



UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

TEMA:

REPLICACIÓN DE HYDROTALCITA SEGÚN PATENTE “WO 2010/008262 AL”
PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA ACIDULADA DE LOS SUBMARINOS DE LA
ARMADA DEL ECUADOR.

AUTORES:

MALAVÉ GÓMEZ ADONIS ALFREDO.
MERCHÁN BRAVO MADELAINE ESTEFANY.

TUTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

Dra. OLGA QUEVEDO PINOS

GUAYAQUIL – ECUADOR

Junio, 2020



UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

TEMA:

REPLICACIÓN DE HYDROTALCITA SEGÚN PATENTE “WO 2010/008262 AL”
PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA ACIDULADA DE LOS SUBMARINOS DE LA
ARMADA DEL ECUADOR.

AUTORES:

MALAVÉ GÓMEZ ADONIS ALFREDO.
MERCHÁN BRAVO MADELAINE ESTEFANY.

TUTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN

Dra. OLGA QUEVEDO PINOS

GUAYAQUIL – ECUADOR

Junio, 2020

UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA
CARRERA DE INGENIERIA QUIMICA

UNIDAD DE TITULACIÓN

REPOSITORIO NACIONAL EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA			
FICHA DE REGISTRO DE TESIS/TRABAJO DE GRADUACIÓN			
TÍTULO Y SUBTÍTULO:	REPLICACIÓN DE HYDROTALCITA SEGÚN PATENTE “WO 2010/008262 AL” PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA ACIDULADA DE LOS SUBMARINOS DE LA ARMADA DEL ECUADOR.		
AUTOR(ES) (apellidos/nombres):	Malavé Gómez Adonis Alfredo. Merchán Bravo Madelaine Estefany.		
REVISOR(ES)/TUTOR(ES) (apellidos/nombres):	Dra. Olga Quevedo Pinos		
INSTITUCIÓN:	Universidad De Guayaquil		
UNIDAD/FACULTAD:	Facultad de Ingeniería Química		
MAESTRÍA/ESPECIALIDAD:			
GRADO OBTENIDO:	Título de Ingeniero Químico		
FECHA DE PUBLICACIÓN:		No. DE PÁGINAS:	102
ÁREAS TEMÁTICAS:	AGUAS Y MEDIO AMBIENTE		
PALABRAS CLAVES/KEYWORDS:	Hydrotalcita, aguas aciduladas, baterías, ácido sulfúrico pH, neutralidad. Hydrotalcite, acidulated waters, batteries, sulfuric acid pH, neutrality.		
RESUMEN/ABSTRACT (150-250 palabras):			
Resumen			
En el presente trabajo de investigación se replicó la arcilla de hydrotalcita siguiendo la patente “WO 2010/008262 AL” para el tratamiento de aguas aciduladas (ácido sulfúrico) resultantes del cambio de baterías en los submarinos de la Armada del Ecuador, con el objetivo de reducir los niveles de iones de sulfatos presentes, al igual que reducir los niveles de DQO para obtener agua apta para descargas en			

cuerpos hídricos. Para la replicación de este material la metodología fue ajustada a las condiciones y posibilidades de materiales, equipos, reactivos que presentan los laboratorios; al ser un material de acción específica resulta esencial las proporciones de los reactivos, por tanto de manera estequiométrica se determinó que la cantidad óptima de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ a agregar es de 40,2 g frente a los 4,86 g de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ para la síntesis de las hidrotalcitas y a través del tratamiento de las aguas aciduladas se determinó que con 3 gramos de hidrotalcitas activadas a 450 °C se pueden neutralizar 200 ml de agua acidulada variando el pH de 0 – 1 a 7 – 8, con un DQO no detectable, e iones sulfatos entre 14600 – 17000 mg/l.

Abstract

In this research work, the hydrotalcite clay was replicated following the patent "WO 2010/008262 AL" for the treatment of acidified waters (sulfuric acid) resulting from the change of batteries in submarines of the Navy of Ecuador, with the objective to reduce the levels of sulfate ions presents, as well as reduce COD levels to obtain water suitable for discharges into water bodies. For the replication of this material the methodology was adjusted to the conditions and possibilities of materials, equipment, reagents presented by laboratories; As the specific action material is essential the proportions of the reagents, so stoichiometrically it was determined that the optimal amount of $\text{Mg}(\text{OH})_2$ to be added is 40.2 g compared to 4.86 g of $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ for the synthesis of hydrotalcites and through the treatment of acidified waters it was determined that with 3 grams of hydrotalcites activated at 450 °C, 200 ml of acidified water can be neutralized by varying the pH from 0 - 1 to 7-8, with an undetectable COD, and sulfate ions between 14600-17000 mg / l.

ADJUNTO PDF:	SI X	NO
CONTACTO CON AUTOR/ES:	Teléfono: Malavé Gómez Adonis A. 0990544566 Merchán Bravo Madelaine E. 0961178782	E-mail: adonis.malaveg@ug.edu.ec madelaine.merchanb@ug.edu.ec
CONTACTO CON LA INSTITUCIÓN:	Nombre: Universidad de Guayaquil – Facultad de Ingeniería Química	
	Teléfono: 04-229-2949	
	E-mail: http://www.fiq.ug.edu.ec/	



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARREA DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

ACUERDO DEL PLAN DE TUTORÍA DE TRABAJO DE TITULACIÓN

Guayaquil, 2 de marzo de 2020

**Sr. Ing. Bonilla Abarca Luis Alberto MSc.
DIRECTOR DE LA CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
Ciudad.-**

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el Informe correspondiente a la tutoría realizada al Trabajo de Titulación denominado: "Replicación de Hydrotalcita según patente "WO 2010/008262 AL" para el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador." del estudiante Malavé Gómez Adonis Alfredo y Merchán Bravo Madelaine Estefany, indicando que cumplido con todos los parámetros establecidos en la normativa vigente:

- El trabajo es el resultado de una investigación.
- El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.
- El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.
- El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se adjunta el certificado de porcentaje de similitud y la valoración del trabajo de titulación con la respectiva calificación.

Dando por concluida esta tutoría de trabajo de titulación, **CERTIFICO**, para los fines pertinentes, que el estudiante está apto para continuar con el proceso de revisión final.

Atentamente,

Quevedo Pinos Olga
C.I. 0909643936



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARREA DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

CERTIFICADO PORCENTAJE DE SIMILITUD

Habiendo sido nombrado Olga Quevedo Pinos. Dra, tutora del trabajo de titulación certifico que el presente trabajo de titulación ha sido elaborado por Malavé Gómez Adonis Alfredo con C.I. 2450347519 y Merchán Bravo Madelaine Estefany con C.I. 0952241156, con mi respectiva supervisión como requerimiento parcial para la obtención del título de INGENIERO QUÍMICO.

Se informa que el trabajo de titulación: “Replicación de Hydrotalcita según patente “WO 2010/008262 AL” para el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador.” ha sido orientado durante todo el periodo de ejecución en el programa antiplagio (URKUND) quedando el 1 % de coincidencia.

Correo: MALAVE GOMEZ ADONIS x D64907359 - Tesis final Merchán x

secure.urkund.com/old/view/62940686-240596-726331#q1bKLvayjbQMdQx0jHWMdEx1TGL1VEqzkzPy0zLTE7MS05VsjLQMzCwNDOzNDW1NLawNDIx7A0r...

URKUND

Documento: Tesis final Merchán Malavé.pdf (D64907359)

Presentado: 2020-03-05 11:55 (-05:00)

Presentado por: olga (olga.quevedop@ug.edu.ec)

Recibido: olga.quevedop.ug@analysis.unkund.com

Mensaje: trabajo de titulación Malavé y Merchán [Mostrar el mensaje completo](#)

1% de estas 39 páginas, se componen de texto presente en 5 fuentes.

Lista de fuentes Bloques

Categoría	Enlace/nombre de archivo
	https://eprints.ugm.es/7131/1/728523.pdf
	https://doi.org/10.31910/ruadca.v20.n2.2017.400
	https://apps.who.int/iris/bitstream/10665/259444/1/WHO-FWC-PHE-EPE-17.02-spa.pdf
	https://docplayer.es/27945540-Aplicacion-de-hidrotalcitas-como-adsorbentes-para-l...
	Final -Tesis-San Martin URKUND.docx

0 Advertencias. Reiniciar Exportar Compartir

100% # 1 Activo

Aplicación de hidrotalcitas como adsorbentes para la reducción de la contaminación por plaguicidas de aguas y suelos.

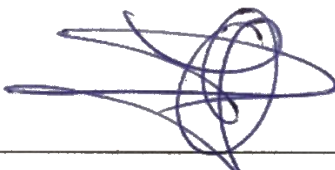
Fuente externa: <https://docplayer.es/27945540-Aplicacion-de-hidrotalcitas-como-adsorbent...> 100%

Aplicación de hidrotalcitas como adsorbentes para la reducción de la contaminación por plaguicidas de aguas y suelos.

Universidad de Córdoba. Cabrejas, M. (1987). Determinación de superficies específicas de metales soportados mediante quimisorción selectiva. Campoamor, C. (2007). Química 2. In I.E.S. Getafe (pp. 1-16). Madrid. Canfield, D. E., Kristensen, E., & Thamdrup, B. (2007). The Sulfur Cycle. Advances in Marine Biology, 48(C), 313-381. [https://doi.org/10.1016/S0065-2881\(05\)48009-8](https://doi.org/10.1016/S0065-2881(05)48009-8) Cantle, J. (1982). Atomic Absorption Spectrometry. Elsevier Scientific Publishing Company, 5, 384-390. Catti, M., Huil, S., Pavese, A., & Ferraris, G. (1995). Static compression and H disorder in brucite, Mg(OH)2, to 11 GPa: a powder neutron diffraction study. Physics and Chemistry of Minerals, 22(3), 200-206.

Cavani, F., Trifirò, F., & Vaccari, A. (1991). Hydrotalcite-type anionic clays: 60 Preparation, properties and applications.

Metron, 11(2), 173-301. <https://doi.org/10.1007/BF03263563> Chang, R. (2011). Química. Charlson, R. J., Anderson, T. L., & McDuff, R. E. (1992). The Sulfur Cycle. In International Geophysics (Vol. 50). [https://doi.org/10.1016/S0074-6142\(08\)62696-0](https://doi.org/10.1016/S0074-6142(08)62696-0) Choy, J.-H., Choi, S.-J., Oh, J.-M., & Park, T. (2007). Clay minerals and layered double hydroxides for novel biological applications. Applied Clay Science, 36, 122-132. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2006.07.007> Crepaldi, E. L., Pavan, P. C., & Valim, J. B. (2000). Comparative Study of the Coprecipitation Methods for the Preparation of Layered Double


Quevedo Pinos Olga
C.I. 0909643936



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

INFORME DEL DOCENTE REVISOR

Guayaquil, Abril 14 de 2020

Sr.

**Ing. Bonilla Abarca Luis Alberto MSc.
DIRECTOR DE LA CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL
Ciudad.-**

De mis consideraciones:

Envío a Ud. el Informe correspondiente a la REVISIÓN FINAL del Trabajo de Titulación **“Replicación de Hydrotalcita según patente “WO 2010/008262 AL” para el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador.”** de los estudiantes **Malavé Gómez Adonis Alfredo y Merchán Bravo Madelaine Estefany**. Las gestiones realizadas me permiten indicar que el trabajo fue revisado considerando todos los parámetros establecidos en las normativas vigentes, en el cumplimiento de los siguientes aspectos:

Cumplimiento de requisitos de forma:

El título tiene un máximo de 24 palabras.

La memoria escrita se ajusta a la estructura establecida.

El documento se ajusta a las normas de escritura científica seleccionadas por la Facultad.

La investigación es pertinente con la línea y sublíneas de investigación de la carrera.

Los soportes teóricos son de máximo 2 años.

La propuesta presentada es pertinente.

Cumplimiento con el Reglamento de Régimen Académico:

El trabajo es el resultado de una investigación.

El estudiante demuestra conocimiento profesional integral.

El trabajo presenta una propuesta en el área de conocimiento.

El nivel de argumentación es coherente con el campo de conocimiento.

Adicionalmente, se indica que fue revisado, el certificado de porcentaje de similitud, la valoración del tutor, así como de las páginas preliminares solicitadas, lo cual indica el que el trabajo de investigación cumple con los requisitos exigidos.

Una vez concluida esta revisión, considero que los estudiantes Malavé Gómez Adonis Alfredo y Merchán Bravo Madelaine Estefany están aptos para continuar el proceso de titulación. Particular que comunicamos a usted para los fines pertinentes.

Atentamente,

MARITZA CÁRDENAS Ph.D. DOCENTE TUTOR REVISOR

C.I. 0914374061

FECHA: 14 de Abril de 2020



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

**LICENCIA GRATUITA INTRANSFERIBLE Y NO EXCLUSIVA PARA EL USO
NO COMERCIAL DE LA OBRA CON FINES NO ACADÉMICOS**

Nosotros, Malavé Gómez Adonis Alfredo con C.I. 2450347519 y Merchán Bravo Madelaine Estefany con C.I. 0952241156, certificamos que los contenidos desarrollados en este trabajo de titulación, cuyo título es “Replicación de Hydrotalcita según patente “WO 2010/008262 AL” para el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador.”, son de nuestra absoluta propiedad y responsabilidad Y SEGÚN EL Art. 114 del CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN*, autorizo el uso de una licencia gratuita intransferible para el uso no comercial de la presente obra a favor de la Universidad de Guayaquil.

Malavé Gómez Adonis

C.I. 2450347519

Merchán Bravo Madelaine

C.I. 0952241156

*CÓDIGO ORGÁNICO DE LA ECONOMÍA SOCIAL DE LOS CONOCIMIENTOS, CREATIVIDAD E INNOVACIÓN (Registro Oficial n. 899 - Dic./2016) Artículo 114.- De los titulares de derechos de obras creadas en las instituciones de educación superior y centros educativos.- En el caso de las obras creadas en centros educativos, universidades, escuelas politécnicas, institutos superiores técnicos, tecnológicos, pedagógicos, de artes y los conservatorios superiores, e institutos públicos de investigación como resultado de su actividad académica o de investigación tales como trabajos de titulación, proyectos de investigación o innovación, artículos académicos, u otros análogos, sin perjuicio de que pueda existir relación de dependencia, la titularidad de los derechos patrimoniales corresponderá a los autores. Sin embargo, el establecimiento tendrá una licencia gratuita, intransferible y no exclusiva para el uso no comercial de la obra con fines académicos.

DEDICATORIA

*A Dios, Al Inmaculado Corazón de María y San José
Que me han permitido gozar del don de la vida y me han acompañado siempre.*

*A Rómulo y Elena, Pedro y Edita, mis queridos abuelitos
Quienes con su compañía y recuerdo, me enseñan el verdadero significado de Familia.*

*A Wilfrido Malavé y María Gómez, mis amados padres
Quienes con esfuerzo y sacrificio han dado lo mejor de sí, para que podamos alcanzar la Felicidad.*

*A Andreina y Alina, mis hermosas hermanas
Quienes con sus cuidados y ejemplo de madurez han sabido aconsejarme y motivarme.*

*A Jorge y Ronald, mis cuñados
Quienes han sabido estar siempre a mi lado impulsándome siempre a ser mejor persona.*

*A Victoria y Emilio, mis queridos sobrinos
Quienes con su pequeñez me enseñan de la sencillez, la ternura, la fragilidad e importancia de la Vida.*

*A mis tíos, tías, primos y primas, mi gran familia
Quienes con amor, respeto y perdón, me enseñan vivir en unidad.*

*Al P. Marcos Marcillo, a los Jóvenes Misioneros de Cristo,
a Selena, Dayana, Madelaine, Carol, Valeria y Byron, mis muy queridos amigos espirituales
Quienes con su amor a Jesús, a la Virgen María y la Iglesia, me han impulsado a ser fiel a ese Amor.*

*Carla, Carlos, Josue, Alfredo, María José, Alberto, Romy, Kevin, Dennisse, Milton,
Sharon, Sebastián, Darwin, Leonardo, Leshye y Ariel, mis muy apreciados amigos
Quienes con su compañía, espontaneidad y picardía han sabido alegrarme.*

Con Amor,

Adonis A. Malavé Gómez

DEDICATORIA

*Dedico esta tesis a Dios ya que gracias a él he logrado terminar mi carrera,
Ya la Virgen María quién me ha ayudado en todo mi camino.*

*A mis padres Fanny Bravo y Ramón Merchán, que han sido mi apoyo incondicional en todo momento,
se han esforzado para que yo pueda lograr este objetivo en mi vida, me han brindado su amor, consejos,
y ejemplo, son los que han hecho de mí lo que soy ahora.*

*A mis abuelitos Petita y Santa fe que con sus consejos y apoyo han sido como mis segundos padres,
A mis tíos Juan y Humberto quienes me han tratado como una hija.*

*A mi hermano Jeison Merchán y su familia por ser ejemplo e inspiración para lograr mis objetivos,
A mis sobrinos por su amor y ternura que me han motivado a ser una mejor persona.*

*A mis primos Cristhian Negrete, Carlos Negrete y sus familias, porque han sido como mis segundos
hermanos, brindándome su mano siempre que lo necesité.*

*A toda mi familia porque ha sido el regalo más hermoso que Dios me ha dado, ya que han sido los que
me han acompañado en todos los momentos que he pasado a lo largo de mi carrera.*

*A mi enamorado Iver López, que brindándome su amor ha sido mi compañero en todo momento,
A mi mejor amigo Eder López que en mi vida ha sido como un hermano para mí.*

*A mis amigos Oliver, Carlos, Josefyne, Odalys, Sofía, Nallely, Cristopher, Joseph, Adonis y Erika,
quienes han sido mi segunda familia, me han enseñado amar más a Cristo y el verdadero valor de la
amistad.*

*Al grupo del Movimiento Cursillos de Cristiandad, María de la Paz, y Catequistas porque me ha
otorgado el honor de conocer a personas maravillosas como Mechita, Josefina, Martha, Lívica, Nuvia,
que siempre me han aconsejado para ser una mejor persona y alcance mis objetivos.*

*A mis mejores amigas Viviana Ponce y Maribel Klinger, quienes han sido muy lindas conmigo, me han
acompañado durante todo lo que he pasado en mi vida y en mi carrera.*

*A mis amigos de la universidad Mauricio, Bryan, René, Dennis, Samantha, Pitter y Víctor, quienes me
acompañaron en momentos buenos y malos a lo largo de mi carrera, brindándome su cariño y apoyo.*

*A todas las personas especiales que me acompañaron en esta etapa, aportando a mi formación tanto
profesional y como ser humano.*

A todos ellos se los agradezco desde el fondo de mi corazón, para todos ellos hago esta dedicatoria.

Madeline E. Merchán Bravo.

AGRADECIMIENTO

*A Dios, A la virgen María y San José, que con su bendición hemos podido realizar este proyecto;
permitiéndonos tener el apoyo de buenas personas y brindándonos los medios
para la obtención de estos resultados.*

*A mis padres, mis hermanas y cuñados, quienes han sabido apoyarme en cada instante de mi vida;
en especial en mi formación académica.*

*A la Dra. Olga Quevedo Pinos, quien por obra de Dios apareció en nuestras vidas
para ayudarnos en el proceso de titulación y desarrollo de este proyecto.*

*A la Quim. Patricia Macías; quien muy amablemente nos instruyó e indicó las técnicas
para la obtención de estos resultados.*

*Al Instituto Nacional de Pesca (INP) que nos permitió el acceso a sus instalaciones
y facilitó el desarrollo experimental de este proyecto.*

A la Armada del Ecuador, por los servicios prestados

*A la Ing. Madelaine Merchán, mi compañera de tesis;
que por gracia de Dios, nos permitió compartir esta experiencia
con paciencia, tolerancia, sencillez y dedicación.*

*A mis muy queridos amigos espirituales;
que siempre me han acompañado con sus oraciones y sus sabios consejos.*

*A mis muy apreciados amigos;
que siempre me motivan, me acompañan y me brindan su amistad.*

*A todos les agradezco de corazón
por su apoyo sincero e incondicional.*

Adonis A. Malavé Gómez

AGRADECIMIENTO

*Agradezco a Dios por permitirme haber terminado mi carrera
A la Virgen María por su bendición de mamá que me ha ayudado mucho a lograr este proyecto.*

A mis padres y a toda mi familia por haber estado pendiente de todo lo que necesité a lo largo de mi carrera, por apoyarme y brindarme su comprensión en todo momento.

A nuestra tutora de tesis, la Dra. Olga Quevedo que Dios permitió haberla conocido, le agradezco por habernos enseñado mucho, por ser una excelente persona y profesional, y por habernos ayudado durante el desarrollo de esta investigación.

*Al Instituto Nacional de Pesca (INP), que nos abrió las puertas de sus instalaciones.
A la Química Patricia Macías, del laboratorio de aguas del INP, quién ha sido muy amable con nosotros y nos enseñó las técnicas para hacer un buen desarrollo experimental de esta investigación.*

A la Armada del Ecuador, por los servicios prestados

*Al Ing. Adonis Malavé, mi amigo y compañero de tesis;
Quién ha sido un gran amigo, me ha enseñado mucho con su ejemplo,
Y juntos con dedicación y paciencia hemos terminado este proyecto.*

*Agradezco a mis amigos de la Iglesia quienes con sus consejos me motivaron siempre a seguir
A mis amigos de la universidad que me han brindado su apoyo durante toda mi carrera,
Y a las personas maravillosas que conocí en este último periodo por haberme brindado su amistad y permitirme aprender de ellos.*

Les agradezco de todo corazón por haber sido parte de este logro.

Con amor

Madelaine E. Merchán Bravo.



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

“REPLICACIÓN DE HYDROTALCITA SEGÚN PATENTE “WO 2010/008262 AL” PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA ACIDULADA DE LOS SUBMARINOS DE LA ARMADA DEL ECUADOR”

Autores: Malavé Gómez Adonis Alfredo, Merchán Bravo Madelaine Estefany

Tutor: Dra. Olga Quevedo Pinos

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se replicó la arcilla de hydrotalcita siguiendo la patente “WO 2010/008262 AL” para el tratamiento de aguas aciduladas (ácido sulfúrico) resultantes del cambio de baterías en los submarinos de la Armada del Ecuador, con el objetivo de reducir los niveles de iones de sulfatos presentes, al igual que reducir los niveles de DQO para obtener agua apta para descargas en cuerpos hídricos. Para la replicación de este material la metodología fue ajustada a las condiciones y posibilidades de materiales, equipos, reactivos que presentan los laboratorios; al ser un material de acción específica resulta esencial las proporciones de los reactivos, por tanto de manera estequiométrica se determinó que la cantidad óptima de $Mg(OH)_2$ a agregar es de 40,2 g frente a los 4,86 g de $Al_2(SO_4)_3$ para la síntesis de las hydrotalcitas y a través del tratamiento de las aguas aciduladas se determinó que con 3 gramos de hydrotalcitas activadas a $450\text{ }^{\circ}C$ se pueden neutralizar 200 ml de agua acidulada variando el pH de 0 – 1 a 7 – 8, con un DQO no detectable, e iones sulfatos entre 14600 – 17000 mg/l.

Palabras Claves: Hydrotalcita, agua, aciduladas, baterías, neutralidad.



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

“HYDROTALCITA REPLICATION ACCORDING TO PATENT “WO 2010/008262 AL” FOR THE TREATMENT OF ACIDULATED WATER OF THE SUBMARINES OF THE ARMADA OF ECUADOR.”

Author: Malavé Gómez Adonis Alfredo, Merchán Bravo Madelaine Estefany

Advisor: Dra. Olga Quevedo Pinos

ABSTRACT

In this research work, the hydrotalcite clay was replicated following the patent "WO 2010/008262 AL" for the treatment of acidified waters (sulfuric acid) resulting from the change of batteries in submarines of the Navy of Ecuador, with the objective to reduce the levels of sulfate ions presents, as well as reduce COD levels to obtain water suitable for discharges into water bodies. For the replication of this material the methodology was adjusted to the conditions and possibilities of materials, equipment, reagents presented by laboratories; As the specific action material is essential the proportions of the reagents, so stoichiometrically it was determined that the optimal amount of $Mg(OH)_2$ to be added is 40.2 g compared to 4.86 g of $Al_2(SO_4)_3$ for the synthesis of hydrotalcites and through the treatment of acidified waters it was determined that with 3 grams of hydrotalcites activated at $450^\circ C$, 200 ml of acidified water can be neutralized by varying the pH from 0 - 1 to 7-8, with an undetectable COD, and sulfate ions between 14600-17000 mg / l.

