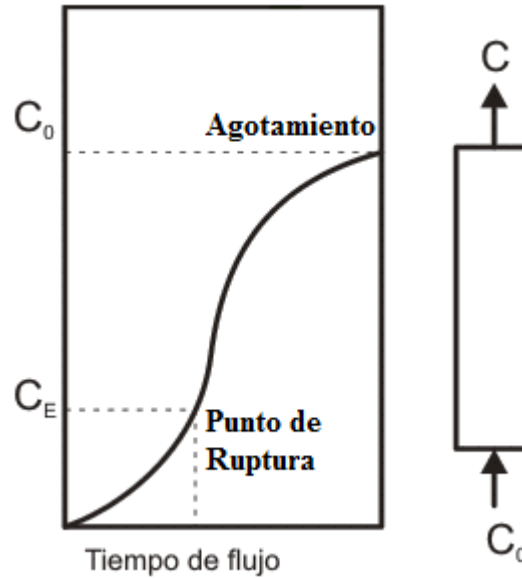


Figura 3.4Curvas de ruptura.

Normalmente, la operación de una columna de adsorción no se prolonga hasta su agotamiento. Puede decidirse parar la operación cuando la concentración del efluente alcanza un valor dado. Esta concentración se denomina "concentración de ruptura (C_E)" y el punto cuando se alcanza este valor de concentración se denomina "Punto de Ruptura". Si la concentración del efluente alcanza el valor de rotura y ésta corresponde a un tiempo de flujo de flujo que dista mucho del correspondiente a la concentración del soluto en el efluente (tiempo necesario para el agotamiento), no resulta económico en esas condiciones enviar el contenido de la columna a la sección de regeneración. Se evita este inconveniente utilizando varias columnas operando en serie, de forma que el efluente de una columna sea la alimentación de la siguiente.

En un sistema bien diseñado, cuando la concentración del efluente de la última columna de la serie alcanza la de rotura, el adsorbente de la primera columna se enviaría a la sección de regeneración y el afluente se aplicaría a la siguiente columna de la serie. Simultáneamente, una columna fresca, ya regenerada, se colocara a continuación de la columna para la cual se hubiese alcanzado la concentración de rotura. De esta forma, la concentración final del efluente de la serie de columnas nunca superará la concentración de rotura especificada (C_E).

IV. Metodología

La investigación experimental se llevó a cabo en el Laboratorio de Ingeniería Ambiental de la Facultad de Ingeniería Química, UNI.

4.1 Material

4.1.1 Quitosano

El quitosano se obtuvo a nivel de laboratorio por desacetilación química de la quitina. Esta quitina fue extraída del caparazón de camarón, a nivel de planta piloto. La planta se encuentra ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería Química, UNI. El caparazón de camarón fue proporcionado por la empresa CAMANICA (Grupo PESCANOVA).

4.1.2 Soluciones de Iones Metálicos

Las soluciones de los iones metálicos se prepararon a partir de soluciones estándares de 1000mg/L de Cobre II y Cinc II marca Merck.

4.1.3 Material y Equipo de Laboratorio

En las Tablas 4.1 y 4.2 se mencionan los equipos, materiales y cristalería que serán utilizados para realizar la parte experimental de este trabajo.

Tabla 4.1 Equipos de laboratorio

Equipos	Marca
Agitador Magnético	Ceramag
Bomba Peristáltica	Watson – Marlon Sci Q 323
Balanza Analítica	Denver Instrument Company TL-204
Espectrofotómetro de Adsorción Atómica	GBC AAS 932 Plus
Horno	Presicion, ThelcoLab Oven
pH-metro	Orion Mod. 410 A
Procesador de Alimentos	Oster

Tabla 4.2 Material de laboratorio y cristalería.

Materiales	Capacidad	Cantidad
Balón Volumétrico	1000mL	6
Balón Volumétrico	100mL	12
Balón Volumétrico	50mL	12
Beaker	50mL	3
Beaker	2000mL	2
Columna	—	2
Embudo de filtración	—	2
Gradilla	Para 48 tubos	5
Matraz Erlenmeyer	250 y 150 mL	24
Papel filtro	—	3 cajas
Pesa sustancias	—	1 caja
Pipetas	100, 50, 25, 20, 2	6
Tamices	0.22–0.56 mm	4
Termos	30 L	4
Tubos de ensayo con tapa de rosca	20 mL	100

4.1.4 Reactivos

La siguiente tabla muestra la lista de reactivos y su concentración, los cuales se utilizarán en la parte experimental.

Tabla 4.3. Reactivos

Reactivo	Concentración
Agua destilada	—
Agua desionizada	—
Ácido Clorhídrico [HCl]	Concentrado
Ácido Clorhídrico [HCl]	1.8 N
Ácido Nítrico [HNO ₃]	Concentrado
Cloruro de sodio [NaCl]	1.0 M
Hipoclorito de sodio [NaClO]	0.38 %
Hidróxido de sodio [NaOH]	10 % y 50 %
Hidróxido de sodio [NaOH]	1.0 M
Ácido Sulfúrico [H ₂ SO ₄]	0.1 M
Acidoetilendiaminotetracético [EDTA]	1×10^{-4} M

4.2 Método

4.2.1 Obtención de quitosano

El proceso de producción de quitosano, a partir de desechos de camarón (cabeza, caparazón), se realizó en dos partes. En la primera parte se obtuvo quitina a partir de desechos de camarón a nivel de planta piloto, la cual está ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la FIQ-UNI. Este proceso consta de las etapas siguientes: lavado y descongelado, desproteinización, desmineralización, blanqueo y secado. El diagrama de flujos del proceso se presenta en la Figura A.1 del Anexo.

La segunda parte es la obtención de quitosano a partir de la quitina por desacetilación química a nivel de laboratorio. En este proceso se realizan las siguientes etapas: desacetilación con NaOH al 50%, lavado, secado y trituración del producto. La Figura A.2 del Anexo muestra un diagrama de flujo del proceso de obtención de quitosano a partir de quitina.

En la etapa de desacetilación se agregan 750 mL de NaOH al 50% a 150 g de quitina contenida en un beaker de 2000 mL. Luego se introduce la mezcla en un horno a una temperatura de 50°C por un tiempo de 2 horas. Bajo estas condiciones se lleva a cabo la reacción de desacetilación y se obtiene el quitosano. Posteriormente, la mezcla se lava hasta que la solución de lavado alcanza un pH de aproximadamente 7.5. Seguidamente, el quitosano se filtra, se seca y se tritura en un procesador de alimentos. Luego, se tamiza para obtener los diferentes tamaños de partícula de acuerdo al diseño experimental.

La determinación del grado de deacetilación del quitosano se llevó a cabo por medio de Espectroscopia Infrarroja en un Equipo FT-IR con accesorio ALPHA T. El espectro IR del quitosano es usualmente obtenido en un rango de frecuencia de 4000 a 400 cm⁻¹ y el grado de deacetilación (DD) está dada por la siguiente ecuación (Domszy y Roberts, 1985):

$$DD = 100 - \left[\frac{A_{1654}}{A_{3450}} \times 100 / 1.33 \right] \quad (4.1)$$

4.2.2 Remoción de Cu y Zn en una columna empacada con quitosano

Para estudiar el proceso de adsorción de los iones metálicos cobre (II) y cinc (II) a partir de (a) soluciones conteniendo un solo ión y (b) soluciones binarias, en columnas empacadas, se consideraron las siguientes variables: velocidad de flujo volumétrico de las soluciones de iones metálicos y las concentraciones iniciales de los iones de cobre y cinc. El tamaño de partícula del adsorbente (0.22-0.56 mm), el pH de las soluciones (6.0±0.3) y la temperatura (25.0 ± 1.0) se mantuvieron constantes en todos los experimentos. En la Tabla 4.4 se especifican los parámetros utilizados en el estudio:

Para los experimentos se utilizaron dos tipos de columnas:(1) con un diámetro interno de 2.60 cm y una altura de 16.5 cm y (2) con un diámetro interno de 2.90 cm y una altura de 33.5 cm. El flujo, impulsado por una bomba peristáltica Watson–Marlon Sci Q 323, se hizo pasar por la parte inferior de la columna con el objetivo de incrementar el tiempo de contacto entre el adsorbente y el adsorbato (ver Figura 4.1).

Tabla 4.4. Variables de estudios para la adsorción de Cu(II) y Zn(II) en un columna empacada con quitosano.

Tamaño de partícula (mm)	Velocidad de flujo volumétrico (mL/s)	Concentración de Cu y Zn en soluciones conteniendo un solo ión (mg/L)	Concentración de Cu y Zn en soluciones binarias (mg/L)
0.22 – 0.56	1.152	2.0	5 : 5
			2 : 5
	2.5	10.0	5 : 2

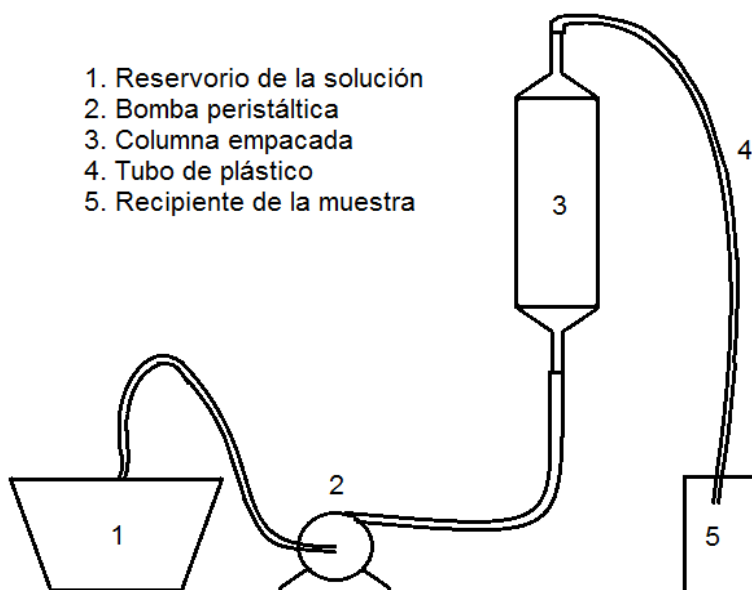


Figura 4.1 Equipo Experimental para llevar a cabo la adsorción de los iones metálicos usando quitosano como adsorbente.

La solución de iones metálicos se hizo pasar por la columna empacada con quitosano y en cada intervalo de tiempo (entre 5 y 10 minutos) se tomó una alícuotade aproximadamente 10

mL a la salida de la manguera (No. 4 de la Fig. 5). Posteriormente, llevar a cabo el análisis del ión metálico (Cu ó Zn) en un Espectrofotómetro de Absorción Atómica GBC AAS 932 Plus.

Para calcular el Volumen del lecho (BV) en la columna, se determinó la densidad del adsorbente, el volumen del fluido (V_F) y el volumen del adsorbente (V_R). Para la determinación de la densidad del adsorbente, se realizaron diferentes mediciones (por duplicado) del volumen y masa del adsorbente. En la Tabla 5.1 se presentan los valores promedios de los resultados, observándose que se obtuvo una densidad promedio del adsorbente de 0.1459 g/mL.

Tabla 4.5. Resultados de la determinación de la densidad del quitosano.

No.	Volumen (mL)	Masa (g)	Densidad (g/mL)
1	30	4.6000	0.1533
2	60	7.9000	0.1317
3	90	13.0000	0.1444
4	120	18.5000	0.1542
Promedio			0.1459

El volumen del fluido, V_F (L) a un tiempo t (min) fue calculado mediante la siguiente ecuación:

$$V_F = \frac{Q}{t} \quad (4.2)$$

Donde Q es la velocidad de flujo volumétrico (L/min) y t es el tiempo (min) en el cual se toma la alícuota. Por su parte, el volumen del adsorbente, V_R (L) fue calculado a partir de la siguiente expresión:

$$V_R = \frac{m}{\rho} \quad (4.3)$$

Donde m es la masa del adsorbente (en g) y ρ es la densidad del adsorbente en (g/mL). El volumen de lecho (BV) se calcula mediante la siguiente relación:

$$BV = \frac{V_F}{V_R} \quad (4.4)$$

El tiempo de contacto del lecho vacío (EBCT) se utiliza como una medida de cuánto contacto ocurre entre las partículas del adsorbente y la solución que fluye a través de un lecho de partículas. Cuando el EBCT aumenta, el tiempo disponible de las partículas del adsorbente para adsorber los solutos desde la solución también aumenta, así como la cantidad de soluto removido de la solución durante su tránsito a través del lecho. EBCT se calcula a partir de:

$$EBCT = \frac{V_m}{Q} \quad (4.5)$$

Donde EBCT está dada en segundos (s), V_m es el volumen de partículas en el lecho (cm^3) y Q es la velocidad de flujo volumétrico (cm^3/s).

4.2.3 Estudio de Desorción y reutilización del Adsorbente

Para llevar a cabo la desorción del adsorbente se utilizó quitosano saturado con iones Zn e iones Cu, así como diferentes soluciones regenerantes (ver Tabla 4.5) dependiendo del ion que se desee remover del quitosano.

El proceso de desorción se llevó a cabo en un sistema batch. El procedimiento a seguir fue el siguiente: se pesó una masa definida de quitosano-ión metálico (ver Tabla 4.5) en un matraz erlenmeyer de 150 mL y se añadió 100 mL de la solución regenerante. La muestra fue agitada por un periodo de 4 horas a una velocidad de agitación de 600 rpm. Al final, la muestra se filtró y se determinó por Espectroscopia de Absorción Atómica la concentración del ion metálico en la solución.

Tabla 4.6. Soluciones regenerantes utilizados para la desorción de Cu(II) y Zn(II) de quitosano

Metal	Masa de quitosana saturada con el ión (g)	Agentes Regenerantes	Concentración
Cobre	2.0	Acido sulfúrico (H_2SO_4)	0.1 M
	2.0	EDTA	1×10^{-4} M
Cinc	4.0	Hidróxido de sodio (NaOH)	1.0 M

La determinación del porcentaje de recuperación (%Recuperación) se realizó mediante la siguiente ecuación:

$$\% \text{Recuperación} = \frac{C_{s(\text{ion-rec})}}{C_{s(\text{ion-ads})}} \times 100 \quad (4.6)$$

Donde:

$C_{s(\text{ion-rec})}$: es la concentración del ion metálico recuperado (Cu ó Zn) del adsorbente después del proceso de desorción en mg/g.

$C_{s(\text{ion-ads})}$: es la concentración del ion metálico (Cu ó Zn) en el adsorbente antes del proceso de desorción en mg/g.

La concentración del ion metálico (C_s) fue determinado a partir de la concentración del ión metálico en la disolución (analizado por Espectroscopia de Absorción Atómica) mediante la siguiente ecuación:

$$C_s = C_{\text{dis}} \times \frac{V}{m} \quad (4.7)$$

Donde:

C_s : es la concentración del ion metálico, antes y después del período de desorción (mg/g).

