

**UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA  
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA**



**TESIS**

**“TRATAMIENTO MEDIANTE NEUTRALIZACIÓN DEL  
BAÑO DE DECAPADO AGOTADO DEL PROCESO DE  
GALVANIZADO EN CALIENTE”**

**PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE**

**INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTADO POR**

**ALTAMIRANO CARHUAS ARMELIZ  
RAMIREZ CASO JOSSELYN INGRID**

**ASESOR**

**ING° JUAN MEDINA COLLANA**

**CALLAO – 2019**

**PERÚ**

### PRÓLOGO DEL JURADO

La presente Tesis fue Sustentada por las señoritas Bachiller **RAMIREZ CASO JOSSELYN INGRID** y **ALTAMIRANO CARHUAS ARMELIZ CARLA** ante el **JURADO DE SUSTENTACIÓN DE TESIS** conformado por los siguientes Profesores Ordinarios:

ING° CARLOS ALEJANDRO ANCIETA DEXTRE	PRESIDENTE
ING° JULIO CÉSAR CALDERÓN CRUZ	SECRETARIO
ING° RICARDO RODRIGUEZ VILCHEZ	VOCAL
ING° JUAN TAUMATURGO MEDINA COLLANA	ASESOR

Tal como está asentado en el Libro de Actas N° 1 de Tesis con Ciclo de Tesis Folio N° 59 y Acta N° 58 de fecha **UNO DE SETIEMBRE DE 2019**, para optar el Título Profesional de Ingeniero Químico en la Modalidad de Titulación de Tesis con Ciclo de Tesis, de conformidad establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado con Resolución N° 309–2017–CU de fecha 24 de octubre de 2017 y en su Cuarta Disposición Transitoria, norman los requisitos de los expedientes para la obtención del Grado Académico de Bachiller

## **DEDICATORIA**

A nuestros padres, por todo su amor, por sus sabios consejos, sacrificios, enseñanzas e incondicional apoyo, nuestra mayor inspiración.

A nuestros hermanos, por su amor, por sus ejemplos, por su confianza, por enseñarnos muchas lecciones de vida y por todos los momentos compartidos.

Al resto de nuestras familias que siempre están presentes en nuestras vidas, que de una u otra manera contribuyeron para cumplir con nuestros objetivos trazados, gracias por su amor, apoyo continuo y palabras de aliento.

## **AGRADECIMIENTOS**

A nuestros padres por el apoyo brindado a lo largo de nuestras vidas, por la confianza y el esfuerzo hacia la realización de nuestros sueños profesionales.

Al ingeniero Adalides Arenas por su afable apoyo y el tiempo brindado para absolver nuestras dudas. Al señor Juan José Gutiérrez Zedano por la disposición y apoyo otorgado.

Al ingeniero Walter Simón, que nos brindó las instalaciones del Laboratorio Green Lab Perú S.A.C para la realización de pruebas necesarias para nuestra investigación.

Así mismo a nuestro asesor, Ing° Juan Medina Collana, a los docentes del V taller de tesis, Ing° Policarpo Suero Iquiapaza, Ing° Leonardo Carlos Pereyra e Lic. Salvador Trujillo Perez, quienes nos guiaron paso a paso para la realización de este trabajo de investigación.

Al jefe de la planta de galvanizado que permitió que extrajéramos la muestra que sirvió como parte de esta investigación, además nos brindó su apoyo ante cualquier consulta por su amplia experiencia en la industria de galvanizado.

# ÍNDICE

<b>I.</b>	<b>PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b>	<b>10</b>
1.1	Descripción de la realidad problemática	10
1.2	Formulación del problema	11
1.3	Objetivos	11
1.4	Justificación	11
1.5	Limitantes de la Investigación	12
<b>II.</b>	<b>MARCO TEÓRICO</b>	<b>13</b>
2.1	<b>Antecedentes de la investigación</b>	<b>13</b>
2.1.1	Antecedentes Internacionales	13
2.2.2	Antecedente nacional	15
2.2	<b>Bases teóricas</b>	<b>15</b>
2.2.1	Neutralización	15
2.2.2	Tipos de alcalinizantes	15
2.2.3	Característica de cal hidratada	18
2.2.4	Proceso de galvanizado por inmersión en caliente	19
2.2.5	Tratamiento de aguas residuales ácidas	27
2.2.6	Tratamiento de neutralización con cal hidratada	30
2.3	<b>Conceptual</b>	<b>34</b>
2.4	<b>Definición de términos básicos</b>	<b>35</b>
<b>III.</b>	<b>VARIABLES E HIPÓTESIS</b>	<b>37</b>
3.1	<b>Hipótesis</b>	<b>37</b>
3.1.1	Hipótesis general	37
3.1.2	Hipótesis específicas	37
3.2	<b>Definición conceptual de variables.</b>	<b>37</b>

3.2.1 Operacionalización de variables	37
<b>IV. DISEÑO METODOLÓGICO</b>	<b>39</b>
<b>4.1 Tipo y diseño de investigación</b>	<b>39</b>
4.1.1 Diseño experimental	39
4.1.2 Nivel de investigación	39
<b>4.2 Método de investigación</b>	<b>39</b>
4.2.1 Diseño factorial	40
<b>4.2 Población y muestra</b>	<b>40</b>
<b>4.3 Lugar de estudio y periodo desarrollado</b>	<b>41</b>
<b>4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos</b>	<b>42</b>
4.4.1 Instrumentos de recolección de datos	42
4.5.2. Procedimiento de recolección de datos	42
<b>4.5 Análisis y procesamiento de datos</b>	<b>55</b>
<b>V. RESULTADOS</b>	<b>56</b>
<b>5.1. Resultados descriptivos</b>	<b>56</b>
<b>5.2. Resultados inferenciales</b>	<b>58</b>
<b>5.3. Resultados parciales</b>	<b>69</b>
5.3.1. Influencia respecto a los RPM	69
5.3.2. Comparación respecto a la masa de cal hidratada	70
5.3.3. Influencia respecto al tiempo	70
<b>VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b>	<b>71</b>
<b>6.1 Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultado</b>	<b>71</b>
<b>6.2 Contrastación de los resultados con otros estudios similares</b>	<b>73</b>
<b>6.3. Responsabilidad ética de acuerdo a los reglamentos vigentes</b>	<b>75</b>
<b>CONCLUSIONES</b>	<b>76</b>
<b>RECOMENDACIONES</b>	<b>77</b>

<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>78</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>81</b>
<b>Anexo 1 : Matriz de consistencia</b>	<b>82</b>
<b>Anexo 2 : Acta de toma de muestra inopinada</b>	<b>83</b>
<b>Anexo 3 : Caracterización de muestra inicial</b>	<b>85</b>
<b>Anexo 4 : Caracterización de muestra final</b>	<b>90</b>
<b>Anexo 5 : Ensayo de aceites y grasas</b>	<b>92</b>
<b>Anexo 6 : Ensayo de solidos suspendidos totales</b>	<b>94</b>
<b>Anexo 7 : Ensayo de solidos sedimentables</b>	<b>96</b>
<b>Anexo 8 : Determinación de hidroxido de calcio disponible en cal hidratada</b>	<b>97</b>

# ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1</b>	Composición media de los baños de decapado	26
<b>Tabla 2</b>	Remoción de iones metálicos	31
<b>Tabla 3</b>	Operacionalización de las variables	38
<b>Tabla 4</b>	Factores y niveles	40
<b>Tabla 5</b>	Diseño factorial	41
<b>Tabla 6</b>	Plan de trabajo	44
<b>Tabla 7</b>	Composición química de los baños de decapado agotado	45
<b>Tabla 8</b>	Datos de la composición del baño de decapado agotado	46
<b>Tabla 9</b>	Tratamiento de diluciones y pH luego del tratamiento	47
<b>Tabla 10</b>	Volumen de lodo y de solución sobrenadante	47
<b>Tabla 11</b>	pH final de la muestra en una sola etapa	56
<b>Tabla 12</b>	pH final de la muestra químico en dos etapas	56
<b>Tabla 13</b>	Volumen posterior al filtrado al vacío y por gravedad (ml)	57
<b>Tabla 14</b>	Volumen de torta con baño de decapado agotado tratado (ml)	57
<b>Tabla 15</b>	Variables estadísticas	58
<b>Tabla 16</b>	Variables estadísticas por proceso	59
<b>Tabla 17</b>	Prueba de normalidad	60
<b>Tabla 18</b>	Rangos promedio	60
<b>Tabla 19</b>	Estadísticos de contraste a, b	61
<b>Tabla 20</b>	Resumen del procesamiento de los casos	61
<b>Tabla 21</b>	Correlaciones no paramétricas pH vs RPM	62
<b>Tabla 22</b>	Correlaciones no paramétricas pH vs tiempo	62
<b>Tabla 23</b>	Correlaciones no paramétricas pH vs masa	63
<b>Tabla 24</b>	Composición química de los baños de decapado agotado tratado	72
<b>Tabla 25</b>	Cuadro comparativo del baño de decapado agotado tratado	73
<b>Tabla 26</b>	Cuadro comparativo del efluente de quiulacocha tratado	74
<b>Tabla 27</b>	Cuadro comparativo de aguas ácidas de mina tratado	75

# ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1</b>	Proceso de planta de galvanizado	19
<b>Figura 2</b>	Tina de desengrase y piezas de acero con presencia de grasa	20
<b>Figura 3</b>	Baños de decapado en pieza de acero con óxido	21
<b>Figura 4</b>	Baño de decapado sin aditivo y con aditivo	22
<b>Figura 5</b>	Inmersión de piezas de acero en flux	22
<b>Figura 6</b>	Horno de secado	23
<b>Figura 7</b>	Thermas galvanizadas	24
<b>Figura 8</b>	Tina de baño de decapado agotado	25
<b>Figura 9</b>	Curvas de concentración de metales vs pH	30
<b>Figura 10</b>	Especiación del $Fe^{+2}$ en agua en función de pH	32
<b>Figura 11</b>	Dependencia de pH con la solubilidad de $Fe^{+2}$ y $Fe^{+3}$ a 25°C	32
<b>Figura 12</b>	Diseño experimental	39
<b>Figura 13</b>	Esquema experimental	43
<b>Figura 14</b>	Toma de muestra del baño de decapado	44
<b>Figura 15</b>	Muestra antes y después de la sedimentación y decantación	45
<b>Figura 16</b>	Dilución de muestras luego de la adición de $Ca(OH)_{2(s)}$	46
<b>Figura 17</b>	Trozos de Cal viva	48
<b>Figura 18</b>	Resquebrajamiento del mineral luego de la hidratación	49
<b>Figura 19</b>	Tamizado de $Ca(OH)_{2(s)}$	49
<b>Figura 20</b>	$Ca(OH)_{2(s)}$ parcialmente disuelto	50
<b>Figura 21</b>	Tratamiento químico	51
<b>Figura 22</b>	Formación de precipitado (izquierda), medición de pH (derecha)	52
<b>Figura 23</b>	Muestras tratadas a 500 RPM (izquierda), filtración (derecha)	52
<b>Figura 24</b>	Muestra filtrada	53
<b>Figura 25</b>	Muestras filtradas por gravedad	55
<b>Figura 26</b>	Generación de torta (izquierda), líquido sobrenadante (derecha)	54
<b>Figura 27</b>	Líquido sobrenadante	54
<b>Figura 28</b>	Baño de decapado agotado tratado	55
<b>Figura 29</b>	Efectos principales para pH	59
<b>Figura 30</b>	Matriz de x1, x2, x3 vs y	64

<b>Figura 31</b> Probabilidad normal	65
<b>Figura 32</b> Histograma	65
<b>Figura 33</b> Residuos vs valor ajustado	65
<b>Figura 34</b> Residuo vs orden de observación	66
<b>Figura 35</b> Grafica de Box cox de y	67
<b>Figura 36</b> Superficie de tiempo, cantidad de cal vs pH	67
<b>Figura 37</b> Superficie de pH vs RPM	68
<b>Figura 38</b> Superficie de RPM, cantidad de cal vs pH	68
<b>Figura 39</b> Barras de tiempo, rpm, cantidad de cal vs pH	69

## RESUMEN

La presente tesis se hizo con la finalidad de lograr el rango de pH óptimo (6–9) mediante neutralización de los efluentes provenientes del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente y de esta manera precipitar los metales presentes en este tipo de efluente (rico en hierro y zinc). Cabe mencionar que la normativa peruana DS 001–2015–Vivienda establece los VMA para descargar aguas residuales no domesticas a la red de alcantarillado y bajo estos parámetros se trabajó en la presente investigación.

En la primera etapa se tomó 100 L de muestra de un tanque de 30 m<sup>3</sup> de baño de decapado agotado, se caracterizó la muestra y posteriormente se aplicó el tratamiento químico propuesto mediante una suspensión de hidróxido de calcio; como equipo principal se utilizó un agitador magnético multipunto “Variomag” y un multi parámetro para las mediciones de pH (variable dependiente).

Finalmente Se estableció que para lograr el rango de pH óptimo mediante neutralización en una muestra de 50 ml de efluente, son necesarios 8 gramos de hidróxido de calcio/50 ml de agua destilada, con una velocidad de agitación de 400 RPM y por un periodo de 20 minutos.

**Palabras claves** : Neutralización, baño de decapado agotado, agitador magnético multipunto.

## ABSTRACT

This thesis was done with the purpose of achieving the optimum pH range (6–9) by neutralizing the effluents from the hot-dip stripping bath of the hot-dip galvanizing process and thus precipitating the metals present in this type of effluent (rich in iron). It is worth mentioning that the Peruvian regulation DS 001–2015 – Housing establishes the VMA to discharge non-domestic wastewater to the sewerage network and under these parameters we worked on the present investigation.

In the first stage, 100 L of sample were taken from a 30 m<sup>3</sup> tank of spent pickling bath, the sample was characterized and subsequently the proposed chemical treatment was applied by means of a calcium hydroxide suspension; The main equipment used was a multipoint magnetic stirrer “Variomag” and a multi parameter for the measurements of pH (dependent variable).

Finally, it was established that to achieve the optimum pH range by neutralization in a sample of 50 ml of effluent, 8 grams of calcium hydroxide / 50 ml of distilled water are necessary, with a stirring speed of 400 RPM and for a period of 20 minutes.

**Keywords** : Neutralization, spent pickling bath, multipoint magnetic stirrer.

## INTRODUCCIÓN

Las plantas de galvanizado por inmersión en caliente generan diversos residuos entre ellos los efluentes de baños de decapado agotados que presentan como composición fundamental ácido residual libre, cloruros de hierro y de zinc, componentes de la aleación de los aceros, inhibidores de decapado, una cantidad considerable de aceites y grasas libres y emulsionados en caso que el desengrase se realice en el propio baño mediante sustancias desengrasantes decapantes. Así mismo, dependiendo de cuál haya sido su origen y su proceso de producción del ácido clorhídrico, puede contener diferentes cantidades de metales pesados como Fe y Pb, o metaloides lo cual ocasiona una problemática medio ambiental y económica, porque estos efluentes de baño de decapado son entregados a gestores para su posterior tratamiento.

Debido a esta problemática se propone neutralizar los baños de decapado de una planta de galvanizado, ubicada en Perú, con la finalidad de que la planta en mención pueda realizar la depuración físico química en sus interiores , que el fluyente del post tratamiento cumpla con los parámetros que establece la normativa peruana (DS 001–2015–Vivienda), por consiguiente este sea vertido por la red del alcantarillado y prescindir de los servicios de terceras empresas y con ello disminuir los costos de gestión.

## **I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

### **1.1 Descripción de la realidad problemática**

En el proceso de galvanizado en caliente se hacen los baños de decapado con ácido clorhídrico, con la finalidad de eliminar la(s) capa(s) superficial de óxidos presentes en las piezas metálicas a galvanizar. El resultado de estos baños origina una solución de ácido clorhídrico agotado, con alto contenido de hierro, metales pesados y otros contaminantes, ocasionando una problemática no solo medioambiental sino también económica para la planta galvanizadora cuyo deber es gestionar estos efluentes contaminados.

Si estos efluentes se vierten al alcantarillado sin tratamiento alguno podría ocasionar lo siguiente: la concentración de hierro en disolución inhabilita a las aguas para su empleo con fines alimentarios, domésticos e industriales; la hidrólisis de las sales ferrosas a hidróxidos ferroso – férricos, insolubles en agua, da lugar a un sedimento de color ocre; la reducción del oxígeno disuelto en el agua por la reacción anterior disminuye el poder regenerante de los ríos, la proliferación de bacterias ferruginosas que afectan a la flora y fauna; alta salinidad y carga orgánica media de los efluentes provenientes del tratamiento físico – químico de los baños agotados (Domínguez, 2012)

La tesis propuesta se focaliza en la neutralización de ácido clorhídrico agotado, proveniente de una planta de galvanizado que terceriza dichos efluentes; la finalidad es lograr que dicha planta pueda neutralizar el efluente (al conseguir pH adecuado los metales pesados sedimentan y luego de una decantación el efluente no es contaminante) y pueda verterlo al alcantarillado cumpliendo los parámetros que establece la normativa Peruana (DS 001–2015–Vivienda), y por consiguiente prescindir de los servicios de terceras empresas y con ello disminuir los costos de gestión. Por esta razón se requiere el diseño de un sistema con las condiciones necesarias para llevarse a cabo el tratamiento apropiado mediante ensayos de laboratorio y de esta manera encontrar una alternativa viable para la planta.