Keywords: Hydrotalcite, waters, acidulated, batteries, neutrality

ÍNDICE

REPOSITORIO NACIONAL EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA	i
ACUERDO DEL PLAN DE TUTORÍA DE TRABAJO DE TITULACIÓN	iii
CERTIFICADO PORCENTAJE DE SIMILITUD	iv
INFORME DEL DOCENTE REVISOR.....	v
LICENCIA GRATUITA INTRANSFERIBLE Y NO EXCLUSIVA PARA EL USO NO COMERCIAL DE LA OBRA CON FINES NO ACADÉMICOS	vi
DEDICATORIA	viii
AGRADECIMIENTO	ix
AGRADECIMIENTO	x
RESUMEN.....	xi
ABSTRACT	xii
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPITULO I	3
EL PROBLEMA.....	3
1.1. Planteamiento del problema.....	3
1.2. Formulación y sistematización del problema	4
1.2.1. Formulación del Problema de Investigación	4
1.2.2. Sistematización del Problema de Investigación	4
1.3. Justificación	5
1.3.1. Justificación Teórica	5
1.3.2. Justificación Metodológica	6
1.3.3. Justificación Práctica.....	7
1.4.1. Objetivo General:	8
1.4.2. Objetivos Específicos:.....	8
1.5. Delimitación de la investigación	8
1.5.1. Delimitación temporal	8
1.5.2. Delimitación espacial	8
1.5.3. Delimitación del contenido	9
1.6 Premisa de la investigación.....	9
1.7 Variables de la investigación.....	9
1.7.1 Variable Independiente	9
1.7.2 Variable Dependiente	9
1.8 Operacionalización de las variables.....	10
Tabla 1. Operacionalización de las variables.....	10

CAPÍTULO II	11
2.1. MARCO REFERENCIAL	11
2.1.1. Antecedentes de la investigación	11
2.2. MARCO TEÓRICO	13
2.2.1. Arcillas	13
2.2.2. Hydrotalcita	14
2.2.3. Síntesis	15
2.2.5. Ciclo del azufre	22
2.2.6. Hydrotalcitas y adsorción de compuesto sulfatados	24
2.3. MARCO CONTEXTUAL	24
2.4. MARCO CONCEPTUAL	28
2.4.1. Arcillas	28
2.4.2. Hydrotalcitas	28
2.4.3. Brucita	29
2.4.4. Adsorción	29
2.4.5. Absorción	30
2.4.6. Fisisorción	30
2.4.7. Quimisorción	30
2.4.8. Electrones, protones y neutrones	30
2.4.9. Átomos	31
2.4.10. Ión	31
2.4.11. Molécula	31
2.4.12. Cationes y Aniones	32
2.4.13. Sales metálicas	32
2.4.14. Ácidos	32
2.4.15. Bases	33
2.4.16. pH	33
2.4.17. Electrolitos	33
2.4.18. Filtro al vacío	34
2.5. MARCO LEGAL	34
CAPÍTULO III	37
METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN	37
3.1. Método de Investigación	37
3.1.1. Método lógico - deductivo	37
3.2. Tipo de Investigación	37
3.2.1. Investigación descriptiva	37

3.2.2. Investigación experimental	37
3.2.3. Investigación bibliográfica	38
3.3. Diseño experimental de la investigación.	38
3.4. Técnica	40
3.4.1. Fórmula	40
3.4.2. Síntesis de Compuesto tipo Hydrotalcita: Patente WO 2010/008262 AL, [7-8] (Rosano)	40
3.3.3. Actividad adsorbente de las HT	42
CAPÍTULO IV	43
RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	43
4.1. Replicado de la Hydrotalcita.....	43
4.1.1. Desarrollo experimental	43
4.1.2. Diagrama de flujo del proceso.....	51
4.2. Tratamiento del agua acidulada con HT.....	52
4.2.1. Selección de la muestra de agua acidulada.....	52
4.3. Análisis de laboratorios.....	59
4.3.1. Análisis de la Demanda Química de Oxígeno (D.Q.O.)	59
4.3.2. Análisis de presencia de iones sulfatos	59
CAPÍTULO V.....	61
CONCLUSIONES.....	61
5.1. Conclusiones.....	61
5.2. Recomendaciones.....	62
5.3. Bibliografía.....	64
5.4. Anexos.....	74

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Mapa de Ciudadela Universitaria, Guayaquil - Ecuador.....	8
Figura 2. Mapa del Instituto Nacional de Pesca, Guayaquil - Ecuador.....	9
Figura 3. Peso y preparación de las soluciones (1-5) para la HT.....	46
Figura 4. Fases de 1 - 8 para la elaboración de la arcilla de HT.	49
Figura 5. Extracción y tratamiento del agua acidulada de baterías.....	52
Figura 6. Pasos para el tratamiento del agua acidulada con la arcilla de HT.....	57

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Operacionalización de las variables.	10
Tabla 2. Cuadro de Norma Técnica Ecuatoriana para compuestos de azufre y demanda química de oxígeno.....	36
Tabla 3. Diseño experimental de la investigación.	39
Tabla 4. Descripción del proceso experimental a seguir en el proyecto.....	48
Tabla 5. Condiciones aplicadas para síntesis de hydrotalcita a partir de (Rosano)* y elaboración propia.**	50
Tabla 6. Tratamiento de las muestras de aguas aciduladas con HT activadas a 300 °C. 53	
Tabla 7. Tratamiento de las diluciones de aguas aciduladas con HT activadas a 450 °C.	54
Tabla 8. Tratamiento de las muestras de aguas aciduladas con HT activadas a 450 °C en proporciones expuestas por Rosano.....	55
Tabla 9. Tratamiento de las muestras de aguas aciduladas con HT activadas a 450 °C en mayores dimensiones.....	56
Tabla 10. Condiciones aplicadas para el tratamiento de la muestra de agua con ácido con material sintetizado a partir de (Rosano)* y elaboración propia.**	57
Tabla 11. Análisis de D.Q.O. e iones sulfatos en muestras de agua acidulada tratada con arcilla Hydrotalcita	60

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 1. Comparación del avance para la neutralización de las muestras con hydrotalcita activada 450 °C.....	58
---	----

GLOSARIO

Abreviaturas

HT = Hydrotalcitas

LDH = Hidróxidos dobles laminares

DQO = Demanda química de oxígeno.

pH = Potencial de hidrógeno

H₂O_v = Vapor de agua

MgO = Periclase

MgAl₂O₄ = Espinela

PVC = Policloruro de vinilo

HCl = Ácido clorhídrico

NTE INEN = Norma técnica ecuatoriana Instituto ecuatoriano de normalización

INTRODUCCIÓN

En la actualidad se busca desarrollar nuevos métodos y tecnologías para disminuir la contaminación de los cuerpos hídricos, existen medidas legislativas que con el paso del tiempo se han ido modificando de manera progresiva con el fin de prevenir la contaminación química del agua, estas normas han ayudado a controlar la situación; no obstante, la continua aparición de nuevos contaminantes impulsa a investigar tratamientos que favorezcan a la protección del medio ambiente y la salud humana (Barceló & López de Alda, 2008).

La Armada del Ecuador cuenta con dos submarinos de origen Alemán, los cuales poseen en su interior motores que funcionan con baterías de plomo-ácido, según normas de la Institución el cambio se realiza cada seis años y de este proceso se obtiene como residuo agua acidulada (agua destilada + ácido sulfúrico), al mismo que debe darse un tratamiento que evite la contaminación medio ambiental y funcione en grandes cantidades de este líquido residual.

La Comisión para la Cooperación Ambiental en Canadá emitió un documento acerca del manejo ambientalmente adecuado de baterías de plomo-ácido usadas en Norteamérica, en él se presentan directrices que establecen procedimientos y tecnologías para el reciclaje de estas baterías con el fin de proteger el medio ambiente, la seguridad y salud de la ciudadanía; expone también recomendaciones, aplicada a los procedimientos y tecnologías en donde se realiza el reciclaje de este tipo de baterías (CCA, 2016).

Una batería es el componente principal del sistema eléctrico de un vehículo de transporte, diseñado para suministrar energía, interviniendo en diversas funciones entre las cuales la más importante es la capacidad de arranque y hacer que el motor encienda; para cumplir con dichas funciones en una batería de plomo-ácido es necesario el electrolito (agua destilada + ácido sulfúrico) ya que la resistencia interna de la batería depende de la resistencia eléctrica de la solución electrolítica, es decir de su concentración y temperatura. Debido a esto, el agua acidulada que funciona como electrolito en la batería se mantiene en constante revisión, para reconocer cuando se debe proceder a su cambio, y

producto de este cambio se genera como residuo agua acidulada usada (Rojas, Pancha, Romero, & Nejer, 2019).

El presente trabajo de investigación se refiere a la réplica de la síntesis de un material arcilloso llamado Hydrotalcita según la patente WO 2010/008262 AL, cuya función principal es la remoción de compuestos sulfatados en aguas aciduladas, cumpliendo con la metodología de la patente y adaptada a la disponibilidad e insumos de los laboratorios de la Universidad y otros Institutos de Investigación como el INP (Instituto Nacional de Pesca), se sintetizó la arcilla, para luego ser aplicado en muestras de aguas aciduladas provenientes del cambio de baterías de la Armada del Ecuador; el objetivo de esta réplica fue remover el ácido sulfúrico de dicha agua, de esta manera obtener un agua libre de sulfatos y con un DQO dentro de los límites permisibles para ser arrojada a cuerpos de agua.

Las réplicas de patentes son valiosas académicamente porque permiten comprobar y demostrar la validez de una nueva técnica o metodología aplicada a la solución de un problema, en caso de que no se logre comprobar la efectividad de una patente ésta puede ser anulada, siempre y cuando se haya cumplido con los parámetros establecidos en las mismas o hayan sido mejoradas experimentalmente.

Durante el desarrollo experimental de la investigación, se obtuvo la arcilla hydrotalcita siguiendo la metodología que indica la patente, adaptada a las condiciones y posibilidades de materiales, equipos y reactivos de los laboratorios, se procedió a su aplicación realizando ensayos con cantidades pequeñas de solución, aumentando las proporciones del material arcilloso en agua acidulada, aplicándolo a dos muestras, una fue agua acidulada para baterías sin uso (agua destilada + ácido sulfúrico), y la otra elaborada en el laboratorio (agua de llave + ácido sulfúrico), ambas con una concentración de 2% de ácido sulfúrico, obteniendo como resultado un pH entre 7-8, DQO no detectable e iones sulfatos entre 14600-17000 mg/l.

CAPITULO I

EL PROBLEMA

1.1. Planteamiento del problema

La Armada ecuatoriana ha optado por almacenar aguas acidificadas provenientes del intercambio de las baterías en los submarinos, en vista a las alteraciones de los sistemas limnológicos que podrían generar las descargas de estas aguas en los cauces de los ríos, esteros o en mar abierto; siguiendo un estudio realizado en 2007 en las aguas del río del bosque de turba en el centro de Kalimantan, Indonesia, se evidencia la alteración del área natural ante la descarga directa de aguas de actividad industrial con trazas de ácidos a los corrientes del río Sebangau y el río Kahayan (Haraguchi, 2007). La escasez de procesos desulfurizadores de aguas, impulsa a la innovación de nuevos métodos que resulten viables en aspectos ecológicos y económicos para el tratamiento de grandes masas de aguas acidificadas; la presente propuesta ofrece el remover el ácido sulfúrico mediante la aplicación de arcillas tipo hydrotalcita que a través de la disociación iónica de la molécula del ácido logra su remoción (Xiangyu, Jiang, Zhi, Jianqing, & Zhao, 2013).

Los compuestos tipo Hydrotalcita (HT) son llamados también hidróxidos dobles laminares (HDLs) puesto que son muy similares en su estructura, existen varios métodos para sintetizarlos conforme a sus aplicaciones entre los cuales se destacan tres que son la coprecipitación, intercambio iónico y el método de reconstrucción, se han realizado varios estudios comparativos entre estos métodos, permitiendo de esta manera reconocer cuál es el más simple y el más complejo, así como a qué campo se las puede aplicar ya sea en reacciones catalíticas, farmacia, industria, descontaminación entre otras (Prihod'ko, y otros, 2001 y Nebot, Rocha, Rives, & Bautista Carda, 2002).

Las HT tienen una estructura similar a la brucita, son compuestos de gran interés debido a sus propiedades catalíticas y adsorbentes, además de poseer una alta capacidad para intercambiar iones. Debido a sus importantes características es necesario encontrar un método económico, sencillo y amigable con el medio ambiente para su síntesis, sin embargo estudios demuestran que

estas arcillas frecuentemente son elaboradas por medio de procesos de precipitación de sulfatos, nitratos, cloruros, etc de las sales metálicas junto a alguna sustancia alcalina (Sánchez-Cantú, Pérez-Díaz, Hernández-Torres, Cruz-González, & Tepale-Ochoa, 2009 y Reichle, 1986).

Los HT o LDH han sido analizados a lo largo del tiempo desde su descubrimiento, encontrando propiedades importantes que les permite actuar como adsorbentes, las más importantes son “Wheathering reactions” en ambiente ácido, la capacidad de cambio iónico, efecto memoria, entre otras, encontrando también que pueden emplearse como catalizadores, soportes de catalizador y fotocatalizadores, además de ser considerados como materiales de unión y medicamentos. El motivo de las aplicaciones que se le dan es por la capacidad que tienen de formar a nivel atómico y no solo a nivel de partículas, óxidos metálicos mixtos (Ulibarri, Pavlovic, Barriga, Hermosin, & Cornejo, 2001).

Al ser el HT una arcilla sintetizable y con finalidades específicas dependiendo de cada situación se debe tener presente que la relación molar de sus componentes y el tipo de material afecta directamente en la estructura y las propiedades de las arcillas tipo HT (Bayu Wiyantokoa, Puji Kurniawatia, Tri Esti Purbaningtiasa, Is Fatimahb, 2014); en esta situación requiriendo de la adsorción de iones sulfatos en las aguas se considera la relación molar entre los compuestos de Mg - Al como uno de los principales factores a considerarse en la síntesis del HT, de esta relación depende del proceso de síntesis y la efectividad del producto generado en la acción deseada (Tomohito Kameda, Jumpei Oba y Toshiaki Yoshioka, 2017)

1.2. Formulación y sistematización del problema

1.2.1. Formulación del Problema de Investigación

¿En qué medida la arcilla de Hydrotalcita puede cambiar la calidad del agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador?

1.2.2. Sistematización del Problema de Investigación

La presente investigación pretende realizar la replicación de una arcilla tipo hydrotalcita siguiendo la patente “WO 2010/008262 AL” para ser empleada en el

tratamiento de aguas aciduladas provenientes del cambio de baterías en los submarinos de la Armada del Ecuador, mediante la replicación de este material a nivel de laboratorio en el postratamiento de las aguas aciduladas se evaluaron los niveles de remoción de ácido sulfúrico a través de los niveles de pH y de demanda química de oxígeno (DQO).

1.3. Justificación

1.3.1. Justificación Teórica

El 6 de Agosto del 2014 se constató el derrame de sulfato de cobre acidulado en el Río Sonora, ciudad de México en los exteriores de la Mina del Cobre ubicada en Cananea, de acuerdo con (Toscana & Hernández, 2017) en su investigación de Gestión de Riesgos y Desastres Socioambientales se constató el derrame de 40 mil metros cúbicos de sulfato de cobre en ácido sulfúrico en el conocido río Sonora, dando paso a uno de los desastres derivados de la actividad minera más grandes en el país. El sulfato de cobre y el ácido sulfúrico son compuestos que hallados en mezcla resultan altamente corrosivos; el ácido sulfúrico fue el reactivo prevaleciente en el cauce del río, el mismo que en concentraciones de entre 5 y 15 % provoca irritación en los tejidos corporales y necrosis al contacto, la inhalación de sus vapores provoca daños severos en pulmones y tracto respiratorio, en contacto con ojos genera la pérdida total de la visión y su ingesta a corto plazo genera muerte, su manipulación incluye también la dilución en el agua, al mezclar estos dos componentes genera gran cantidad de calor que dependiendo de las cantidades incrementa la temperatura llegando también a generar ebullición violenta, según Ministerio del Ambiente (2006).

En el límite ambiental y espacial la alteración directa del río Sonora afectó directamente tres cuerpos de agua, el cauce del río Bacanuchi, la presa Molinito y el arroyo Tinajas causando la alteración de los ecosistemas y el suelo afectando a ocho municipalidades donde hubo pérdida de la flora y fauna. En el límite social y económico, se evidenció pérdidas en las actividades pesqueras y ganaderas en las localidades, como también la afectación de 624 personas (Universidad Nacional Autónoma de México, 2016). La presencia de este ácido en los ciclos biogeoquímicos y el contacto directo con la biota puede inducir en daños

irreparables en las zonas de constante exposición independientemente de su concentración, por tanto resulta trascendental la realización de procesos destinados al tratamiento de aguas con ácido sulfúrico cuyas concentraciones superen el 15%, para ello se propone el tratamiento de aguas con trazas de ácido sulfúrico aplicando arcillas tipo HT.

1.3.2. Justificación Metodológica

Las arcillas tipo HT conocidas también como hidróxidos dobles laminares actualmente se encuentran como naturales o sintetizados, tienen la capacidad de remover metales pesados (arsénico) y aniones (bromato, sulfatos, fosfatos) propensos a generar alteración en la calidad del agua y destrucción de la biota Wiyantoko *et al* (2015). El desarrollo investigativo ha fomentado el estudio y la aplicación de arcillas tipo HT consiguiendo así resultados prometedores para el tratamiento de aguas residuales (Bruna González, 2010),(Otero, 2015).

La aplicación de HT en la ciudad de Córdoba logró la remoción de trazas de herbicidas (específicamente en la adsorción de S-Metolacoloro) encontradas en regiones dedicadas al cultivo y cosecha de alimentos (Otero, 2015); de igual manera en la ciudad de México se desarrolló el estudio del material de HT sintetizado en Ni-Al y Ni-Fe para que en las industrias productoras de Hidrogeno prevalezca el O₂ en las líneas de salida de gases generados en la síntesis del mismo, evitando también el arrastre de partículas de reactivos empleados en el proceso (Vazquez, 2014).

Para la recuperación de fosfatos en aguas residuales en la ciudad de Loja se aplicó arcilla tipo HT en magnesio-aluminio siguiendo el proceso de fisisorción y quimisorción ajustado al modelo de Frundlich, recuperando el 71.20 % de los fosfatos presentes en las aguas residuales, cumpliendo con los parámetros establecidos en la normativa reguladora para la descarga de aguas (Novillo, 2014).

La propuesta del siguiente estudio de investigación es alcanzar niveles reducidos de ácido sulfúrico presentes en aguas residuales del tratamiento a baterías de los submarinos de la Armada ecuatoriana, mediante la disociación de la molécula de ácido sulfúrico removiendo los iones sulfatos con la aplicación de

HT sintetizada según la patente WO 2012/008262 AL, la cual es de acceso público debido a que han pasado 10 años de su registro, este documento expone resultados prometedores a la máxima remoción obteniendo de este tratamiento, agua considerada como potable (Rosano, 2010).

Las réplicas de patentes son valiosas académicamente porque permiten comprobar y demostrar la validez de una nueva técnica o metodología aplicada a la solución de un problema, en caso de que no se logre comprobar la efectividad de una patente esta puede ser anulada, siempre y cuando se haya cumplido con los parámetros establecidos en las mismas o hayan sido mejoradas experimentalmente.

1.3.3. Justificación Práctica

La Armada del Ecuador cuenta con un escuadrón de submarinos nacionales SS-11 “Shyri” y SS-12 “Huancavilca” tipo U-209, siendo ambos de origen alemán y debido a su función operacional se debe hacer el mantenimiento adecuado de las baterías que son las que se encargan de proporcionar la suficiente energía para la propulsión en dichos submarinos, estas baterías poseen placas positivas y negativas ubicada de forma alterna las cuales permanecen sumergidas en una mezcla de agua y ácido sulfúrico llamada agua acidulada o agua sulfurosa cuya función es hacer la vez de electrolito (Laverde, 2008).

El tratamiento de estas aguas aciduladas aplicando la arcilla HT permitirá obtener resultados favorables ya que la función de adsorción que cumple esta arcilla permitirá que este líquido se encuentra dentro de los límites permisibles para ser arrojada a otro cuerpo de agua, de esta manera los beneficios ambientales se traducirán en elementos biológicos equilibrados dentro de los ecosistemas donde los buques de la Armada desarrollan sus actividades. El componente social como los pescadores y la industria acuícola se beneficiarán debido a que el ecosistema de manglar tendrá una menor presión de contaminación en el sitio.

1.4. Objetivos de la investigación

1.4.1. Objetivo General:

Ensayar la obtención de una arcilla tipo Hydrotalcita para el tratamiento de aguas de baterías de submarinos de la Armada del Ecuador.

1.4.2. Objetivos Específicos:

- Replicar proceso de síntesis de una arcilla tipo Hydrotalcita a partir de la patente WO 2010/008262 AL.
- Aplicar arcilla tipo Hydrotalcita en el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador.
- Evaluar el nivel de remoción de ácido sulfúrico en el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador.

1.5. Delimitación de la investigación

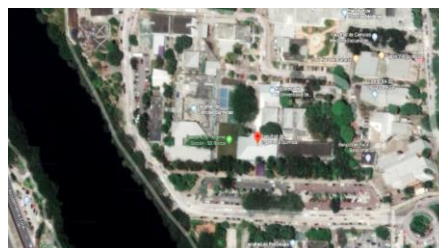
1.5.1. Delimitación temporal

El presente trabajo se realizó en un periodo de seis meses del proceso investigativo y/o de aplicación de la patente WO 2010/008262 AL. El proceso de la construcción de la HT se hizo en un mes y dos semanas.

1.5.2. Delimitación espacial

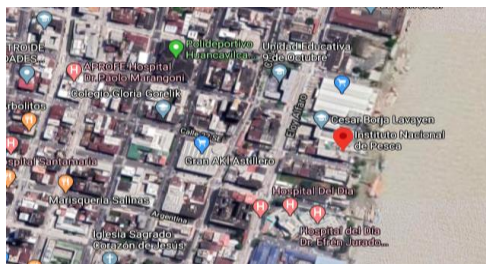
El trabajo de investigación se realizó en el laboratorio de Investigación de la Facultad de Ingeniería Química de la ciudadela universitaria Salvador Allende. Avenida Delta y Avenida Kennedy, correspondiente a la Universidad de Guayaquil con coordenadas UTM X: 622572 Y: 9758831 y en el Laboratorio Químico de Agua en las Instalaciones del Instituto Nacional de Pesca. Letamendi 102 y la Ría, El Astillero con coordenadas UTM X: -2.208015 Y: -79.884659.

Figura 1. Mapa de Ciudadela Universitaria, Guayaquil - Ecuador.



Fuente: google maps

Figura 2. Mapa del Instituto Nacional de Pesca, Guayaquil - Ecuador



Fuente: google maps

1.5.3. Delimitación del contenido

El trabajo realizado está direccionado al área de la ingeniería en tratamiento de aguas residuales, en el largo plazo tiene como finalidad futura la verificación de la eficiencia de los métodos aplicados a las aguas residuales que presentan contaminantes en específico como el azufre. En este caso se evalúa el nivel de remoción del ácido sulfúrico presente en las aguas residuales provenientes del cambio de las baterías en los submarinos de la Armada ecuatoriana mediante la aplicación de la arcilla tipo HT sintetizado a nivel de laboratorio.

1.6 Premisa de la investigación

La HT es una arcilla que tiene la función de adsorber iones de SO_4 de aguas aciduladas, en base a los estudios de Rosano (2010), por lo tanto, las concentraciones de DQO en las aguas tratadas con HT están por debajo o en el límite de las Normas para las aguas de descarga (Tabla 1).

1.7 Variables de la investigación

1.7.1 Variable Independiente

Proceso de replicación de la Hydrotalcita.