C_{dis} : es la concentración del ion metálico en la solución (mg/L).

V : es el volumen de la solución (L)

m : es la masa del adsorbente (g)

Para comprobar la reutilización del adsorbente se siguió el procedimiento a continuación: se puso en contacto 150 mL (para el Zn) y 100 mL (para el Cu) de solución de 20 mg/L del ión metálico a pH 6, con el quitosano regenerado (previamente pesado), a una velocidad de agitación de 600 rpm por 2 horas. La solución se filtró y el quitosano se puso a secar en el horno a 50°C. La concentración del ion metálico en la solución se determinó por Espectroscopia de Absorción Atómica.

4.3 Diseño Experimental

Para el diseño experimental de este estudio se usó el programa Statgraphics Plus for Windows 4.1. La clase de diseño fue un Multi-factor categórico.

4.3.1 Para soluciones conteniendo un solo ión

Para este caso, El diseño base considera:

- Número de Factores Experimentales: 2
- Número de Respuestas: 1

- Número de Corridas: 8
- Grados de Libertad para el error: 4

La Tabla 4.6 muestra los factores independientes a evaluar para el estudio de la adsorción de dos iones metálicos en quitosano y la variable dependiente (respuesta).

Tabla 4.7. Factores en el Diseño Experimental para la adsorción del ión Cu(II) ó ión Zn(I) en quitosano a partir de soluciones conteniendo un solo ión.

Factores Independientes		
Factores	Niveles	Unidades
Flujo volumétrico	2	mL/s
Concentración inicial del ión (Cu ó Zn)	2	mg/L
Respuesta		
Variable	Unidades	
Concentración final del ión (Cu ó Zn)	mg/L	

El diseño es un diseño factorial estándar, el cual consiste en todas las combinaciones de los niveles de los factores o variables independientes (Tabla 4.6). En este diseño se obtuvo un total de 8 corridas para cada ión metálico (ver Tabla 4.7).

Tabla 4.8 Diseño Experimental de la adsorción del ión Cu(II) ó ión Zn(I) en quitosano a partir de soluciones conteniendo un solo ión.

No.	Velocidad de Flujo Volumétrico (mL/s)	Concentración inicial del ión (mg/L)
1	1.15	10
2	2.56	2
3	1.15	2
4	2.56	10
5	2.56	2
6	1.15	2
7	2.56	10
8	1.15	10

4.3.2 Para Soluciones Binarias

El diseño base considera:

- Número de Factores Experimentales: 2
- Número de Respuestas: 2
- Número de Corridas: 12
- Grados de Libertad para el error: 6

La Tabla 4.8 muestra los factores independientes a evaluar para el estudio de la adsorción de dos iones metálicos (Cu^{2+} y Zn^{2+}) en quitosano a partir de soluciones binarias y las variables dependientes (respuestas).

El diseño es un diseño factorial estándar que consiste en todas las combinaciones de los niveles de los factores o variables independientes (Tabla 4.8). En este diseño se tienen un total de 12 corridas, las cuales se muestran en la Tabla 4.9.

Tabla 4.9. Factores en el Diseño Experimental para la adsorción del ión Cu(II) y ión Zn(I) en quitosano a partir de soluciones binarias.

Factores Independientes		
Factores	Niveles	Unidades
Flujo volumétrico	2	mL/s
Concentración inicial de las soluciones (Cu:Zn)	3	mg/L
Respuestas		
Variables	Unidades	
Concentración final del ión Cu	mg/L	
Concentración final del ión Zn	mg/L	

Tabla 4.10 Diseño Experimental de la adsorción del ión Cu(II) ó ión Zn(I) en quitosano a partir de soluciones binarias.

No.	Velocidad de Flujo Volumétrico (mL/s)	Concentración inicial Cu:Zn (mg/L)
1	1.15	5:2
2	2.56	5:2
3	2.56	5:2
4	1.15	2:5
5	1.15	5:5
6	1.15	5:5
7	2.56	5:5
8	2.56	5:5
9	2.56	2:5
10	1.15	5:2
11	1.15	2:5
12	2.56	2:5

V. Resultados y Discusión

5.1 Producción de Quitina y Quitosano

La producción de quitina se llevo a cabo a nivel de planta piloto. Para ello, se procesaron 11.62kg de material (desechos de cabeza de camarón) y al final del proceso se obtuvieron 2.614 kg de quitina, para un porcentaje de rendimiento del 22.5%. De acuerdo a Muzzarelli (1977) los desechos de camarón están constituidos por quitina (25%), proteínas-carotenoides (35%) y minerales de calcio (40%), lo cual implica que el rendimiento en la producción de quitina a nivel de planta piloto fue alto (~90%). Por otro lado, la producción de quitosano fue de 0.915 kg de material, correspondiente a un rendimiento de 35.0%, con un grado de desacetilación del 60%, el cual fue obtenido aplicando la ecuación 4.1 con los datos proporcionados por el espectro IR del quitosano (Figura 5.1).

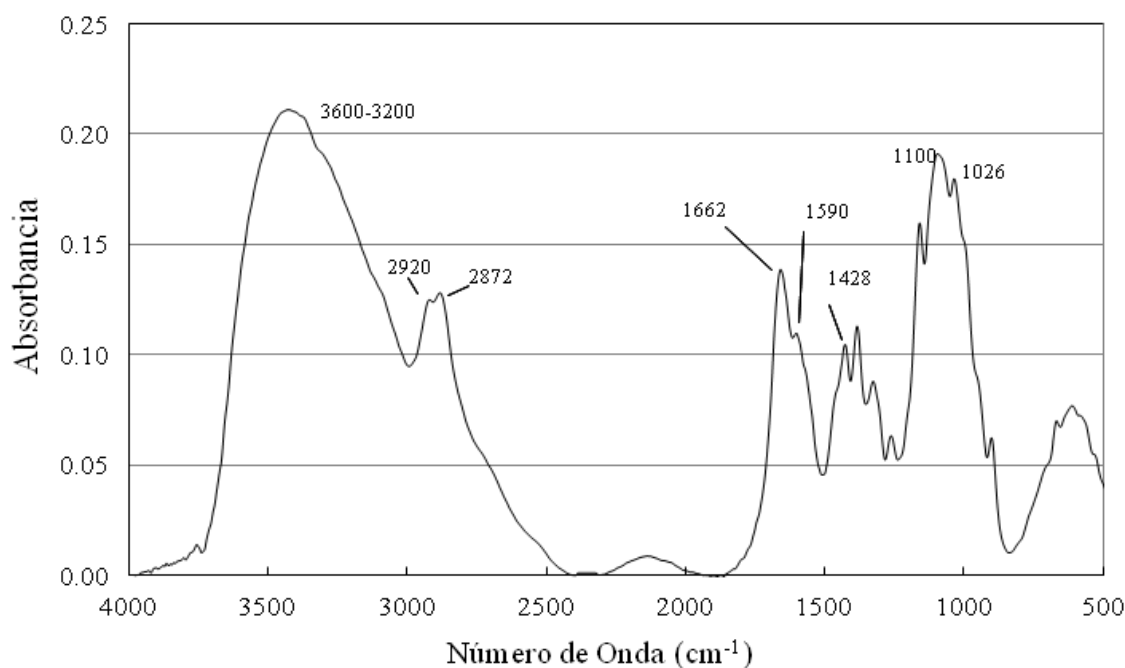


Figura 5.1 Espectro IR de Quitosano obtenido a nivel de laboratorio a partir de quitina extraída de caparazón de camarón.

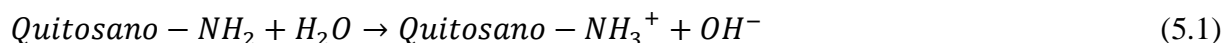
En el espectro del quitosano de la Figura 5.1 se observa una banda ancha de absorción de 3600 a 3200 cm^{-1} por la vibración de estiramiento de los grupos O-H y N-H; un doble pico de 2920 y 2872 cm^{-1} asignado al grupo -CH debido a las vibraciones de estiramiento de los grupos -CH y -CH₂. El pico en 1662 cm^{-1} por las vibraciones de flexión del grupo amino -NH₂. Una banda de absorción a 1590 cm^{-1} generalmente atribuida a las vibraciones de deformación de N-H, y un pico en 1430 cm^{-1} debido a las vibraciones de flexión del grupo -NH.

La banda a 1100cm^{-1} atribuible al grupo C–O–C en el anillo de piranos a la banda en 1026cm^{-1} debida a las vibraciones de estiramiento del grupo CO (Silverstein et al., 2005).

5.2 Análisis de la adsorción con quitosano: Soluciones con cobre y soluciones con zinc

Para la adsorción de Cu y Zn a partir de soluciones acuosas, utilizando columnas empacadas con quitosano se tomaron en cuenta los siguientes parámetros: velocidad de flujo volumétrico, Q (mL/s), masa de quitosano utilizada (g), concentración inicial de los iones en solución (mg/L), el pH de la solución y el tamaño de partícula del adsorbente (mm). Tanto en la velocidad de flujo volumétrico como en la concentración de los iones se utilizaron dos niveles diferentes (uno mayor y uno menor); mientras que solamente se utilizó un nivel para el tamaño de partícula (entre 0.22 y 0.56 mm), el pH inicial de la solución (6.00 ± 0.30) y la masa de quitosano (13.50 g).

Durante el desarrollo experimental del proceso de adsorción de Cu y Zn se observó que el comportamiento del pH fue similar para ambos iones, independientemente de su concentración. Al inicio del proceso, el pH de las soluciones tanto de cobre como de zinc, era de 6.00 ± 0.30 , luego de pasar por la columna empacada con quitosano se observó un aumento en el pH de la solución de aproximadamente 8 y posteriormente, el pH iba disminuyendo hasta aproximadamente 6 (ver Tablas de Resultado del Apéndice B). La causa del incremento inicial del pH puede deberse a la ruptura de los enlaces internos de hidrógeno causados por el hinchamiento del quitosano, seguido por la protonación de los grupos aminos por una reacción de hidrólisis con el agua (Agulló et al., 2004):



La producción de grupos hidroxilos (OH^-) genera el incremento del pH de la solución. Posteriormente, a medida que se produce la adsorción, se establece un intercambio iónico entre los iones H^+ (del grupo amino) y los iones Cu^{2+} (o los iones Zn^{2+}) de acuerdo a la siguiente reacción:



El incremento de iones H^+ en la solución conduce a la disminución del pH.

Otro comportamiento observable fue el cambio de color del quitosano posterior al proceso de adsorción. Cuando se hizo pasar la solución que contenía iones Cu^{2+} , el adsorbente adquirió un color verde claro; mientras que si la solución era Zn^{2+} , el quitosano se tornaba amarillento. En la Figura 5.2 se puede observar imágenes del quitosano antes y después del proceso de adsorción.

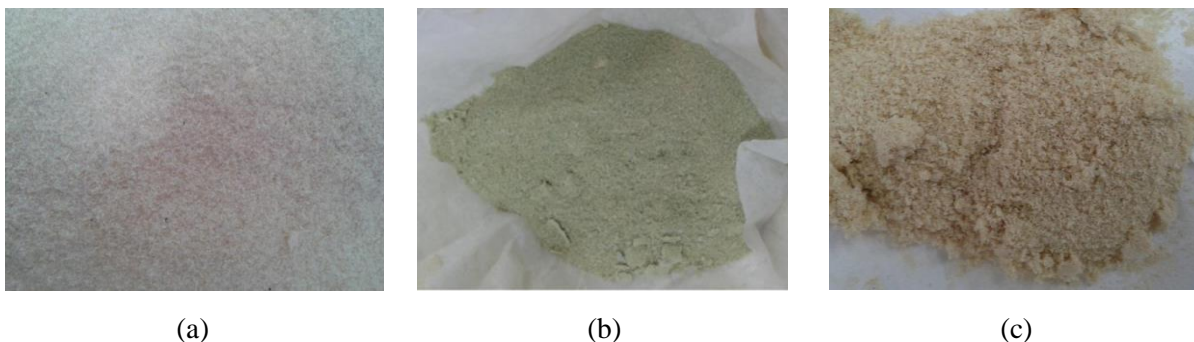


Figura 5.2 Cambios observables en el color del quitosano: (a) antes del proceso de adsorción, (b) después del proceso de adsorción con Cu^{2+} y (c) después del proceso de adsorción con Zn^{2+} .

5.3 Adsorción de iones Cu(II) y Zn(II) en columnas empacadas con quitosano

El estudio de la adsorción de iones Cu^{2+} y Zn^{2+} en columna empacadas con quitosano se llevó a cabo para evaluar la eficiencia del proceso bajo estas condiciones experimentales y su posible utilización en los procesos de tratamiento de aguas naturales y aguas residuales. Para analizar los resultados se consideró la concentración de soluto máxima permisible establecida por el Ministerio del Ambiente y Recursos Naturales (MARENA) en Nicaragua para efluentes de aguas industriales: 0.50 mg/L para Cu y 1.00 mg/L para Zn; para ambos casos se consideró un punto de ruptura es de $C/\text{Co} = 0.1$. Este estudio se realizó utilizando dos columnas de diámetro y altura diferentes: (1) con un diámetro interno de 2.60 cm y una altura de 16.5 cm y (2) con un diámetro interno de 2.90 cm y una altura de 33.5 cm.

5.3.1 Adsorción de Cu(II) en columnas de 16.5 cm de altura

Los resultados obtenidos de la adsorción de iones Cu^{2+} , a diferentes concentraciones y velocidad de flujo volumétrico en una columna de diámetro interno de 2.60 cm y una altura de 16.5 cm, se detallan en la Tablas B.1, B.2, B.3 y B.4 del Apéndice B.1. En la Figura 5.3 se muestran los gráficos de C/Co en función del Volumen del lecho, correspondientes al proceso de adsorción en una columna empacada con quitosano, de 25 L de una solución de Cu^{2+} a una velocidad de flujo volumétrico de 1.15 mL/s y concentraciones iniciales de 3.79 mg/L y 9.67 mg/L. Donde Co es la concentración inicial de Cu^{2+} en la solución y C es la concentración del ión (en mg/L) en un intervalo de tiempo de 5 y 10 min.