Se puede considerar diversos tipos de tratamiento, sin embargo, la opción más económica es la neutralización con cal hidratada, siendo así se requiere

también conocer ciertas variables de operación como la masa de cal hidratada a usar, el tiempo de agitación y el número de RPM

## **1.2 Formulación del problema**

### **1.2.1 Problema general**

¿Cómo Obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente?

### **1.2.2 Problemas específicos**

- 1) ¿Cuál es el tiempo de agitación para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado?
- 2) ¿Cuáles son los RPM para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado?
- 3) ¿Cuál es la masa de cal hidratada necesaria para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado?

## **1.3 Objetivos**

### **1.3.1 Objetivo general**

Obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente.

### **1.3.2 Objetivos específicos**

- 1) Determinar el tiempo de agitación para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado.
- 2) Determinar los RPM para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado.
- 3) Determinar la masa de cal hidratada necesaria para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado.

## **1.4 Justificación**

La Neutralización del baño de decapado agotado proveniente de la etapa de decapado tiene un impacto significativo en ámbitos importantes como son el ambiental y el económico. Respecto al ámbito ambiental se presenta como una alternativa de solución a las aguas residuales provenientes de plantas galvanizadoras, con relación al aspecto económico, tiene importancia tanto para la planta con que se está trabajando (reducción de costos al disponer los

efluentes) y también para otras plantas que realizan galvanizado con similares características.

Este proyecto se basa en el empleo de un proceso químico, aprovechando la naturaleza de los insumos consumidos en baños de decapado, teniendo como objetivo generar aguas residuales que no dañen el ambiente y que puedan ser vertidos al alcantarillado sin necesidad de que la planta disponga estas mismas con una empresa prestadora de servicios (EPS)

Por ello las razones que justifican esta investigación son las siguientes:

- a) **Económico.**- La planta en mención gasta alrededor de S/. 17 000 al disponer sus efluentes; los resultados obtenidos con la presente investigación permitirán a la industria de galvanizado reducir sus costos al dejar de prescindir de una EPS y además será la base para el posible diseño de una planta de tratamiento de aguas en el interior de la industria mencionada, pudiendo generar mayores ingresos económicos.
- b) **Legal.**- Según normativa peruana DS 001–2015–Vivienda, se establece que las aguas residuales provenientes de baños de decapado no cumplen con los parámetros establecidos, sean por pH, por presencia de metales pesados u otra variable. Por ello, la presente investigación busca lograr que el efluente generado cumpla con los parámetros de dicha entidad y pueda ser vertido al alcantarillado sin ningún inconveniente.
- c) **Tecnológico.** - La neutralización de ácido agotado proveniente de baños de decapado permitirá desarrollar otra alternativa tecnológica óptima para la industria en mención.

### 1.5 Limitantes de la Investigación

Este proyecto puede presentar ciertas limitaciones que detallaremos a continuación :

- a) **Acceso.**- El reactivo a emplear en el tratamiento es hidróxido de calcio (cal hidratada), sin embargo, dicho reactivo es un bien fiscalizado por lo que se debe realizar las gestiones respectivas de permisos ante las entidades correspondientes para su uso.

## **II. MARCO TEÓRICO**

### **2.1 Antecedentes de la investigación**

#### **2.1.1 Antecedentes Internacionales**

Domínguez. (2012) desarrollo una investigación titulada “Tratamiento y gestión de baños ácidos de decapado” cuyo objetivo es describir y dimensionar una planta de tratamiento físico-químico de residuos ácidos procedentes de baños agotados de decapado. Esta planta de tratamiento se basa en una línea de neutralización, precipitación y filtración de los baños agotados con el uso de lechada de cal, con tiempo de retención de 20 minutos y con una agitación de 100rpm. Sus hallazgos reportaron que la opción viable es neutralizar dos tandas de HCl de 14m<sup>3</sup> en un tanque de 15m<sup>3</sup>

Morillo. (2012) desarrollo una investigación titulada “Reingeniería del proceso de tratamiento de efluentes provenientes de decapado” con el objeto de disminuir la cantidad de torta generada y mejorar la calidad del agua tratada con propósitos de reutilización. La reacción de neutralización se realizó en un equipo de agitación continua entre cuatro muestras de diferente concentración con hidróxido de calcio e hidróxido de sodio, Las variables estudiadas durante el proceso, considerando como base, 1 000 ml de muestra para diluidos y 250 ml para concentrados son : tipo y concentración del neutralizante, valores de pH finales de neutralización para diluidos y concentrados. Se concluye que las mejores condiciones cuando el neutralizante es el hidróxido de sodio son: concentración de neutralizante 30% para diluidos y 40% concentrados; y los pH finales para diluidos es 12 y concentrados 7, obteniendo de disminución de torta generada el 28,74%

Bueno. (2014) desarrolló una investigación titulada “Evaluación del proceso de estabilización del pH del agua tratada del río Cauca” cuyo objetivo fue evaluar el proceso de estabilización del pH del agua tratada del río Cauca orientado a la identificación de medidas de control para su optimización mediante tres etapas: identificación de los índices y métodos de mayor aplicabilidad para el control del proceso, la determinación de los índices y la evaluación a escala de laboratorio con cal hidratada, hidróxido de sodio, bicarbonato de sodio y carbonato de sodio. Se realizaron seis jornadas de muestreo y caracterización

de las variables fisicoquímicas que influyen en el proceso de estabilización del pH y permiten la determinación de los índices seleccionados a partir del análisis de la etapa anterior.

Se identificaron los tipos de alcalinizantes utilizados para el proceso de estabilización del pH, los cuales incluyen la neutralización con una base fuerte (cal hidratada y soda cáustica) y la neutralización con una sal ( $\text{Na}_2\text{CO}_{3(s)}$ ,  $\text{NaHCO}_{3(s)}$  y  $\text{CaCO}_{3(s)}$ ) Se realizó un análisis comparativo de la aplicación de los diversos alcalinizantes en términos de aspectos técnicos, económicos y de salud ocupacional mostrando las ventajas y limitaciones de cada uno. Sus hallazgos reportaron que la cal hidratada y el hidróxido de sodio con dosis de aplicación entre 6 – 8 mg/L y 8 – 10 mg/L, respectivamente, generan aguas con tendencia a precipitar la película de carbonato de calcio y condiciones de agua no agresiva para las tuberías de AC en el SDA de la ciudad de Santiago de Cali.

Capera et al (2014) desarrollo una investigación titulada “Evaluación de ácido agotado proveniente del proceso de decapado para piezas metálicas como coagulante en aguas residuales de la industria petrolera” cuyo objetivo fue evaluar el ácido agotado proveniente del proceso de decapado para piezas metálicas como coagulante en aguas residuales de la industria petrolera.

El desarrollo del proyecto se realizó mediante tres fases. La primera consistió en la recolección, caracterización y estandarización del ácido agotado y del agua residual de la industria petrolera, la segunda fase fue la experimentación y evaluación del desempeño del coagulante a través del ensayo de jarras, además de la selección de las tres mejores jarras para el análisis del contenido de metales pesados en el lodo y el sobrenadante y por último la tercera fue el análisis estadístico de los resultados obtenidos a través del análisis de varianza ANOVA con ayuda del software Minitab 16,0 Sus hallazgos reportaron que el ácido agotado funciona para el tratamiento del agua residual de la industria petrolera contribuyendo en la disminución de la turbiedad, pH, DQO y sólidos hasta valores inferiores a los exigidos por la normatividad ambiental.

## 2.2.2 Antecedente nacional

Esta investigación se basó en los siguientes estudios :

Quispe et al. (2018) desarrollaron una investigación titulada “Diseño y operatividad de la planta de neutralización de aguas ácidas de mina Paragsha Cerro de Pasco en minera Volcan S.A.A.” cuyo objetivo fue diseñar e implementar una planta de neutralización para el tratamiento de aguas ácidas de mina previo dimensionamiento y determinación de los parámetros operativos. Primeramente, se envió a ensayar el efluente de Quiulacocha, luego se procede a determinar el consumo de cal para tratar este efluente, se lleva la muestra a un pH de 8,30, pH con la cual trabajan actualmente en Planta de Neutralización. Sus hallazgos reportaron que la cantidad de cal hidratada usada para alcanzar un pH de 8,30 es bastante alto (33,00 Kg/m<sup>3</sup>), de tres a cuatro veces más el consumo actual de Planta de Neutralización.

## 2.2 Bases teóricas

### 2.2.1 Neutralización

Dickerson. (1992) nos dice que cuando las bases y los ácidos reaccionan entre sí, los iones H<sup>+</sup> Y OH<sup>-</sup> se combinan para formar moléculas de agua.