1.7.2 Variable Dependiente

Reducción de niveles de ácido sulfúrico en aguas residuales.

1.8 Operacionalización de las variables

Tabla 1. Operacionalización de las variables.

Problema	Objetivos	Premisa	Variables	Indicadores	Tipo de Experimentación	Instrumentos de medición
Se desconoce la posibilidad de replicar la arcilla Hydrotalcita expuesta en la patente WO 2010/008262 AL y su efectividad en el tratamiento de aguas aciduladas de baterías.	Objetivo General: Ensayar la obtención de una arcilla tipo Hydrotalcita para el tratamiento de aguas de baterías de submarinos de la Armada Ecuatoriana.	La HT es una arcilla que tiene la función de adsorber iones de SO_4 de aguas aciduladas, en base a los estudios de Rosano (2010), por lo tanto, las concentraciones de DQO en las aguas tratadas con HT están por debajo o en el límite de las Normas para las aguas de descarga.	Masa de reactivos pH velocidad de agitación tiempo de agitación	Gramos (gr) 7 200 rpm 90 in	La experimentación, aplica el método científico porque es verificable, objetiva, metódica y verídica.	El experimento se basó en la aplicación de parcial de la patente de Rosano, (2010). Balanza precisión KERN ACJ/ACS modelo 220-4M Agitador Magnético Thermolune modelo Cimarec 2 Pruebas de pH BDH VWR Probetas SUPERIOR GERMANY 250 ml 500 ml y 1000ml Ver Anexo 2
Se desconoce la proporción específica de todos los reactivos para la correcta replicación de las Hydrotalcita.	Objetivo Específico: Replicar proceso de síntesis de una arcilla tipo Hydrotalcita a partir de la patente WO 2010/008262 AL.					
Se desconoce si la arcilla Hydrotalcita tendrá efecto en las aguas aciduladas que provienen de las baterías de submarinos de la Armada Ecuatoriana.	Objetivo Específico: Aplicar arcilla tipo Hydrotalcita en el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador.		Masa de Hydrotalcita Volumen de agua acidulada	Gramos (gr) Mililitros (ml)		
Se desconoce el grado de remoción de ácido sulfúrico que las Hydrotalcita podrían generar en las aguas aciduladas de submarinos de la Armada Ecuatoriana	Objetivo Específico: Evaluar el nivel de remoción de ácido sulfúrico en el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador.		pH DQO Presencia de Presencia de Ácido sulfúrico (H_2SO_4)	7 mg/l		

CAPÍTULO II

2.1. MARCO REFERENCIAL

2.1.1. Antecedentes de la investigación

Tratamiento para aguas aciduladas

Werba S.A. es una empresa dedicada a la recuperación de elementos metálicos no ferrosos, a través de la clasificación, procesamiento, acondicionamiento y la valorización de los materiales que contengan metales por tanto gestiona residuos como aparatos eléctricos y baterías; para la extracción de la solución electrolítica del interior de las baterías se emplea un extractor de circulación forzada de aire con la finalidad de generar vapores tóxicos y ser almacenadas posteriormente (Werba, 2017).

El tratamiento para el líquido drenado de (Werba S.A.) consta de los pasos siguientes: el electrolito luego de pasar por el proceso de decantación es drenado a tanques o contenedores para luego ser bombeado a un tanque de reacción donde se la neutraliza usando hidróxido de sodio (NaOH) e hidróxido de calcio (Ca(OH)_2) hasta llegar a una medida de pH de 8,5 aproximadamente, con este paso se debe hacer análisis en donde se determine la concentración de plomo del líquido sin tratar, el pH medido en el momento de agregar el hidróxido de sodio, el pH medido luego de agregar el hidróxido de calcio, y la temperatura medida cuando ocurre la neutralización; A continuación de esta etapa ocurre la precipitación de ciertos metales que probablemente contenga la solución, de la reacción del hidróxido de Calcio se obtiene como resultado, hidróxidos y sulfato de calcio; Luego de esto está la etapa en la que nuevamente el líquido resultante es decantado hasta cumplir con la concentración permisible de sólidos disueltos.

La empresa (Werba S.A.) debe cumplir con las disposiciones vigentes de su país para verter este tipo de agua al alcantarillado, y teniendo un líquido compuesto por algunas sales disueltas se realizan análisis que permiten determinar pH y temperatura, concentración de metales y sólidos totales, entre otros parámetros importantes; Luego de todo el proceso de neutralización que se le da a la sustancia electrolita, se obtienen lodos y sólidos, que pasan por otro proceso bajo controles que aseguren las condiciones adecuadas de seguridad, evitando contingencias para ser exportados junto con las baterías secas.

Según (Eurometales, 2009) en el reciclaje de baterías se encuentra la etapa de corte de baterías donde debe estar instalado un tanque que permita receptor el ácido sulfúrico el cual debe ser de vidrio, esta etapa comprende de dos secciones, una de ellas consta de una cámara de sedimentación en la que el plomo que está en estado sólido se sedimenta evitando que se vaya con la solución ácida, luego de vaciar todo el contenido de la solución, en la otra sección es donde se almacena el ácido sulfúrico libre de sólidos en tanques de vidrio para evitar infiltraciones, este ácido al 14 % será comercializado a una entidad autorizada donde se le da el debido tratamiento bajo un plan de manejo ambiental de acuerdo a la ley del país.

El Instituto Ecuatoriano de Normalización (INEN) establece la norma NTE INEN 1526:1987 acerca de métodos de ensayo para agua para baterías plomo-ácido. Esta norma indica diferentes métodos para determinar cloruros, nitrógeno amoniacal, conductividad, residuos sulfatados de calcinación, entre otros análisis para el agua proveniente de baterías plomo-ácido. En el tercer método se basa en determinar residuos sulfatados por calcinación a nivel de laboratorio, indica que se utiliza una cápsula de platino y una mufla, se utiliza el ácido sulfúrico concentrado al 98 % como reactivo, en el procedimiento se evapora cuidadosamente porciones pequeñas de muestra, hasta obtener un volumen pequeño en la cápsula mencionada anteriormente, luego se coloca unas gotas de ácido sulfúrico y se deja evaporar bajo campana de extracción hasta la sequedad y ya no haya vapores, este residuo a continuación se lo procede a calcinar a $850 \pm 50^{\circ}\text{C}$, y como etapa final en un desecador se deja enfriar y luego se lo pesa, una vez terminado este proceso se calcula el contenido de residuos sulfatados por calcinación con la fórmula $R = 2000.M1$ donde R son estos residuos, y M1 es la masa del residuo que se encontró en el ensayo en unidad de gramos (INEN, 2012).

Según (Naranjo Aguilar, 2010) indica que el problema de las baterías se encuentra en el ácido, debido a que las industrias que recuperan o reciclan estas baterías, lo que hacen es verter el ácido sulfúrico en suelo o agua sin cuidado, y esto genera un peligro altamente contaminante para la salud y el medio ambiente, además que la solución que proviene de estas baterías no solo están compuestos

de ácido sulfúrico sino también está mezclado con plomo que esto hace que este desecho sea más peligroso aún. Es importante tener en cuenta las medidas de seguridad cuando se le dé el tratamiento al ácido que proviene de las baterías las cuales algunas de ellas son las siguientes: Capacitar al personal encargado de este trabajo, para que conozca la manera correcta de actuar en el caso de derrames o emergencias; Cerca del lugar donde se realiza este tratamiento se debe tener fuentes de agua para lavar ojos, manos o superficies del cuerpo en el caso que haya contacto con el ácido y si es posible el agua tenga una concentración de bicarbonato de calcio ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$) de aproximadamente 10 %; El equipo de protección personal es muy importante también, como mínimo debe de constar con guantes, delantal, botas. Pantalón y chaleco de hule, pantallas faciales, gafas de protección para reactivos químicos y máscara con cartucho para gases y vapores ácidos y tanto en el área de almacenamiento de baterías o en el área donde se da el tratamiento al ácido sulfúrico debe estar provisto con todo lo mencionado anteriormente y también poseer equipos que se utilicen en caso de derrames como mantas adsorbentes, medias, y recipientes de vidrio para colocar este residuo.

2.2. MARCO TEÓRICO

2.2.1. Arcillas

A lo largo de la superficie terrestre se hallan infinidades de arcillas las cuales están constituidas en su mayoría por minerales, gran parte del material arcilloso es destinado a la fabricación de cerámicos y porcelanas; debido a la presencia de minerales también son empleadas como intercambiadores iónicos, catalizadores filtros, adsorbentes y decolorantes.

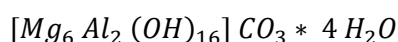
Según Grim (1968), dependiendo de las características estructurales y de composición las arcillas se clasifican en dos subgrupos: las arcillas catiónicas, halladas comúnmente en toda la superficie terrestre, están constituidas por láminas de aluminosilicatos, con carga negativa compensan dicha carga adjuntando cationes entre las láminas. Las arcillas aniónicas, naturalmente son de difícil acceso en la superficie terrestre, están constituidas por hidróxidos dobles laminares, presentan aniones intercambiables en su zona interlaminar; actualmente estas arcillas son sintetizadas y se presentan en gran variedad.

2.2.2. Hydrotalcita

Las hydrotalcitas (HT) son materiales perteneciente a la familia de los hidróxidos dobles laminares (LDH) según Rives & Ulibarri (1999), fueron descubiertas en el siglo XIX, Suecia alrededor del año de 1842, es descrita como una estructura de láminas de octaedros apiladas, correspondientes a la presencia de los hidroxicarbonatos de magnesio y aluminio.

Según Cavani, Trifirò, & Vaccari (1991) y Otero (2015) la brucita, como también se denomina a la agrupación de láminas de hidróxido de magnesio ($Mg(OH)_2$), presenta una estructura muy parecida a la de las HT; la brucita es de estructura hexagonal donde el magnesio (Mg) está rodeado de seis grupos de hidroxilos (-OH) formando octaedros que unidos por puentes de hidrogeno construyen largas láminas. En las HT, se sustituyen fracciones del catión de magnesio (Mg^{2+}) por el catión de aluminio (Al^{3+}) generando carga residual positiva a las láminas que se ven compensadas por los aniones de carbonatos (CO_3^{2-}) y las moléculas de agua dispuestas en las zonas interlaminares. Los cationes trivalentes (Al^{3+}) se hallan en menor cantidad que el divalente (Mg^{2+}) y las intensidades de las cargas los mantiene distanciados por la repulsión electroestática.

En el año de 1930, Ernesto Manasse profesor de Mineralogía de la Universidad de Florencia, Italia; según Cavani, Trifirò, & Vaccari (1991) fue el primero en reconocer la estructura exacta de las HT publicando la fórmula general a este material; estudios posteriores desarrollados por Reichle (1986), Van Bokhoven, Roelofs, De Jong, & Koningsberger (2001), y Bruna González (2010) confirman la veracidad de dicha fórmula, misma que es expuesta en a continuación.

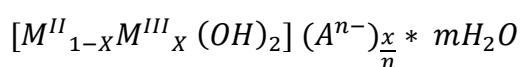


Posteriormente a su descubrimiento se sintetizaron compuestos denominados “tipo hydrotalcitas”, una composición diferente a la elemental. Feitknecht y Fischer en el año de 1935 sintetizaron estas arcillas donde a la estructura de la HT se realizaron cambios de cationes; reemplazando el catión de Al^{3+} por cationes de hierro (Fe^{3+}), de cromo (Cr^{3+}), de galio (Ga^{3+}) y el catión Mg^{2+} por cationes de níquel (Ni^{2+}), zinc (Zn^{2+}) entre otros, logrando así una gran variedad de (LDH) cada una con características de acción específica (Bruna González, 2010).

Por la compleja distribución de las láminas apiladas que presentan las arcillas tipo hydrotalcita, por la gran variedad de cationes que son interpuestos en su estructura y a su vez permite la introducción de diferentes tipos de aniones en la región interlaminar, es que aun después de su descubrimiento siguen siendo empleados en procesos referentes al intercambio iónico, adsorción, captoras de aniones, catalizadores y soportes de catalizadores, todo gracias a la estabilidad, área superficial y pureza que este material presenta (Wiyantoko et al., 2015).

2.2.3. Síntesis

Actualmente las HT son materiales de gran impacto en las industrias donde se generan más modificaciones para obtener un mayor rendimiento en los procesos requeridos; para la síntesis de los materiales arcillosos tipo hydrotalcitas según Cavani, Trifirò, & Vaccari (1991), Prikhod'ko et al. (2001), y Otero (2015), la formula general exacta de HT fue analizada y estudiada para generar una nueva fórmula que permita la interposición de otros cationes, obteniendo así la formula general para la síntesis de materiales tipo hydrotalcitas.



Donde:

- **MII** son los cationes divalentes tales como Mg^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} .
- **MIII** son los cationes trivalentes como Al^{3+} , Ga^{3+} , Fe^{3+} .
- **A** son carbonatos $(CO_3)^{2-}$, cloruros (Cl^-) , nitratos $(NO_3)^-$, fosfatos $(PO_4)^{3-}$, y sulfatos $(SO_4)^{2-}$.
- **X** es la relación **MIII/ (MIII+ MII)** que debe corresponder a un valor comprendido en el intervalo de 0,2 – 0.33, pues al aumentar el valor del mismo la carga positiva aumenta y es compensada por los aniones que se sitúen en la región interlaminar.

A partir del planteamiento de esta nueva fórmula se han desarrollado un sinnúmero de investigaciones en donde se analizan las distintas metodologías empleadas para las síntesis de los materiales de tipo HT, los fundamentos que se aplican a continuación son empleados actualmente en los laboratorios para la síntesis de estos materiales.

Síntesis según Feitknecht (1942)

Conocida también como síntesis directa o síntesis por coprecipitación según Feitknecht & Gerber (1942) y Park, Kuroda, & Kato (1990), consiste en la reacción de soluciones que presentan cationes de M^{2+} y M^{3+} en medios básicos, ordinariamente de solución cáustica para fijar el pH, permitiendo consigo la coprecipitación de las sales metálicas no nobles.

Con la generación de esta solución se forman precipitados amorfos que son extraídos, lavados mediante una diálisis para ser secados posteriormente, los cristales que se forman son evidentes una vez terminado el proceso de lavado, pero por las pequeñas cantidades que se generan resulta difícil el control de las HT en los tratamientos posteriores, siendo esta la principal desventaja que presenta este proceso de síntesis.

Según Crepaldi, Pavan, & Valim (2000), las propiedades del material sintetizado se ven afectadas por los parámetros a los que se someta el proceso productivo siendo las concentraciones de las sales metálicas dispuestas en la solución, la temperatura, la velocidad con la que se adicionan los reactivos, el secado, el pH del medio y el proceso de precipitación de las partículas.

El pH durante la síntesis tiene gran impacto en la textura y las propiedades del material particulado, optimizando las condiciones de la misma junto con el tiempo de reacción se producen HT con bajo tamaño de partícula, un alto grado de cristalinidad, un gran diámetro de poro otorgándole una mayor área superficial específica, ventajas que potencializa la aplicación de esta forma de síntesis (Nebot, Rives, Rocha, & Carda, 2011).

Estructuralmente los cationes encontrados en las secciones interlaminares de las paredes que conforman la HT se adicionan los aniones como su contraion, siendo los aniones de los grupos hidroxilos o sales presente en el medio acuoso empleado para la síntesis de la misma. (Otero, 2015)

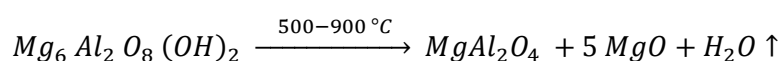
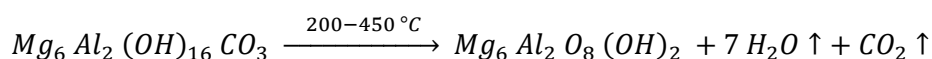
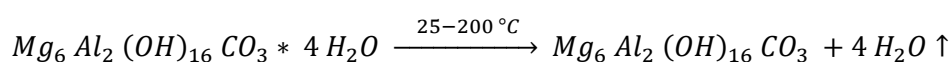
Síntesis según Reichle (1986)

Reichle (1986), impartió un método alternativo de síntesis de HT que consistía en la descomposición reversible de las mismas a través de un proceso de

calcinación basándose en las propiedades de estabilidad que esta presenta; siguiendo sus estudios desarrollados en “the Synthesis of anionic clay minerals” las HT a 400 °C permanecen estables y sin ninguna alteración en su estructura, por tanto para su descomposición las HT son llevadas a temperaturas de entre 500 y 600 °C logrando así la eliminación de los aniones de carbonatos de su estructura, mientras no se excedan estas temperaturas este material es reconstruible.

El proceso de reconstrucción resulta útil para anexar nuevos iones en la estructura de las HT, este proceso se desarrolla en presencia de soluciones ricas en aniones y de pH bajo siendo relativamente entre 4,5 a 6; los aniones en la solución puedan ser aprovechadas para su incorporación en la estructura calcinada en condiciones específicas (Otero, 2015) (Bruna González, 2010).

Nebot *et al.* (2011) en el “Estudio de la descomposición térmica de compuestos tipo hidrotalcita” describen las etapas en las que ocurre la descomposición de estas al ser sometidas a calcinación. Al ser un proceso que requiere de un incremento constante de la temperatura la HT sufre deshidratación al llegar a temperaturas inferiores a 200 °C eliminando las moléculas de agua presentes en la zona interlaminar en forma de vapor (H_2O_v), superando los 200 °C hasta los 450 °C los iones presentes en las HT, en este caso carbonatos son desprendidos de la estructura y a su vez son liberados a la atmosfera en forma de dióxido de carbono (CO_2) y H_2O_v , si la calcinación alcanza los 900 °C la descomposición es total formando de esta manera dos nuevos productos, periclase (MgO) y espinela ($MgAl_2O_4$). Sin embargo a temperaturas inferiores a 500 °C se forma $Mg_6Al_2(OH)_4$ que al ser sumergida en una solución rica en iones esta procede a su regeneración.



Reacciones de síntesis según Richle tomada de Nebot et al. (2011)

Síntesis por intercambio iónico

Al conocer la estructura de las HT presentado en 1930 por Ernesto Manasse quien asegura que esta consta de un apilamiento de láminas cargadas positivamente gracias a los cationes presentes en dicha estructura que a su vez albergan aniones en los espacios interlaminares, resultando propicio para la difusión de aniones siendo así buenos intercambiadores iónicos inorgánicos (Miyata & Hiros, 1978).

En base a la fórmula expuesta para la síntesis de materiales tipo HT la propiedad del intercambio iónico ha sido empleada en la síntesis de nuevas fases de HT con distintos grupos de aniones radicados en la sección interlaminar; siendo los iones de cloruros (Cl^-) y nitratos (NO_3^-) los precursores para las reacciones en donde se generan los intercambios iónicos debido a que son desplazados con facilidad por la afinidad de las HT frente a otros iones, tales como los (SO_4^{2-}), (CO_3^{2-}), (Cl^-), (NO_3^-), y (PO_4^{3-}) (Bruna González, 2010; Otero, 2015).

Síntesis sol - gel

Lopez *et al.* en (1996), desarrollaron un método alternativo para la síntesis de HT con la finalidad de otorgar estabilidad a la estructura de las mismas, innovando los métodos convencionales con que se sintetizaban estos materiales, dicho parámetro fue caracterizado en su publicación “Synthesis and characterization of sol-gel hydrotalcites. Structure and texture” mediante la aplicación de altas temperaturas y la difracción de rayos x.

Esta metodología brinda estabilidad y permite la síntesis de diversos materiales policristalinos y amorfos de manera sencilla, el material sintetizado siguiendo este método alcanza estabilidad a temperaturas hasta de 550 °C, con la desventaja de presentar bajos niveles de cristalinidad inclusive por debajo de los hallados en la síntesis según Reichle.

Este proceso es considerado como síntesis sol – gel debido a los estados en los que se presentan las materias primas, siendo: una solución que presenta en suspensión partículas coloidales sólidas y un gel que gracias a sus propiedades

genera una red porosa sólida tridimensional continua, que al mezclarse con la solución se expande por la misma; al proceder a su aplicación se obtienen estructuras inorgánicas dispuestas de manera ordenada pero basadas en la hidrólisis y policondensación de los precursores de alcoóxidos (Otero, 2015).

2.2.4. Aplicaciones

Debido a la facilidad con que esta arcilla intercambia iones, las industrias emplean este material como un secuestrante o liberador de especies en medios acuosos; de igual manera al ser calcinado siguiendo el método según Reichle los óxidos obtenidos presentan más propiedades tales como: alta superficie específica, mayor homogeneidad en su estructura, y estabilidad termodinámica en los cationes presentes, propiedades que se ven reforzadas haciendo de este material un buen intercambiador iónico (Reichle, 1986).

Según Cavani *et al.* (1991) la estructura coloidal y el tamaño de la partícula que poseen las HT son las que le brindan versatilidad a éstas, generándole flexibilidad para su aplicación como material de adsorción, catálisis, medicina y en fotoquímica.

Medicina

En este campo las HT aun siguen siendo campo de estudio, según Del Hoyo (2007) y Otero (2015) en un principio este material era aplicado directamente como un antiácido en comprimidos para los tratamientos gástricos, inhibiendo los ácidos gástricos (ácido clorhídrico HCl) y como anticuerpos antipeptidos dirigidos a las proteínas.

Al surgir las modificaciones a la estructura y en las formas de síntesis, se le otorgaron nuevas propiedades logrando aplicaciones más sofisticadas, siendo la de mayor impacto en este campo, la de portar moléculas reguladoras de actividad biológica, beneficiando a los procesos de disolución de fármacos, liberación de las moléculas de forma controlada e incremento de estabilidad tanto térmica como mecánica a través de señales químicas siendo el pH la principal señal química variante en el cuerpo humano (Choy, Choi, Oh, & Park, 2007).

La presencia de cationes de Mg^{2+} , Ca^{2+} , o Al^{3+} en las láminas estructurales de las HT las convierte en sólidos poco tóxicos, biocompatibles y protectores de fármacos, capaces de transportar biomacromoléculas tales como las largas cadenas de moléculas de ADN a través de intercambio iónico en medios acuosos (Zhang, Pan, & Duan, 2015).

Sector medioambiental

Al presentar las propiedades de adsorción e intercambiador iónico gracias a la acción generada por los cationes presentes en el sector interlaminar de las HT que permiten la adsorción tanto de moléculas polares y otra de aniones, siendo los carbonatos (CO_3^{2-}) los aniones más afines para dicha estructura; lo cual resulta primordial que en los procesos de síntesis y utilización los medios estén exentos de CO_3^{2-} , para lograr afinidad directa con los demás aniones (Hourri, Legrouri, Barroug, Forano, & Besse, 1998).

Desde el punto de vista medioambiental la eliminación de especies aniónicas dispersas en medios acuosos es de gran interés puesto que muchas de estas son contaminantes inorgánicos, algunos estudios y publicaciones tales como Miyata & Hiros (1978), Ulibarri, Pavlovic, Barriga, Hermosín, & Cornejo (2001), Xu, Jiang, Lü, Song, & Li (2013) y González, Trócoli, Pavlovic, Barriga, & La Mantia (2016) destacan la adsorción de perclorato, nitratos, sulfatos, fosfatos, cationes metálicos de Pb^{2+} , Cu^{2+} y Cd^{2+} ; al igual que en medios acuosos se eliminan especies aniónicas, es posible la remoción de los mismos en medios gaseosos, logrando así la purificación de las corrientes de aire de gases como dióxido de carbono (CO_2) y dióxido de azufre (SO_2).

Estudios como los de Pavlovic, Barriga, Hermosín, Cornejo, & Ulibarri (2005), Li *et al.* (2005), Zaghoulane-Boudiaf, Boutahala, Tiar, Arab, & Garin (2013) y De Martino *et al.* (2015) demuestran la eliminación de agentes contaminantes orgánicos tales como la adsorción de pesticidas empleando HT calcinadas, fenoles, triclorofenoles y glifosato mediante la modificación de la HT con dodecilbencenosulfato de sodio, al igual que tintes sintéticos.

La propiedad de regeneración consiste en someter las HT a una calcinación sin exceder temperaturas de 450 °C para liberar los aniones retenidos en su

estructura, permitiendo que este material sea considerado reciclable y reutilizable, conservando en el post calcinamiento la capacidad de adsorción de nuevos aniones presentes en disoluciones.