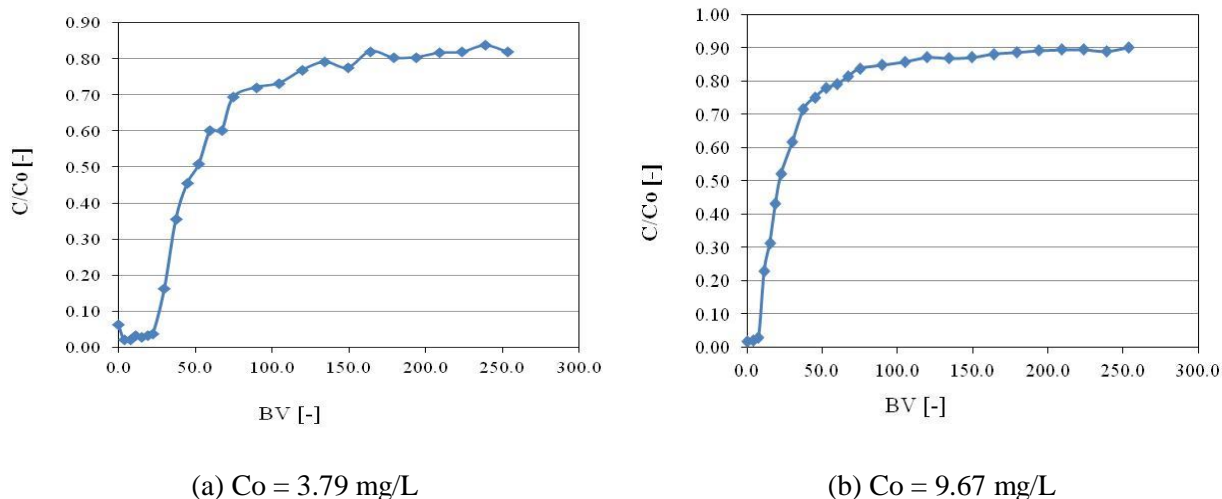
(a) $C_0 = 3.79$ mg/L(b) $C_0 = 9.67$ mg/L

Figura 5.3 Adsorción de iones Cu(II), a diferentes concentraciones, en columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo de 1.15 mL/s.

El gráfico (a) de la Figura 5.3 muestra una alta adsorción ($C/C_0 < 0.10$, punto de ruptura) a un volumen de lecho entre 0 y 22, y va disminuyendo a medida que el flujo pasa a través de la columna (incremento en el volumen de lecho); es decir, en los primeros momentos cuando hay sitios de adsorción disponibles en el quitosano, éste adsorbe la mayor cantidad de iones de cobre hasta llegar a un punto donde la adsorción será menor e irá disminuyendo hasta la saturación del adsorbente. Mientras en el gráfico (b) se puede observar la mayor adsorción ($C/C_0 < 0.05$) a un volumen de lecho bastante bajo (entre 0 y 7.5), lo cual puede deberse a la mayor concentración de iones Cu^{2+} en la solución que permitió una rápida saturación del adsorbente.

La Figura 5.4 presenta los gráficos de C/C_0 en función del Volumen del lecho, correspondientes al proceso de adsorción en una columna empacada con quitosano, de 25 L de una solución de Cu^{2+} a una velocidad de flujo de 2.56 ml/s y concentraciones iniciales de 3.79 mg/L y 11.35 mg/L.

Cuando se incrementa el flujo volumétrico para la remoción de Cu^{2+} de la solución, se observa que no hubo una buena adsorción del ión metálico y que además, la relación de C/C_0 incrementa rápidamente a bajo volumen del lecho. Esto puede deberse a que el tiempo de contacto (EBCT por sus siglas en inglés *Empty Bed Time Contact*) entre ambos, adsorbente y adsorbato, es más bajo en comparación al flujo volumétrico menor que era de 1.15 mL/s.

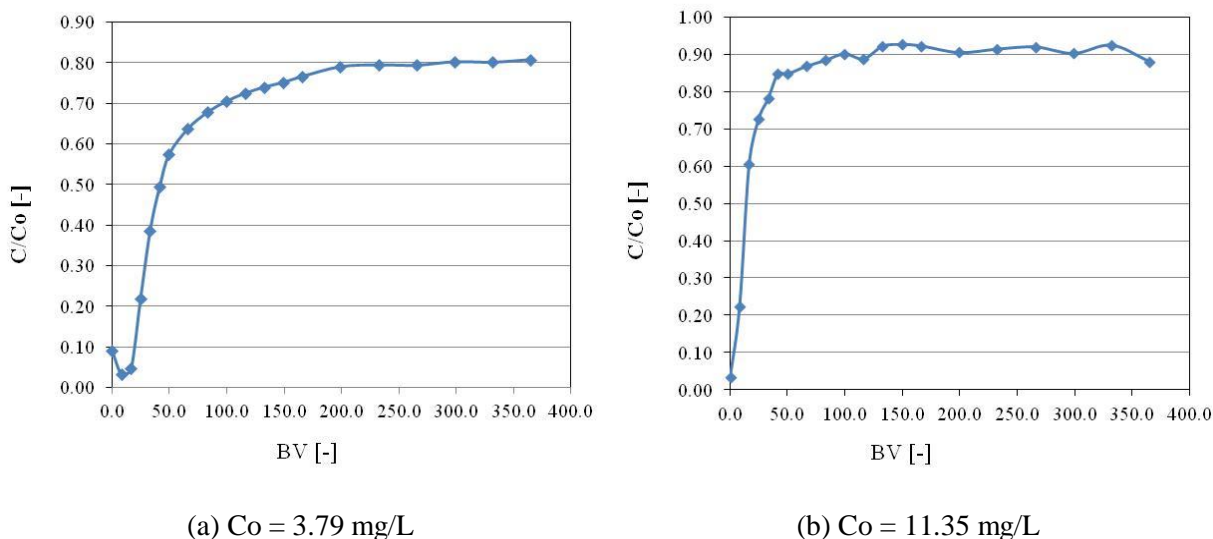
(a) $Co = 3.79 \text{ mg/L}$ (b) $Co = 11.35 \text{ mg/L}$

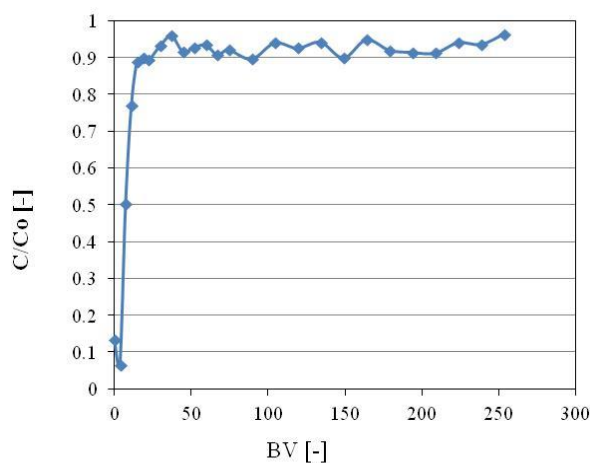
Figura 5.4 Adsorción de iones Cu(II) , a diferentes concentraciones, en columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo de 2.56 ml/s .

Si comparamos los graficos obtenidos para los distintos parametros utilizados (Figura 5.2 y 5.3) se puede observar que hubo un mejor resultado cuando se utilizo una velocidad de flujo volumétrico de 1.15 mL/s ($\text{EBCT} = 80 \text{ s}$) y una concentración inicial de 3.790 mg/L ($\text{EBCT} = 36 \text{ s}$); es decir, entre menor es la velocidad de flujovolumétrico, mayor tiempo estará la solución (y los iones Cu^{2+}) en contacto con el quitosano y por lo tanto, mayor será la remoción del soluto.

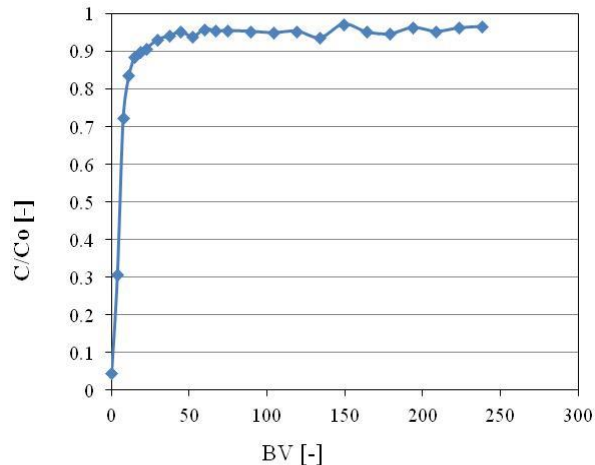
5.3.2 Adsorción de Zn(II) en columnas de 16.5 cm de altura

Los resultados de la adsorción de iones Zn^{2+} , a diferentes concentraciones y velocidad de flujo en una columna de diámetro interno de 2.60 cm y una altura de 16.5 cm , se especifican en la Tablas B.5, B.6, B.7 y B.8 del Apéndice B.2. La Figura 5.5 se muestra los gráficos de C/Co en función del Volumen del lecho, correspondientes al proceso de adsorción de Zn^{2+} en una columna empacada con quitosano, a una velocidad de flujo de 1.15 mL/s y concentraciones iniciales de 4.36 mg/L y 11.03 mg/L .

A diferencia de los resultados obtenidos en los experimentos de adsorción de cobre, en la adsorción de zinc en la columna empacada con quitosano no se observaron resultados satisfactorios. Las gráficas de la Figura 5.5 muestran que para un mismo flujo y diferentes concentraciones la curva exhibe el mismo comportamiento de adsorción ya que asciende rápidamente indicando labaja adsorción de Zn^{2+} , inclusive a un bajo volumen de lecho, aproximadamente 18.6 se alcanza un C/Co de 0.90 , lo cual indica que solamente se adsorbe aproximadamente el 10% de iones Zn^{2+} en el quitosano.



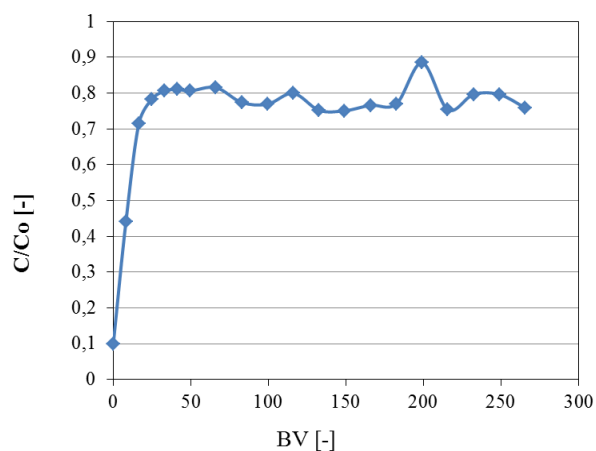
(a) Co = 4.36 mg/L



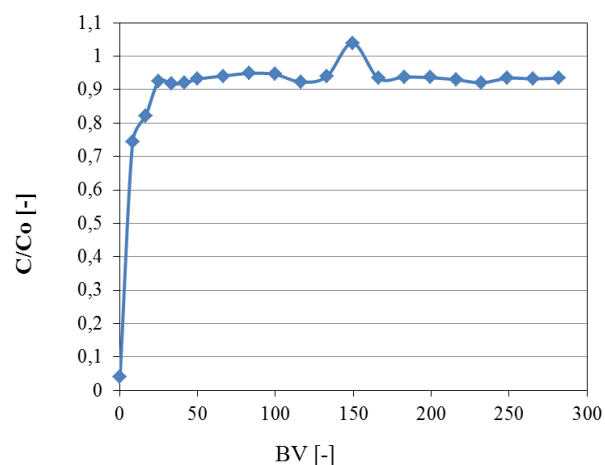
(b) Co = 11.03 mg/L

Figura 5.5 Adsorción de iones Zn(II), a diferentes concentraciones, en columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo de 1.15 mL/s.

Los gráficos de la Figura 5.6 muestran que los resultados al incrementar el flujo volumétrico a 2.56 mL/s no son significativamente diferentes de aquellos obtenidos para un flujo volumétrico menor (1.15 mL/s). Esto puede indicar que para el caso del Zn, el tiempo de contacto entre el quitosano y los iones Zn^{2+} no influye significativamente en la adsorción de los iones metálicos.



(a) Co = 4.84 mg/L



(b) Co = 10.16 mg/L

Figura 5.6 Adsorción de iones Zn(II), a diferentes concentraciones, en columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo de 2.56 mL/s.

Los resultados de la adsorción de Cu^{2+} y Zn^{2+} muestran que el quitosano tiene una menor afinidad por el zinc que por el cobre. Similares resultados fueron obtenidos por Álvarez

Barrantes (2007) quien encontró, en el análisis experimental de la adsorción de estos iones con quitosano en sistemas batch, una secuencia de adsorción donde el cobre tiene una máxima capacidad de adsorción que el zinc lo cual indica su mayor afinidad.

5.3.3 Adsorción de Cu(II) y Zn(II) en columnas de 16.5 cm de altura a partir de soluciones binarias

Los resultados de la adsorción de iones Cu^{2+} y de iones Zn^{2+} a partir de soluciones binarias, a diferentes concentraciones y velocidades de flujo volumétrico en una columna de diámetro interno de 2.60 cm y una altura de 16.5 cm, se presentan en la Tablas B.9, B.10, B.11, B.12, B.13 y B.14 del Apéndice B.3.

La Figura 5.7 muestra los gráficos de C/C_0 en función del Volumen del lecho, correspondientes al proceso de adsorción de iones Cu^{2+} y de iones Zn^{2+} en una columna empacada con quitosano a velocidades de flujo de 1.15 mL/s y 2.56 mL/s, a partir de una solución binaria conteniendo bajas concentraciones de iones Cu(II) y altas concentraciones de iones Zn(II).

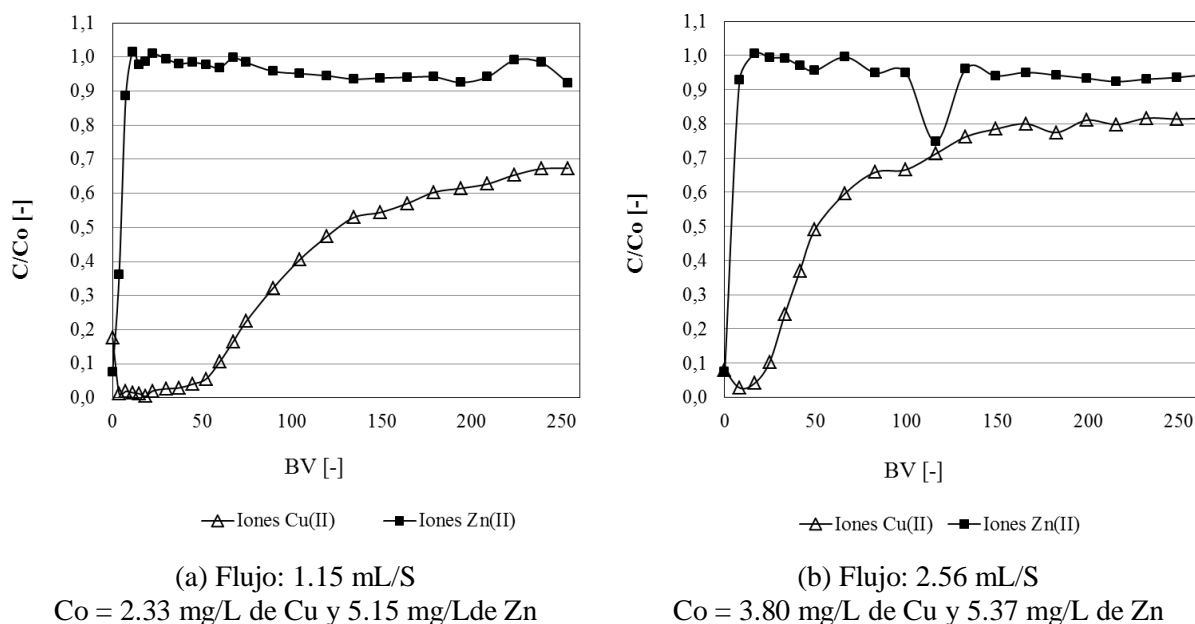


Figura 5.7 Adsorción de los iones metálicos a diferentes velocidades de flujos y diferentes concentraciones de iones Cu(II) y de iones Zn(II), en columnas empacadas con quitosano.