A esto se le llama neutralización, representa por la siguiente **Ecuación 1:**



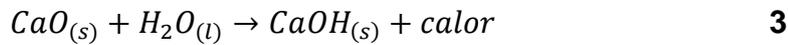
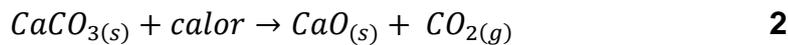
El otro producto de la neutralización es una sal. La manera más sencilla de determinar una cantidad de ácido o de base es hallar la cantidad de base o de ácido de concentración conocida que se necesita para neutralizarlo completamente.

### 2.2.2 Tipos de alcalinizantes

Chernicharo. (2007) nos dice que existen varios productos que pueden emplearse para proporcionar alcalinidad, los cuales pueden ser diferenciados en dos grupos: los que reaccionan con el gas carbónico para formar alcalinidad bicarbonática (Ej.  $Ca(OH)_{2(s)}$ ,  $NaOH_{(s)}$ ,  $CaO_{(s)}$ ) y los que ofrecen alcalinidad bicarbonática directamente (Ej.  $NaHCO_3$ ,  $Na_2CO_3$ ,  $NaHCO_3$ ,  $NH_4HCO_3$  y  $CaCO_3$ ).

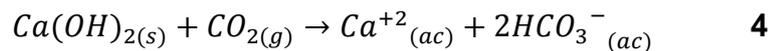
**a) Cal hidratada**

Sinaluisa. (2013) afirma que se conoce con el nombre comercial de cal hidratada a la especie química de hidróxido de calcio, lo cual es una base fuerte. En la etapa de hidratación la cal viva (óxido de calcio) es trasladada a una hidratadora, en donde se le agrega agua al producto. Al hidratarse las piedras de cal viva se convierte en cal hidratada (polvo fino color blanco) El mismo es un proceso exotérmico representa por la siguiente **Ecuación 2 y 3** :



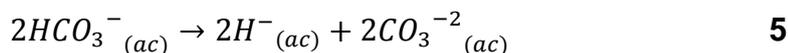
Chernicharo. (2007) menciona que es una base fuerte comúnmente empleada por su bajo costo y facilidad de adquisición, pero requiere de cuidado en la manipulación debido a la insolubilidad de algunas sales que se forman generando precipitados de  $CaCO_{3(s)}$ .

Bueno. (2014) indica que la producción de bicarbonato se realiza exclusivamente por la presencia del dióxido de carbono como lo muestran la **Ecuación 4** :



Al continuar con la adición de cal se forma el carbonato de calcio insoluble, debido al acentuado consumo de  $CO_{2(g)}$  de los gases, como se observa en las

**Ecuaciones 5 y 6** :



Este precipitado forma costras duras en las paredes del reactor o en el medio de soporte para el caso de reactores de película fija.

**b) Hidróxido de sodio**

Torres et al. (2008) El hidróxido de sodio es una base fuerte y no forma sales insolubles, neutralizando eficientemente los ácidos fuertes, siendo, por lo tanto, una solución más satisfactoria para el problema de la neutralización; sin embargo, una sobredosificación del producto ocasionaría un incremento súbito del pH por tratarse de una base fuerte, además de requerir un alto costo y mayor cuidado durante su manipulación.

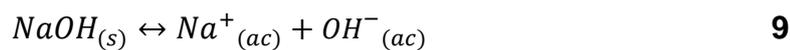
**c) Bicarbonato de sodio**

Torres et al. (2008) El bicarbonato de sodio es una sal formada por una base fuerte, hidróxido de sodio ( $NaOH_{(s)}$ ), y un ácido débil, ácido carbónico, como todas las demás sales así formadas, presentan características de sustancias buffer.

Chernicharo. (2007) El bicarbonato de sodio es fácil de manejar, es muy soluble y a diferencia de la cal, no requiere dióxido de carbono ni aumenta el pH sustancialmente cuando está en exceso; sin embargo, el costo es muy alto.

**d) Carbonato de sodio**

Bueno Zavala (2014) El carbonato de sodio o comúnmente llamado “soda ash”, aumenta la alcalinidad total mediante la introducción de los iones bicarbonato ( $HCO_3^-$ ), carbonato ( $CO_3^{2-}$ ) e hidroxilo ( $OH^-$ ) de acuerdo con las ecuaciones; al mismo tiempo el pH se incrementa por la reacción del ion  $OH^-$  presentada en las siguientes **Ecuaciones 7, 8 y 9** :

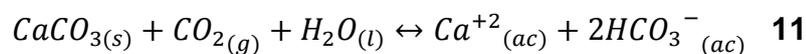
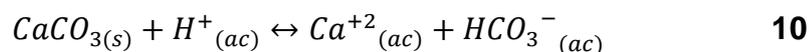


El carbonato de sodio también es utilizado como alcalinizante y puede ser adquirido en forma anhidro o hidratado. A diferencia de productos como el

$NaOH_{(s)}$ , el  $CaCO_{3(s)}$  al ser usado en el proceso de estabilización, además de incrementar el pH también incrementa la dureza del agua.

**e) Carbonato de calcio**

Bueno. (2014) El carbonato de calcio es uno de los minerales de ocurrencia natural más abundantes en la tierra, es un producto poco soluble, que se disuelve muy lentamente en el agua consumiendo iones hidrógeno y reaccionando con el  $CO_{2(g)}$ , como se observa en las **Ecuaciones 10 y 11**:



A diferencia de productos como el NaOH, el  $CaCO_3$  al ser usado en el proceso de estabilización, además de incrementar el pH también incrementa la dureza del agua.

**f) Bicarbonato de amonio**

Chernicharo. (2007) El bicarbonato de amonio se usa como fuente de alcalinidad depende sustancialmente de lo barato, puede ser prohibitivo porque el efluente contendrá una cantidad excesiva de amoníaco. Además de eso, se debe tener cuidado para evitar la toxicidad de la biomasa por amoníaco.

**2.2.3 Característica de cal hidratada**

Las cales hidratadas o apagadas provienen de la hidratación de las cales vivas, el cual es un producto sólido de color blanco. Este es inestable por tener gran avidez al agua, al combinarse en el proceso de hidratación da lugar al hidróxido de calcio conocido como cal hidratada.

La avidez de la cal viva es tan grande que absorbe vapor de agua de la atmósfera y de las sustancias orgánicas como dióxido de carbono, produciendo efectos cáusticos. El componente principalmente de la cal hidratada es hidróxido de calcio. La cal hidratada tiene un tamaño medio de partícula mucho más pequeño que el de la cal viva molida y se dispersa rápidamente en el suelo durante el mezclado. Exige menos precauciones de seguridad que la cal viva, ya

que este último se hace peligrosa por cuanto puede producir quemaduras si no se adoptan las precauciones necesarias. (Montenegro, 2011)

### 2.2.4 Proceso de galvanizado por inmersión en caliente

a) **Etapas del proceso de galvanizado.**- A continuación (Ver Figura 1), se muestra el diagrama de flujo del proceso de galvanizado, éste empieza con la recepción del material, seguidamente del habilitado de carga, el desengrase para luego mostrar la etapa de decapado en sí. El proceso finaliza con la pieza galvanizada.

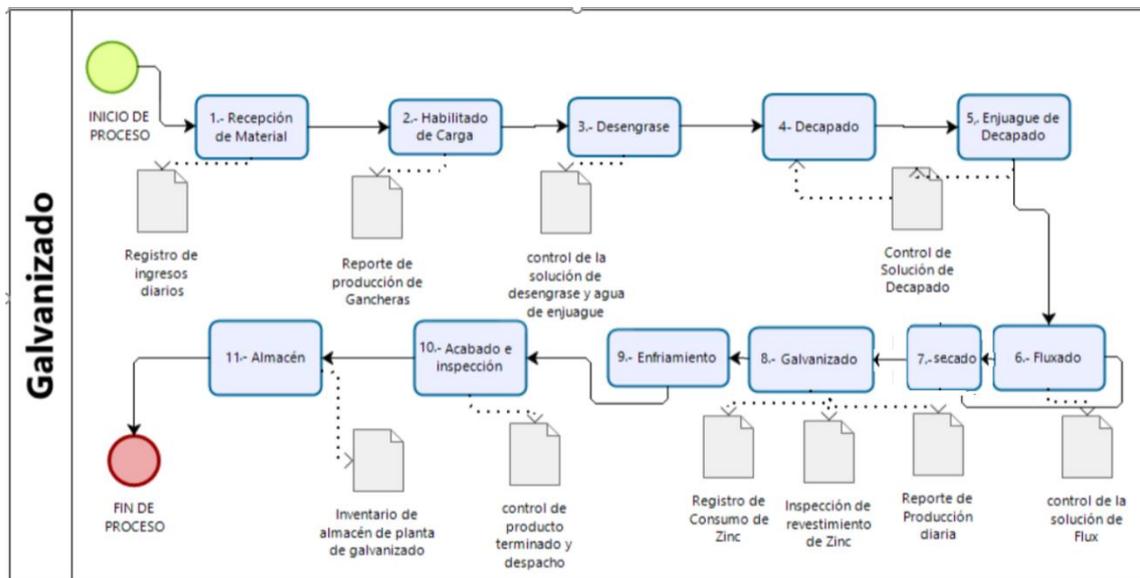


Figura 1 : Proceso de planta de galvanizado  
Elaboración propia

- 1) **Recepción de material.**- En esta etapa se recibe las piezas de acero a galvanizar y se inspecciona que cumplan con los requisitos necesarios para proceder con el galvanizado.
- 2) **Habilidadado de carga.**- En esta etapa se procede a colgar las piezas de acero en los racks, el cual tiene la misma importancia que los demás procesos porque esta etapa facilitará el traslado de las piezas durante todo el proceso, así mismo la correcta disposición de las piezas tendrá una fuerte influencia en la calidad, apariencia y espesor de recubrimiento.