Sector industrial

Catálisis

Según Vaccari (1999) y , en reacciones químicas las HT son empleadas como catalizadores, soportes catalíticos o precursores de óxidos catalíticos de interés industrial; la estabilidad de los catalizadores y la posibilidad de segregar fases que permitan conseguir mezclas más homogéneas por la presencia de cationes en las estructuras, posibilita su uso en las reacciones de oxidación, de hidrólisis de nitritos, de polimerización, condensación de tipo aldólica y cetónica, al igual que la reformación de hidrocarburos, la esterificación de glicerol a poligliceroles, y la hidrogenación de la fructosa.

Para la aplicación como catalizador se debe considerar la selección de los metales que se encuentren en la estructura pues estos influyen en los compuestos a catalizar, así también como la presencia o ausencia de luz, puesto que algunas de las reacciones de catálisis se activan con luz ultravioleta (uv) y degradan los compuestos orgánicos (Rives, Carriazo, & Martín, 2010; Tichit & Coq, 2003).

Materiales de PVC

Los materiales de policloruro de vinilo (PVC) son utilizados comúnmente por toda la comunidad ecuatoriana en cañerías, en instalaciones eléctricas entre otros; la degradación de este material es el principal problema que experimenta el sector industrial debido a las condiciones en las que se almacena, lugares en donde la exposición de luz directa (sol) altera la composición inicial del PVC, pues se genera ácido clorhídrico HCl frente la exposición solar provocando corrosión al mismo, razón por la cual el PVC se torna de color amarillo (van der Ven et al., 2003).

La preservación de este material se realiza con la introducción de HT en la síntesis, logrando así capturar las moléculas del ácido formado al exponerse al

sol, dichas moléculas de HCl son capturadas y a través de intercambio iónico que las HT disocian la molécula y se evita la degradación del PVC (Wen, Yang, Chen, Hu, & Duan, 2015).

Retardante de combustión y aislante de cables

Estas atribuciones se le otorgan a este material en vista a sus propiedades térmicas. Al calentar las HT estas desprenden H_2O y CO_2 que suministran la capacidad de extintores de llamas e incendios al igual que el aislante de cables conductores de energía eléctrica.

2.2.5. Ciclo del azufre

El decimocuarto elemento más abundante en la corteza terrestre es el azufre y al igual que los demás elementos cumple roles importantes en el desarrollo de la vida y la estabilidad de los ecosistemas, el azufre en estado reducido de oxidación es un nutriente clave para el progreso de la vida permitiendo la asimilación de las proteínas en las células de los distintos tejidos pero este representa el 1% del peso seco de los organismos (Canfield, Kristensen, & Thamdrup, 2007).

Este ciclo biogeoquímico es uno de los más alterados a causa de la actividad humana, siendo las emisiones de azufre una de las principales razones por las que los niveles de azufre en el aire cada vez son más evidentes; dependiendo de los estados de valencia se pueden hallar en distintas composiciones, por ejemplo el estado elemental del azufre esta en valencia cero, en forma de sulfuro o azufre reducido el estado de valencia esta en -2, en valencia de +6 se hallan en forma de sulfatos (Andreae, 1985).

Según Bigg, Gras, & Evans (1984) las formas en las que se presenta el azufre es en unión con elementos electropositivos conocidos como sulfuros aniónicos y se encuentran liados a elementos como sodio (Na), potasio (K), calcio (Ca), entre otros; suele también presentarse en forma de compuestos iónico organosulfurado al estar completamente oxidado formando iones sulfatos que posteriormente forma ácido sulfúrico (H_2SO_4) en estado gaseoso o líquido, sulfato de calcio ($CaSO_4$), sulfato de amonio (NH_4HSO_4) y se hallan dispersos en ríos lagos y en

agua de mar; siendo esta la causa principal de la acidez de aguas y la generación posterior de lluvia contaminada o conocida también como lluvia ácida.

El azufre llega a la atmósfera en forma de dióxido de azufre (SO_2) o ácido sulfhídrico en estado gaseoso (H_2S) a través de las emisiones gaseosas que proviene naturalmente de volcanes y la descomposición de la materia orgánica; actualmente las concentraciones del mismo han ido elevándose puesto que la actividad industrial emite grandes cantidades de gases que alteran la estabilidad de los ciclos, al igual que la actividad de refinación del petróleo (García, 2018).

La solubilidad del dióxido de azufre (SO_2) es muy alta que al rodearse de moléculas de ozono (O_3) y de vapor de agua (H_2O) se forma ácido sulfúrico (H_2SO_4) en estado gaseoso que posteriormente se condensará junto con las moléculas de agua y ácido sulfhídrico (H_2S) que antes estaba en estado gaseoso y caerán en forma de lluvia ácida (Charlson, Anderson, & McDuff, 1992).

Al precipitar estos compuestos sulfurosos en forma de ácido sulfúrico (H_2SO_4) y ácido sulfhídrico (H_2S) una parte de estos son asimilados por el suelo y las otras con conducidas a aguas de ríos, lagos y el mar.

Los ácidos asimilados por el suelo a través de la oxidación química generan radicales de sulfatos (SO_4^-) los que son utilizados por las plantas como alimento reduciendo los sulfatos a azufre elemental (S) mismo que pasan en la cadena trófica por el consumo de los portadores, al descomponer la materia vuelven a la atmósfera en forma de dióxido de azufre (SO_2), otra parte de los radicales de sulfatos (SO_4^-) se hallan en forma de depósitos sedimentarios (Andreae, 1985; García, 2018).

El ácido sulfúrico conducido a los mares es reducido por la acción de las bacterias *Desulfovibrio* y *Desulfotomaculum*, estos organismos utilizan este compuesto sulfurado para la formación de iones sulfatos que a su vez son también reducidos a ácido sulfhídrico (H_2S) que en presencia de metales tales como hierro (Fe) sintetiza sulfuros en este caso pirita (Fe_2S) que por su propiedad de insoluble se precipita y se halla comúnmente en el fondo del medio acuoso; otra parte se halla en azufre elemental y se forma en medios de ausencia de metales en especial el hierro (Fe); por acción hidrotermal en ciertos lugares del

fondo marino regresan a la atmosfera en forma de gases sulfurados (Charlson et al., 1992; Garcia, 2018).

Ácido sulfúrico en el ecosistema

Verificando en con la Norma Técnica Ecuatoriana NTE INEN 1108 (2014), los límites permisibles para ácido sulfúrico no son especificados, pero basados en el informe del Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente (2007) se exponen las alteraciones generadas en la biota al presentarse ácido sulfúrico en su ecosistema; un pH inferior a 4 es resultante de la actividad del ácido sulfúrico en el medio, a este nivel causa irritación y posterior muerte de los organismos como lo son también las concentraciones mayores a 1200 mg/m^3 consideradas como letales para los mismos y en concentraciones mayores a 6300 mg/m^3 causan la muerte de estos en el transcurso del día, por tanto una fuga o descarga de ácido o solución acida provocaría daños irreparables en el ecosistema.

2.2.6. Hydrotalcitas y adsorción de compuesto sulfatados

Según (Rosano-Ortega et al., 2013), para que las HT adopten propiedades catalíticas de adsorción específicas deben ser tratadas con calor induciendo a la liberación de aniones presentes en las estructuras, comúnmente los aniones de carbonatos, dejando los espacios interlaminares de las las HT libres, logrando la captura de nuevos iones que se presentan en los medios.

Este tipo de metodologías han empleado las HT como sorbentes en procesos de cracking de hidrocarburos y de fluidos catalíticos para compuestos sulfurosos, de igual manera se han empleado como ligadores catalíticos, intercambiadores aniónicas, estabilizadores de polímeros y recolectores de residuos ácidos.

Según Xu *et al.* (2013) y González *et al.* (2016), la afinidad que este tipo de material presenta frente a moléculas de azufre especialmente en forma de radicales sulfatos está por debajo de la afinidad con los radicales de carbonatos, y esto depende en su gran mayoría a las concentraciones de cationes de magnesio Mg^{2+} y Aluminio Al^{3+} presentes en las estructuras de las HT.

2.3. MARCO CONTEXTUAL

El mercado mundial de las baterías cada año originan un flujo de ingresos de miles de millones de dólares y las divide en dos categorías distintas que son las

primarias refiriéndose a las baterías alcalinas y de zinc-aire que las venden recargadas y una vez que se hayan agotado no se pueden recargar, y las secundarias que se trata de las baterías que se pueden adquirir ya sea cargadas o descargadas, teniendo como ventaja la posibilidad de ser recargadas, entre estas últimas se encuentran por ejemplo las de plomo-ácido, iones de litio y níquel-cadmio (Brenton, 2015). Las baterías de plomo-ácido tienen aplicaciones en diversos ámbitos que van desde aparatos portátiles y de mano (herramientas eléctricas, equipos de monitoreo, etc.), automotriz, de reserva y energía solar (fotovoltaica - 'PV') y también para aplicaciones de alta demanda tales como equipos de tracción pesados (incluidos equipos de minería y submarinos) (United States Department of the interior, 1998).

A pesar que existen innovaciones de diferentes tipos de baterías como las de iones de litio por ejemplo, debido a su bajo precio y su conocida operación a lo largo del tiempo desde su creación las baterías de plomo-ácido son aún las más aplicadas en intervención naval, en submarinos especialmente (Pilat, Grzeczka, & Polak, 2017). La primera batería de plomo-ácido fue construida en 1859 por Raymond Gastón Planté, con un diseño que contenía placas positivas y negativas de aluminio con una solución de aproximadamente 10 % de ácido sulfúrico, presentaba como desventaja su baja capacidad y como ventaja una larga vida útil, sin embargo a lo largo del tiempo este diseño ha ido mejorando, ahora las baterías modernas se construyen con rejillas que deben estar construidas con un material que genere una buena conductividad eléctrica y que sea inerte al electrolito corrosivo de ácido sulfúrico, éstas constan de dos tipos de electrodos: positivo y negativo, colocados de manera alterna y separados por un disgregador microscópico, y a la vez todo esto se encuentra sumergido en el electrolito de ácido sulfúrico (Brenton).

Gran parte de las piezas que componen este tipo de baterías pueden reciclarse, entre las etapas principales de este proceso de reciclaje se encuentra el tratamiento que se le da al electrolito de ácido sulfúrico, se separa manual o mecánicamente los componentes y el ácido. La recuperación del electrolito se puede dar por medio de neutralización con sustancias alcalinas, a continuación pasa por un tratamiento para eliminar contaminantes y poder ser liberado al

alcantarillado, otra de las probabilidades es su purificación extrayendo los sulfatos para ser reutilizado en la elaboración de detergentes u otros productos (Secretariat of the Basel Convention, 2003). En el proceso de reciclaje se encuentra la etapa de transporte, en la cual el electrolito de la batería debe drenarse para disminuir el peso, aunque no siempre esto ocurre antes de esta etapa, también se da una vez que la batería llega a la planta de reciclaje, según el manual de Reciclaje de baterías de plomo-ácido usadas, es recomendable tomar las precauciones necesarias siempre evitando el contacto con la piel ya que esta sustancia electrolita puede derramarse cuando se encuentran en almacenamiento o se las transporta (OMS, 2017).

Según (Harrould Kolieb & Savitz, 2009) y la OMS el ácido de las baterías es extremadamente dañino a la vida acuática y corrosiva, irritante y tóxica para el hombre es por eso las precauciones adecuadas que se deben tomar en cuenta en el proceso de reciclaje de baterías, específicamente en la recuperación de la sustancia electrolita de ácido sulfúrico son muy importantes para mantener el equilibrio en el medio ambiente. Según Oceana una organización internacional dirigida a la conservación de los océanos del mundo, el pH del ácido sulfúrico que se usa en esta solución electrolita para baterías es aproximadamente 0, mientras que el agua que proviene del mar posee un pH de entre 8 y 8.3, es decir en el momento que ocurra algún accidente o derrame de este líquido al océano alteraría su pH empeorando su acidificación y aumentando la variedad de cambios que está presentando en estos últimos años afectando de esta manera a los ecosistemas marinos con daños de gran magnitud.

La contaminación causada por baterías y pilas en México, calculan que se liberan aproximadamente 35,500 toneladas anuales de residuos tóxicos provenientes de pilas y baterías al medio ambiente. Entre las cuales se encuentran las que funcionan con soluciones ácidas de diferentes tipos de electrolitos, que su inadecuado manejo puede afectar la salud ocasionando irritaciones o quemaduras en la piel y la afectación de agua y suelo (Castro & Díaz, 2004). La solución electrolita con una concentración de ácido sulfúrico que provienen de las baterías es una sustancia considerada como peligrosa, y para darle un debido tratamiento en primer lugar se debe examinar las posibilidades

que tiene para poder ser reutilizada, los residuos que queden en el depósito o envase en el que se encuentra almacenado debe ser cerrado y etiquetado para luego ser reciclado de acuerdo a las disposiciones Españolas o ya sea locales (Quimipur, S.L.U, 2012).

En Ecuador existe el libro VI de la calidad ambiental, en el capítulo III sección II del manejo de los desechos peligrosos en el artículo 176 al 177 acerca de los tratamientos dice que los desechos peligrosos deben recibir un tratamiento que cumpla con los parámetros de control vigentes, es decir con lo estipulado en los reglamentos de la Ley de Gestión Ambiental y de la Ley de Prevención y Control de Contaminación, en las ordenanzas pertinentes y otras normas que el Ministerio del Ambiente expida acerca de este tema, en estos también sustenta que todos los efluentes, lodos, desechos o gases producto de estos tratamientos son considerados como peligrosos (Ministerio del Ambiente).

En el 2014 en la Universidad de la provincia de Azuay se realizó el diagnóstico del problema ambiental que causan los desechos de las baterías, entre las cuales detallan alternativas que se puedan tomar con respecto del uso de las baterías de ácido plomo, la propuesta consiste en que a través de un sistema de gestión se logra obtener resultados beneficiosos como evitar que la solución electrolita sea vertida, ya que aparte de ser muy corrosiva tiene altas concentraciones de sulfato de plomo disuelto en ella el cual es un componente que puede contaminar el suelo y el agua, además este sistema de gestión impulsa a que la economía se fortalezca en la provincia o ya sea en el país, a través de brindar capacitaciones con respecto al tema y luego contratar este personal, creando de esta manera más plazas de trabajo (Ramírez, 2014).

Dentro de la ficha técnica del ácido sulfúrico proveniente de baterías (Quimipur, S.L.U) y el sistema de gestión propuesto por Ramírez en la Universidad del Azuay se analizan las posibilidades que ocurra una fuga y los procedimientos de primeros auxilios que se debe seguir, mencionan que si sucede un derrame de electrolito lo primero que se debe hacer es detener el flujo y depende el tamaño de la baterías se procede a guardarla en un contenedor de material plástico, para detener el derrame se utiliza tierra o arena seca o el transportista debe proceder a neutralizar el líquido usando Cal o bicarbonato de sodio y posterior a esto se debe

manejar esta solución como un residuo peligroso debido a la presencia de partículas de plomo que contiene.

Si se produce el caso de inhalación se debe llevar al aire fresco a la persona que inhaló este ácido, y si se observa dificultad al respirar se procede a suministrar oxígeno; En caso de ingerir electrolito, la persona afectada debe beber abundante agua, no se debe inducir al vómito y debe recibir atención de un médico de manera inmediata; En el caso que el electrolito haya tenido contacto con la piel la persona afectada debe lavarse la superficie de contacto con mucha agua durante aproximadamente 15 minutos, debe proceder a quitarse la ropa que se encuentra contaminada, si es zapatos de la misma manera; Si el electrolito tiene contacto con los ojos, el afectado debe lavarse con mucha agua durante aproximadamente 15 minutos y luego recibir atención de un médico.

2.4. MARCO CONCEPTUAL

2.4.1. Arcillas

Según Bennett & Hulbert (1986), Huertos (1990) y Mukherjee (2013) se denomina arcillas o rocas sedimentales a los materiales hallados a lo largo de la superficie de la corteza terrestre. Son de origen inorgánico y su estructura morfológica está distribuida internamente de manera ordenada y fija. Al ser un componente sólido se puede atribuir características como: tamaño de partícula oscilando entre el 1 a hasta los 25 micrómetros; presenta también una coloración misma que depende específicamente de los minerales que este posea, por ejemplo al estar en abundancia el hierro las arcillas toman una coloración rojiza/marrón. Posee una composición química definida, misma que no es fija pues esta variable corresponde en gran mayoría a los minerales que las arcillas presenten, siendo los óxidos e hidróxidos de silicatos los más sobresalientes; la composición resulta vital para propinar el uso específico de las mismas ya que alteran también las propiedades finales de las arcillas. Los materiales de origen orgánico no son considerados como arcillas.

2.4.2. Hydrotalcitas

Según Rives & Ulibarri (1999) y Sánchez et al. (2009) son un tipo de arcilla que se hallan de manera natural a lo largo de la superficie de la corteza terrestre y

que a su vez pueden sintetizarse, se denominan también hidróxidos dobles laminares (LDH en inglés) o arcillas aniónicas debido a la disposición de los iones de los metales que componen esta arcilla; la estructura de las hydrotalcitas están dispuestas en láminas de octaedros de hidróxido de magnesio apiladas, las mismas que presentan iones de magnesio coordinados a seis grupos hidroxilos, esta estructura es similar a la de la brucita otro tipo de arcilla aniónica. La sustitución parcial de los iones de Magnesio 2+ por Aluminio 3+ provee de cargas positivas al material cuya carga se ve compensada con la presencia de los aniones de carbonato que se disponen en la sección interlaminar. Actualmente con los estudios desarrollados a este compuesto se han determinado distintos usos tales como la de agente antiácido, retardadores de flama, compositor híbrido, catalizadores y como aditivos en la síntesis de policloruro de vinilo (PVC).

2.4.3. Brucita

Según Dwight-Dana, Salisbury-Dana, Palache, & Berman (1973) y (Catti, Hull, Pavese, & Ferraris (1995), Brucita es el nombre como también se conoce al hidróxido de magnesio ($Mg(OH)_2$) en honor al mineralogista que descubrió los yacimientos en el año de 1824, es un mineral de categoría oxido-hidróxido poco reactivo a este grupo pertenecen también el hidróxido de calcio y el hidróxido de manganeso, de aspecto blanquinoso, inodoro hallado en fase sólida y líquida, su estructura es de cristales dispuestos en forma hexagonal; es empleado a nivel industrial como retardante del fuego, neutralizante ácido y en la medicina como laxante. Mineral poco irritante para los organismos y el hombre (Universidad de Heredia, 2015),

2.4.4. Adsorción

Segun Martínez (1990), Lazo, Navarro, Sun-Kou, & Llano (2002) y Querejeta (2019) es un fenómeno superficial que ocurre en presencia de un soluto o adsorbato constituidos por iones, átomo o moléculas que son atraídos a un elemento sólido poroso con propiedades adsorbentes que separa los adsorbatos dispuestos en fase líquida por medio del intercambio iónico y son conducidas hasta la superficie del material adsorbente (Vizcaíno Mendoza, Fuentes Molina, & González Fragozo, 2017). Este fenómeno ocurre en todo tipo de interfaces tales como solido-gas, líquido- gas y líquido-sólido; en el proceso de adsorción se

consideran la rapidez con la que ocurre el proceso y la energía interfacial; los adsorbatos son generalmente materiales sólidos porosos en donde se adhieren los iones, moléculas o átomos.

2.4.5. Absorción

Según Cantle (1982), Standars Methods (1992) y Querejeta (2019) Fenómeno físico en donde existe penetración de las fases; es decir el adsorbato penetra la estructura del material absorbente y se distribuye homogéneamente en el mismo; en este fenómeno se denota la transferencia de masa y volumen debido a las propiedades del material absorbente que atrapa dentro de su estructura los iones, átomos o moléculas tipo adsorbatos.

2.4.6. Fisisorción

Según Arun K Manna & Swapan K Pati (2009) y la Universidad de Valencia (2013) la fisisorción es conocida también como adsorción física depende de la fuerza de atracción entre las moléculas del adsorbato y el material adsorbente, las fuerzas de atracción son de tipo Van der Waals sobre las superficies del material adsorbente generando también energía, misma que es inferior a la energía que se genera en la formación de enlaces químicos. Este fenómeno es considerado como exotérmico y la energía liberada es adsorbida por la superficie en forma de vibraciones.

2.4.7. Quimisorción

Según Cabrejas (1987) y Universidad de Valencia (2013) es conocida también como adsorción química, en este tipo de adsorción al momento que se genera la atracción entre los adsorbatos y el material adsorbente lo hacen a través de la formación o ruptura de enlaces químicos fuertes los cuales liberan energía en el transcurso del proceso. Es un fenómeno que se da de manera espontánea y específico dispuesto por la afinidad entre iones y moléculas. Es considerado de tipo exotérmico al igual que la fisisorción.

2.4.8. Electrones, protones y neutrones

Según Millikan (1945), Garritz (2011) y Donoso (2017) son partículas consideradas como subatómicas que conforman un átomo, a su vez estas

partículas poseen carga eléctrica específica distribuida de la siguiente manera: los electrones son las partículas con carga eléctrica negativa que se encuentran orbitando alrededor del núcleo, su masa es de $9,1 \times 10^{-28}$ g; los protones son las partículas con carga eléctrica positiva que se encuentran en el núcleo, su masa es de $1,67 \times 10^{-24}$ g; los neutrones son las partículas eléctricamente neutras que se encuentran en el núcleo, su masa es un poco mayor a la de los protones.

2.4.9. Átomos

Según Eisberg, Resnick, & Cota Araiza (1994), Van Melsen (2004) y Raviolo (2011) son conocidos como las partículas más pequeñas de un elemento, es la menor porción de la materia la cual puede asociarse para formar una molécula. El tamaño de un átomo es del orden de 10^{-10} m y generalmente se nombran con respecto al elemento que los constituyen, por ejemplo átomo de hierro (Fe), átomo de sodio (Na), etc. Los átomos poseen una estructura circular y está conformada por 3 elementos (electrones, protones y neutrones) que están dispuestos conformando un núcleo o rodeando el mismo. Algunos gases como el hidrógeno (H_2), nitrógeno (N_2), oxígeno (O_2), el ozono (O_3) y algunos de los elementos halógenos de la tabla periódica como el flúor (F_2), el cloro (Cl_2), el bromo (Br_2), el yodo (I_2); son los únicos que se encuentran conformados naturalmente como partículas diatómicas o triatómicas.

2.4.10. Ión

Según Baragiola, Alonso, Ferron, & Oliva-Florio (1979), Sinniah & Piers (2001) y Raviolo (2011), se denomina ión a un átomo o conjunto de átomos que poseen cargas eléctricas en cada sección del mismo; estos pueden perder o ganar electrones y es allí cuando se les denominan iones. Cuatro son las categorías en las que se pueden clasificar los iones: dependiendo de las cargas encontramos dos subclasificaciones como cationes y aniones; dependiendo de la cantidad de átomos que conformen el ion encontramos dos subclasificaciones los monoatómicos y los poliatómicos.

2.4.11. Molécula

Según Primo Yúfera (1995) y Borrás (2007) es la agrupación de átomos unidos entre sí químicamente por medio de enlaces covalentes, esta formación de enlaces surge debido al compartir de electrones entre los átomos que conforman

la molécula por tanto su carga eléctrica es considerada neutra. Debido al tamaño de la molécula se clasifican en: moléculas discretas mismas que se encuentran formados por un número definido de átomos, y las macromoléculas que se encuentran formados por un sin número de átomos. Conocer las formas de las moléculas resulta mucha importancia puesto que esta tiene la capacidad de otorgar propiedades a la sustancia siendo algunas de ellas el estado físico, la solubilidad, etc. La energía de las moléculas puede ser cuantificada a través de la determinación de la energía cinética sea por el movimiento rotacional o de vibración, y la energía electromagnético.

2.4.12. Cationes y Aniones

Según Guevara (2012), son iones que poseen cargas eléctricas específicas que depende de la disposición de los electrones de cada átomo; es decir al momento que el átomo cede un electrón de su estructura a otro átomo este queda cargado positivamente y se considera catión; en caso contrario si el átomo recibe, gana o acepta un electrón de otro átomo este queda cargado negativamente y se considera anión; cuando se pierde o gana electrones se genera atracción electroestática entre los iones positivos y negativos que son atraídas entre si desarrollando un compuesto iónico.