Comparando los gráficos (a) y (b) de la Figura 5.7 se puede observar que para el caso del Cu^{2+} hay una mejor adsorción para el menor flujo volumétrico (1.15 mL/s) que para el mayor flujo volumétrico (2.56 mL/s). Un comportamiento similar fue observado en la adsorción de iones Cu^{2+} a partir de soluciones conteniendo un solo ión, independiente de la concentración inicial del ión (ver Figuras 5.2 y 5.3), lo cual puede deberse al mayor tiempo de contacto entre el

adsorbato y en adsorbente. Al menor flujo volumétrico, la relación C/C_0 se mantiene por debajo de 0.70 e incluso esta relación es más baja por un lapso de volumen de lecho bastante alto (ver gráfico (a)) esto nos indica que existe una buena adsorción del soluto la cual puede ser mejorada si se optimizan las condiciones experimentales y el sistema de columnas.

En la Figura 5.8 se presentan los gráficos de C/C_0 en función del Volumen del lecho, correspondientes al proceso de adsorción de iones Cu^{2+} y de iones Zn^{2+} en una columna empacada con quitosano a velocidades de flujo de 1.15 mL/s y 2.56 mL/s, a partir de una solución binaria conteniendo concentraciones similares de iones $\text{Cu}(\text{II})$ y de iones $\text{Zn}(\text{II})$.

Al comparar los gráficos (a) y (b) de la Figura 5.8 se puede apreciar que para concentraciones de zinc y cobre aproximadamente iguales pero a diferentes velocidades de flujo volumétrico, hay una mejor adsorción de iones cobre que de iones zinc, independientemente del flujo volumétrico, aunque para un flujo volumétrico menor el resultado es más satisfactorio. En el caso del zinc no se obtiene un buen resultado en ambos casos, lo cual confirma la poca afinidad del quitosano para adsorber iones zinc en presencia de iones cobre.

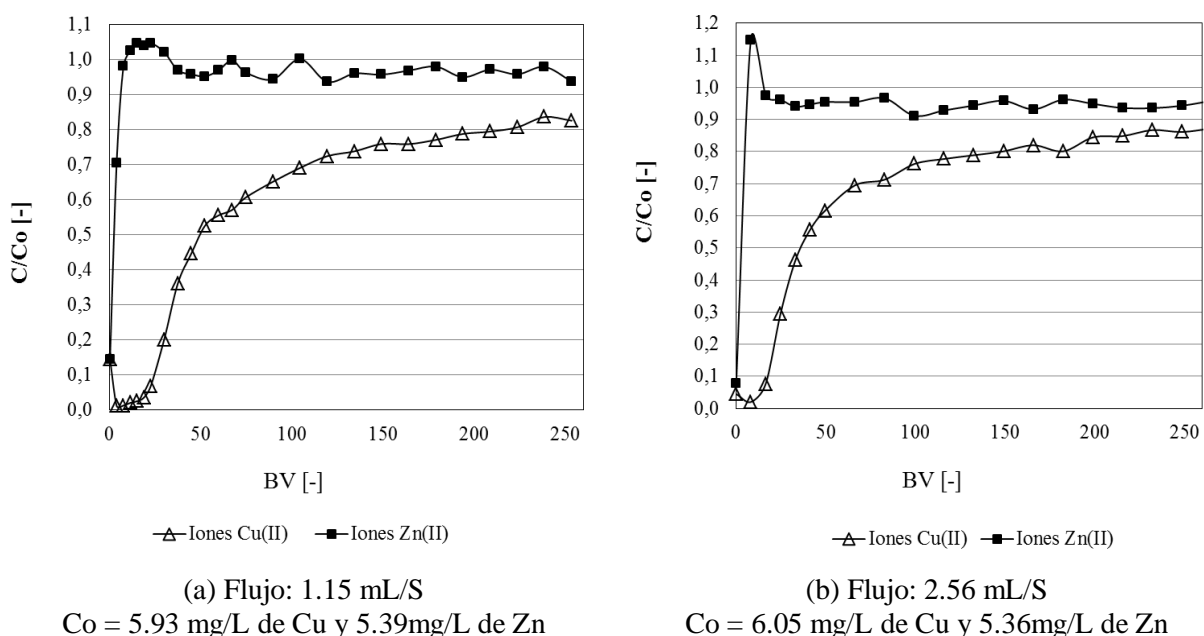


Figura 5.8 Adsorción de los iones metálicos a diferentes velocidades de flujos y concentraciones similares de iones $\text{Cu}(\text{II})$ y de iones $\text{Zn}(\text{II})$, en columnas empacadas con quitosano a partir de una solución binaria.

Los gráficos de C/C_0 en función del Volumen del lecho, correspondientes al proceso de adsorción de iones Cu^{2+} y de iones Zn^{2+} en una columna empacada con quitosano a velocidades de flujo de 1.15 mL/s y 2.56 mL/s, a partir de una solución binaria conteniendo

altas concentraciones de iones Cu(II) y bajas concentraciones de iones Zn(II) se presentan en la Figura 5.9.

En las curvas de los gráficos (a) y (b) de la Figura 5.9 se puede observar que independientemente del flujo volumétrico, los resultados de la adsorción de los iones metálicos Cu²⁺ y Zn²⁺ a partir de soluciones binarias son muy similares, lo cual implica que el tiempo de contacto no influye significativamente en la adsorción. En el caso del Cu, se aprecia una mayor adsorción del ión metálico, la cual va disminuyendo a medida que incrementa el volumen del lecho. En el caso del zinc, no se observan buenos resultados, a pesar que este ión se encuentra en menor concentración, lo cual evidencia la poca afinidad del adsorbente por este soluto.

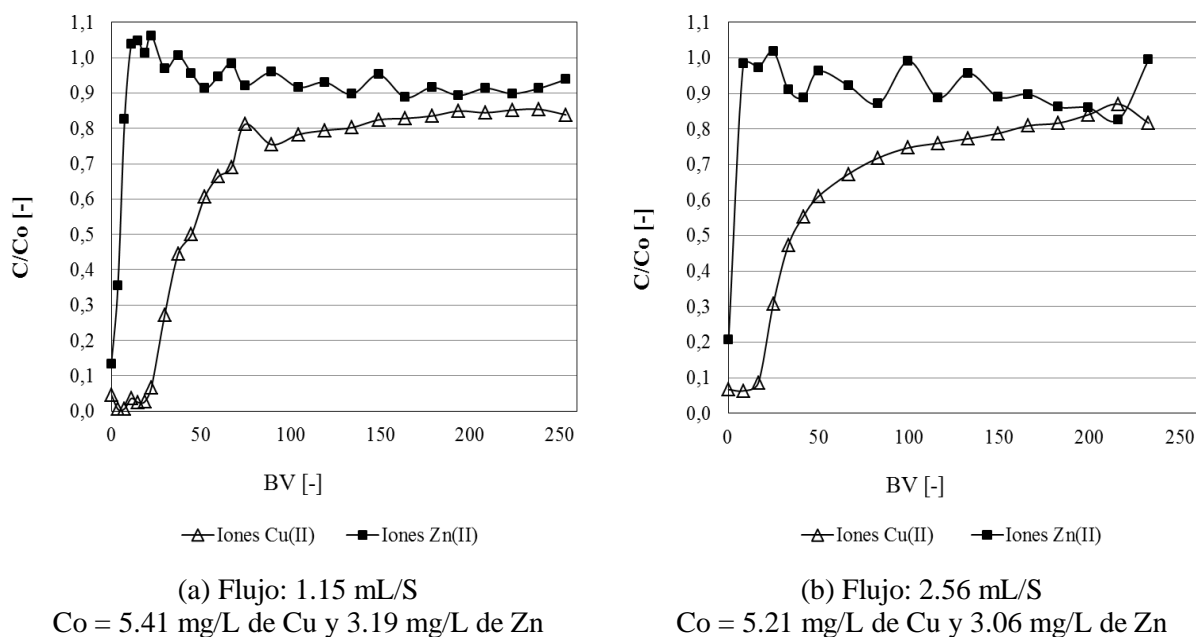


Figura 5.9 Adsorción de los iones metálicos a diferentes velocidades de flujos y diferentes concentraciones de iones Cu(II) y de iones Zn(II), en columnas empacadas con quitosano a partir de una solución binaria.

5.3.4 Adsorción de Cu(II) y Zn(II) en columnas de 33.5 cm de altura

Los resultados de la adsorción de iones Cu²⁺ y de iones Zn²⁺ a partir de soluciones (23.5 L) conteniendo un solo ión metálico y soluciones binarias, a una velocidad de flujo volumétrico de 1.15 mL/s en una columna de diámetro interno de 2.90 cm y una altura de 33.5 cm empacada con quitosano, se presentan en las Tablas B.15, B.16 y B.17 del Apéndice B.4. La Figura 5.10 muestra los gráficos de C/C_0 en función del Volumen del lecho, correspondientes al proceso de adsorción de (a) iones Cu²⁺, (b) iones Zn²⁺ y (c) iones Cu²⁺, y iones Zn²⁺ a partir de una solución binaria.

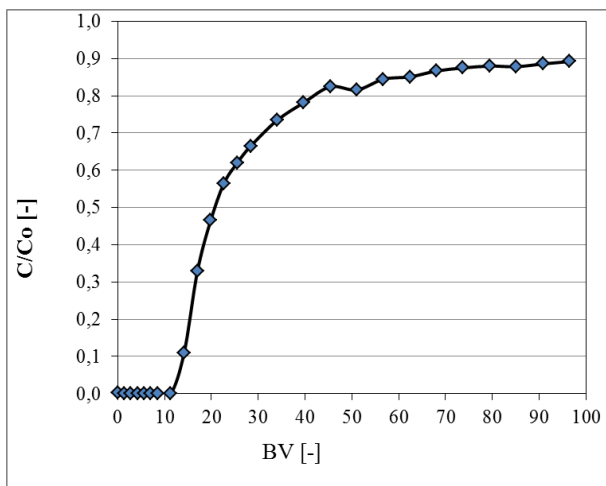
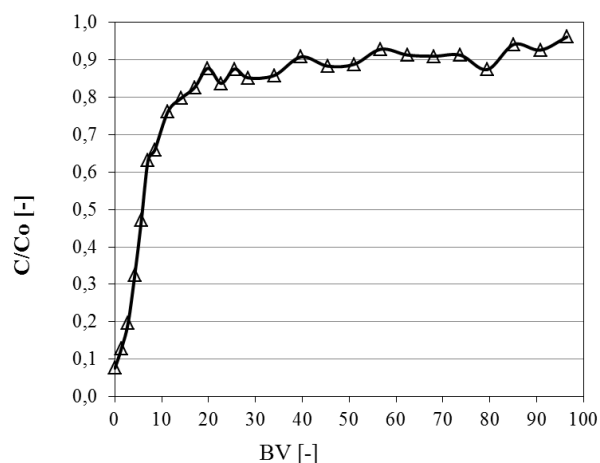
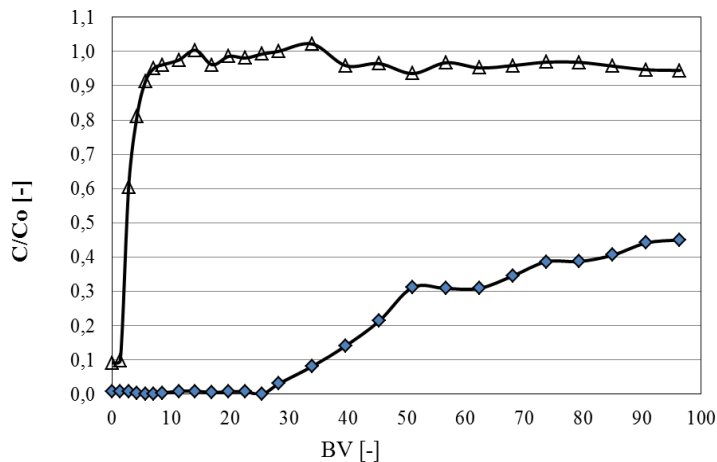
(a) Cu^{2+} ($C_o = 10.73 \text{ mg/L}$)(b) Zn^{2+} ($C_o = 5.03 \text{ mg/L}$)(c) Cu^{2+} ($C_o = 7.08 \text{ mg/L}$) y Zn^{2+} ($C_o = 4.91 \text{ mg/L}$)

Figura 5.10 Adsorción de los iones metálicos a una velocidades de flujos de 1.15 mL/s en una columnas de 33.5 cm de altura, empacadas con quitosano.

El gráfico (a) de la Figura 5.10 muestra una alta adsorción ($C/C_o < 0.10$) a un volumen de lecho entre 0 y 14.2, y va disminuyendo a medida que el flujo pasa a través de la columna (incremento en el volumen de lecho). Al comparar estos resultados con aque llos de la Fig. 5.3b, donde se tienen similares condiciones experimentales de concentración y velocidad de flujo volumétrica, se observa que el incremento en la altura de la columna influyó positivamente en la adsorción del ión metálico. En el caso del cinc, el hecho de utilizar una columna con una altura mayor no influyó significativamente en los resultados ya que se obtuvieron muy bajas remociones de soluto.

Por su parte, la curva del graficos (c) de la Figura 5.10 muestra una baja adsorción de Zn ya que alcanza un $C/Co = 0.9$ a un BV de 5.7, y una alta adsorción de Cu ($C/Co < 0.10$ a unBV entre 0 y 35). Comparando estos resultados con aquellos obtenidos bajo similares condiciones experimentales de concentración y velocidad de flujo volumétrica (ver Fig. 5.8a), se puede observar que para el caso de la remoción de los iones Zn^{2+} , independientemente delaaltura de la columna, los resultados no fueron significativamente diferentes; sin embargo, para el caso de la adsorción de los iones metálicos Cu^{2+} se aprecia una mayor adsorción del ión metálico, a pesar que este ión se encuentra en mayor concentración,lo cual evidencia que la altura de la columna si tiene una influencia significativamente positiva en la remoción de cobre.