- 3) **Desengrase.**- El proceso de desengrase (**Ver Figura 2 pag. Nº 20**) es aquel destinado a eliminar de la superficie del acero que será galvanizado, todo vestigio de grasas, aceites, lubricantes, esmaltes y en general productos orgánicos presentes. (Fonseca et al, 2014)

La planta de galvanizado cuenta con una tina de desengrase que es de tipo ácido, que opera en un rango de pH de 2,0 a 2,5 y trabaja a temperatura ambiente.



*Figura 2:* Tina de desengrase y piezas de acero con presencia de grasa  
Foto tomada en Planta de galvanizado

- 4) **Decapado.**- El decapado químico es un procedimiento industrial usado para eliminar la capa superficial de óxidos de hierro que se forma en los productos siderúrgicos expuestos a la oxidación atmosférica o en las distintas etapas de los procesos siderúrgicos de obtención del hierro en bandas.

Tres son los ácidos utilizados normalmente para el tratamiento de superficies: sulfúrico, clorhídrico y fosfórico, éste último puede ser considerado como un tratamiento decapante pasivante ya que remueve solo la herrumbre y provee de una protección adicional de corta duración al sustrato. Los ácidos sulfúrico y clorhídrico, actúan tanto sobre la herrumbre como sobre la calamina y su mecanismo de acción varía de acuerdo con la composición relativa de los óxidos presentes en la escama de laminación. (Moreno et al, 2011)

- ✓ **Decapado con ácido clorhídrico.**- Utilizado fundamentalmente para decapado de hierro y acero inoxidable. El acero, en cambio, recibe un

ataque más severo con clorhídrico que con sulfúrico. Comúnmente se usa una solución de clorhídrico al 18%, diluyendo al 50% el ácido comercial con agua. Entre los inconvenientes que presenta este ácido como decapante destacan: el elevado consumo de ácido, su volatilidad y la toxicidad de sus vapores. (Domínguez, 2012)

La actividad del baño de decapado va disminuyendo al aumentar su concentración del hierro. (Rivera, 2016)

La planta de galvanizado cuenta con cuatro tinas de baño de decapado en base de ácido clorhídrico (**Ver Figura 3**). Se usa una solución de ácido clorhídrico al 33%, diluyendo al 50% el ácido comercial con agua. En el baño de decapado se hace uso de un inhibidor de corrosión para ácido clorhídrico el cual está formulada por compuestos amoniacales y óxidos de etileno en base solvente.



*Figura 3* : Baños de decapado en pieza de acero con óxido.  
Foto tomada en Planta de galvanizado

Adicionalmente se hace uso de aditivo para ácido (**Ver Figura 4 pag. Nº 22**) Este último logra activar el ácido dándole un poder inigualable de desengrase, actúa como anti vapor y presenta como mayor componente en su fórmula al alcohol etoxilado.

- 5) Enjuague.-** Seguido del baño de decapado es necesario una etapa de lavado de las piezas, con el fin de evitar que éstas arrastren ácido y sales de hierro a las etapas posteriores de mordentado y al baño de zinc. El arrastre de hierro al baño de zinc fundido provoca la formación de las denominadas matas de zinc. Estos baños de lavado pueden utilizarse en la preparación de nuevos baños de decapado o desengrase. (Rivera, 2016)



*Figura 4:* Baño de decapado sin aditivo y con aditivo  
Foto tomada en Planta de galvanizado

La planta de galvanizado cuenta con una tina de enjuague que contiene solo agua y el cambio se realiza de 2 a 3 días.

- 6) Fluxado.-** Es una solución acuosa de cloruro de zinc y amonio, que disuelve los óxidos leves que se hayan vuelto a formar sobre la superficie del acero luego de su paso por el decapado y el lavado. La película de fundente que se deposita protege la superficie para que no vuelva oxidarse y asegura un recubrimiento uniforme de zinc. (Fonseca et al, 2011)

En la planta de galvanizado el flux (**Ver Figura 5**) contiene sal doble de cloruro de amonio y zinc, trabaja a una temperatura de 70°C a 80°C, este último se calienta con los gases de combustión del horno que son recuperados.



*Figura 5 :* Inmersión de piezas de acero en flux  
Foto tomada en Planta de galvanizado

- 7) **Secado.**- La etapa posterior al baño de fluxado consiste en un secado de las piezas (**Ver Figura 6**) De esta forma se minimizan las salpicaduras de zinc que se produce por la inmediata evaporación del agua que las piezas pueden tener adheridas, al introducir éstas en el baño de zinc fundido, a una temperatura de alrededor de 450°C. Reduce significativamente la formación de cenizas, permite velocidades de entrada más rápidas al zinc fundido, lo que ahorra tiempo y reduce el riesgo de distorsión del acero. (Fonseca, 2011)

Actualmente el horno de la planta de galvanizado está en construcción por lo tanto el secado se realiza a temperatura ambiente.



*Figura 6* : Horno de secado  
foto tomada en Planta de galvanizado.

- 8) **Galvanizado.**- El acero es el metal estructural de mayor uso, pero presenta una gran tendencia a la corrosión y por ello debe ser protegido. Entre los métodos de protección del acero está el proceso del galvanizado por inmersión (**Ver Figura 7 pag. N° 24**) en caliente el cual consiste en un recubrimiento del acero por inmersión en un baño de zinc fundido. (Betancur, 2018)

La temperatura normal de galvanizado es de 445°C – 465°C, siendo al comienzo la velocidad de reacción muy rápida. El espesor principal del recubrimiento se forma durante este periodo inicial por lo que suele ser difícil el obtener una capa fina de recubrimiento. Posteriormente, la reacción se ralentiza y el espesor del recubrimiento no aumenta en gran

medida. La velocidad de extracción de la pieza debe ser lenta, de lo contrario pueden producirse gotas y grumos en el recubrimiento. De la misma forma, la velocidad de inmersión debe ser lo más rápida posible sin que se ocasionen salpicaduras, con objeto de exponer al mismo tiempo toda la pieza y darle un espesor uniforme.

Antes de la introducción y extraer las piezas en el baño del zinc es necesario eliminar con rasquetas la capa de óxido de zinc que se forma sobre la superficie del baño (Ceniza de zinc), para evitar su deposición sobre las piezas. En las piezas grandes el zinc sobrante se extrae mediante rascadores o por vibraciones. (RIVERA, 2016)



*Figura 7: Termas galvanizadas*  
Foto tomada en Planta de galvanizado

- 9) Enfriamiento e inspección.-** Una vez realizado el proceso de galvanizado de la pieza, ésta puede dejarse enfriar a temperatura ambiente o ser enfriada en un baño con agua. El enfriamiento con agua, también se utiliza cuando se requiere enfriar rápidamente la pieza, para “congelar” el recubrimiento, es decir, evitar que las capas de aleación continúen creciendo sobre la superficie reactiva de acero una vez que la pieza ha sido extraída del baño. (Rivera, 2016)

La última etapa es una inspección del recubrimiento. Una determinación muy precisa de la calidad del recubrimiento puede ser lograda por inspección visual. Adicionalmente, un medidor de espesor magnético puede ser usado para verificar si el espesor del recubrimiento cumple con las especificaciones. (Hernández, 2018)

## b) Descripción de baños de decapado agotado

**1) Baños de decapado agotado.**- Durante la operación de decapado, los ácidos se van consumiendo y los metales, disolviéndose en el baño. (Domínguez, 2012)

Si se parte de disolución nueva de decapado, a medida que transcurre el proceso va aumentando la concentración de hierro y metales, mientras disminuye la concentración de ácido, manteniéndose constante la concentración de cloruro. (Samaniego, 2006)