2.4.13. Sales metálicas

Según Primo Yúfera (1995) y Chang (2011) Son compuestos formados por un ión metálico positivo llamado también catión que desplaza uno o más iones de hidrógeno de un ácido, o un ión metálico negativo llamado también anión que desplaza uno o dos iones de grupos hidroxilos de una base. El número de oxidación está relacionada directamente con las cargas que presentan los iones, y suelen clasificarse en sales binarias mismas que están formadas por dos átomos diferentes, de igual manera se hallan sales poliatómicas las que están conformadas por tres o más elementos.

2.4.14. Ácidos

Según Campoamor (2007), son sustancias conformadas por uno o varios átomos que tienen la capacidad de proveer de sus protones a otros átomos formando enlaces covalentes; los ácidos presentan características específicas como la de ser corrosiva, tienden a disolver otras sustancias dependiendo del

grado de acidez, en presencia de metales desprenden H_2 y pierden estas propiedades al estar en presencias con bases. Para la determinación del grado de acidez se verifica en el potenciómetro que proporciona un valor numérico entre 1 y 6, conociendo el grado de acidez, la carga eléctrica, el tamaño atómico y la disociación en presencia del agua se pueden clasificar en ácidos fuertes o ácido débiles.

2.4.15. Bases

Según Campoamor (2007) al igual que los ácidos, las bases son sustancias conformadas por átomos que tienen la capacidad de receptar los protones de otros átomos formando enlaces covalentes; las bases presentan características específicas como el no ser corrosiva, tienden a precipitar las sustancias disueltas por los ácidos y disuelven las grasas, estas pierden sus propiedades al estar en presencias con ácidos. Para la determinación del grado de basicidad se verifica en el potenciómetro que proporciona un valor numérico entre 8 y 14.

2.4.16. pH

Según González (2011) Es el medidor que tiene un rango de 0 a 14, y otorga un número correspondiente a la acidez o basicidad de una sustancia, el valor de 7 es el grado considerado como neutral; si al someter a este análisis a una sustancia y el valor obtenido es inferior a 7 la sustancia es catalogada como acida, si el valor es superior a 7 se cataloga como básica. Para que este medidor de sustancias otorgue un valor lo hace midiendo la cantidad de iones de hidrogeno e hidróxidos presentes en la misma. A mayor concentración de iones de hidrogeno la acidez aumenta y a mayor concentración de iones de hidróxidos la basicidad aumenta.

2.4.17. Electrolitos

Según Kraft, Btaiche, Sacks, & Kudsk (2005) y Mg. Sc. Dra. Bustamante C. & Pardo Grover (2013) electrolito es un sólido hallado en disolución, que presenta iones libres, y gracias a estos permite la conducción de electricidad. Los electrolitos surgen de la disolución de polipéptidos, o sales disociadas en sus iones formando soluciones de ácidos y bases, y dependiendo de la carga eléctrica (positiva o negativa) y a la ionización que presentan se clasifican en fuertes o débiles; los electrolitos fuertes: estos al presentarse en estado sólido se encuentran ionizados por completo, es decir, al tratar de disolverlos solo se liberan los iones del solido que los mantenía fijos. Los débiles: se encuentran en disociación incompleta en el medio, y mantienen un equilibrio en iones y moléculas.

2.4.18. Filtro al vacío

Es un equipo que se utiliza para realizar el proceso de filtración o separación de sólidos y líquidos, en el que se hace pasar la mezcla mediante un medio poroso que retendrá los sólidos y permitirá el paso del líquido. La acción de aplicar succión de vacío tiene como fin acelerar la velocidad del proceso. Industrialmente existen los equipos: Filtro de Tambor a Vacío y Filtro de Banda a vacío. Sin embargo para montar un equipo de filtración al vacío a escala de laboratorio es necesario disponer de diferentes instrumentos entre estos prevalecen un matraz, el papel filtro que es el medio filtrante, embudo y bomba de succión o trompa de agua (Moretón Vázquez, 2008)

2.5. MARCO LEGAL

El desarrollo de este proyecto se basa en la replicación de la síntesis de la arcilla hydrotalcita, para su aplicación en el tratamiento de aguas aciduladas. En la evaluación del agua resultante de este tratamiento se realizan análisis para determinar si se encuentra dentro de los límites permisibles de iones sulfatos ($\text{SO}_4^{=}$) y Demanda Química de Oxígeno (DQO) para descarga o emisión a un medio específico (agua, aire y suelo) que se encuentran en las normas técnicas ecuatorianas de calidad ambiental.

En el Libro VI Anexo 1 de la Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes: recurso agua se analizaron los límites permisibles para $\text{SO}_4^{=}$ y DQO, indicando en la tabla 11 expresa los límites de descarga al sistema de alcantarillado público de 400 mg/l de $\text{SO}_4^{=}$ y 500 mg/l de DQO, en la tabla 12 donde se encuentran los límites de descarga a un cuerpo de agua dulce indica 1000 mg/l de $\text{SO}_4^{=}$ y 250 mg/l de DQO, sin embargo en la tabla 13 de descargas a un cuerpo de agua marina no presenta límites para $\text{SO}_4^{=}$, y el único compuesto de azufre que se encuentra en dicha tabla es el límite de sulfuros (S) que es de 0,5 mg/l y 250 mg/l de DQO. (Tabla 2)

En el Libro IV anexo 4 de la norma de calidad del aire ambiente, no presenta límites para $\text{SO}_4^{=}$ específicamente, se encuentra para dióxido de azufre (SO_2) indicando una cantidad permisible de $800 \mu\text{g}/\text{m}^3$. En el Libro VI anexo 2 de la norma de calidad ambiental del recurso suelo y criterios de remediación para

suelos contaminados, tampoco presenta límites para SO_4^{2-} pero si para azufre elemental (S_n) indicando una cantidad permisible de 250 mg/kg. (Tabla 2)

También se consideraron las siguientes normas legales:

Norma Técnica Ecuatoriana - Instituto Ecuatoriano de Normalización establece la NTE INEN 1526:1987. “Agua para baterías plomo-ácido”

En la norma técnica Ecuatoriana para Agua de baterías plomo-ácido indica los diferentes métodos de análisis para la determinación de varios parámetros tales como cloruros, conductividad, nitrógeno amoniacal, siendo el número tres el método para determinar los residuos sulfatados por calcinación, donde indica el instrumental y reactivos a utilizar, así como el procedimiento a seguir, y los cálculos para la determinación del resultado.

Guías para el Manejo Seguro y Gestión Ambiental de Sustancias Químicas Ministerio de Ambiente (2006) *“Guía para manejo seguro y gestión ambiental de ácido sulfúrico”*

Las Guías constituyen un instrumento de referencia para empresas, industrias y sectores afines, de manera que sus niveles de producción mantengan estándares de calidad y competitividad, sin detrimento del ambiente y la salud humana.

Una guía de manejo seguro y gestión ambiental para 25 sustancias químicas seleccionadas se exponen a lo largo de los apartados incluyendo las posibles afectaciones que la sustancia puede generar en el ser humano, la biota y los sistemas limnológicos.

En el capítulo IV correspondiente al ácido sulfúrico se detalla las alteraciones en la biota al sobrepasar límites permisibles de esta sustancia en medios tales como aire, suelo y cuerpos hídricos; esta guía para manejo seguro de sustancias químicas nos indica que Cualquier concentración mayor de 1200 mg/l se considera letal para peces; concentraciones mayores de 6300 mg/l causa la muerte en el transcurso de 24 horas.

Recurso	Norma ecuatoriana	N# de Tabla	Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Agua	Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes: recurso agua Libro VI Anexo 1	Tabla 11: Límites de descarga al sistema de alcantarillado público	Sulfatos	SO_4^-	mg/l	400
			Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	500
		Tabla 12: Límites de descarga a un cuerpo de agua dulce	Sulfatos	SO_4^-	mg/l	1000
			Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	250
		Tabla 13: Límites de descarga a un cuerpo de agua marina	Sulfuros	S	mg/l	0,5
			Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	250
Aire	Norma ecuatoriana de calidad del aire Libro VI Anexo 4	Tabla1: Concentraciones de contaminantes criterio que definen los niveles de alerta, de alarma y de emergencia en la calidad del aire	Dióxido de Azufre	SO_2	$\mu g/m^3$	Concentración promedio en veinticuatro horas: 800
Suelo	Norma de calidad ambiental del recurso suelo y criterios de remediación para suelos contaminados Libro VI Anexo 2	Tabla 2: Criterios de Calidad de Suelo	Azufre (elemental)	S_n	mg/kg	250

Tabla 2. Cuadro de Norma Técnica Ecuatoriana para compuestos de azufre y demanda química de oxígeno.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1. Método de Investigación

3.1.1. Método lógico - deductivo

En el presente trabajo de investigación se aplica el método lógico – deductivo, el cual consiste en ir de lo general a lo particular, es decir que las conclusiones planteadas se encuentran sobreentendidas en las premisas y son consecuencias de estas, ayudando a demostrar la veracidad de una ley o algún principio en el que se basa la investigación (Hernández Sampieri, 2014).

El fundamento de este trabajo es la Hydrotalcita, que consiste en apilamiento de láminas cargadas positivamente gracias a los cationes presentes en dicha estructura que a su vez alberga aniones en los espacios interlaminares (Miyata & Hiros, 1978), por este principio remover los compuestos sulfurosos y se consigue un agua potable o con límites permisibles (Rosano-Ortega et al., 2013).

3.2. Tipo de Investigación

3.2.1. Investigación descriptiva

El fin de este tipo de investigación es aclarar un tema de estudio a través de palabras, mencionando las diferentes características que se encuentren a lo largo del trabajo, de esta manera se documentará los procesos que se desarrollen o empleen en el proceso de obtención de HT.

La obtención de estos datos permitirán promover nuevos estudios, documentar nuevos hallazgos y servirán como herramienta para otros tipos de investigaciones (Niño Rojas, 2011). Como es el caso de este trabajo que describe el comportamiento de la Hydrotalcita en aguas aciduladas, encontrando nuevas particularidades a partir de la réplica de una patente aprobada y reconocida.

3.2.2. Investigación experimental

Esta forma de estudio consiste en comprobar o ratificar una verdad, por medio de pruebas de carácter experimental manipulando diferentes parámetros en

condiciones controladas, para luego observar los resultados obtenidos. Se consideran dos tipos de experimentación: la de laboratorio, y la que se realiza en campo (Cerdeja Gutierrez, 2000).

En este caso para realizar la réplica de la patente se realiza trabajos en el laboratorio utilizando muestras reales tomadas en campo, llevadas a concentraciones que permitan ser manejadas como un piloto, permitiendo de esta manera poner en práctica los conocimientos adquiridos a lo largo de la carrera de Ingeniería Química.

3.2.3. Investigación bibliográfica

Según (Hernández Sampieri) por lo general hay ciertas ideas que son leves o vagas, y en la investigación es necesario que se traduzcan en problemas precisos y controlados, pero para esto es imprescindible una revisión bibliográfica y la organización de las mismas.

Al redactar, buscar y analizar suficiente información confiable de libros y revistas de reconocidas editoriales, permitirán citar, comparar y controlar la metodología aplicada, las técnicas y variantes que pueden generarse en el desarrollo de este estudio frente a los hallazgos de este tema en particular realizado por otros autores.

3.3. Diseño experimental de la investigación.

El diseño de la experimentación se fundamenta en las variables de la investigación cimentadas también en el tipo de investigación que se desarrolló (Tabla 3).

La independencia de la variable radica en versatilidad que se puede efectuar en misma para alcanzar de diversas maneras un objetivo, por tanto el proceso de replicación de la hydrotalcita pudo adaptarse a las condiciones y posibilidades de los laboratorios permitiendo comprobar y demostrar la validez de la técnica aplicada

Los indicadores que permiten controlar el proceso de replicación son los niveles de acidez de las aguas tratadas con la hydrotalcita que debe mantenerse neutral es decir a un pH de 7, los niveles de DQO como lo indica la Norma de calidad ambiental, no deben sobrepasar los 250 mg/L en concentración y para las

aguas de descargas a un cuerpo de agua marina no presenta límites para iones sulfatos (SO_4^{2-}), el único compuesto de azufre que se encuentra en dicha tabla es el límite de sulfuros (S) que corresponde a 0,5 mg/l.

Para dar validez a la experimentación desarrollada se analizaron dos tipos de muestras para evidenciar si ambas se estaban o no dentro de los límites de control ya mencionados. Para la selección de las dos muestras analizadas se realizaron pruebas de laboratorio donde se comprobó la variación del pH al tratar un volumen específico de agua ácida con el material arcilloso hydrotalcita, por tanto se requirió que el pH del agua tratada alcance la neutralidad (pH 7) al aplicar una mínima cantidad de hydrotalcita, estas muestras se denominaron muestra A y muestra B correspondientemente. De igual manera se realizó un tratamiento a las aguas aciduladas para baterías y se simuló soluciones de aguas ácidas al 2% en concentración de ácido sulfúrico para evidenciar la variación del pH.

Tabla 3. *Diseño experimental de la investigación.*

Variables	Indicadores
	Proceso de replicación de Hydrotalcitas
	Técnica y equipos de síntesis de hydrotalcitas
	Técnica de activación de las hydrotalcitas
Variable independiente (Manipulable)	Masa de reactivos (gr)
	Temperaturas (°C)
	Tiempo de síntesis (min)
	Velocidad de agitación (rpm)
	Reducción de niveles de ácido sulfúrico en aguas residuales
Variable dependiente (Control)	pH (7)
	DQO (mg/L)
	Presencia de iones sulfato (mg/L)
Variable externas	Volumen de muestra de agua acidulada de baterías usadas a tratar con hydrotalcita (ml)
	Volumen de muestra de agua acidulada para baterías a tratar con hydrotalcita (ml)
	Volumen de muestra de agua de la llave con ácido sulfúrico al 2 % con Hydrotalcita (ml)
	Temperatura de activación de las Hydrotalcitas para el tratamiento (°C)
	Masa de Hydrotalcita para el tratamiento (gr)

3.4. Técnica

A continuación se detalla textualmente la metodología aplicada por (Rosano, 2010) en su patente para el desarrollo del material arcilloso tipo hydrotalcita, la misma que se trató de ensayar textualmente en las instalaciones del Instituto Nacional de Pesca (INP), en el laboratorio Químico de Aguas.

3.4.1. Fórmula

Fórmula empleada para determinar la proporción correcta de Hidróxido de magnesio $Mg(OH)_2$ en la síntesis de las HT (Fórmula 1):

Fórmula (1)
$$x = \frac{Al^{3+}}{Al^{3+} + Mg^{2+}}$$

x = Relación molar entre sulfato de aluminio e Hidróxido de magnesio

Al^{3+} = ión ALuminio obtenido en base a las concentraciones molares de Al

Mg^{2+} = ión ALuminio obtenido en base a las concentraciones molares de Mg

3.4.2. Síntesis de Compuesto tipo Hydrotalcita: Patente WO 2010/008262 AL, [7-8] (Rosano)

Descripción de las fases para la elaboración de la HT DE LA patente antes mencionada (Anexo 1).

Fase 1

En un reactor de aluminio con capacidad de 2 litros se agregaron 500 mililitros de una composición que contiene sulfato de aluminio (9.7 g/L), sulfato férrico (4.7 g/L), sulfato de calcio (2.3 g/L), sulfato de magnesio (20.0 g/L), sílice coloidal (0.3 g/L), y densidad de 1.1 g/cm³ a temperaturas propuestas de 25, 45 ó 65°C.

Fase 2

En base a las concentraciones molares de Mg y Al, se realizaron los cálculos para determinar la cantidad de $Mg(OH)_2$ necesaria para cumplir con la relación molar deseada $x = \frac{Al^{3+}}{Al^{3+} + Mg^{2+}}$ una vez conocida la cantidad de $Mg(OH)_2$ requerida; se adicionó, gradualmente, el $Mg(OH)_2$ como una suspensión al 20% de sólidos y verificó el pH de la solución.

Fase 3

La mezcla se mantuvo en agitación durante un tiempo aproximado de 5 minutos a una velocidad moderada (600-800 rpm) que permitiera mantener la mezcla homogénea. Se adicionó NaOH al 20% de sólidos hasta alcanzar un pH de 7.

El pH de la solución fue monitoreado de forma constante. La suspensión siempre se mantuvo en agitación para permitir un correcto mezclado.

Fase 4

Una vez ajustado el pH, se agregó 400 mililitros de solución de Na_2CO_3 desde 3.2, 15, 20, u 32 % y se dejó homogeneizar la mezcla. La suspensión se mantuvo en agitación continua a temperatura constante ($T = 25, 45, \text{ ó } 65\text{ °C}$) por el periodo de tiempo deseado (15 min, 30 min, 1, 2, 3, 5, 8 ó 10 horas). El pH se monitoreó a cada hora.

Fase 5

Al término del tiempo de agitación, se prosiguió inmediatamente a filtrar a vacío la suspensión final.

Fase 6

Una vez completamente filtrada la torta húmeda obtenida, se lavó al vacío con agua de una dureza aproximada de 150 a 250 ppm. Se exprimió la torta al vacío con la finalidad de extraer el mayor líquido posible.

Para hacer posible el lavado al vacío, se utiliza el mismo equipo de filtración al vacío, procediendo a lavar la torta que se quedó en el medio filtrante o papel filtro, regando sobre ella el agua dura, luego se repite el mismo proceso de filtro al vacío.

Fase 7

Para finalizar, ésta se colocó en una charola y se puso al horno de circulación forzada a $80\text{-}100\text{ °C}$ hasta sequedad.

Se recolectó la muestra seca y se pesó en una balanza analítica.

Fase 8

Posteriormente, se muele en el molino RETSCH, hasta obtener un tamaño de partícula aproximadamente de 25 μm . Finalmente se envasa la muestra en frascos de plástico para su posterior caracterización, uso y evaluación.

3.3.3. Actividad adsorbente de las HT

Para la evaluación del compuesto de HT sintetizado se desarrolla una solución patrón que consiste en una mezcla al 2% de ácido sulfúrico en agua de potabilizada.

Las HT se activan a través de un tratamiento térmico de 500 °C por alrededor de 3 h. en un reactor Pyrex con fondo cóncavo y tapa, se agregaron de forma independiente de 100mg de la arcilla activada y 20ml de la solución patrón; una vez desarrollada la mezcla se mantiene en agitación continua por 1h.

La mezcla se lleva a centrifugación para generar la separación de la arcilla de HT presente en el agua, recuperando el sobrenadante para la realización de análisis posteriores tales como; la determinación de la concentración de los iones sulfatos y la dureza.

El proceso de la replicación del material arcilloso tipo hydrotalcita, al igual que el proceso de activación de las mismas para su posterior aplicación en el tratamiento de aguas acidas se ven ligadas al cumplimiento de los objetivos específicos planteados en este proyecto de investigación.

Las bases metodológicas ya mencionadas corresponden a la metodología detallada en la patente de (Rosano,2010), las mismas que adaptamos a las condiciones de los laboratorios.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1. Replicado de la Hydrotalcita

Al ser una variable independiente que está ligada directamente al cumplimiento del primer objetivo específico, el proceso de la replicación del material arcilloso tipo hydrotalcita expuesto en la patente fue adaptado y modificado a la disposición de equipos y materiales hallados en los laboratorios, por tanto resulta pertinente mencionar el procedimiento aplicado en este proyecto.

La síntesis del material tipo HT se llevó a cabo en las instalaciones del Instituto Nacional de Pesca (INP), en el laboratorio Químico de Aguas, por tres semanas consecutivas, alcanzando la cantidad aproximada de 140 gramos para el proceso.

Los materiales y equipos fueron facilitados por la Quim. Patricia Macías, responsable del laboratorio Químico de Aguas del INP; los reactivos fueron facilitados de la bodega de Reactivos Químicos de la Facultad de Ingeniería Química y el Proyecto FCI 0018 (Anexo 2).

4.1.1. Desarrollo experimental

Para la replicación del material arcilloso tipo hydrotalcita correspondiente a lo indicado en el primer objetivo específico de esta investigación, se siguió la metodología expuesta en (Rosano, 2010), adaptada a las condiciones y posibilidades de los laboratorios del Instituto Nacional de Pesca (INP).

Elaboración Soluciones (Figura 3)

Solución 1

Para la preparación de 500 ml de la solución se requieren de los reactivos detallados a continuación en la siguiente proporción (Fórmula 2):

$$\text{Fórmula (2)} \quad ml * \frac{g}{l} * \frac{l}{1000ml}$$

$$500 \text{ ml} * \frac{9,7 \text{ g Al}_2(\text{SO}_4)_3}{l} * \frac{1l}{1000ml} = 4,85 \text{ g Al}_2(\text{SO}_4)_3$$

$$500 \text{ ml} * \frac{4,7 \text{ g Fe}_2(\text{SO}_4)_3}{l} * \frac{1l}{1000ml} = 2,35 \text{ g Fe}_2(\text{SO}_4)_3$$

$$500 \text{ ml} * \frac{2,3 \text{ g CaSO}_4}{l} * \frac{1l}{1000ml} = 1,15 \text{ g CaSO}_4$$

$$500 \text{ ml} * \frac{20,0 \text{ g MgSO}_4}{l} * \frac{1l}{1000ml} = 10 \text{ g MgSO}_4$$

$$500 \text{ ml} * \frac{0,3 \text{ g SiO}_2}{l} * \frac{1l}{1000ml} = 0,15 \text{ g SiO}_2$$

Solución 2 - Solución de Hidróxido de sodio NaOH

Solución reguladora del pH para la mezcla, ajustando la misma a 7 (neutralidad). La solución al 20% de hidróxido de sodio es adicionada poco a poco sin sobrepasar el nivel de pH ya mencionado, y para su elaboración se requieren de 20 g de NaOH en 100 ml de agua destilada.

Solución 3 - Solución de Hidróxido de magnesio Mg(OH)₂

Conociendo la Fórmula 1 (Rosano) y la relación molar entre el sulfato de aluminio e hidróxido de magnesio, se calcula la proporción de este reactivo dispuesto en solución al 20% que se añade a la solución 1.

$$\text{Fórmula (1)} \quad x = \frac{Al^{3+}}{Al^{3+} + Mg^{2+}}$$

$$PM \text{ Al} = 26,9815 \frac{g}{mol}$$

$$PM \text{ Mg} = 24,3050 \frac{g}{mol}$$

$$PM \text{ Mg(OH)}_2 = 58,3195 \frac{g}{mol}$$

Sulfato de aluminio $Al_2(\text{SO}_4)_3 \gg Al_2$

Sulfato de magnesio $(\text{MgSO}_4) \gg \text{Mg}$

$$Al_2 = \left(26,9815 \frac{g}{mol} \right) * 2$$

$$Mg = \left(24,3050 \frac{g}{mol} \right) * 1$$

$$x = \frac{53,963}{53,963 + 24,305}$$

$$x = 0,6894 \text{ moles}$$

$$0,6894 \text{ moles } Mg(OH)_2 * \frac{58,3195g \text{ } Mg(OH)_2}{mol \text{ } Mg(OH)_2} = 40,20 \text{ g } Mg(OH)_2$$

La solución al 20 % consta de 40,20 g $Mg(OH)_2$ en 200 ml de agua destilada.

Solución 4- solución de Carbonato de sodio (Na_2CO_3)

La solución al 3,2 % consta de 12,8 g de Na_2CO_3 en 400 ml de agua destilada.

Solución 5 - Agua dura o solución de Carbonato de calcio ($CaCO_3$)

El agua dura se caracteriza por la presencia de sales en su composición, para su elaboración es necesario tener como materia prima carbonato de Calcio, y agua destilada. Es preciso indicar que las ppm son los mg de una sustancia en un kilogramo de disolución o un litro de agua, debido a que su densidad es uno (Rodríguez Zamora, 2009). Con la fórmula mg/l para determinar la concentración de ppm, realizando los cálculos se determina la cantidad de g a utilizar para obtener 200 ppm (Fórmula 3).

$$\text{Fórmula (3)} \quad \frac{mg}{l} = ppm$$

$$\frac{mg}{2l} = 200 \text{ ppm}$$

$$1L * 200 \text{ ppm} = 200 \text{ mg} \text{ ó } 0,2 \text{ g de } CaCO_3$$

Se procede a disolver 200 mg de Carbonato de Calcio en 1 litros de agua y se obtiene agua con dureza de 200 ppm.