5.4 Estudio de Desorción y reutilización del Adsorbente

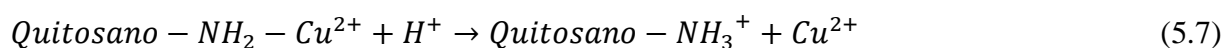
5.4.1 Desorción de Cu(II) y Zn(II) del Adsorbente

El estudio de la desorción de iones Cu^{2+} y Zn^{2+} del quitosano fue llevada a cabo utilizando diferentes soluciones de agentes regenerantes tales como el ácido sulfúrico (H_2SO_4), el ácido etilendiamintetracético (EDTA) para el cobre; y el hidróxido de sodio (NaOH) para el cinc. Los resultados presentados en la Tabla 5.2, muestran que los iones Cu^{2+} fueron mejor desadsorbidos usando H_2SO_4 como agente regenerante obteniéndose un porcentaje de desorción del 97.10%; mientras que la utilización del EDTA presentó un bajo porcentaje de desorción (3.48%).

Tabla 5.1 Resultados de la desorción de iones Cu(II) y Zn(II) de quitosano usando diferentes soluciones regenerantes.

Metal	Agentes Regenerantes	Concentración	Porcentaje de Remoción
Cobre	H_2SO_4	0.1 M	97.10
	EDTA	$1 \times 10^{-4}M$	3.48
Cinc	NaOH	1.0 M	87.10

Como se discutió en el ítem 5.1, durante la adsorción del ión metálico en el adsorbente se establece un intercambio iónico entre los iones H^+ (del grupo amino) y los iones Cu^{2+} (Ecuación 5.2). En el proceso inverso; es decir, la desorción de los iones metálicos, el incremento en la concentración de iones H^+ proveídos por el H_2SO_4 (un ácido fuerte) en la solución, conducen a un desplazamiento de la reacción hacia la liberación de iones Cu^{2+} del adsorbente de acuerdo a la siguiente reacción:



Lo que permitió un alto porcentaje de remoción. Por otro lado, el bajo porcentaje de desorción utilizando EDTA como eluente puede deberse a que la formación del complejo EDTA-Cu²⁺ no es tan fuerte que permita romper el enlace *Quitosano - NH₂ - Cu²⁺*.

Los resultados para el cinc mostraron que el NaOH es un buen eluente para recuperar los iones Zn²⁺ del adsorbente, ya que se obtuvo al alto porcentaje de recuperación del ión metálico (87.10%). Esto puede deberse a la formación del ion tetrahidroxocinc, [Zn(OH)₄]²⁻, a altos valores de pH lo cual conduce a una repulsión electrostática entre estos iones y el grupo amino del quitosano (Benavente, 2008).

5.4.2 Reutilización del Adsorbente en la adsorción de Cu(II) y Zn(II)

Para comprobar la reutilización del adsorbente, se llevaron a cabo tres ciclos de adsorción-desorción de los iones metálicos Cu²⁺ y Zn²⁺ utilizando quitosano y los diferentes agentes regenerantes: H₂SO₄ 0.1 M para la elución del cobre y NaOH 1.0 M para la elución del cinc. Cabe señalar que estos agentes fueron elegidos considerando los resultados de los experimentos de desorción.

En la Tabla 5.3 se presenta los resultados de la reutilización del adsorbente en los procesos de adsorción-desorción de iones Cu²⁺. Los resultados muestran que la reutilización del quitosano para con los iones Cu(II) es muy buena con altos porcentajes de adsorción (mayores del 96%) y en los primeros dos ciclos con una desorción mayor que el 90%. Sin embargo, en el tercer ciclo se observa que aunque hubo una buena adsorción de iones cobre por parte del adsorbente, la desorción disminuyó grandemente hasta el 58.53%, lo que puede dar indicios de un agotamiento y deformación del adsorbente.

Por su parte, los resultados de la reutilización del adsorbente en los procesos de adsorción-desorción de iones Zn²⁺ se presenta en la Tabla 5.4. Estos resultados muestran que la reutilización del quitosano para con el Zn es satisfactoria ya que se obtienen altos porcentajes de remoción (mayores del 95%) y buenos porcentajes de desorción en un rango de 72-92%.

Tabla 5.2 Ciclos de adsorción–desorción de iones Cu(II) en quitosano usando H₂SO₄ 0.1M como agente regenerante.

Condiciones Experimentales	I Ciclo	II Ciclo	III Ciclo
Co Cu (mg/L)	20.00	20.00	20.00
masa del adsorbente (g)	10.00	9.60	8.30
Volumen de la solución (L)	0.20	0.20	0.20
Velocidad de Agitación (rpm)	600	600	600
tiempo (h)	4	4	4
Cf Cu (mg/L)	0.10	0.26	0.74
qe (mg/g):	0.40	0.41	0.46
% Adsorción	99.51	98.72	96.32
% Desorción	94.53	90.34	58.53

Tabla 5.3 Ciclos de adsorción–desorción de iones Zn(II) en quitosano usando NaOH 1.0M como agente regenerante.

Condiciones Experimentales	I Ciclo	II Ciclo	III Ciclo
Co Zn (mg/L)	20.00	20.00	20.00
masa del adsorbente (g)	10.00	11.20	8.20
Volumen de la solución (L)	0.20	0.20	0.20
Velocidad de Agitación (rpm)	600	600	600
tiempo (h)	4	4	4
Cf Zn (mg/L)	0.10	1.08	0.83
qe (mg/g):	0.40	0.34	0.47
% Adsorción	99.51	94.58	95.86
% Desorción	87.10	92.08	72.31

VI. Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos se concluye lo siguiente:

- Los porcentajes de recuperación de quitina en base seca fue de 90% a nivel de planta piloto y de quitosano fue del 35% a nivel de laboratorio, con un grado de desacetilación del 60%, el cual es bajo comparado con el grado de desacetilación que tiene el quitosano producido a nivel comercial (80 – 99%).
- El quitosano presenta una mejor afinidad por el cobre que por el zinc. Todos los resultados obtenidos demuestran que el quitosano adsorbe mejor (para un sistema de columnas empacadas) los iones de cobre que los iones de zinc, independientemente de las concentraciones iniciales de los iones metálicos.
- El comportamiento del pH fue similar para ambos iones independientemente de la concentración. Al inicio del proceso se observa un aumento del pH y luego disminuye hasta mantenerse constante.
- La remoción de iones Cu^{2+} es mayor a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s. Cuanto menor es la velocidad de flujo volumétrico mayor es el tiempo de contacto que habrá entre el adsorbente y el adsorbato y por lo tanto, habrá una mayor adsorción.
- Tanto para el cobre como para el zinc, el sistema de columnas empacadas con quitosano a una velocidad de flujo volumétrico de 2.56 mL/s no presenta buenos resultados. Al incrementar la velocidad de flujo volumétrico de flujo, disminuye el tiempo de contacto entre el adsorbente y el adsorbato y por lo tanto, disminuye la adsorción.
- Cuanto mayor sea la concentración de los iones metálicos presentes en la solución, menor será el tiempo que tardará el quitosano en saturarse y más rápidamente llega al punto de ruptura ($C/C_0 = 0.1$).
- Al aumentar el volumen del lecho hubo una mayor adsorción de los iones de Cu^{2+} tanto en las soluciones conteniendo el ion como para soluciones binarias. En el caso del zinc no se obtuvieron mejores resultados.
- Aun flujo de 1.15 mL/s y una concentración de aproximadamente 4 mg/L la adsorción de los iones de Cu^{2+} es aproximadamente del 98% hasta un volumen del lecho de 25. En el caso de la adsorción de los iones de Zn^{2+} a similares condiciones el porcentaje de adsorción fue muy bajo aproximadamente entre 5% y 10%.

- Para soluciones binarias la adsorción de cobre a distintas concentraciones (2.33 mg/L, 5.93 mg/L) fue de 98% hasta un volumen del lecho 50 y 25 respectivamente. En la adsorción de los iones de zinc se obtuvieron resultados similares a los obtenidos en las soluciones conteniendo el ion (Zn^{2+})
- Los iones Cu^{2+} fueron mejor des-adsorbidos usando $H_2SO_4(0.1M)$ como agente regenerante obteniéndose un porcentaje de desorción del 97.10%; mientras que la utilización del EDTA ($1 \times 10^{-4} M$) presentó un bajo porcentaje de desorción (3.48%). En el caso del zinc, el NaOH 1.0M mostró ser un buen agente regenerante con un 87.10%.
- La reutilización del quitosano para con los iones Cu(II) es muy buena con altos porcentajes de adsorción (mayores del 96%) y en los primeros dos ciclos con una desorción mayor que el 90%. Por su parte, la reutilización del quitosano para con el Zn es satisfactoria con porcentajes de remoción mayores del 95% y buenos porcentajes de desorción en un rango de 72-92%.

VII. Recomendaciones

Para continuar futuros estudios relacionados con la obtención y el uso del quitosano como material absorbente se recomienda lo siguiente:

- Realizar un estudio completo sobre los ciclos de absorción y desorción para determinar el punto máximo de utilización del absorbente (quitosano) hasta su agotamiento.
- Realizar estudios de separación de iones de cobre en soluciones que contengan zinc utilizando quitosano.
- Implementar un sistema de columnas en serie para optimizar el proceso de absorción.
- Disminuir la velocidad de flujo volumétrico y el tamaño de partícula, para aumentar el tiempo de contacto y área entre el adsorbente y el adsorbato, los resultados obtenidos en la fase experimental se pueden optimizar para así obtener mejores resultados.
- Implementar un sistema de tratamiento para las aguas de desecho originada por la desorción de los iones metálicos.

VIII. Referencias Bibliográficas

Agency for Toxic Substances & Disease Registry, ATSDR (2011). Resumen de salud pública: Cinc. En: <http://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs60.html>[Consultado: Septiembre, 2010]

Agulló, E., M.S. Rodríguez, R. Mato, C. Tapia, F. Valenzuela, C. Peniche, Á. Heras, J. San Román, W. Argüelles, F. Goycoolea, I. Higuera, J. Nakamatsu, A. Mayorga y A. Pastor De Abram (2004). Aplicaciones en Alimentación y Control Ambiental. *In: Pastor De Abram, A. (ed.) Quitina y Quitosano: obtención, caracterización y aplicaciones. Primera Edición ed. Perú: Pontificia Universidad Católica del Perú/Fondo Editorial.*

Álvarez Barrantes, E. (2007). Determinación de Isotermas de Adsorción de Hierro, Cobre y Zinc en Quitosana. Tesis para optar al Título de Ingeniero Químico, Facultad de Ingeniería Química. Managua, Nicaragua: Universidad Nacional de Ingeniería.

Arévalo, M.R. (2005). Estudio de la Remoción de Arsénico en Columnas Empacadas con Quitosana. Tesis para optar al Título de Ingeniero Químico, Facultad de Ingeniería Química. Managua, Nicaragua: Universidad Nacional de Ingeniería.

Barros Garcés, R. (1986). Amarás al cobre como a ti mismo. Editorial Andrés Bello, Impreso en Chile, pp. 27, 146.

Benavente, M., M. Arévalo, y J. Martínez (2006). Speciation and removal of arsenic in column packed with chitosan. *Water Pract. Technol.* [Online].

Benavente, M. 2008. Adsorption of Metallic Ions onto Chitosan: Equilibrium and Kinetic Studies. Licentiate of Engineering, Royal Institute of Technology (KTH).

Benavente, M., L. Moreno y J. Martinez (2011). Sorption of heavy metals from gold mining wastewater using chitosan. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 42, 976-988.

Domszy, J. G. y G. A. F. Roberts(1985). Evaluation of Infrared Spectroscopic Techniques for Analysing Chitosan. *Makromol. Chem.*, 186, pp. 1671.

EROSKI (2012). Metales pesados toda una amenaza. En: <<http://revista.consumer.es/web/es/20010301/medioambiente/27009.php>>[Consultado: 09 de Mayo 2012]

FAO-AQUASTAT (2003). Water Resources, Development and Management Service. Information System on Water and Agriculture, Land and Water, General Summary Latin America and the Caribbean. En:<www.fao.org/AG/agl/aglw/aguastat/regions/lac/index3.stm>

FAO-CEPAL (2012). Los Recursos Hídricos de Nicaragua. En:<http://coin.fao.org/cms/media/5/12520625348650/fao_nic_recurshidricos_cepal.pdf>[Consultado: 09 de Mayo 2012].

Flores, C.I. y X. Barahona (2008). Estudio de la biosorción de plomo(II) en Quitosana. Tesis para optar al Título de Ingeniero Químico, Facultad de Ingeniería Química. Managua, Nicaragua: Universidad Nacional de Ingeniería.

García, I., M. Benavente y L. Moreno (2011). Use of Chitosan as Coagulant in the Removal of Natural Organic Matter from Four Different Raw Waters. In Proceedings of the 10th International Conference of the European Chitin Society (EUCHIS 2011), pp. 106-110. Saint Petersburg, Russia. ISBN 978-5-4253-0133-8.

García R. (2012). Columnas empacadas: Cuerpo de la torre. En:<<http://www.buenastareas.com/ensayos/Dise%C3%B1o-De-Columnas-Empacadas/2400498.html>>[Consultado: Diciembre, 2011]

Geankoplis C.J. (1998). Proceso de transporte y operaciones unitarias. 3^{ra} edición, Compañía Editorial Continental S. A. de C. V., México.

Gerente, C., V.K.C. Lee, P.L. Cloirec y G. McKay (2007). Application of Chitosan for the Removal of Metals from Wastewaters by Adsorption—Mechanisms and Models Review. Crit. Rev. Environ. Sci. Technol., 37, 41 - 127.

Harish, K.V. y R.N. Tharanathan (2007). Chitin/Chitosan modifications and their unlimited application potencial - An Overview. Trends in Food Science & Technology, 18, 117 - 131.

Hernández, D. y D. Escorcía (2009). Propuesta Técnica para la obtención de quitina a partir de caparazones de crustáceos a nivel de planta piloto. Tesis para optar al Título de Ingeniero Químico, Facultad de Ingeniería Química. Managua, Nicaragua: Universidad Nacional de Ingeniería.

Lenntech (2011a). Metales Pesados. En: <<http://www.lenntech.es/metales-pesados.htm#ixzz1SmIyr9fW>>[Consultado: Julio, 2011].

Lenntech (2011b). Cobre. En: <<http://www.lenntech.es/periodica/elementos/cu.htm>>
[Consultado: Septiembre, 2010]

Lenntech (2011c). Zinc. En: <<http://www.lenntech.es/periodica/elementos/zn.htm>>
[Consultado: Septiembre, 2010]

Manahan, S.E. (2007). Introducción a la Química Ambiental. Editorial Reverté S.A., Impreso en España, pp. 148.