Este sistema puede mantenerse así hasta que se alcanza el límite de solubilidad del cloruro ferroso ( $\text{FeCl}_{2(\text{ac})}$ ) en el propio ácido clorhídrico, por lo que una vez que se ha llegado a este límite (150 g/L), el baño de decapado estará agotado (**Ver Figura 8**) siendo necesario su renovación. (Domínguez, 2012)

La velocidad de la reacción de decapado aumenta en función de la concentración de ácido clorhídrico (se utiliza este como referencia ya que es el más utilizado). Así, a alta concentración de ácido (~200 g/L HCl) el decapado es espectacularmente rápido, por lo que suele darse un ataque al material base. Por debajo de los 150 g/L de clorhídrico, el tiempo de decapado es más uniforme y permite una gestión óptima de la acidez del baño. (Domínguez, 2012)



*Figura 8* : Tina de baño de decapado agotado  
Foto tomada en Planta de galvanizado

**2) Composición.**- La composición fundamental de estos baños de decapado agotados es: ácido residual libre, cloruros de hierro y de zinc, componentes de la aleación de los aceros e inhibidores de decapado. En caso de que el desengrase se realice en el propio baño de decapado

mediante sustancias desengrasantes decapantes, también tendrá en su composición una cantidad considerable de aceites y grasas libres y emulsionadas. (Samaniego, 2006)

Generalmente, para la preparación de los baños de decapado se utiliza ácido clorhídrico técnicamente puro. Éste, dependiendo de cuál haya sido su origen y su proceso de producción, puede contener diferentes cantidades de metales pesados (**Ver Tabla 1**) Estas sustancias adicionales no repercuten por lo general en el proceso de decapado. (Samaniego, 2006)

La planta de galvanizado mencionada líneas arriba realiza el decapado de las piezas de acero en negro y galvanizados en cualquiera de la cuba, sin hacer distinción alguna. Por lo cual solo se generará un solo baño agotado con alto contenido en hierro y zinc.

**Tabla 1**  
*Composición media de los baños de decapado*

	Decapado agotado de mezcla	Decapado agotado de hierro	Decapado agotado de zinc
Hierro	< 140 g/L	> 140 g/L	< 15 g/L
Zinc	20 – 40 g/L	5 – 10 g/L	160 – 200 g/L
HCl (Ácido clorhídrico)	30 – 50 g/L	30 – 50 g/L	< 10 g/L
Inhibidor	50 ppm	50 ppm	50 ppm
Cloruros	220 – 260 g/L	220 – 260 g/L	220 – 260 g/L

Rivera, 2016

- 3) Problemática medioambiental del proceso de decapado.-** En cualquier caso, los efluentes procedentes de los baños de decapado representan un grave problema medioambiental al tratarse de un residuo que contiene nitratos, fluoruros, ácidos y un elevado contenido de metales pesados. El método usual de tratar estos baños es neutralizar con lechada de cal, con lo que se producen unos lodos que se envían a un depósito. (Domínguez, 2012)

Los baños de decapado agotado deben ser retirados por un gestor autorizado para su tratamiento, el cual suele consistir en un tratamiento

físico – químico de precipitación y neutralización, sobre todo en el caso de aquellos baños cuyos contenidos en cinc supere los límites. (Rivera, 2016)

- 4) **Gestión de ácidos agotados.**- Actualmente la planta de galvanizado contrata a un tercero para la evacuación de 30 m<sup>3</sup> de ácido agotado y su posterior tratamiento. Actualmente este servicio esta valorizado en S/ 17 000 y la evacuación de ácido se realiza en promedio cada cuatro meses.

Es por ello que en el presente trabajo se evaluó la neutralización de los ácidos agotados con cal hidratada en los interiores de la planta en mención para prescindir del servicio de una EPS, disminuir la problemática ambiental de estos baños de decapado y por consiguiente disminuir los costos.

### 2.2.5 Tratamiento de aguas residuales ácidas

La alteración más significativa sobre las aguas que produce la actividad minera es la polución con partículas en suspensión y la acidificación de las mismas. Por lo que, se requiere un control de los parámetros físico-químicos y un adecuado tratamiento de los efluentes. (Aduvire, 2006)

- a) **Eliminación de sólidos en suspensión por decantación.**- Los sólidos en suspensión constituyen una de las fuentes más frecuentes de contaminación física de las aguas. (Aduvire, 2006)

El tratamiento más común consiste en retener las aguas en unas balsas o reposadores durante un tiempo suficiente para que se produzca la decantación de los sólidos. Si el agua clarificada está contaminada químicamente y cumple los estándares de calidad requeridos, esta agua puede verterse directamente a un cauce público o reutilizarse en las operaciones de la explotación minera, caso contrario, debe procederse a su tratamiento en una instalación mediante un proceso químico. (Aduvire, 2006)

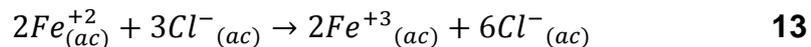
- b) **Oxidación (para convertir Fe<sup>2+</sup> en Fe<sup>3+</sup>).**- Se lleva a cabo tomando oxígeno de la atmósfera mediante la agitación de las aguas en unos tanques. Con

esto se consigue modificar el estado del hierro haciéndolo insoluble. (Medina, 2018)

Las sales ferrosas que presentan oxidación más dos ( $Fe^{+2}$ ) contenidas en las aguas, se oxidan fácilmente a la forma férrica en oxidación más 3 ( $Fe^{+3}$ ), por la acción del oxígeno atmosférico, en las condiciones normales de pH y siendo cationes débiles, tienden inmediatamente a hidrolizarse a una forma que precipita más fácilmente, lo que se observa en la **Ecuación 12** (Cordón et al, 1999)



Al clorarse las aguas que llevan iones ferrosos, ocurre una inmediata oxidación a la forma férrica, según la **Ecuación 13**. (Cordón et al, 1999)



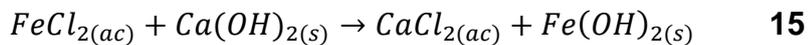
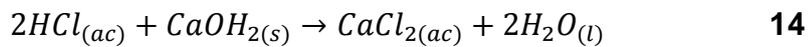
**c) Dosis con álcalis, especialmente  $Ca(OH)_2$ .** En cuanto al proceso de dosis con álcalis, cada reactivo tiene sus propias ventajas e inconvenientes. Generalmente, el reactivo más económico es la cal apagada. Sin embargo, donde se precisa precipitar altas concentraciones de Mn, Zn y/o Cd, la soda cáustica suele resultar más barata todavía.

La neutralización se lleva a cabo con lechada de cal. Al neutralizar los baños precipitan los hidróxidos férricos formados. El reactor funciona con un tiempo de residencia de 20 minutos, suficientes para la neutralización del ácido y precipitación de los productos. Se instalarán reactores de acero inoxidable con recubrimientos de fibra de vidrio para que resista a la corrosión de los ácidos, con el fondo curvado y rasquetas en él para que en el proceso de descarga no quede ningún sedimento en el fondo del reactor. También irán provistos de agitadores de turbina con 6 palas curvas, que giran a una velocidad de 100 rpm

En este caso la agitación debe ser más vigorosa porque los precipitados férricos son muy floculantes y tienden a depositarse con facilidad, por lo que

se aplica esta agitación para mantenerlos en suspensión hasta el momento de la descarga en el filtro.

Los reactores no irán encamisados ya que la reacción de neutralización no produce cambios bruscos de temperatura. Lo que, si deben llevar el un controlador de pH, por si la relación lechada – baño se desviase y fuese necesario parar el proceso de neutralización antes de tiempo. En la neutralización de los baños ácidos se producen en las **ecuaciones 14 y 15** (Domínguez, 2012)



**d) Sedimentación.-** Se suele utilizar cal hidratada  $Ca(OH)_{2(s)}$  como la cal hidratada es hidrófoba, para conseguir una buena mezcla con el agua, se precisa de un dispositivo de agitación. Cuando se pretende eliminar el hierro, en el propio proceso de agitación se incorpora la aireación necesaria para lograr la oxidación del hierro ferroso hasta transformarse en hierro férrico y conseguir la mayor eliminación de este. Esta técnica, tiene una limitación, cuando se requiere alcanzar un pH muy alto para precipitar metales como el manganeso. (Medina, 2018)

La Floculación será muy necesaria para que sedimenten aquellos productos de la neutralización, donde se separará una fracción sólida de otra líquida. Si hubiera óxido de magnesio entre los sólidos, aquí se presentaría otro problema pues durante el tiempo de sedimentación, iría evolucionando hacia la alcalinidad, pudiendo llevar el pH fuera de rango. Por otro lado, los fangos del decantador, serán enviados mediante válvula automática a un espesado que trabaja por gravedad, y desde éste, por medio de bombas especiales serán impulsados a un sistema de filtros banda para su deshidratación. (Téllez, 2012)

La neutralización se realiza de forma discontinua no se utilizan decantadores antes de los filtros ya que los decantadores solo trabajan de

forma continua. Debido a esta situación se decide instalar filtros prensa que filtran a medida que se obtiene el producto de reacción, sin tener que paralizar en ningún momento la actividad de los reactores debido a que también operan de manera discontinua.