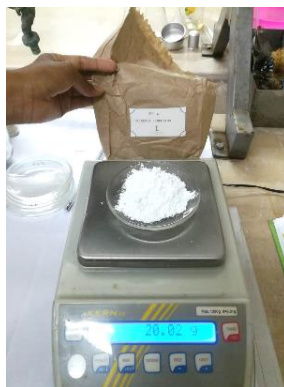
Figura 3. *Peso y preparación de las soluciones (1-5) para la HT.*



1. Insumos de laboratorio.



2. Peso de reactivos para soluciones.



3. Peso de 40 g hidróxido de magnesio.



4. Disolución de reactivos.

Síntesis de Hydrotalcita

Se prepararon tres arcillas de HT mediante las siguientes fases adaptadas de Rosano. (Tabla 4 y Figura 4).

Fase 1

En un recipiente con capacidad de 3 litros se adicionó la solución 1, para determinar las proporciones de cada reactivo, previo a la elaboración de esta solución, fueron calculados los gramos específicos como se detalla en la elaboración de la solución 1, luego fueron pesados en la balanza marca *KERN ACJ 220-4M*, a una temperatura de 25 °C.

Fase 2

Se ha realizado los cálculos que se detallan en la elaboración de solución 3, con esto se ha logrado conocer la cantidad de $Mg(OH)_2$ requerida, se agregó 1 ml de solución al recipiente que contiene la solución 1 y se verificó el pH utilizando tiritas medidoras de pH.

Fase 3

La mezcla se ha mantenido en agitación continua a una velocidad moderada que ha permitido que se mantenga homogénea, en un agitador magnético marca *Thermolune modelo Cimarec*. Mientras estaba en agitación se adiciona la solución 2 ya antes elaborada.

El pH de la solución fue monitoreado de forma constante utilizando tiritas medidoras de pH. La suspensión siempre se mantuvo en agitación para permitir un correcto mezclado.

Fase 4

Se ha logrado mantener la mezcla con un pH de 7, y se agregó 400 mililitros de solución de Na_2CO_3 , con proporciones detalladas en la elaboración de solución 4, una vez agregada la solución 4 al recipiente que se encuentra en agitación se dejó homogeneizar la mezcla. La mezcla permaneció en agitación durante una hora y media; el pH fue monitoreado cada hora.

Fase 5

Una vez culminado el tiempo de agitación se procede inmediatamente a realizar la filtración al vacío de esta suspensión final, con la bomba de succión marca *GE Motors & Industrial Systems*, se obtuvo una torta como producto final.

Fase 6

Se realizó el mismo proceso de filtración, y se ha logrado extraer la mayor cantidad de líquido. Para este procedimiento se utilizó el mismo equipo de filtración al vacío con la bomba de succión marca *GE Motors & Industrial Systems*.

Fase 7

Una vez obtenida la torta filtrada y lavada, se la colocó en una cápsula de porcelana y se la llevó a un proceso de secado en la estufa marca *MEMMERT* a 80 °C durante 24 horas, se obtuvo una arcilla seca, cuyo peso en experimentación fue de 56, 48 y 44 g, durante el filtrado al vacío se perdieron algunos gramos.

Fase 8

Finalmente, con un mortero se molió la arcilla hasta obtener un tamaño de partícula que pase por el tamiz de 177 μm . Se envasó la muestra en un frasco de polietileno con tapa rosca para su posterior caracterización, uso y evaluación.

Tabla 4. Descripción del proceso experimental a seguir en el proyecto.

Temperatura de síntesis	Masa de Reactivos	Tipo de muestra	Masa de HT	Volumen muestra	Tiempo de agitación	Velocidad de rotación				
25 °C Temperatura Ambiente	Sulfato de aluminio (4,86 gr)	Agua acidulada de baterías usadas	100 mg	20 ml	1 h	1500 rpm				
	Sulfato férrico (2,34 gr)									
	Sulfato de calcio (1,04 gr)									
	Sulfato de magnesio (10 gr)	Agua acidulada para baterías sin uso								
	Sílice coloidal (0,15 gr)	Agua acidulada sintetizada al 2%								
	Hidróxido de magnesio (40 gr)									
	Carbonato de Calcio (0,2 gr)									
	Carbonato de sodio (12,8 gr)									

Figura 4. Fases de 1 - 8 para la elaboración de la arcilla de HT.



1. Agitación constante de la solución 1.



2. Adición de la solución de hidróxido de magnesio.



3. Regulación de pH con solución de hidróxido de sodio.



4. Adición de la solución de carbonato de sodio.



5. Agitación constante por 1 h 30 min.



6. Filtración al vacío.



7. Torta de arcilla de HT húmeda.



8. Torta de arcilla de HT seca.



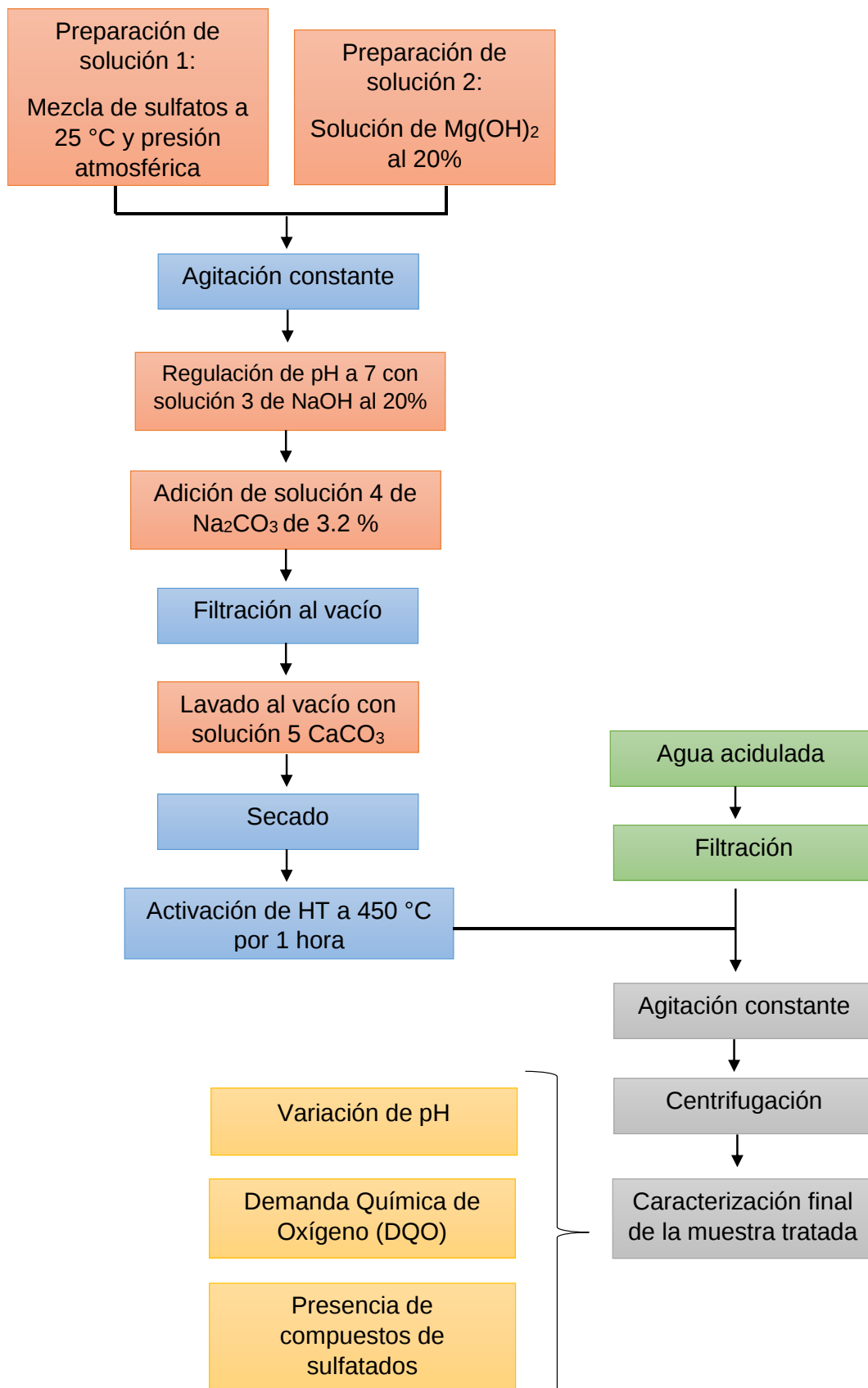
9. Trituración y molido de la torta seca.

A continuación en la siguiente tabla se detallan las variantes experimentales que se aplicaron en las aguas aciduladas obtenidas de las baterías (Tabla 5).

Tabla 5. Condiciones aplicadas para síntesis de hydrotalcita a partir de (Rosano)* y elaboración propia.**

Variables	Condiciones *	Condiciones seleccionadas en este proyecto **
Equipo de Mezclado	Reactor de aluminio (2 lt)	Botella de reactivo de vidrio transparente y boca estrecha con tapón de vidrio (2 lt) y agitador magnético.
Temperaturas propuestas para la Solución 1 (mezcla de sulfatos)	25 °C ó 45 °C ó 60 °C	25 °C
Velocidad de mezclado	600 – 800 rpm	700 rpm
Concentración de la solución de Na ₂ CO ₃ (Solución 4)	3,2 % ó 15 % ó 20% ó 30%	3,2 %
Temperatura de mezclado	25 °C ó 45 °C ó 60 °C	25 °C
Tiempo de mezclado	15 min ó 30 min ó 1 h ó 2 h ó 3 h	1 h 30 min
Concentración de solución de CaCO ₃ (solución 5)	150 – 250 ppm	200 ppm
Temperatura de secado de torta filtrada de HT	80 – 100 °C	80 °C
Tamaño de partícula después del molido	25 um	177 um

4.1.2. Diagrama de flujo del proceso



4.2. Tratamiento del agua acidulada con HT

Para demostrar la funcionalidad de la HT, se adaptó la técnica para la aplicación de esta arcilla en el tratamiento de las aguas de baterías provenientes de los submarinos de la Armada del Ecuador, tal como se indica en el segundo objetivo específico de esta investigación

4.2.1. Selección de la muestra de agua acidulada

La muestra de agua acidulada seleccionada debe ser filtrada al vacío para la eliminación de cualquier residuo sólido. La muestra debe ser caracterizada al inicio y al final del proceso de tratamiento, para evidenciar si existe la remoción de los compuestos de azufre, la demanda química de oxígeno (DQO) y la variación del pH (Figura 5).

Figura 5. Extracción y tratamiento del agua acidulada de baterías.



4.2.2. Tratamiento de la muestra de agua acida con material sintetizado.

Para la realización de las pruebas de adsorción, la arcilla de HT fue sometida a un proceso previo denominado “activación” que consistió en un tratamiento térmico a 450 °C

por 1 h, logrando eliminar de la estructura los radicales de carbonatos y sulfatos presentes.

La eliminación de los radicales se da a través de la formación de gases, tales como dióxido de carbono CO_2 y dióxido de azufre SO_2 , dejando así un espacio interlaminar vacío, el cual será saturado con los radicales ya presentes en las muestras de agua a tratar (Rosano-Ortega et al., 2013).

Para el tratamiento se realiza una mezcla de 0,1 g de HT activada y 20 ml de agua acidulada a tratar, la mezcla se mantiene en agitación constante por 1 hora, para después ser sometida a centrifugación, separando la arcilla saturada y el sobrenadante (Figura 6).

Determinación experimental para la neutralización

Según Nebot et al (2011) las HT al llegar los 200 °C hasta los 450 °C se eliminan de la estructura los carbonatos y sulfatos, superando dichas temperaturas el material pierde sus propiedades; para resguardar sus propiedades en la primera experimentación realizada, la temperatura empleada para la activación de las HT fue de 300 °C por 1 hora y 30 minutos alcanzando los siguientes resultados dispuestos en la Tabla 6.

Tabla 6. Tratamiento de las muestras de aguas aciduladas con HT activadas a 300 °C.

Tipo de muestra	Volumen de agua destilada	Masa de HT	Volumen de muestra	Exotérmica	Emisión de gases	Disolución de HT	pH
Agua acidulada de baterías usadas	-	0,1 g	20 ml	Si	Si	Total	0-1
	15 ml	0,5 g	-	No	No	No	11
	-	0,5 g	10 ml	Si	Si	Total	0-1
	15 ml	0,5 g	5 ml	Si	Si	Total	0-1
	15 ml	0,5 g	10 ml	Si	Si	Total	0-1
	15 ml	0,5 g	15 ml	Si	Si	Total	0-1
Agua acidulada para baterías sin uso	-	0,1 g	20 ml	Si	Si	Total	1
	15 ml	0,5 g	-	No	No	No	11
	-	0,5 g	10 ml	Si	Si	Total	0-1
	15 ml	0,5 g	5 ml	Si	Si	Parcial	0-1
	15 ml	0,5 g	10 ml	Si	Si	Parcial	0-1
	15 ml	0,5 g	15 ml	Si	Si	Total	0-1

Al probar la HT activada a 300 °C en las proporciones que especifica Rosano en su patente los resultados no fueron favorables, pues el pH se mantuvo en 0 - 1 generando una reacción exotérmica, liberando gases y con una dilución total del material agregado; por tanto al tener dichos resultados se diluyeron ambas muestras como se detalla en la tabla 5, sin evidenciar variantes en el pH. Se prosiguió a una nueva experimentación, las HT se activaron a 450 °C por 1 h y se obtuvieron los siguientes resultados detallados en la tabla 7.

Por evidenciarse una reacción exotérmica y liberadora de gases al agregar la HT en agua acidulada de baterías usadas, se realizaron disoluciones del agua acidulada para baterías sin uso con la finalidad de evitar las emisiones de gases al mezclar ambos materiales para efectuar pruebas con las HT activadas.

Tabla 7. Tratamiento de las diluciones de aguas aciduladas con HT activadas a 450 °C.

Tipo de muestra	Volumen de muestra	Volumen de agua destilada	Masa de HT	Exotérmica	Emisión de gases	Disolución de HT	pH
Agua acidulada para baterías sin uso	10 ml	10 ml	-	-	-	-	0-1
	10 ml	10 ml	0,1 g	No	No	Parcial	6
	10 ml	10 ml	0,2 g	No	No	Precipitado	8-9
	20 ml	10 ml	0,2 g	No	No	Precipitado	7
	30 ml	10 ml	0,2 g	Si	Si	Total	5
Tipo de muestra	Volumen de muestra	Volumen de agua de llave	Masa de HT	Exotérmica	Emisión de gases	Disolución de HT	pH
Agua acidulada para baterías sin uso	10 ml	10 ml	-	-	-	-	0-1
	10 ml	10 ml	0,1 g	No	No	Total	5
	20 ml	10 ml	0,1 g	No	No	Total	4
	20 ml	10 ml	0,2 g	No	No	Precipitado	6-7
	30 ml	10 ml	0,2 g	Si	Si	Total	5

Se evidenció que las emisiones de gases se redujeron, al igual que la reacción exotérmica que se generaba. El pH de la solución sintetizada inicialmente no varió se encontraba en un rango de 0 -1, al duplicar la porción de HT el pH subió hasta 8 y 9 para el agua acidulada para baterías sin uso diluidas en agua destilada, mientras que para el agua acidulada para baterías sin uso diluidas en agua de llave el pH se mantuvo en 6 y 7 formando un precipitado en ambas.

Siguiendo la patente de Rosano, se realizaron las pruebas en la sorbona de gases con las debidas proporciones, al no evidenciarse cambios se procede a agregar las HT gradualmente obteniendo los resultados expuestos en la tabla 8.

Tabla 8. Tratamiento de las muestras de aguas aciduladas con HT activadas a 450 °C en proporciones expuestas por Rosano.

Tipo de muestra	Volumen de muestra	Masa de HT	Exotérmica	Emisión de gases	Disolución de HT	pH
Agua acidulada de baterías usadas	20 ml	0,1 g	Si	Si	Total	1
		0,2 g	Si	Si	Total	1
		0,3 g	Si	Si	Total	1
		0,4 g	Si	Si	Total	1
		0,5 g	Si	Si	Total	1
		0,6 g	Si	Si	Total	1
		0,7 g	Si	Si	Total	1
		0,8 g	Si	Si	Total	1
		0,9 g	Si	Si	Total	1-2
		1,0 g	Si	Si	Total	1-2
		2,0 g	Si	Si	Total	2
		3,0 g	Si	Si	Total	2
		4,0 g	Si	Si	Total	3
		5,0 g	Si	Si	Total	3
Agua acidulada para baterías sin uso	20 ml	0,1 g	No	No	Total	1
		0,2 g	No	No	Parcial	2
		0,3 g	Si	Si	Precipitado	7-8
		0,4 g	No	No	Precipitado	8-9

Al tratar las muestras de agua acidulada para baterías sin uso se obtuvieron los resultados esperados, se alcanzó la alcalinidad del agua acidulada a un pH de 7-8-9 que inicialmente se encontraba en 1, sin embargo para el agua acidulada de baterías usadas no hubieron grandes cambios pues el pH se mantuvo en 3 incluso al añadir de 5 gramos de las HT activadas.

Al obtener estos resultados en las aguas aciduladas para baterías sin uso se experimentó con las mismas proporciones a mayores dimensiones. Las muestras de agua acidulada para baterías sin uso según sus especificaciones tienen una concentración del 2% de ácido sulfúrico en agua destilada.

Por tanto a nivel de laboratorio se desarrolló una solución de ácido sulfúrico en agua de llave a la misma concentración de las aguas aciduladas para baterías sin uso. A continuación en la tabla 9 se detallan los resultados obtenidos.

Tabla 9. Tratamiento de las muestras de aguas aciduladas con HT activadas a 450 °C en mayores dimensiones.

Tipo de muestra	Volumen de muestra	Masa de HT	Exotérmica	Emisión de gases	Disolución de HT	pH
Agua acidulada para baterías sin uso	200 ml	3 g	No	No	Precipitado	7-8
Muestra A						
Tipo de muestra	Volumen de muestra	Masa de HT	Exotérmica	Emisión de gases	Disolución de HT	pH
Agua de llave con ácido sulfúrico al 2 %	200 ml	1 g	Si	No	Total	0-1
		2 g	Si	No	Total	0-1
		3 g	Si	No	Total	2-3
		4 g	Si	No	Total	2-3
		5 g	Si	Si	Parcial	4-5
		6 g	Si	Si	Parcial	6-7
		7 g	Si	Si	Precipitado	7-8
Muestra B						

En ambos tratamientos se obtuvieron resultados del pH que se mantuvo en 7 y 8, al sobrepasar las condiciones expuestas por Rosano. Se logró neutralizar o alcalinizar dos soluciones que en el inicio era ácida (Grafica 1). Las muestras detalladas en la tabla 9 son las muestras en las que se realizaron análisis externos para determinar si se logró o no remover los niveles de iones sulfatos pertenecientes al ácido sulfúrico al igual de los niveles de DQO.

A continuación se detalla una tabla comparativa entre las condiciones aplicadas por Rosano en su patente y las condiciones que se emplearon en este proyecto de titulación (Tabla 10).

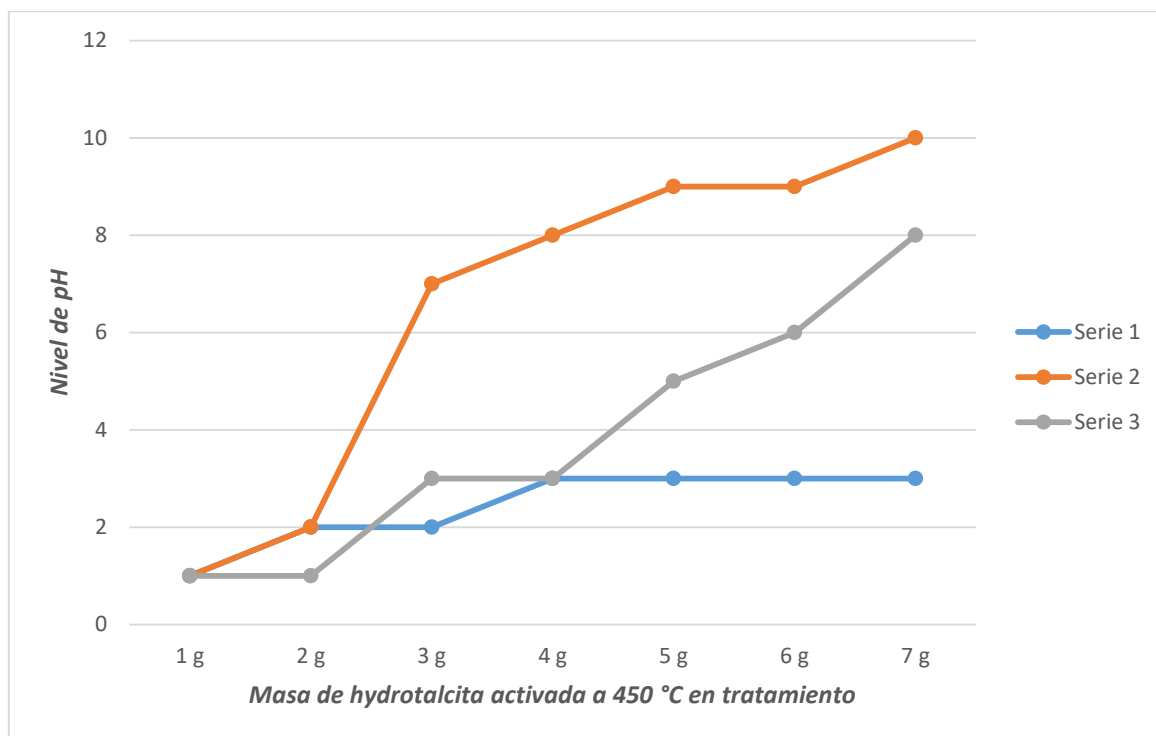
Tabla 10. Condiciones aplicadas para el tratamiento de la muestra de agua con ácido con material sintetizado a partir de (Rosano)* y elaboración propia.**

Variables	Condiciones *	Condiciones seleccionadas en este proyecto **
Temperatura de tratamiento	500 °C	450 °C
Tiempo de tratamiento térmico	3 h	1 h
Tiempo de agitación	No mencionado	1 h
Masa de arcilla	100 mg	3 g
Volumen de muestra	20 ml	200 ml

Figura 6. Pasos para el tratamiento del agua acidulada con la arcilla de HT.



Gráfica 1. Comparación del avance para la neutralización de las muestras con hydrotalcita activada 450 °C.



En la gráfica se detallan los resultados de las experimentaciones realizadas a un volumen de muestra correspondiente a 200 ml.

La serie 1 que se evidencia en la gráfica corresponde a la muestra de agua acidulada de baterías usadas la que notablemente no alcanzo la neutralidad del agua acida que inicialmente se hallaba en un nivel de pH de 1.

La serie 2 corresponde a la Muestra A que es agua acidulada para baterías sin uso, en ella se genera un aumento exponencial del nivel de pH siendo así que al añadir 3 gramos de la arcilla hydrotalcita activada a 450°C el pH a alcanzado la neutralización de la muestra, evidentemente si se añade más hydrotalcita el pH de la muestra se vuelve alcalina pH 10.

La serie 3 corresponde a la muestra B que es una solución sintetizada en el laboratorio que consta de agua de llave y ácido sulfúrico al 2%, en ella la neutralización se alcanzó de manera progresiva, la neutralización se alcanzó al añadir 7 gramos de la arcilla hydrotalcita activada a 450°C.

4.3. Análisis de laboratorios

Los análisis de demanda química de oxígeno (D.Q.O.) e iones sulfatos fueron aplicados a las muestras de aguas tratadas con las HT activadas a 450 °C. Estos parámetros se determinaron en el Laboratorio de Aguas, Petróleo y Medio Ambiente, EP Ingeniería Química (Anexo 3).

4.3.1. Análisis de la Demanda Química de Oxígeno (D.Q.O.)

Los análisis de la demanda química de oxígeno se realizaron con el método 5220D PEE/UCC/LA/03, dando como resultado no detectable.