Matus, I.A. y L. Paniagua (2010). Estudio de cinética de adsorción de dos iones metálicos en Quitosana. Tesis para optar al Título de Ingeniero Químico, Facultad de Ingeniería Química. Managua, Nicaragua: Universidad Nacional de Ingeniería.

McCabe, W.L., J.C. Smith, y P. Harriot (2007). Operaciones Unitarias en Ingeniería Química, (4^{ta} edición). McGraw-Hill, ISBN: 9701061748.

Mendoza Correa, R. (2000). Contaminación hidrográfica generalizada en Nicaragua. En *La Prensa*[en línea], 5 de junio del 2000. En: <<http://archivo.laprensa.com.ni/archivo/2000/junio/05/nacionales/nacionales-20000605-10.html>>[Consultado: 09 de Mayo 2012]

Muzzarelli, R. A. A. 1977. Chitin, Oxford Pergamon Press.

Silverstein, R. M., Webster, F. X., y Kiemle D. J. (2005). Spectrometric Identification of Organic Compounds. John Wiley & Sons, INC, Seven Edition, New York.

Soltero Baeza, D., D.S. Palafox, I.R. Herrera, A. Dávila, J.M. Cuéllar y M.O. González (2009). Determinación de niveles de cobre en una población estudiantil de la Facultad de Ciencias Químicas por espectrofotometría de adsorción atómica en flama. Facultad de Ciencias Químicas, Universidad Autónoma de Chihuahua.

Sjörén, A., M. Benavente y J. Martínez (2007). Remoción de mercurio de efluentes mineros por biosorción: un caso de estudio en la ciudad de La Libertad, Chontales, Nicaragua. *Nexo*, 20, 47-55.

Treybal R.E. (1988). Operaciones De Transferencia de Masa. 2^{da} Edición, McGraw-Hill, ISBN: 968604634.

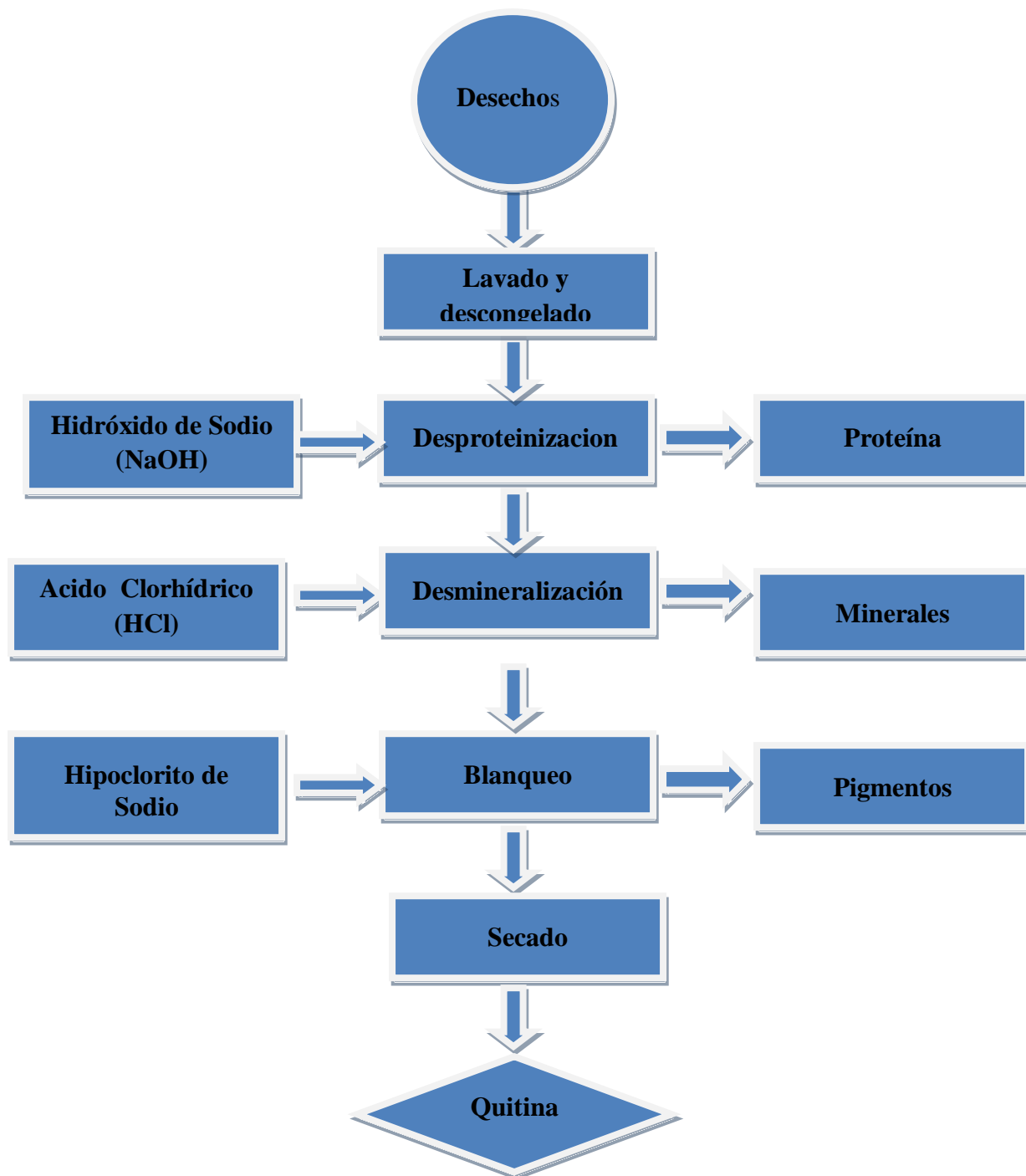
Wikipedia (2011a). Metal Pesado. En: <http://es.wikipedia.org/wiki/Metal_pesado>
[Consultado: Julio, 2011].

APENDICES

APENDICE A: Diagramas de Flujos

APENDICE B: Tabla de Resultados

APENDICE C: Métodos de Análisis

Apéndice A.1: Diagrama de flujo de obtención de quitina a partir de desechos de camarón**Figura A.1** Diagrama de Flujo del proceso de obtención de quitina a partir de desechos de camarón

Apéndice A.2: Diagrama de flujo de obtención de quitosano a partir de quitina.



Figura A.2 Diagrama de Flujo del proceso de obtención de quitosano por desacetilación química de la quitina.

Apéndice B.1: Tabla de resultados de la adsorción de Cu(II) en una columna empacada con quitosano, de diámetro interno de 2.60 cm y una altura de 16.5 cm.

Tabla B.1 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Cu(II) de 3.79 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 6.20 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	8.06	0.237	0.06	0.0	0.1
2	5	7.96	0.077	0.02	0.3	3.7
3	10	7.51	0.084	0.02	0.7	7.5
4	15	7.47	0.122	0.03	1.0	11.2
5	20	7.43	0.109	0.03	1.4	14.9
6	25	7.29	0.122	0.03	1.7	18.6
7	30	7.01	0.146	0.04	2.1	22.4
8	40	6.77	0.615	0.16	2.8	29.8
9	50	6.65	1.342	0.35	3.5	37.3
10	60	6.57	1.721	0.45	4.1	44.7
11	70	6.51	1.923	0.51	4.8	52.2
12	80	6.62	2.276	0.60	5.5	59.7
13	90	6.49	2.276	0.60	6.2	67.1
14	100	6.47	2.626	0.69	6.9	74.6
15	120	6.43	2.731	0.72	8.3	89.5
16	140	6.42	2.774	0.73	9.7	104.4
17	160	6.42	2.910	0.77	11.0	119.3
18	180	6.36	2.998	0.79	12.4	134.2
19	200	6.38	2.938	0.78	13.8	149.1
20	220	6.39	3.109	0.82	15.2	164.1
21	240	6.40	3.042	0.80	16.6	179.0
22	260	6.35	3.047	0.80	17.9	193.9
23	280	6.43	3.092	0.82	19.3	208.8
24	300	6.40	3.102	0.82	20.7	223.7
25	320	6.43	3.171	0.84	22.1	238.6
26	340	6.46	3.101	0.82	23.5	253.5

Tabla B.2 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Cu(II) de 9.67 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 5.87 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.81	0.161	0.02	0.0	0.1
2	5	7.64	0.203	0.02	0.3	3.7
3	10	7.05	0.288	0.03	0.7	7.5
4	15	6.70	2.215	0.23	1.0	11.2
5	20	6.48	3.038	0.31	1.4	14.9
6	25	6.35	4.173	0.43	1.7	18.6
7	30	6.36	5.038	0.52	2.1	22.4
8	40	6.30	5.958	0.62	2.8	29.8
9	50	6.23	6.923	0.72	3.5	37.3
10	60	6.26	7.273	0.75	4.1	44.7
11	70	6.26	7.537	0.78	4.8	52.2
12	80	6.22	7.659	0.79	5.5	59.7
13	90	6.22	7.881	0.81	6.2	67.1
14	100	6.21	8.109	0.84	6.9	74.6
15	120	6.23	8.205	0.85	8.3	89.5
16	140	6.25	8.298	0.86	9.7	104.4
17	160	6.30	8.424	0.87	11.0	119.3
18	180	6.27	8.402	0.87	12.4	134.2
19	200	6.25	8.424	0.87	13.8	149.1
20	220	6.27	8.533	0.88	15.2	164.1
21	240	6.19	8.572	0.89	16.6	179.0
22	260	6.21	8.625	0.89	17.9	193.9
23	280	6.18	8.651	0.89	19.3	208.8
24	300	6.14	8.653	0.89	20.7	223.7
25	320	6.16	8.603	0.89	22.1	238.6
26	340	6.11	8.719	0.90	23.5	253.5

Tabla B.3 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Cu(II) de 3.79 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 2.56 mL/s, pH de 6.26 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.86	0.341	0.09	0.0	0.2
2	5	7.79	0.121	0.03	0.8	8.3
3	10	7.46	0.173	0.05	1.5	16.6
4	15	6.81	0.831	0.22	2.3	24.9
5	20	6.63	1.462	0.39	3.1	33.2
6	25	6.60	1.872	0.49	3.8	41.5
7	30	6.53	2.176	0.57	4.6	49.8
8	40	6.51	2.419	0.64	6.1	66.4
9	50	6.52	2.568	0.68	7.7	83.0
10	60	6.48	2.673	0.70	9.2	99.6
11	70	6.50	2.749	0.72	10.8	116.2
12	80	6.49	2.806	0.74	12.3	132.8
13	90	6.49	2.850	0.75	13.8	149.4
14	100	6.51	2.905	0.77	15.4	166.0
15	120	6.44	2.996	0.79	18.4	199.2
16	140	6.44	3.013	0.79	21.5	232.4
17	160	6.46	3.009	0.79	24.6	265.6
18	180	6.46	3.042	0.80	27.6	298.8
19	200	6.49	3.038	0.80	30.7	332.0
20	220	6.51	3.063	0.81	33.8	365.2

Tabla B.4 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Cu(II) de 11.353 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 2.56 mL/s, pH de 5.98 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.80	0.405	0.04	0.0	0.2
2	5	6.29	2.550	0.22	0.8	8.3
3	10	6.13	6.882	0.61	1.5	16.6
4	15	6.15	8.253	0.73	2.3	24.9
5	20	6.12	8.877	0.78	3.1	33.2
6	25	6.11	9.624	0.85	3.8	41.5
7	30	6.12	9.625	0.85	4.6	49.8
8	40	6.11	9.862	0.87	6.1	66.4
9	50	6.08	10.039	0.88	7.7	83.0
10	60	6.08	10.240	0.90	9.2	99.6
11	70	6.03	10.086	0.89	10.8	116.2
12	80	6.07	10.473	0.92	12.3	132.8
13	90	6.03	10.523	0.93	13.8	149.4
14	100	6.04	10.483	0.92	15.4	166.0
15	120	6.07	10.278	0.91	18.4	199.2
16	140	6.05	10.384	0.91	21.5	232.4
17	160	6.07	10.449	0.92	24.6	265.6
18	180	6.06	10.252	0.90	27.6	298.8
19	200	6.07	10.504	0.93	30.7	332.0
20	220	6.08	10.000	0.88	33.8	365.2

Apéndice B.2: Tabla de resultados de la adsorción de Zn(II) en una columna empacada con quitosano, de diámetro interno de 2.60 cm y una altura de 16.5 cm.

Tabla B.5 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Zn(II) de 4.36 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 5.80 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.70	0.587	0.13	0.0	0.1
2	5	7.25	0.282	0.06	0.3	3.7
3	10	6.99	2.186	0.50	0.7	7.5
4	15	6.84	3.354	0.77	1.0	11.2
5	20	6.84	3.874	0.89	1.4	14.9
6	25	6.82	3.924	0.90	1.7	18.6
7	30	6.88	3.890	0.89	2.1	22.4
8	40	6.67	4.061	0.93	2.8	29.8
9	50	6.68	4.178	0.96	3.5	37.3
10	60	6.65	3.993	0.92	4.1	44.7
11	70	6.81	4.043	0.93	4.8	52.2
12	80	6.78	4.072	0.93	5.5	59.7
13	90	6.59	3.955	0.91	6.2	67.1
14	100	6.72	4.011	0.92	6.9	74.6
15	120	6.67	3.905	0.90	8.3	89.5
16	140	6.61	4.095	0.94	9.7	104.4
17	160	6.60	4.034	0.93	11.0	119.3
18	180	6.56	4.104	0.94	12.4	134.2
19	200	6.52	3.917	0.90	13.8	149.1
20	220	6.53	4.134	0.95	15.2	164.1
21	240	6.65	4.009	0.92	16.6	179.0
22	260	6.65	3.984	0.91	17.9	193.9
23	280	6.56	3.974	0.91	19.3	208.8
24	300	6.70	4.099	0.94	20.7	223.7
25	320	6.56	4.079	0.94	22.1	238.6
26	340	6.63	4.201	0.96	23.5	253.5

Tabla B.6 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Cu(II) de 11.03 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 6.19 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.79	0.511	0.05	0.0	0.1
2	5	7.11	3.376	0.31	0.3	3.7
3	10	7.02	7.977	0.72	0.7	7.5
4	15	6.97	9.218	0.84	1.0	11.2
5	20	6.97	9.757	0.88	1.4	14.9
6	25	6.94	9.904	0.90	1.7	18.6
7	30	6.83	10.017	0.91	2.1	22.4
8	40	6.90	10.273	0.93	2.8	29.8
9	50	6.68	10.387	0.94	3.5	37.3
10	60	6.66	10.499	0.95	4.1	44.7
11	70	6.70	10.352	0.94	4.8	52.2
12	80	6.67	10.579	0.96	5.5	59.7
13	90	6.64	10.529	0.95	6.2	67.1
14	100	6.60	10.535	0.95	6.9	74.6
15	120	6.68	10.513	0.95	8.3	89.5
16	140	6.78	10.474	0.95	9.7	104.4
17	160	6.83	10.518	0.95	11.0	119.3
18	180	6.84	10.326	0.94	12.4	134.2
19	200	6.77	10.726	0.97	13.8	149.1
20	220	6.67	10.497	0.95	15.2	164.1
21	240	6.63	10.439	0.95	16.6	179.0
22	260	6.63	10.626	0.96	17.9	193.9
23	280	6.66	10.511	0.95	19.3	208.8
24	300	6.80	10.616	0.96	20.7	223.7
25	320	6.69	10.656	0.97	22.1	238.6
26	340	6.71	10.516	0.95	23.5	253.5