Para proceder a la filtración de estos componentes se han elegido filtros prensa de placas y marcos y más concretamente filtros de ciclo rápido en los cuales la alimentación se realiza por la parte superior del filtro no por el interior de las placas como se conoce normalmente. La elección de un filtro prensa de ciclo rápido se debe a que los productos férricos tienen una alta velocidad de sedimentación y por lo tanto si la alimentación se realizase por el interior de las placas no se formarían completamente las tortas y la recuperación del filtrado serían más complicada. (Hernandez, 2012)

### 2.2.6 Tratamiento de neutralización con cal hidratada

El principio de la neutralización con cal se basa en la insolubilidad de los metales pesados en condiciones alcalinas. A un pH controlado alrededor de 9,5 precipitan metales tales como hierro (Fe), zinc (Zn) y cobre (Cu) (Ver Figura 9) Otros metales tales como el níquel (Ni) y cadmio (Cd) requieren un pH mayor, en el rango de 10,5 a 11,0 para precipitar los hidróxidos (Talaverano, 2014)

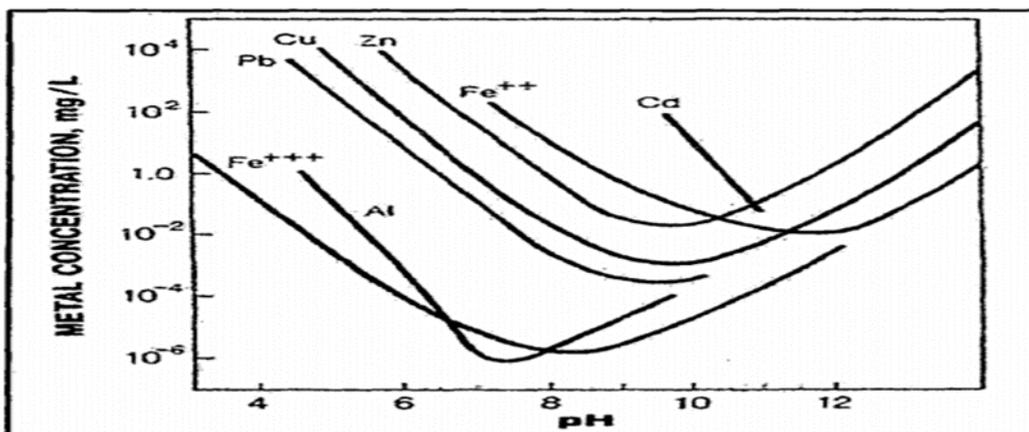


Figura 9 : Curvas de concentración de metales vs pH  
Talaverano, 2014

#### a) Etapas comunes del proceso de tratamiento con cal hidratada

- 1) **Precipitación.**- Es la separación y eliminación de la fase líquida de todos estos compuestos metálicos y no metálicos insolubles (Ver Tabla 2 pag.

**Nº 31)** Para ello, en el canal de rebose de los tanques de precipitación se añade un floculante primario antes de que el agua pase a los clarificadores, donde las partículas en suspensión precipitan y los flocúlos de precipitados coloidales se retiran con ayuda de un polielectrolito aniónico. (Talaverano, 2014)

**Tabla 2**  
*Remoción de iones metálicos*

Metal	pH	Concentración obtenida(ppm)	Comentario
Cr y Al	7 – 8	<0,5	Cr <sup>+6</sup> a Cr <sup>+3</sup>
Cu y Zn	9 – 10	<0,1	
Pb y Fe <sup>+3</sup>	9 – 10	Rango de ppm	
Cd y Ni	>10	<1,0	Obstaculiza el Fe
Mn	>10	<1,0	Fuerte oxidación

Talaverano, 2014

- 2)** Química del hierro. En solución acuosa, las especies de hierro más abundantes tienen un número de oxidación + II (hierro ferroso) y + III (hierro férrico). En disolución acuosa el Fe (II), en ausencia de otros ligando y a pH por debajo de 3, el complejo ferroso mayoritario es el Fe(H<sub>2</sub>O)<sup>+</sup>. En la **Figura 10 (Ver pag. Nº 32)** muestra que para valores de pH < 4 las concentraciones de FeOH<sup>+</sup> y Fe(OH)<sub>2</sub> son bajas y por ello predomina Fe<sup>2+</sup>, mientras a intervalos de pH 5 – 8 las concentraciones de FeOH<sup>+</sup> y Fe(OH)<sub>2</sub> aumentan bruscamente y linealmente con el pH (Abad, 2013)

Otro punto a considerar es que las sales ferrosas son muy solubles en agua incluso a pH cercanos a la neutralidad, en la **Figura 11 (Ver pag. Nº 32)** se muestra que los hidróxidos ferrosos comienzan a precipitar a valores de pH superiores a 6

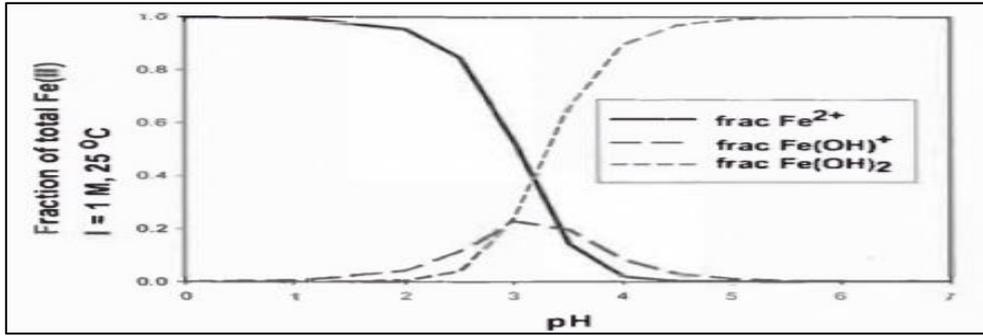


Figura 10: Especiación del  $\text{Fe}^{+2}$  en agua en función de pH  
Abad, 2013

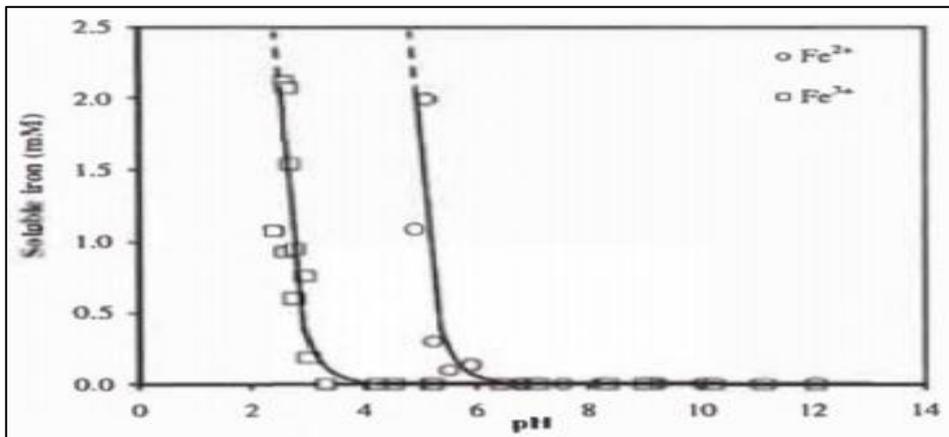
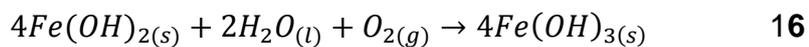


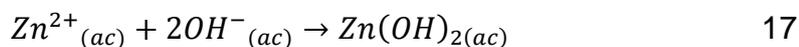
Figura 11: Dependencia de pH con la solubilidad de  $\text{Fe}^{+2}$  y  $\text{Fe}^{+3}$  a  $25^\circ\text{C}$   
Abad, 2013

Los hidróxidos ferrosos no son tan estables como los hidróxidos férricos cuando el lodo es expuesto a aguas ácidas o precipitación natural. Por esta razón, a menudo se aplica aireación para oxidar el hierro a la forma más estable, mediante la siguiente ecuación: (Talaverano, 2014)



- 3) Química del zinc.** – El principio de la neutralización con cal se basa en la insolubilidad de los metales pesados en condiciones alcalinas. A un pH controlado alrededor de 9,5 precipitan metales tales como hierro (Fe), zinc (Zn) y cobre (Cu). (Talaverano, 2014)

El incremento del pH entonces promueve la generación de iones hidroxilo (OH<sup>-</sup>) los cuales precipitan los metales. (Talaverano, 2014). La **ecuación 17** muestra la reacción de precipitación del Zn



Así mismo también se observa que varios metales como el cromo y el zinc son anfóteros, lo cual quiere decir que son solubles tanto en condiciones ácidas como básicas.