4.3.2. Análisis de presencia de iones sulfatos

Los análisis desarrollados en los Laboratorio de Aguas, Petróleo y Medio Ambiente, EP Ingeniería Química, se realizaron en comparación con los límites máximos permisibles en aguas tratadas para su descarga en cuerpos de aguas marinas, al tratarse de submarinos de la Armada del Ecuador.

En la distintas tablas hallados en el Anexo 1 de la Normativa de calidad ambiental y descarga de efluentes: recurso agua libro IV, se detallan las características que deben tener las aguas para ser descargadas en los sistemas de alcantarillado público (Tabla 11), en cuerpos de agua dulce (Tabla 12) y cuerpos de agua marina (Tabla 13); y los límites de referencia que se tomaron para hacer la comparación corresponden a la tabla 13 de dicha Normativa.

Los resultados de los análisis para detectar la presencia de iones sulfatos se desarrolló siguiendo el método 5220 PEE/UCC/LA/03, y nos indica que en la muestra A (muestra de agua acidulada de batería sin uso tratada con hydrotalcita) y la muestra B (muestra de agua de llave mas ácido sulfúrico al 2 % tratada con hydrotalcita) reflejaron la presencia de 14600 mg/l y 17000 mg/l de iones sulfato (SO_4^{-2}) correspondientemente, sin embargo en la tabla 13 de la Normativa no presenta límites para iones sulfatos (SO_4^{--}), el único compuesto de azufre que se encuentra en dicha tabla es el límite de sulfuros (S) que es de 0,5 mg/l.

Mientras que para medir los niveles de DQO para las muestras A y B resultaron indetectables frente a un límite permisible que oscila entre 250 y 400 mg/l según la tabla 13 de la Normativa, el método aplicado para la determinación de este parámetro fue 8051 HACH. Los resultados pertinentes se exponen en la tabla 11.

Tabla 11. Análisis de D.Q.O. e iones sulfatos en muestras de agua acidulada tratada con arcilla Hydrotalcita

Parámetros	Expresado como	Unidad	Agua acidulada de batería sin uso tratada con hydrotalcita Muestra A	Agua de llave más ácido sulfúrico al 2 % tratada con hydrotalcita Muestra B	Límites Máximos Permisibles	Método
Demanda Química de Oxígeno	D.Q.O.	mg/l	No detectable	No detectable	400	5220 PEE/UCC /LA/03
Sulfatos	SO_4^{-2}	mg/l	14600	17000	-	8051 HACH

Al comparar los análisis realizados en el laboratorio de Aguas, Petróleo y Medio Ambiente, EP Ingeniería Química, con los límites permisibles expuestos en la Norma Nacional de calidad ambiental y de descarga de efluentes en cuerpos de agua marina se determina que el agua tratada con hydrotalcita cumple con los parámetros de DQO e iones sulfatos, al resultar que los niveles de DQO en estas aguas son indetectables mientras que para los iones sulfatos la normativa no especifica limitaciones. Con respecto a los límites de descarga de SO_4^- al sistema de alcantarillado público que es de 400 mg/l de SO_4^- y de los límites de descarga a un cuerpo de agua dulce 1000 mg/l de SO_4^- , se determina que el agua tratada con Hydrotalcita no cumple con los niveles de SO_4^- permisibles en la Norma.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

5.1. Conclusiones

Se replicó la arcilla tipo hydrotalcita (material de acción específica), y para esto fue necesario conocer la correcta proporción de los reactivos para que la acción sea eficaz; más específicamente los reactivos de hidróxido de magnesio $Mg(OH)_2$ frente al sulfato de aluminio $Al_2(SO_4)_3$; pues estos reactivos ocupan mayor espacio a nivel estructural y de estos depende la acción específica del material.

La metodología aplicada en este proyecto permitió obtener la arcilla de hydrotalcita con características propias de este material en el tamaño de la partícula, en grado de humedad y en la temperatura de síntesis; a pesar de que la metodología propuesta en la patente haya sido modificada y adaptada a las condiciones de los laboratorios del Instituto Nacional de Pesca (INP), en el laboratorio Químico de Aguas.

Se aplicó este material tipo hydrotalcita en diferentes muestras de agua acidulada: de batería usada proveniente de los submarinos de la Armada del Ecuador, agua acidulada sin uso, y agua acidulada preparada según la patente.

Para su posterior aplicación en aguas ácidas la temperatura de activación fue manejada con precaución de no exceder los límites que podrían deteriorar el material de manera irreversible y fue determinada a 450 °C con la cual se logró alcanzar la neutralización de las muestras (pH 7), la temperatura se estableció en forma experimental y de igual manera se estableció las óptimas proporciones de masa de hydrotalcita y volumen de muestra de agua ácida.

Se evaluó el nivel de remoción del ácido sulfúrico en las aguas ácidas de acuerdo al campo de invención de la patente en prueba, que se relaciona con un proceso para la remoción de compuestos tipo sulfuros en aguas sulfurosas, y un método para potabilización de aguas sulfurosas. A través de la disociación de la molécula del ácido por acción del material arcilloso se logró demostrar que el pH del agua de llave con ácido sulfúrico cambió, pero que la cantidad de iones sulfatos no es la óptima para descargas en cuerpos de agua dulce, y en el caso de descargas a un cuerpo de agua marina no hay normas establecidas.

Discusión

De acuerdo con Rossano la temperatura a utilizarse para la optimización de la Hydrotalcita ocurre a 500 °C durante tres horas, 0,1 g de Hydrotalcita activada demandó el tratamiento de las aguas aciduladas y alcanzar su neutralización (ph 7); mientras que en el proceso de experimentación se añadió 0,3 g para la neutralización, se comprende que esto pudo haber ocurrido porque, no se utilizó un reactor, y el máximo tamaño logrado fue de 177 um, pero la activación se logró a 450°C, durante una hora. Reichle, y Nebot, señalan que el tiempo y la temperatura de la cristalización influyen en el tamaño de la partícula.

5.2. Recomendaciones

Manejo y prevención de las muestras de la ARMADA del Ecuador

Las aguas aciduladas se originan al realizarse cambios en las 4 baterías que poseen los submarinos, mismas que cuentan con 120 celdas por cada una de las baterías, cada celda esta inmersas en el agua acidulada. A continuación se exponen recomendaciones para el manejo de las muestras y las prevenciones que deben tomarse al manejar las mismas.

Se revisa las tuberías, recipientes, instrumentos y equipos a utilizar antes de la toma de muestra, verificando que estén en óptimas condiciones y en el caso de los recipientes que contienen agua acidulada, estos deben estar correctamente sellados previniendo posibles derrames.

Para proceder al muestreo es necesario tener la autorización correspondiente para el ingreso a las instalaciones y para la toma de muestras.

La maniobra de transferencia del líquido se la realiza con la correcta protección de manos, ojos, piel y cuerpo, utilizando guantes de protección resistentes al ácido, gafas de seguridad y correcta ropa de trabajo (buzo y botas).

En el caso de haber salpicaduras durante la manipulación se procede a lavar la piel con agua y jabón.

Los envases que contiene la solución son de polietileno que resiste la corrosión del líquido ácido, incluye una tapa resistente y guardada en posición vertical evitando derrames.

El envase en el que se encuentra la muestra es etiquetada con su respectivo nombre y las debidas especificaciones, evitando ser confundida con otras.

No es correcto manipular ni almacenar con agua o productos que puedan presentar reacciones peligrosas con el ácido sulfúrico.

Se debe evitar el calentamiento a altas temperaturas, contacto con fuego o alguna fuente de ignición, debido a que a más de 340 °C esta solución electrolítica desprende gases tóxicos (óxidos de azufre). (Quimipur, S.L.U).

Para el tratamiento de aguas residuales de baterías

Es necesario realizar una caracterización previa a las mismas para conocer la composición y determinar su posible tratamiento. Las aguas residuales de las baterías de los submarinos tienen un alto contenido de ácido sulfúrico pero se desconoce la concentración de dicho ácido, por tanto al realizar el tratamiento con hydrotalcita (material sintetizado en los laboratorios), no fue posible determinar la cantidad de la arcilla que debía agregarse para alcanzar la neutralización del agua.

Para la síntesis de hydrotalcita es necesario que se cumpla con todas las especificaciones expuestas en la patente, los resultados obtenidos en esta investigación son producto de las variantes experimentales que adoptamos por las condiciones y posibilidades de materiales, equipos y reactivos.

Teóricamente las aguas residuales de baterías de submarinos constan de un 27 a 45% de ácido sulfúrico por lo tanto para el tratamiento de estas aguas consideramos que es necesario la síntesis de mayor cantidad de hydrotalcita en posteriores experimentaciones.

Se recomienda realizar ensayos en proporciones pequeñas de hydrotalcita y agua acidulada para observar las características que se presentan durante la reacción como emisión de gases, color, reconocer si la reacción es endotérmica o exotérmica, de esta manera tomar las medidas de prevención al momento de hacer la experimentación con grandes cantidades de arcilla y agua residual.

5.3. Bibliografía

- Andreae, M. O. (1985). The Biogeochemical Cycling of Sulfur and Nitrogen in the Remote Atmosphere. *The Netherlands*, 5–25.
- Arun K Manna & Swapan K Pati. (2009). Tuning the Electronic Structure of Graphene by Molecular Charge Transfer: A Computational Study. *Chemistry An Asian Journal*, 4(6).
- Baragiola, R. A., Alonso, E. V., Ferron, J., & Oliva-Florio, A. (1979). *Ion-induced electron emission from clean metals*. 90(2), 240–255.
- Barceló, L., & López de Alda, M. (2008). *Contaminación y calidad química del agua: el problema de los contaminantes emergentes*. Convenio Universidad de Sevilla-Ministerio de Medio Ambiente , Instituto de Investigaciones Químicas y Ambientales-CSIC . Barcelona: Fundación Nueva Cultura del Agua.
- Bayu Wiyantokoa, Puji Kurniawatia, Tri Esti Purbaningtiasa, Is Fatimahb. (2014). Synthesis and Characterization of Hydrotalcite at Different Mg/Al. *Elsevier*. doi:10.1016/j.proche.2015.12.115
- Bennett, R., & Hulbert, M. (1986). *Clay Microstructure*. D. Reidel Publishing Company.
- Bigg, E. K., Gras, J. L., & Evans, C. (1984). Origin of Aitken particles in remote regions of the Southern Hemisphere. *Journal of Atmospheric Chemistry*, 1(2), 203–214. <https://doi.org/10.1007/BF00053841>
- Borrás, J. J. (2007). *Enlace Químico y Estructura de la Materia*.
- Brenton, S. (2015). *New Generation Submarine Battery Electrodes Using A Tin-Lead Grid Alloy*. Thesis submitted for the degree of Master of Engineering Science, University of Adelaide, School of Chemical Engineering, Adelaide.
- Bruna González, F. (2010). *Aplicación de hidrotalcitas como adsorbentes para la reducción de la contaminación por plaguicidas de aguas y suelos*. Universidad de Córdoba.
- Cabrejas, M. (1987). *Determinación de superficies específicas de metales soportados mediante quimisorción selectiva*.

- Campoamor, C. (2007). Química 2. In *I.E.S Getafe* (pp. 1–16). Madrid.
- Canfield, D. E., Kristensen, E., & Thamdrup, B. (2007). The Sulfur Cycle. *Advances in Marine Biology*, 48(C), 313–381. [https://doi.org/10.1016/S0065-2881\(05\)48009-8](https://doi.org/10.1016/S0065-2881(05)48009-8)
- Cantle, J. . (1982). Atomic Absorption Spectrometry. *Elsevier Scientific Publishing Company*, 5, 384–390.
- Castro, J., & Díaz, M. (Julio-Septiembre de 2004). La contaminación por pilas y baterías en México. *Gaceta ecológica*(72), 53-74.
- Catti, M., Hull, S., Pavese, A., & Ferraris, G. (1995). Static compression and H disorder in brucite, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, to 11 GPa: a powder neutron diffraction study. *Physics and Chemistry of Minerals*, 22(3), 200–206.
- Cavani, F., Trifirò, F., & Vaccari, A. (1991). Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications. *Metron*, 11(2), 173–301. <https://doi.org/10.1007/BF03263563>
- CCA. (2016). *Manejo ambientalmente adecuado de baterías de plomo-ácido usadas en América del Norte: directrices técnicas*. Informe de proyecto, Comisión para la Cooperación Ambiental, Montreal. Recuperado el 1 de Septiembre de 2019
- Cerda Gutierrez, H. (2000). *Los elementos de la investigación*. (E. e. Ltda, Ed.) Quito, Ecuador.
- Chang, R. (2011). *Química*.
- Charlson, R. J., Anderson, T. L., & McDuff, R. E. (1992). The Sulfur Cycle. In *International Geophysics* (Vol. 50). [https://doi.org/10.1016/S0074-6142\(08\)62696-0](https://doi.org/10.1016/S0074-6142(08)62696-0)
- Choy, J.-H., Choi, S.-J., Oh, J.-M., & Park, T. (2007). Clay minerals and layered double hydroxides for novel biological applications. *Applied Clay Science*, 36, 122–132. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2006.07.007>
- Crepaldi, E. L., Pavan, P. C., & Valim, J. B. (2000). Comparative Study of the Coprecipitation Methods for the Preparation of Layered Double Hydroxides.

Journal of the Brazilian Chemical Society, 11(1), 64–70.

<https://doi.org/10.1590/S0103-50532000000100012>

- De Martino, A., Iorio, M., Prenzler, P. D., Ryan, D., Oiedb, H. K., & Arienzo, M. (2015). Adsorption of phenols from olive oil waste waters on layered double hydroxide, hydroxyaluminium–iron-co-precipitate and hydroxyaluminium–iron–montmorillonite complex. *Applied Clay Science*, 80–81, 154–161.
- Del Hoyo, C. (2007). Layered double hydroxides and human health. *Applied Clay Science*, 36 (1-3), 103–121. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2006.06.010>
- Donoso, J. (2017). Estructura Atómica. In *Características de electrones protones y neutroneses*.
- Dwight-Dana, C., Salisbury-Dana, E., Palache, C., & Berman, H. (1973). *Dana's system of mineralogy* (Septima; John Wiley & Sons, Ed.).
- Eisberg, R., Resnick, R., & Cota Araiza, L. (1994). *Física cuántica: átomos, moléculas, sólidos, núcleos y partículas*.
- Eurometales S.A. de C.V. (2009). *Planta de reciclaje de baterías ácido-plomo y de materiales conc ontenido de plomo*. Municipio de Arteaga, Coahuila de Zaragoza: SEINTBA S.C- servicio de ecología integral.
- Feitknecht, W., & Gerber, M. (1942). Zur Kenntnis der Doppelhydroxyde und basischen Doppelsalze III. Über Magnesium- Aluminiumdoppelhydroxyd. *Helvetica Chimica Acta*, 25(1).
<https://doi.org/https://doi.org/10.1002/hlca.19420250115>
- Garcia, E. (2018). *Desarrollo sustentable y medio ambiente*. Mexico.
- Garritz, A. (2011). Química Universitaria. In *El modelo atómico nuclear* (pp. 74–80).
- González, C. (2011). *Monitoreo de la Calidad del Agua*.
- González, M. A., Trócoli, R., Pavlovic, I., Barriga, C., & La Mantia, F. (2016). Capturing Cd(II) and Pb(II) from contaminated water sources by electro-deposition on hydrotalcite-like compounds. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 18(3), 1838–1845. <https://doi.org/10.1039/c5cp05235a>

- Grim, R. E. (1968). *Clay mineralogy*. <https://doi.org/10.1126/science.135.3507.890>
- Guevara, C. A. (2012). Iones : Cationes y Aniones. *Universidad Virtual Del Estado de Guanajuato*, (Li), 1–7. Retrieved from <http://roa.uveg.edu.mx/repositorio/bachillerato/170/IonesCationesyAniones.pdf>
- Haraguchi, A. (2007). *Effect of sulfuric acid discharge on river water chemistry in peat swamp forests in central Kalimantan, Indonesia*. Indonesia: The Japanese Society of Limnology. doi:DOI 10.1007/s10201-007-0206-4
- Harrould Kolieb, E., & Savitz, J. (Junio de 2009). Acidificación: ¿Cómo afecta el CO₂ a los océanos? *Oceana*, 2, 1-29.
- Hernández Sampieri, R. (2014). *Metodología de la investigación* (sexta ed.). México: McGraw-hill/interamericana editores, S.A. De C.V.
- Houri, B., Legrouri, A., Barroug, A., Forano, C., & Besse, J. P. (1998). Use of the ionexchange properties of layered double hydroxides for water purification. *Collection of Czechoslovak Chemical Communications*, 63(5), 732–740. <https://doi.org/10.1135/cccc19980732>
- Huertos, G. (1990). Recursos Minerales de España. In J. García & G. y J. Martínez (Eds.), *Arcillas* (pp. 23–25).
- INEN. (2012). *Norma técnica Ecuatoriana - Agua para baterías plomo-ácido. Métodos de ensayo*. (I. E. Normalización, Ed.) Quito, Ecuador.
- Kraft, M. D., Btaiche, I. F., Sacks, G. S., & Kudsk, K. A. (2005). Treatment of electrolyte disorders in adult patients in the intensive care unit. *CLINICAL REVIEW*, 62.
- Laverde, L. G. (2008). *Diseño y Construcción de un Sistema de Enfriamiento para Activación de Baterías utilizadas en Submarinos de la Armada Nacional del Ecuador*. Tesis de grado, Escuela Superior Politécnica del Litoral, Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción, Guayaquil. Recuperado el 24 de Septiembre de 2019
- Lazo, J., Navarro, A., Sun-Kou, M., & Llanos, B. (2002). Synthesis and characterization of organophilic clays and their use as adsorbents for phenol.

- Sociedad Química Del Perú*, 74, 2002.
- Li, F., Wang, Y., Yang, Q., Evans, D. G., Forano, C., & Duan, X. (2005). Study on adsorption of glyphosate (N-phosphonomethyl glycine) pesticide on MgAl-layered double hydroxides in aqueous solution. *J Hazard Mater*, 125, 89–95.
- Lopez, T., Bosch, P., Ramos, E., Gomez, R., Novaro, O., Acosta, D., & Figueras, F. (1996). Synthesis and characterization of sol-gel hydrotalcites. Structure and texture. *Langmuir*, 12(1), 189–192. <https://doi.org/10.1021/la940703s>
- M. Sánchez-Cantú, L. M. Pérez-Díaz, M. E. Hernández-Torres, D. Cruz-González, N. T.-O. (2009). MOX, un método sencillo y económicamente viable para la obtención de la hidrotalcita. *Superficies y Vacío*, 22(3), 1–5.
- Martínez, J. M. (1990). *Adsorción física de gases y vapores por carbones* (U. de A. S. de P. Publicaciones, Ed.).
- Mg. Sc. Dra. Bustamante C., G., & Pardo Grover, C. (2013). Electrolitos. *Revista de Actualización Clínica*, 39, 2017–2022. Retrieved from <http://www.revistasbolivianas.org.bo/pdf/raci/v39/v39a01.pdf>
- Millikan, R. A. (1945). *Electrones (+ y-), protones, fotones, neutrones y rayos cósmicos* (Carlos E. Prelat y Eva Iribarne, Ed.).
- Ministerio de Ambiente. (2006). Guías para manejo seguro y Gestión Ambiental de 25 Sustancias Químicas. In *Guía para manejo seguro y gestión ambiental de 25 sustancias químicas*. <https://doi.org/10.1089/chi.2016.0185>
- Ministerio del Ambiente. (s.f.). Título V - Reglamento para la prevención y control de la contaminación por desechos peligrosos. En *Libro VI de la Calidad Ambiental*. Ecuador.
- Miyata, S., & Hiros, T. (1978). Adsorption of N₂, O₂, CO₂ and H₂ on hydrotalcite-like system: Mg²⁺-Al³⁺-(Fe(CN)₆)₄⁻. *Clays & Clay Minerals*, 26, 441–447. <https://doi.org/10.1346/ccmn.1978.0260608>
- Moretón Vázquez, E. (2008). *Filtración de lodos industriales*. módulo de SGS-System certification ISO 9001:2000, Escuela de organización industrial EOI, Ingeniería Medioambiental y Gestión del Agua, madrid.

- Mukherjee, S. (2013). Clays and their Constituents – Definitions and a Brief Overview. *The Science of Clays*, 3–22. https://doi.org/10.1007/978-94-007-6683-9_1
- Naranjo Aguilar, F. (2010). El ácido de batería: un residuo peligroso sin entender. *Cegesti - éxito empresarial*(131).
- Nebot, I., Rives, V., Rocha, J., & Carda, J. B. (2011). Estudio de la descomposición térmica de compuestos tipo hidrotalcita. *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 41(4), 411–414. <https://doi.org/10.3989/cyv.2002.v41.i4.674>
- Niño Rojas, V. M. (2011). *Metodología de la Investigación*. Bogotá, Colombia: Ediciones de la U.
- Norma Técnica Ecuatoriana. (2014). Agua Potable. Requisitos. Nte Inen 1108. *Instituto Ecuatoriano de Normalización*, (5), 1–10. Retrieved from <http://normaspdf.inen.gob.ec/pdf/nte/1108-5.pdf>
- Novillo, M. (2014). *Determinación de la capacidad de recuperación de fosfatos en hidrotalcita de magnesio – aluminio en forma laminar a partir de agua residual*. UNIVERSIDAD TÉCNICA PARTICULAR DE LOJA.
- OMS. (2017). *Reciclaje de baterías de plomo-ácido usadas: consideraciones sanitarias*. Switerland.
- Otero, R. (2015). Aplicación de Hidrotalcita y Sólidos mesoporosos ordenados como adsorbentes de Herbicidas. Universidad de Córdoba, Córdoba.
- Park, I. Y., Kuroda, K., & Kato, C. (1990). Direct synthesis of intercalation compounds between a layered double hydroxide and an anionic dye. *Journal of the Chemical Society, Dalton Transactions*, (10), 3071–3074. <https://doi.org/10.1039/DT9900003071>
- Pavlovic, I., Barriga, C., Hermosín, M. C., Cornejo, J., & Ulibarri, M. A. (2005). Adsorption of acidic pesticides 2,4-D, Clopyralid and Picloram on calcined hydrotalcite. *Applied Clay Science*, 30, 125–133.
- Pilat, T., Grzeczka, G., & Polak, A. (2017). Online assessment of the lead - acid battery electrical capacity on submarines. *Diagnostyka*, 18(3), 69-75.