Tabla B.7 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Zn(II) de 4.84 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 2.56 mL/s, pH de 5.70 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.63	0.477	0.10	0.0	0.2
2	5	7.18	2.130	0.44	0.8	8.3
3	10	7.04	3.453	0.71	1.5	16.6
4	15	6.98	3.784	0.78	2.3	24.9
5	20	6.98	3.897	0.81	3.1	33.2
6	25	6.97	3.921	0.81	3.8	41.5
7	30	6.95	3.900	0.81	4.6	49.8
8	40	6.93	3.945	0.82	6.1	66.4
9	50	6.88	3.744	0.77	7.7	83.0
10	60	6.86	3.721	0.77	9.2	99.6
11	70	6.84	3.867	0.80	10.8	116.2
12	80	6.82	3.638	0.75	12.3	132.8
13	90	6.80	3.631	0.75	13.8	149.4
14	100	6.78	3.706	0.77	15.4	166.0
15	110	6.71	3.724	0.77	16.9	182.6
16	120	6.75	4.280	0.88	18.4	199.2
17	130	6.72	3.646	0.75	20.0	215.8
18	140	6.66	3.853	0.80	21.5	232.4
19	150	6.73	3.852	0.80	23.0	249.0
20	160	6.75	3.673	0.76	24.6	265.6

Tabla B.8 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Cu(II) de 10.16 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 2.56 mL/s, pH de 5.80 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.47	0.403	0.04	0.0	0.2
2	5	6.79	7.563	0.74	0.8	8.3
3	10	6.75	8.339	0.82	1.5	16.6
4	15	6.77	9.388	0.92	2.3	24.9
5	20	6.74	9.324	0.92	3.1	33.2
6	25	6.72	9.339	0.92	3.8	41.5
7	30	6.70	9.464	0.93	4.6	49.8
8	40	6.55	9.558	0.94	6.1	66.4
9	50	6.65	9.639	0.95	7.7	83.0
10	60	6.57	9.610	0.95	9.2	99.6
11	70	6.56	9.377	0.92	10.8	116.2
12	80	6.56	9.541	0.94	12.3	132.8
13	90	6.57	10.559	1.04	13.8	149.4
14	100	6.52	9.491	0.93	15.4	166.0
15	110	6.52	9.524	0.94	16.9	182.6
16	120	6.52	9.510	0.94	18.4	199.2
17	130	6.44	9.446	0.93	20.0	215.8
18	140	6.56	9.354	0.92	21.5	232.4
19	150	6.60	9.492	0.93	23.0	249.0
20	160	6.51	9.473	0.93	24.6	265.6
21	170	6.495	9.497	0.93	26.1	282.2

Apéndice B.3: Tabla de resultados de la adsorción de Cu(II) y Zn(II) a partir de una solución binaria en una columna empacada con quitosano, de diámetro interno de 2.60 cm y una altura de 16.5 cm.

Tabla B.9 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución binaria de iones Cu^{2+} (2.33mg/L) y Zn^{2+} (5.15 mg/L), en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 6.34 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Conc. ión Zn^{2+} (mg/L)	C/Co	Conc. ión Cu^{2+} (mg/L)	C/Co	V_F (L)	BV
1	0.1	7.70	0.39	0.08	0.411	0.18	0.0	0.1
2	5	7.07	1.86	0.36	0.029	0.01	0.3	3.7
3	10	6.82	4.56	0.89	0.044	0.02	0.7	7.5
4	15	6.73	5.23	1.02	0.035	0.01	1.0	11.2
5	20	6.70	5.03	0.98	0.028	0.01	1.4	14.9
6	25	6.74	5.08	0.99	0.010	0.00	1.7	18.6
7	30	6.68	5.20	1.01	0.047	0.02	2.1	22.4
8	40	6.69	5.13	1.00	0.062	0.03	2.8	29.8
9	50	6.74	5.05	0.98	0.068	0.03	3.5	37.3
10	60	6.58	5.07	0.98	0.094	0.04	4.1	44.7
11	70	6.63	5.04	0.98	0.130	0.06	4.8	52.2
12	80	6.56	4.99	0.97	0.246	0.11	5.5	59.7
13	90	6.57	5.14	1.00	0.383	0.16	6.2	67.1
14	100	6.42	5.07	0.98	0.525	0.22	6.9	74.6
15	120	6.43	4.94	0.96	0.752	0.32	8.3	89.5
16	140	6.33	4.90	0.95	0.948	0.41	9.7	104.4
17	160	6.16	4.87	0.95	1.106	0.47	11.0	119.3
18	180	6.12	4.82	0.94	1.235	0.53	12.4	134.2
19	200	6.15	4.83	0.94	1.270	0.54	13.8	149.1
20	220	6.09	4.85	0.94	1.331	0.57	15.2	164.1
21	240	6.10	4.85	0.94	1.408	0.60	16.6	179.0
22	260	6.16	4.77	0.93	1.435	0.61	17.9	193.9
23	280	6.17	4.85	0.94	1.465	0.63	19.3	208.8
24	300	6.11	5.10	0.99	1.527	0.65	20.7	223.7
25	320	6.16	5.07	0.98	1.569	0.67	22.1	238.6
26	340	6.12	4.76	0.92	1.573	0.67	23.5	253.5

Tabla B.10 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución binaria de iones Cu^{2+} (3.80mg/L) y Zn^{2+} (5.37 mg/L), en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 2.56 mL/s, pH de 5.86 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Conc. ión Zn^{2+} (mg/L)	C/Co	Conc. ión Cu^{2+} (mg/L)	C/Co	V_F (L)	BV
1	0.1	7.56	0.395	0.07	0.299	0.08	0.0	0.2
2	5	6.69	4.985	0.93	0.104	0.03	0.8	8.3
3	10	6.61	5.400	1.01	0.155	0.04	1.5	16.6
4	15	6.41	5.341	0.99	0.393	0.10	2.3	24.9
5	20	6.33	5.326	0.99	0.921	0.24	3.1	33.2
6	25	6.21	5.214	0.97	1.403	0.37	3.8	41.5
7	30	6.22	5.136	0.96	1.866	0.49	4.6	49.8
8	40	6.09	5.348	1.00	2.267	0.60	6.1	66.4
9	50	6.09	5.098	0.95	2.502	0.66	7.7	83.0
10	60	6.12	5.106	0.95	2.529	0.67	9.2	99.6
11	70	6.14	4.017	0.75	2.707	0.71	10.8	116.2
12	80	6.16	5.164	0.96	2.897	0.76	12.3	132.8
13	90	6.15	5.051	0.94	2.983	0.78	13.8	149.4
14	100	6.08	5.106	0.95	3.041	0.80	15.4	166.0
15	110	6.06	5.063	0.94	2.944	0.77	16.9	182.6
16	120	6.09	5.014	0.93	3.081	0.81	18.4	199.2
17	130	6.09	4.961	0.92	3.034	0.80	20.0	215.8
18	140	6.07	5.000	0.93	3.103	0.82	21.5	232.4
19	150	6.16	5.026	0.94	3.094	0.81	23.0	249.0
20	160	6.14	5.077	0.95	3.103	0.82	24.6	265.6

Tabla B.11 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución binaria de iones Cu^{2+} (5.93mg/L) y Zn^{2+} (5.40 mg/L), en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 6.08 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Conc. ión Zn^{2+} (mg/L)	C/Co	Conc. ión Cu^{2+} (mg/L)	C/Co	V_F (L)	BV
1	0.1	7.67	0.783	0.15	0.853	0.14	0.0	0.1
2	5	7.04	3.802	0.70	0.071	0.01	0.3	3.7
3	10	6.81	5.289	0.98	0.078	0.01	0.7	7.5
4	15	6.76	5.529	1.02	0.123	0.02	1.0	11.2
5	20	6.67	5.641	1.05	0.151	0.03	1.4	14.9
6	25	6.62	5.612	1.04	0.211	0.04	1.7	18.6
7	30	6.51	5.651	1.05	0.400	0.07	2.1	22.4
8	40	6.29	5.509	1.02	1.196	0.20	2.8	29.8
9	50	6.23	5.230	0.97	2.140	0.36	3.5	37.3
10	60	6.22	5.170	0.96	2.649	0.45	4.1	44.7
11	70	6.16	5.136	0.95	3.118	0.53	4.8	52.2
12	80	6.19	5.228	0.97	3.292	0.56	5.5	59.7
13	90	6.16	5.382	1.00	3.385	0.57	6.2	67.1
14	100	6.13	5.197	0.96	3.595	0.61	6.9	74.6
15	120	6.17	5.089	0.94	3.861	0.65	8.3	89.5
16	140	6.18	5.402	1.00	4.096	0.69	9.7	104.4
17	160	6.17	5.052	0.94	4.294	0.72	11.0	119.3
18	180	6.11	5.178	0.96	4.376	0.74	12.4	134.2
19	200	6.18	5.163	0.96	4.501	0.76	13.8	149.1
20	220	6.19	5.225	0.97	4.499	0.76	15.2	164.1
21	240	6.17	5.286	0.98	4.570	0.77	16.6	179.0
22	260	6.17	5.124	0.95	4.671	0.79	17.9	193.9
23	280	6.20	5.238	0.97	4.711	0.79	19.3	208.8
24	300	6.14	5.168	0.96	4.783	0.81	20.7	223.7
25	320	6.17	5.282	0.98	4.957	0.84	22.1	238.6
26	340	6.27	5.057	0.94	4.894	0.83	23.5	253.5

Tabla B.12 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución binaria de iones Cu^{2+} (6.05mg/L) y Zn^{2+} (5.36 mg/L), en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 2.56 mL/s, pH inicial de 6.24 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Conc. ión Zn^{2+} (mg/L)	C/Co	Conc. ión Cu^{2+} (mg/L)	C/Co	V_F (L)	BV
1	0.1	7.73	0.414	0.08	0.272	0.04	0.0	0.2
2	5	7.14	6.147	1.15	0.123	0.02	0.8	8.3
3	10	6.87	5.218	0.97	0.463	0.08	1.5	16.6
4	15	6.60	5.150	0.96	1.787	0.30	2.3	24.9
5	20	6.43	5.034	0.94	2.794	0.46	3.1	33.2
6	25	6.35	5.072	0.95	3.373	0.56	3.8	41.5
7	30	6.36	5.111	0.95	3.729	0.62	4.6	49.8
8	40	6.33	5.113	0.95	4.204	0.69	6.1	66.4
9	50	6.31	5.175	0.97	4.312	0.71	7.7	83.0
10	60	6.42	4.883	0.91	4.607	0.76	9.2	99.6
11	70	6.42	4.973	0.93	4.702	0.78	10.8	116.2
12	80	6.41	5.054	0.94	4.772	0.79	12.3	132.8
13	90	6.42	5.132	0.96	4.845	0.80	13.8	149.4
14	100	6.38	4.991	0.93	4.960	0.82	15.4	166.0
15	110	6.42	5.151	0.96	4.845	0.80	16.9	182.6
16	120	6.41	5.082	0.95	5.108	0.84	18.4	199.2
17	130	6.40	5.013	0.94	5.132	0.85	20.0	215.8
18	140	6.44	5.009	0.94	5.245	0.87	21.5	232.4
19	150	6.42	5.051	0.94	5.209	0.86	23.0	249.0
20	160	6.39	5.134	0.96	5.279	0.87	24.6	265.6

Tabla B.13 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución binaria de iones Cu^{2+} (5.41mg/L) y Zn^{2+} (3.19 mg/L), en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 6.07 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Conc. ión Zn^{2+} (mg/L)	C/Co	Conc. ión Cu^{2+} (mg/L)	C/Co	V_F (L)	BV
1	0.1	7.61	0.43	0.13	0.249	0.05	0.0	0.1
2	5	7.28	1.13	0.36	0.028	0.01	0.3	3.7
3	10	6.85	2.63	0.83	0.037	0.01	0.7	7.5
4	15	6.76	3.31	1.04	0.194	0.04	1.0	11.2
5	20	6.78	3.34	1.05	0.135	0.02	1.4	14.9
6	25	6.63	3.23	1.01	0.143	0.03	1.7	18.6
7	30	6.52	3.39	1.06	0.357	0.07	2.1	22.4
8	40	6.25	3.09	0.97	1.472	0.27	2.8	29.8
9	50	6.19	3.21	1.01	2.405	0.44	3.5	37.3
10	60	6.16	3.05	0.96	2.704	0.50	4.1	44.7
11	70	6.16	2.91	0.91	3.281	0.61	4.8	52.2
12	80	6.15	3.02	0.95	3.589	0.66	5.5	59.7
13	90	6.14	3.14	0.98	3.735	0.69	6.2	67.1
14	100	6.15	2.93	0.92	4.391	0.81	6.9	74.6
15	120	6.09	3.06	0.96	4.081	0.75	8.3	89.5
16	140	6.01	2.92	0.92	4.235	0.78	9.7	104.4
17	160	6.17	2.97	0.93	4.298	0.79	11.0	119.3
18	180	6.08	2.86	0.90	4.341	0.80	12.4	134.2
19	200	6.03	3.04	0.95	4.460	0.82	13.8	149.1
20	220	6.05	2.83	0.89	4.482	0.83	15.2	164.1
21	240	6.03	2.92	0.92	4.519	0.84	16.6	179.0
22	260	6.055	2.85	0.89	4.595	0.85	17.9	193.9
23	280	6.045	2.91	0.91	4.569	0.84	19.3	208.8
24	300	6.035	2.86	0.90	4.611	0.85	20.7	223.7
25	320	6.04	2.91	0.91	4.620	0.85	22.1	238.6
26	340	6.03	2.99	0.94	4.538	0.84	23.5	253.5

Tabla B.14 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución binaria de iones Cu^{2+} (6.05mg/L) y Zn^{2+} (5.36 mg/L), en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 2.56 mL/s, pH inicial de 6.24 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Conc. ión Zn^{2+} (mg/L)	C/Co	Conc. ión Cu^{2+} (mg/L)	C/Co	V_F (L)	BV
1	0.1	7.80	0.64	0.21	0.350	0.07	0.0	0.2
2	5	6.29	3.01	0.98	0.331	0.06	0.8	8.3
3	10	6.13	2.98	0.97	0.449	0.09	1.5	16.6
4	15	6.15	3.11	1.02	1.609	0.31	2.3	24.9
5	20	6.12	2.79	0.91	2.462	0.47	3.1	33.2
6	25	6.11	2.72	0.89	2.885	0.55	3.8	41.5
7	30	6.12	2.94	0.96	3.177	0.61	4.6	49.8
8	40	6.11	2.82	0.92	3.506	0.67	6.1	66.4
9	50	6.08	2.66	0.87	3.743	0.72	7.7	83.0
10	60	6.08	3.03	0.99	3.891	0.75	9.2	99.6
11	70	6.03	2.72	0.89	3.959	0.76	10.8	116.2
12	80	6.07	2.93	0.96	4.025	0.77	12.3	132.8
13	90	6.03	2.72	0.89	4.102	0.79	13.8	149.4
14	100	6.04	2.75	0.90	4.215	0.81	15.4	166.0
15	110	6.07	2.64	0.86	4.253	0.82	16.9	182.6
16	120	6.05	2.63	0.86	4.376	0.84	18.4	199.2
17	130	6.07	2.53	0.83	4.531	0.87	20.0	215.8
18	140	6.06	3.04	1.00	4.254	0.82	21.5	232.4

Apéndice B.4: Tabla de resultados de la adsorción de Cu(II) y Zn(II) en una columna empacada con quitosano, de diámetro interno de 2.90 cm y una altura de 33.5 cm, a partir de soluciones conteniendo un solo ión y soluciones binarias.

Tabla B.15 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Cu(II) de 10.73 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 6.20 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.49	0.031	0.00	0.0	0.0
2	5	7.14	0.001	0.00	0.3	1.4
3	10	6.96	0.001	0.00	0.7	2.8
4	15	6.91	0.001	0.00	1.0	4.3
5	20	6.84	0.001	0.00	1.4	5.7
6	25	6.74	0.001	0.00	1.7	7.1
7	30	6.65	0.001	0.00	2.1	8.5
8	40	6.55	0.001	0.00	2.8	11.3
9	50	5.95	1.174	0.11	3.5	14.2
10	60	5.87	3.526	0.33	4.1	17.0
11	70	5.93	4.992	0.47	4.8	19.9
12	80	5.93	6.065	0.57	5.5	22.7
13	90	5.90	6.651	0.62	6.2	25.5
14	100	6.02	7.131	0.66	6.9	28.4
15	120	5.94	7.879	0.73	8.3	34.0
16	140	5.92	8.387	0.78	9.7	39.7
17	160	5.90	8.845	0.82	11.0	45.4
18	180	5.88	8.755	0.82	12.4	51.0
19	200	5.86	9.065	0.84	13.8	56.7
20	220	5.94	9.133	0.85	15.2	62.4
21	240	5.91	9.301	0.87	16.6	68.1
22	260	5.96	9.389	0.87	17.9	73.7
23	280	5.89	9.443	0.88	19.3	79.4
24	300	5.9	9.425	0.88	20.7	85.1
25	320	5.88	9.506	0.89	22.1	90.7
26	340	5.86	9.573	0.89	23.5	96.4

Tabla B.16 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución de Zn(II) de 5.03 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 6.09 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Concentración Ión (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.96	0.382	0.08	0.0	0.0
2	5	7.52	0.647	0.13	0.3	1.4
3	10	7.13	0.988	0.20	0.7	2.8
4	15	7.00	1.630	0.32	1.0	4.3
5	20	7.07	2.371	0.47	1.4	5.7
6	25	7.01	3.177	0.63	1.7	7.1
7	30	6.97	3.312	0.66	2.1	8.5
8	40	6.96	3.832	0.76	2.8	11.3
9	50	6.89	4.012	0.80	3.5	14.2
10	60	6.81	4.155	0.83	4.1	17.0
11	70	6.89	4.413	0.88	4.8	19.9
12	80	6.90	4.211	0.84	5.5	22.7
13	90	6.87	4.404	0.88	6.2	25.5
14	100	6.88	4.286	0.85	6.9	28.4
15	120	6.83	4.318	0.86	8.3	34.0
16	140	6.83	4.566	0.91	9.7	39.7
17	160	6.81	4.443	0.88	11.0	45.4
18	180	6.83	4.467	0.89	12.4	51.0
19	200	6.82	4.670	0.93	13.8	56.7
20	220	6.83	4.592	0.91	15.2	62.4
21	240	6.79	4.576	0.91	16.6	68.1
22	260	6.70	4.589	0.91	17.9	73.7
23	280	6.83	4.396	0.87	19.3	79.4
24	300	6.85	4.734	0.94	20.7	85.1
25	320	6.85	4.658	0.93	22.1	90.7
26	340	6.83	4.835	0.96	23.5	96.4

Tabla B.17 Promedio de los resultados de la adsorción de 25 L de una solución binaria de Cu(II) de 7.07 mg/L y Zn(II) de 4.91 mg/L, en una columna empacada con quitosano, a un flujo volumétrico de 1.15 mL/s, pH de 6.26 y una temperatura de 25 ± 2 °C.

Muestra	Tiempo (min)	pH	Conc. ión Zn ²⁺ (mg/L)	C/Co	Conc. ión Cu ²⁺ (mg/L)	C/Co	V _F (L)	BV
1	0.1	7.66	0.45	0.09	0.062	0.01	0.0	0.0
2	5	7.11	0.49	0.10	0.061	0.01	0.3	1.4
3	10	6.87	2.97	0.61	0.048	0.01	0.7	2.8
4	15	6.83	3.98	0.81	0.026	0.00	1.0	4.3
5	20	6.78	4.48	0.91	0.001	0.00	1.4	5.7
6	25	6.78	4.67	0.95	0.001	0.00	1.7	7.1
7	30	6.76	4.72	0.96	0.023	0.00	2.1	8.5
8	40	6.73	4.79	0.98	0.062	0.01	2.8	11.3
9	50	6.73	4.93	1.00	0.063	0.01	3.5	14.2
10	60	6.68	4.72	0.96	0.037	0.01	4.1	17.0
11	70	6.68	4.84	0.99	0.049	0.01	4.8	19.9
12	80	6.66	4.82	0.98	0.053	0.01	5.5	22.7
13	90	6.61	4.87	0.99	0.001	0.00	6.2	25.5
14	100	6.53	4.91	1.00	0.216	0.03	6.9	28.4
15	120	6.26	5.02	1.02	0.576	0.08	8.3	34.0
16	140	6.23	4.71	0.96	0.999	0.14	9.7	39.7
17	160	6.15	4.74	0.96	1.510	0.21	11.0	45.4
18	180	6.12	4.59	0.94	2.204	0.31	12.4	51.0
19	200	6.18	4.75	0.97	2.183	0.31	13.8	56.7
20	220	6.12	4.67	0.95	2.185	0.31	15.2	62.4
21	240	6.12	4.71	0.96	2.441	0.34	16.6	68.1
22	260	6.16	4.76	0.97	2.735	0.39	17.9	73.7
23	280	6.19	4.75	0.97	2.741	0.39	19.3	79.4
24	300	6.23	4.70	0.96	2.873	0.41	20.7	85.1
25	320	6.25	4.65	0.95	3.124	0.44	22.1	90.7
26	340	6.23	4.64	0.94	3.189	0.45	23.5	96.4

C.1. Determinación de los Iones Metálicos Cu y Zn por Espectrometría de Absorción Atómica con Llama

Todas las soluciones serán preparadas con mucho cuidado, utilizando los equipos y utensilios de laboratorio adecuado y bien lavado con ácidos minerales y agua desionizada, para evitar la contaminación de los materiales y la alteración de los resultados que se pretenden obtener.

1. Discusión General

1.1 Principio

Luz, a la longitud de onda de resonancia, es enfocada sobre la llama, que contiene átomo al estado fundamental. La intensidad inicial de la luz es disminuida en una cantidad determinada por la concentración de los átomos en la llama. Luego la luz es dirigida sobre el detector donde se mide la intensidad disminuida.

La absorbancia es el término más conveniente para caracterizar la absorción de luz, pues guarda relación lineal con la concentración. Cuando la absorbancia de soluciones patrón conteniendo concentraciones conocidas del analito se miden y se grafican los resultados de la absorbancia con respecto a la concentración, se establece una relación de calibración. Posteriormente se puede medir la absorbancia de soluciones de concentración desconocida y su concentración directamente de la curva de calibración.

1.2 Interferencias

Las interferencias dependen del tipo de metal que se esta analizando, estas pueden cambiar la respuesta del análisis produciendo un error o a veces es por causa de otro metal presente en la muestra.

2. Aparatos y Materiales

- Equipo de adsorción atómica marca GBC, modelo 932 plus.
- Balones de 50 ml, que contendrán las muestras a analizar y los estándares.

3. Reactivos

- Agua des-ionizada.
- 1000 mg/L Cu^{2+} : solución estándar de nitrato de cobre ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$).
- 1000 mg/L Zn^{2+} : solución estándar de nitrato de zinc ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$).

4. Procedimiento

4.1. Preparación de los Estándares

A partir del estándar primario se preparan estándares en un rango de concentración de 100 a 2 ppm. Cada uno de los estándares se preparará midiendo el volumen requerido del estándar y aforando a la marca con la matriz.

Tabla C.1 Volúmenes a utilizar en la Preparación del Estándar

Concentración Final del Estándar (ppm)	Volumen de Estándar (ml)	Volumen Total (mL)	Observaciones
100.0	10 mL de Estándar de 1000 ppm	100.0	En todos los casos se aforará a la marca del matraz con agua desionizada (Matriz)
50.0	5 mL de Estándar de 1000 ppm	100.0	
20.0	20 mL de Estándar de 100 ppm	100.0	
10.0	10 mL de Estándar de 100 ppm	100.0	
5.0	5 mL de Estándar de 100 ppm	100.0	
2.0	10 mL de Estándar de 20 ppm	100.0	
1.0	10 mL de Estándar de 10 ppm	100.0	
0.5	10 mL de Estándar de 5.0 ppm	100.0	
0.2	10 mL de Estándar de 2.0 ppm	100.0	
0.1	10 mL de Estándar de 1.0 ppm	100.0	

4.2. Preparación de la Muestra

1. Se preparan las condiciones del equipo (Ver parámetros en Tabla C.2).
2. Se mide la absorbancia de los estándares de concentración conocida y se grafican los resultados de absorbancia en función de la concentración, estableciendo una relación de calibración.
3. Después de establecer la curva de calibración, se mide la concentración directa de la solución.

Tabla C.2 Parámetros del Equipo

Técnica	Absorción Atómica
Signal Processing	Hold
Printer	Adata
Read Delay	1
Integration time (s)	3
Replicates	3
Fuel Flow (L/min)	2.5
Oxidante	Aire
Oxidante Flow (L/min)	8.0

4.3. Condiciones de Operación

Tabla C.3 Condiciones Estándares de Trabajo para la Determinación de Cu y Zn

Condiciones Estándar	Metal	
	Cobre (Cu)	Cinc (Zn)
Tipo de Lámpara	Cátodo Hueco	Cátodo Hueco
Corriente (mA)	15	15
Longitud de Onda (nm)	329.4	313.9
Slit (nm)	0.2	0.7
Ruido Relativo	1.0	1.0
Sensibilidad (mg/L)	0.077	0.018
Chequeo de Sensitividad (mg/L)	4.0	1.0
Límite de Detección (mg/L)	0.001	0.0008
Gases	A/Ac	A/Ac

A/Ac: Aire–Acetileno

C.2. Análisis de Pureza por Espectroscopia Infrarroja

Base Teórica

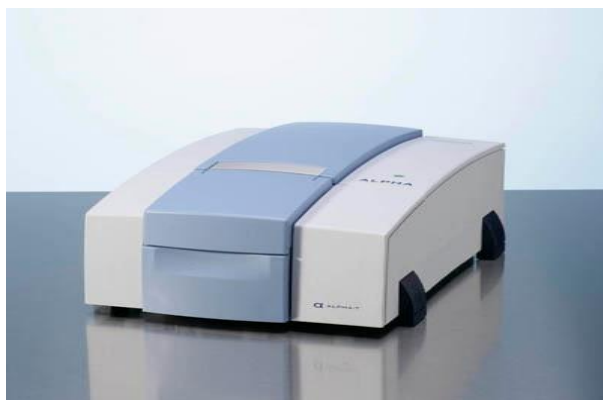
Esta se fundamenta en la absorción de la radiación IR por las moléculas en vibración. Una molécula absorberá la energía de un haz de luz infrarroja cuando dicha energía incidente sea igual a la necesaria para que se dé una transición vibracional de la molécula. Es decir, la molécula comienza a vibrar de una determinada manera gracias a la energía que se le suministra mediante luz infrarroja.

Pueden distinguirse dos categorías básicas de vibraciones: de tensión y de flexión. Las vibraciones de tensión son cambios en la distancia interatómica a lo largo del eje del enlace entre dos átomos. Las vibraciones de flexión están originadas por cambios en el ángulo que forman dos enlaces.

La espectroscopia infrarroja tiene su aplicación más inmediata en el análisis cualitativo, debido a la correlación que existe entre los espectros y la estructura molecular.

Procedimiento de Determinación de Pureza

El análisis será realizado por un equipo de espectrofotometría FT-IR ALPHA T Bruker (ver figura A.4.a) con ayuda de su software respectivo OPUS/DB 20080204/6.5.4 que establecerá las condiciones adecuadas para realizar la corrida. Uno de estos parámetros es el nivel de humedad que debe ser menor al 30% para no afectar la fiabilidad del análisis, el rango de trabajo general del equipo se mantiene en $500 - 4000 \text{ cm}^{-1}$, por otra parte la resolución media del equipo se encuentra en $1.65 \text{ cm}^{-1} - 2.00 \text{ cm}^{-1}$.



(a)



(b)

Figura C.1 Equipo FT-IR con accesorio ALPHA T para lectura de muestras solidas

A continuación se prepara la muestra que implica triturar una cantidad de la mezcla con una sal especialmente purificada (usualmente bromuro de potasio) finamente (para remover efectos dispersores de los cristales grandes). Esta mezcla en polvo se comprime en una prensa de troquel mecánica para formar una pastilla translúcida a través de la cual puede pasar el rayo de luz del espectrómetro.

Es importante destacar que los espectros obtenidos a partir de preparaciones distintas de la muestra se verán ligeramente distintos entre sí debido a los diferentes estados físicos en los que se encuentra la muestra, ya que en algunos casos los agentes aglomerantes también absorben en IR mostrando bandas características.

Se debe tener en cuenta que la cantidad de muestra usada en el análisis debe ser del 1-5% del KBR y este a su vez en dependencia de la traslucidez y constitución de la pastilla.

Finalmente la pastilla muestra es introducida en el instrumento como se observa en la Figura C.1.b para comparar su espectro con una muestra patrón purificada previamente analizada y valorar la correlación entre ambas.