- Prikhod'ko, R. V., Sychev, M. V., Astrelin, I. M., Erdmann, K., Mangel, A., & Van Santen, R. A. (2001). Synthesis and structural transformations of hydrotalcite-like materials Mg-Al and Zn-Al. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 74(10), 1621–1626. <https://doi.org/10.1023/A:1014832530184>
- Primo Yúfera, E. (1995). *Química orgánica básica y aplicada: de la molécula a la industria* (U. P. de Valencia, Ed.).
- Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente. (2007). *Category of Alkyl sulfates, Alkane Sulfonates and α -Olefin Sulfonates. SIDS Initial Assessment Report for SIAM 25*. (October).
- Querejeta, N. (2019). *Efecto del vapor de agua en la adsorción de CO₂ postcombustión*. Universidad de Oviedo, Oviedo.
- Quimipur, S.L.U. (2012). *Ácido Sulfúrico baterías*. Ficha de datos de seguridad, Madrid.
- Ramírez, S. (2014). *Diagnóstico de la problemática ambiental causada por el desecho de las baterías del parque automotor del cantón Cuenca*. Tesis de Maestría en Gestión Ambiental, Universidad del Azuay, Gestión Ambiental, Cuenca, Ecuador.
- Raviolo, A. (2011). Las definiciones de conceptos químicos básicos en textos de secundaria. *Educación Química*, 19(4), 314. <https://doi.org/10.22201/fq.18708404e.2008.4.25850>
- Reichle, W. T. (1986). Synthesis of anionic clay minerals (mixed metal hydroxides, hydrotalcite). *Solid State Ionics*, 22(1), 135–141. [https://doi.org/10.1016/0167-2738\(86\)90067-6](https://doi.org/10.1016/0167-2738(86)90067-6)
- Rives, Carriazo, D., & Martín, C. (2010). *Pillared clays and related catalysts* (1st ed.; A. Gil, S. A. Korili, R. Trujillano, & M. A. Vicente, Eds.). <https://doi.org/10.1007/978-1-4419-6670-4>
- Rives, V., & Ulibarri, M. A. (1999). Layered double hydroxides (LDH) intercalated with metal coordination compounds and oxometalates. *Coordination Chemistry Reviews*, 181, 61–120. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0010-8545\(98\)00216-1](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0010-8545(98)00216-1)

- Rodríguez Zamora, J. (2009). Parámetros fisicoquímicos de dureza total en calcio y magnesio, pH, conductividad y temperatura del agua potable analizados en conjunto con las Asociaciones Administradoras del Acueducto, (ASADAS), de cada distrito de Grecia, cantón de Alajuela, noviembr. *Revista Pensamiento Actual*, 9(12-13), 125-134.
- Rojas, V., Pancha, J., Romero, V., & Nejer, J. (enero-junio de 2019). Análisis del electrolito del acumulador automotriz a diferentes temperaturas en condición de encendido. *INGENIUS. Revista de Ciencia y Tecnología*(21), 88-94. doi:10.17163/ings.n21.2019.09
- Rosano-Ortega, G., Lebrún, C. V., Oglesby, J. M. L., Gallegos, S. M., Cruz-González, D., & Armendariz, B. P. (2013). Green Cycle: Sulfate Sorption from Natural Water on Anionic Clay Compound Obtained from Industry Wastewater. *Green and Sustainable Chemistry*, 03(02), 48–55. <https://doi.org/10.4236/gsc.2013.32009>
- Rosano, G. (2010). WO 2010/008262 A1. México: Organización Mundial de la Propiedad Intelectual.
- 88-94. doi:10.17163/ings.n21.2019.09
- Secretariat of the Basel Convention. (2003). Technical guidelines for the environmentally sound management of waste lead-acid batteries. En UNEP (Ed.), *E.03.III.D.29*. Châtelaine, Switzerland.
- Sinniah, K., & Piers, K. (2001). Analysis of Ions in Pond Waters. *Journal of Chemical Education*.
- Standars Methods. (1992). *Continuous Hydride Generation/Atomic Absorption Spectrometric Method (PROPOSED)* (18th ed.).
- Tichit, D., & Coq, B. (2003). Catalysis by hydrotalcites and related materials. *Cattech*, 7, 206–217. <https://doi.org/10.1023/B:CATT.0000007166.65577.34>
- Tomohito Kameda, Jumpei Oba y Toshiaki Yoshioka. (2017). Simultaneous removal of Cl⁻ and SO₄²⁻ from seawater using Mg–Al oxide: kinetics and equilibrium studies. *Applied Water Science*. doi:10.1007/s13201-014-0224-4

- Toscana, A., & Hernández, P. D. J. (2017). Gestión de riesgos y desastres socioambientales. El caso de la mina Buenavista del cobre de Cananea. *Instituto de Geografía UNAM*, 14.
<https://doi.org/dx.doi.org/10.14350/rig.54770>
- Ulibarri, M. A., Pavlovic, I., Barriga, C., Hermosín, M. C., & Cornejo, J. (2001). Adsorption of anionic species on hydrotalcite-like compounds: Effect of interlayer anion and crystallinity. *Applied Clay Science*, 18(1–2), 17–27.
[https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(00\)00026-0](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(00)00026-0)
- United States Department of the interior. (June de 1998). Storage Battery Maintenance and principles. 3-6, 44-46.
- Universidad de Heredia. (2015). *Hoja de Seguridad MSDS*.
- Universidad de Valencia. (2013). Apuntes de Química Física Avanzada. In *Departamento de Química y física*. (p. 28). Retrieved from http://www.academia.edu/download/39329863/tema_7_parte_1_ads_completa.pdf
- Universidad Nacional Autónoma de México. (2016). *Diagnóstico Ambiental en la cuenca del Río Sonora afectada por el derrame del Represo Tinajas 1 de la Mina Buenavista del Cobre, Cananea, Sonora*. 1–57.
- Vaccari, A. (1999). Clays and catalysis. *Applied Clay Science*, 14(4), 161–198.
- Van Bokhoven, J. A., Roelofs, J. C. A. A., De Jong, K. P., & Koningsberger, D. C. (2001). Unique structural properties of the Mg-Al hydrotalcite solid base catalyst: An in situ study using Mg and Al K-edge XAFS during calcination and rehydration. *Chemistry - A European Journal*, 7(6), 1258–1265.
[https://doi.org/10.1002/1521-3765\(20010316\)7:6<1165::AID-CHEM1165>3.0.CO;2-3](https://doi.org/10.1002/1521-3765(20010316)7:6<1165::AID-CHEM1165>3.0.CO;2-3)
- van der Ven, L., van Gemert, M. L. M., Batenburg, L. F., Keern, J. J., Gielgens, L. H., Koster, T. P. M., & Fischer, H. R. (2003). The action of hydrotalcite-like clay materials as stabilizers in polyvinylchloride. *Appl Clay Sci*, 17(1–2), 25–24. [https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(00\)00002-8](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(00)00002-8)
- Van Melsen, A. (2004). *From atomos to atom: The history of the concept atom*.

- Vazquez, J. (2014). *Aplicación de materiales tipo hidrotalcita Ni-Al y Ni-Fe en la reacción de evolución de Oxígeno*. 65.
- Vizcaíno Mendoza, L., Fuentes Molina, N., & González Fragozo, H. (2017). Adsorción de plomo (II) en solución acuosa con tallos y hojas de *Eichhornia crassipes*. *Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica*, 20(2), 435–444. <https://doi.org/10.31910/rudca.v20.n2.2017.400>
- Wen, R., Yang, Z., Chen, H., Hu, Y., & Duan, J. a. (2015). Zn-Al-La hydrotalcite-like compounds as heating stabilizer in PVC resin. *Journal of Rare Earths*, 30, 895–902. [https://doi.org/10.1016/S1002-0721\(12\)60151-3](https://doi.org/10.1016/S1002-0721(12)60151-3)
- Werba, S. A. (2017). *INFORME AMBIENTAL RESUMEN WERBA S.A. Plantas Montevideo*.
- Wiyantoko, B., Kurniawati, P., Purbaningtiyas, T. E., & Fatimah, I. (2015). Synthesis and Characterization of Hydrotalcite at Different Mg/Al Molar Ratios. *Procedia Chemistry*, 17, 21–26. <https://doi.org/10.1016/j.proche.2015.12.115>
- Xiangyu, X., Jiang, L., Zhi, L., Jianqing, S., & Zhaofei, L. (2013). *Influence of the pore structure of Ce/MgAl hydrotalcite-derived mixed oxides on its SOx pick-up capacity*. Beijín, China: Chinese Science Bulletin. doi:10.1007/s11434-012-5552-x
- Xu, X. Y., Jiang, L., Lü, Z., Song, J. Q., & Li, Z. F. (2013). Influence of the pore structure of Ce/MgAl hydrotalcite-derived mixed oxides on its SOx pick-up capacity. *Chinese Science Bulletin*, 58(14), 1670–1674. <https://doi.org/10.1007/s11434-012-5552-x>
- Zaghouane-Boudiaf, H., Boutahala, M., Tiar, C., Arab, L., & Garin, F. (2013). Treatment of 2,4,5-trichlorophenol by MgAl–SDBS organo-layered double hydroxides: Kinetic and equilibrium studies. *Chem Eng*, 173, 36–41.
- Zhang, H., Pan, D., & Duan, X. (2015). Synthesis, Characterization, and Magnetically Controlled Release Behavior of Novel Core–Shell Structural Magnetic Ibuprofen-Intercalated LDH Nanohybrids. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113(28), 12140–12148. <https://doi.org/10.1021/jp901060v>

5.4. Anexos

Anexo 1. Patente WO 2010/008262 AL

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad Intelectual
Oficina Internacional

(43) Fecha de publicación internacional
21 de enero de 2010 (21.01.2010)

(10) Número de Publicación Internacional
WO 2010/008262 A1

(51) Clasificación Internacional de Patentes:
C02F 1/28 (2006.01) B01J 20/04 (2006.01)
B01J 20/02 (2006.01)

(21) Número de la solicitud internacional:
PCT/MX2008/000088

(22) Fecha de presentación internacional:
14 de julio de 2008 (14.07.2008)

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(71) Solicitante (para todos los Estados designados salvo US): UNIVERSIDAD POPULAR AUTÓNOMA DEL ESTADO DE PUEBLA, A. C. [MX/MX]; 21 sur No. 1105, Colonia Santiago, C. P. 72360 Puebla, Puebla, MX (MX).

(72) Inventores: i

(75) Inventores/Solicitantes (para US solamente): ROSANO ORTEGA, Genoveva [MX/MX]; Calle Centenario No. 24, Fraccionamiento Real del Monte, CP. 72060 Puebla, Puebla, MX (MX); PACHECO, GARCÍA, Prudencio Fidel [MX/MX]; Encinas uno No. 40-1, Santa María Tenexucilla, CP. 72840 San Andrés Cholula, Puebla, MX (MX).

(74) Mandatarios: ORTIZ BOZA, Aída; Calle Ciudad de Virgo No. 1000, Reserva Territorial Aikocayotl, CP. 72470 San Andrés Cholula, Puebla, MX (MX).

(81) Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección nacional admisible): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BI, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Estados designados (a menos que se indique otra cosa, para toda clase de protección regional admisible): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasiatika (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europea (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BI, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publicada:
— con informe de búsqueda internacional (Art. 21(3))

(54) Title: PROCESS FOR REMOVAL OF COMPOUNDS OF SULPHIDE TYPE IN SULPHUROUS WATERS

(54) Título: PROCESO PARA LA REMOCIÓN DE COMPUESTOS TIPO SULFURO EN AGUAS SULFUROAS

(57) Abstract: The present invention provides a method of synthesis of compounds of hydrotalcite type, compounds of hydrotalcite type, process for removal in water of compounds of sulphide type utilizing compounds of hydrotalcite type, processes for removal of anions in solution. The present invention is of great utility for technologies relating to purification of water and elimination of hazardous substances.

(57) Resumen: La presente invención proporciona un método de síntesis de compuestos tipo hidrotalcita, compuestos tipo hidrotalcita, un proceso para la remoción en agua de compuestos tipo sulfuro utilizando compuestos tipo hidrotalcita, procesos de remoción de aniones en solución. La presente invención es de gran utilidad para aquellas tecnologías relativas a la potabilización de agua, y a la eliminación de sustancias peligrosas.

Anexo 2. Materiales, reactivos y equipos empleados en la síntesis de la HT.

Materiales

- Equipos de protección personal: mascarilla, gafas, guantes, cofias y mandil.
- Botella de reactivo de vidrio transparente y boca estrecha con tapón de vidrio (2 lt)
- Probetas SUPERIOR GERMANY 250 ml 500 ml y 1000ml
- Botellas de laboratorio de vidrio BOECO GERMANY 100 ml, 200 ml, 500 ml y 1000 ml
- Matraz Kitasato RASO THERM 500 ml
- Embudo Buchner COORS USA 10 cm diámetro
- Tamiz RKI IKEMOTO INP equipo código 01211955 177 micras
- Pruebas de pH BDH VWR
- Pipeta LMS GERMANY 10 ml
- Capsula de porcelana COORS USA 15 cm diámetro
- Mortero de porcelana COORS USA
- Tubos de ensayo de vidrio 10 ml
- Embudo de vidrio
- Agitadores de vidrio
- Papel aluminio
- Papel filtro corrugado
- Espátulas

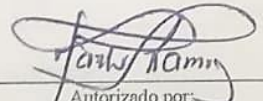
Reactivos

- Agua acidulada
- Sulfato de aluminio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$
- Sulfato férrico $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$
- Sulfato de calcio (CaSO_4)
- Sulfato de magnesio (MgSO_4)
- Sílice coloidal (SiO_2)
- Hidróxido de magnesio $\text{Mg}(\text{OH})_2$
- Carbonato de Calcio (CaCO_3)
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Carbonato de sodio (Na_2CO_3)

Equipos

- Balanza precisión KERN ACJ/ACS modelo 220-4M INP maquinaria y equipos serie WB12AB0131
- Agitador Magnético Thermolune modelo Cimarec 2 INP maquinaria y equipos código 01210030
- Bomba de succión GE Motors & Industrial Systems INP maquinaria y equipos código 01210293
- Estufa MEMMERT INP maquinaria y equipos código 01210013
- Mufla Thermolyne modelo 6000 FURNACE INP maquinaria y equipos código 01210012
- Sorbona LABCONCO PROTECTOR LABPRATORY HOOD INP maquinaria y equipos código 01210029
- Centrífuga ROLCO modelo 2036 INP maquinaria y equipos código 01210027

Anexo 3. Análisis de Muestras de Laboratorio

	 UNIDAD DE CONTROL DE CALIDAD LABORATORIOS AGUAS PETRÓLEO Y MEDIO AMBIENTE Facultad de Ingeniería Química Universidad de Guayaquil Cda. Universitaria Salvador Allende Teléfono: 2292949 - FAX: 2294772 Guayaquil - Ecuador	LABORATORIO DE ENSAYO ACREDITADO POR EL SAE CON ACREDITACIÓN N° OAE LE C 08-003					
INFORME DE ANALISIS FISICO - QUIMICO							
INFORME N°: LA / 029 / 20							
SOLICITADO POR: Madelaine Merchán Bravo / Adonis Malavé Gómez EMPRESA: - DIRECCIÓN: Bastión popular bloque 6 Mz 967 S10 Fecha de inicio de análisis: 2020 / 02 / 19 Fecha de culminación de análisis: 2020 / 02 / 20							
Fecha de recepción: 2020 / 02 / 19							
IDENTIFICACIÓN DE LOS ANÁLISIS TABULADOS							
A: MUESTRA AGUA RESIDUAL TRATADA N° 1. TIPO DE MUESTRA: PUNTUAL ⁽¹⁾ B: MUESTRA AGUA RESIDUAL TRATADA N° 2. FECHA DE MUESTREO: 2020 / 02 / 18 ⁽¹⁾							
Parámetros	Expresado como	Unidad	Resultados		incert. U (k=2)	Límites Máximos Permisibles⁽²⁾	Método
			A	B			
**Demanda Química de Oxígeno	D.Q.O.	mg/l	No detectable	No detectable	-	400	S220D PEE/UCC/LA/03
*Sulfatos	SO ₄ ⁻²	mg/l	14 600	17 000	-	-	8051 HACH
OBSERVACIONES: *Los ensayos marcados (*) NO están incluidos en el alcance de la Acreditación del SAE. **Rango de Acreditación: DQO: 100 - 900 mg/l. ⁽¹⁾ Dato proporcionado por el cliente. ⁽²⁾ No aplica.							
 Autorizado por: ING. MARLON RAMIREZ DIRECTOR TÉCNICO Fecha de emisión: 2020 / 03 / 03							
Los análisis fueron realizados de acuerdo al STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER, SEWAGE AND INDUSTRIAL WASTE. 23 RD EDITION							
* Los resultados obtenidos en este informe son exclusivos de la Muestra sometida a ensayo. Nota: * Queda prohibido la reproducción parcial o total de este informe sin previa autorización de esta Unidad.							

Anexo 4. Gestión con entidades públicas

INP (Instituto Nacional de Pesca)

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
COORDINACIÓN DE INVESTIGACIÓN



Guayaquil, 9 de enero del 2020

Señora Máster
Pilar Solís
Directora
Instituto Nacional de Pesca
Ciudad.-

En su despacho

Por medio del presente solicito a usted de la manera más comedida se sirva brindar el apoyo a los señores egresados de esta unidad académica **Adonis Alfredo Malavé Gómez** con **C.I 2450347519** y **Madelaine Estefany Merchán Bravo** con **C.I 0952241156** quienes están a cargo de la **Dra. Olga Quevedo Pinos** – tutora, en el desarrollo de su trabajo de titulación para obtener el título de **Ingeniero Químico**.

Por lo antes expuesto comunico a usted que para los logros del trabajo de titulación se requieren equipos del laboratorio químico de aguas tales como: mufia, molino, filtro al vacío, tamices, sorbona, entre otros.

Se adjunta cronograma de actividades para el desarrollo de este experimento en un tiempo de tres semanas.

Semanas	Fases	Descripción	UG	INP
Semana 1	Fase 1	Preparación de soluciones a emplear	x	
Semana 2	Fase 2,3 y 4	Mezcla de las sustancias bases en la síntesis de HT	x	
	Fase 5	Filtración al vacío		x
	Fase 6	Lavado al vacío		x
	Fase 7	Secado		x
Semana 3	Fase 8	Molido		x
	Pruebas	Uso de la HT en aguas aciduladas	x	
	Análisis			

Atentamente,

INSTITUTO NACIONAL DE PESCA
RECIBIDO
DIRECCIÓN GENERAL

10 ENE 2020

HORA: 09:11h20
FIRMA: Rosa Seminario

Dra. Sandra Ronquillo Castro
GESTOR DE INTEGRACIÓN CURRICULAR Y SEGUIMIENTO A GRADUADOS
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL

Cdla. Universitaria "Salvador Allende" Av. Delta s/n y Av. Kennedy

2 287072 / 0 284504

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
COORDINACIÓN DE INVESTIGACIÓN

Universidad de Guayaquil

Guayaquil, noviembre 15 de 2019
Oficio No. UG- DC 625-2019

Señor CPEG-EM
Oswaldo Mora Calero
Comandante
Armada del Ecuador
Ciudad

En su despacho

En atención al desarrollo de actividades relativas al desarrollo de proyectos de investigación a cargo de los egresados de Ingeniería Química de la Universidad de Guayaquil, con quienes mantuvo una reunión el 23 de septiembre del presente junto al Tnte. Wilmer Suarez, donde se trataron los temas que los egresados desarrollaran cumplo comunicándoles que se requiere facilitar reactivos y materiales para el éxito de la investigación.

Con estos antecedentes señor Comandante, en mi calidad de Decano de esta Facultad solicito a usted muy comedidamente, se sirva disponer la colaboración del Instituto Nacional Oceanográfico de la Armada con sus laboratorios, para que los egresados mencionados a continuación puedan lograr los objetivos de su propuesta de investigación.

Señores egresados:

- Merchan Bravo Madelaine Estefany con C. I. 0952241156, y
- Malave Gómez Adonis Alfredo C.I.: 2450347519,

Los estudiantes antes mencionados pertenecen al proceso de titulación CII 2019 – 2020, y requieren desarrollar su proyecto: Replicación de Hydrotalcita según patente "WO 2010/008262" para el tratamiento de agua acidulada de los submarinos de la Armada del Ecuador, el cual ya está aprobado por el Consejo de Facultad.

A continuación, se detalla los equipos y reactivos que se requiere se consulte su existencia dentro del INOCAR.

Síntesis de compuesto para tratamiento de aguas con trazas de ácido sulfúrico

Equipos

- Reactor aluminio con agitación (vol. 2 litros)
- Potenciómetro
- Filtro al vacío
- Lavado al vacío
- Horno de circulación forzada
- Balanza precisión
- Molino (25 μ m)
- Turbidímetro



Reactivos

Sulfato de aluminio (17 gramos - Laboratorio de cuantitativa)

Hidróxido de Magnesio 1 kilo

Sulfato férrico (10 gramos – Laboratorio de Síntesis)

Sulfato de calcio (5 gramos)

Sulfato de magnesio (33 gramos – Química Orgánica I)

Sílice coloidal (1,5 gramos – Laboratorio de Síntesis)

Carbonato de sodio solución: 3,2 15 20 (0,5 gramos – Química Orgánica I)

Por la atención que se sirva brindar a la presente comunicación quedo de usted muy agradecido.

Cordialmente

Ing. Carlos Muñoz Cajiao
Decano
Facultad de Ingeniería Química





ARMADA DEL ECUADOR
DIRECCION DE SEGURIDAD INTEGRADA



Oficio Nro. ARE-DIRSEG-DIR-2019-0251-O

Guayaquil, 24 de septiembre de 2019

Asunto: Solicitando autorización para ingreso de personal

Señor

Capitán de Fragata-EM Carlos Guzman Mata
COMANDANTE DEL COMANDO DE SUBMARINOS
Presente.-

De mi consideración:

Por medio del presente solicito se digne usted señor Comandante, autorizar y disponer a quien corresponda se autorice el ingreso a los Submarinos al siguiente personal de estudiantes egresados de la Facultad de Ing. Química de la Universidad de Guayaquil desde el día jueves 26 de septiembre hasta la culminación de levantamiento de información de línea base ambiental, que se detallarán a continuación, mencionado personal estará bajo supervisión de esta Dirección:

Ord/Nombres / Nro cedula

01 Madelaine Estefany Merchan Bravo 0962241156

02 Adonis Alfredo Malavé Gómez 2450347519

Las coordinaciones se realizarán con el sr TNNV-IG Suarez Vaca Wilmer numero celular: 0961600650.

Atentamente,
DIOS, PATRIA Y LIBERTAD

Oswaldo MORA CALERO
Capitán de Fragata-EM
DIRECTOR

WSV / J. RUGEL LUNA



Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador
Comando en Jefe Armada del Ecuador



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

“REPLICACIÓN DE HYDROTALCITA SEGÚN PATENTE “WO 2010/008262 AL” PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA ACIDULADA DE LOS SUBMARINOS DE LA ARMADA DEL ECUADOR”

Autores: Malavé Gómez Adonis Alfredo, Merchán Bravo Madelaine Estefany

Tutor: Dra. Olga Quevedo Pinos

RESUMEN

En el presente trabajo de investigación se replicó la arcilla de hydrotalcita siguiendo la patente “WO 2010/008262 AL” para el tratamiento de aguas aciduladas (ácido sulfúrico) resultantes del cambio de baterías en los submarinos de la Armada del Ecuador, con el objetivo de reducir los niveles de iones de sulfatos presentes, al igual que reducir los niveles de DQO para obtener agua apta para descargas en cuerpos hídricos. Para la replicación de este material la metodología fue ajustada a las condiciones y posibilidades de materiales, equipos, reactivos que presentan los laboratorios; al ser un material de acción específica resulta esencial las proporciones de los reactivos, por tanto de manera estequiometrica se determinó que la cantidad óptima de $Mg(OH)_2$ a agregar es de 40,2 g frente a los 4,86 g de $Al_2(SO_4)_3$ para la síntesis de las hydrotalcitas y a través del tratamiento de las aguas aciduladas se determinó que con 3 gramos de hydrotalcitas activadas a 450 °C se pueden neutralizar 200 ml de agua acidulada variando el pH de 0 – 1 a 7 – 8, con un DQO no detectable, e iones sulfatos entre 14600 – 17000 mg/l.

Palabras Claves: Hydrotalcita, agua, aciduladas, baterías, neutralidad.



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE TITULACIÓN**

“HYDROTALCITA REPLICATION ACCORDING TO PATENT “WO 2010/008262 AL” FOR THE TREATMENT OF ACIDULATED WATER OF THE SUBMARINES OF THE ARMADA OF ECUADOR.”

Author: Malavé Gómez Adonis Alfredo, Merchán Bravo Madelaine Estefany

Advisor: Dra. Olga Quevedo Pinos

ABSTRACT

In this research work, the hydrotalcite clay was replicated following the patent "WO 2010/008262 AL" for the treatment of acidified waters (sulfuric acid) resulting from the change of batteries in submarines of the Navy of Ecuador, with the objective to reduce the levels of sulfate ions presents, as well as reduce COD levels to obtain water suitable for discharges into water bodies. For the replication of this material the methodology was adjusted to the conditions and possibilities of materials, equipment, reagents presented by laboratories; As the specific action material is essential the proportions of the reagents, so stoichiometrically it was determined that the optimal amount of $Mg(OH)_2$ to be added is 40.2 g compared to 4.86 g of $Al_2(SO_4)_3$ for the synthesis of hydrotalcites and through the treatment of acidified waters it was determined that with 3 grams of hydrotalcites activated at $450^\circ C$, 200 ml of acidified water can be neutralized by varying the pH from 0 - 1 to 7-8, with an undetectable COD, and sulfate ions between 14600-17000 mg / l.

Keywords: Hydrotalcite, waters, acidulated, batteries, neutrality