- b) Etapa de clarificación y corrección del pH.**- La fase líquida procedente de los clarificadores, se pasa finalmente a tanques o a filtros de arena de sílice y, a su salida, antes de verter el agua tratada a los cauces naturales, se corrige el pH mediante adición de una pequeña cantidad de ácido para rebajarlo hasta valores cercanos a la neutralidad. Cuando se realiza la corrección del pH de la solución con ácido (ácido sulfúrico, HCl<sub>(l)</sub>) hay que evitar que el ácido tenga contacto con los lodos, para evitar la redisolución de los metales. (Talaverano, 2014)
- c) Ventajas y desventajas en los tratamientos por adición de cal.**- Los tratamientos por adición de cal son muy efectivos y con ellos se logra descontaminar los drenajes ácidos e igualar prácticamente la calidad de los vertidos a la de las aguas de los cauces naturales receptores, pero la servidumbre de operación, el empleo constante de productos químicos y el mantenimiento continuo de los equipos y estructuras que requieren las plantas de tratamiento, conducen a unos costos bastante considerables, y determinan que el tratamiento por adición de cal no pueden ser utilizados en explotaciones inactivas o abandonadas, las cuales, por otra parte, ocasionan, en la mayoría de los casos, impactos de gran magnitud. (Talaverano, 2014)
- 1) Ventajas.**- Bajo costo, control de proceso simple (se controla el pH) y fácil separación sólida/líquido. (Talaverano, 2014)
  - 2) Desventajas.**- Formación de yeso, solubilidad de metales, cercana a nivel regulado y varía con el pH, generación de lodo, estabilidad química

de metales en el lodo, baja eficiencia para el tratamiento de efluentes que contienen sustancias orgánicas y remoción ineficiente de As, Se, Mo, Sb, Hg (Talaverano, 2014)

### **2.3 Conceptual**

La neutralización del ácido agotado producido en la etapa de decapado, se procederá a realizarlo mediante el uso de cal apagada debido a su bajo costo, alta alcalinidad que proporciona y su fácil adquisición. El tratamiento mediante neutralización del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente a escala laboratorio consiste en la neutralización química de los baños agotados con cal hidratada, precipitación de los hidróxidos de hierro u otros metales, sedimentación y decantación.

Siendo innecesario la eliminación de sólidos en suspensión por decantación al inicio del tratamiento y la oxidación de hierro ferroso a férrico con oxígeno debido a que la mayor fuente de contaminación son los metales solubles que presenta en su composición, así mismo se sabe por fuentes teóricas que todos los baños de decapado agotado presentan  $FeCl_{2(ac)}$ , es decir que al clorarse las aguas que llevan iones ferrosos ocurre una inmediata oxidación a la forma férrica respectivamente.

Los baños de decapado agotado constituyen actualmente el mayor problema de eliminación en el proceso de galvanizado por inmersión en caliente debido a su composición.

Por fuentes metodológicas se sabe que los baños de decapado agotado presentan en su composición ácido residual libre, cloruros de hierro y de zinc, componentes de la aleación de los aceros e inhibidores de decapado, aceites, grasas libres, metales pesados u otros.

Es por ello necesario realizar el análisis de todos los parámetros fisicoquímicos establecidos por la normativa peruana (DS 001–2015–Vivienda) de los baños agotado de decapado para saber su composición antes y después del tratamiento mediante neutralización para poder disponerlo a la red del alcantarillado.

Si el baño de decapado agotado excede el pH establecido en los VMA, se le adiciona ácido sulfúrico o HCl para bajar el pH en el rango establecido.

## 2.4 Definición de términos básicos

- a) **Decapado.**- Etapa del proceso de galvanizado que tiene como principal objetivo retirar el óxido presente en las piezas de acero.
- b) **Neutralización.**- Reacción que ocurre entre un ácido y una base produciendo una sal y agua.
- c) **Oxidación.**- Reacción química en la que un metal o un no metal cede electrones
- d) **Baño de decapado agotado:** Solución de ácido clorhídrico que presenta un alto contenido disuelto de cloruro ferroso de una concentración de (150g/l).
- e) **Precipitación.**- Sólido que se produce en una disolución por una reacción química.
- f) **Suspensión.**- Mezcla heterogénea formada por un sólido en polvo insoluble que se dispersa en un medio líquido.
- g) **Ácido concentrado.**- Aquel que tiene una cantidad relativamente grande de soluto disuelto en un solvente.
- h) **Galvanizado.**- Recubrimiento por inmersión en un baño de zinc fundido.
- i) **Carbonatación.**- Reacción química en la que el hidróxido de calcio reacciona con el dióxido de carbono para formar carbonato de calcio.
- j) **Solubilidad.**- Medida de la capacidad de disolverse una sustancia en otra llamada solvente.
- k) **Potencial de hidrogeno.**- Mide el nivel de acidez o alcalinidad calculando la cantidad de iones de hidrogeno que presenta una solución.
- l) **Filtro al vacío.**- Técnica de separación de sólido y líquido.
- m) **Cal hidratada.**- Base fuerte que se obtiene mediante la hidratación del óxido de calcio.
- n) **Lodos.**- Subproducto que contiene una fracción líquida y sólida proveniente de un proceso de tratamiento de aguas residuales.
- o) **Dilución.**- Reducción de la concentración de una sustancia química añadiendo un solvente.
- p) **Decantación.**- Método físico que consiste en separar un sólido mezclado heterogéneamente con un líquido que es insoluble o bien de dos líquidos inmiscibles con densidades diferentes.

- q) **Acido residual.**- Ácido clorhídrico presente en pequeña concentración en los baños de decapado agotado.
- r) **Agua clorada.**- Agua que contiene cloro en su forma molecular o productos clorados.
- s) **Espuma.**- Acumulación de burbujas que se genera en la superficie de un líquido.
- t) **Antiespumante.**- Producto químico que permite controlar y eliminar las espumas formadas en el agua tratada.
- u) **Agitador magnético.**- Instrumento magnético para mezclar de manera automatizada un solvente y uno o más solventes.
- v) **Anfótero.**- Es una sustancia química que puede reaccionar como una base o ácido de acuerdo al medio en que se encuentre.
- w) **Sedimentación.**- Proceso que consiste en que un sólido no disuelto en un líquido se deposita en el fondo de un recipiente por acción de la gravedad.

### III. VARIABLES E HIPÓTESIS

#### 3.1 Hipótesis

##### 3.1.1 Hipótesis general

El rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado se obtiene a través de la aplicación de cal hidratada, durante un tiempo y RPM determinados.

##### 3.1.2 Hipótesis específicas

- 1) El tiempo de agitación es de 20 minutos para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado.
- 2) Los rpm óptimos son de 400 para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado.
- 3) La masa de cal hidratada necesaria es de 8 g/50 ml de solución para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado.

#### 3.2 Definición conceptual de variables.

a) **Variables de la investigación dependientes.**- Neutralización del baño de decapado agotado para obtener el rango de pH óptimo, en el proceso de galvanizado en caliente.

b) **Variables de la investigación independientes :**

X1 = Tiempo de agitación adecuado para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado

X2 = rpm adecuado para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado

X3 = Masa de cal hidratada necesaria para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado

##### 3.2.1 Operacionalización de variables

En la **Tabla 3 (Ver pag. N° 38)** se muestra cómo se realizó la definición operacional de las variables, a través de dimensiones, indicadores y métodos de ensayo a realizar.

**Tabla 3**  
*Operacionalización de las variables*

<b>VARIABLE DEPENDIENTE</b>	<b>DIMENSION</b>	<b>INDICADOR</b>	<b>MÉTODO</b>
Y = Neutralización del baño de decapado agotado para obtener el rango de pH óptimo, en el proceso de galvanizado en caliente.	– Parámetro fisicoquímico	– pH	SMEWW – APHA–AWWA–WEF Part 4500–H+–B; 23 rd Ed:2017. pH value: Electrometric Method.
<b>VARIABLES INDEPENDIENTES</b>	<b>DIMENSION</b>	<b>INDICADOR</b>	<b>MÉTODO</b>
X <sub>1</sub> = Tiempo de agitación adecuado para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado	– Tiempo de agitación	minutos	Ensayos experimentales con cronometro
X <sub>2</sub> = rpm adecuado para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado.	– Rpm	rpm	Ensayos experimentales con agitador magnético.
X <sub>3</sub> = Masa de cal hidratada necesaria para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado	– Masa de cal hidratada	g	Ensayos experimentales con balanzas analíticas.

Elaboración propia

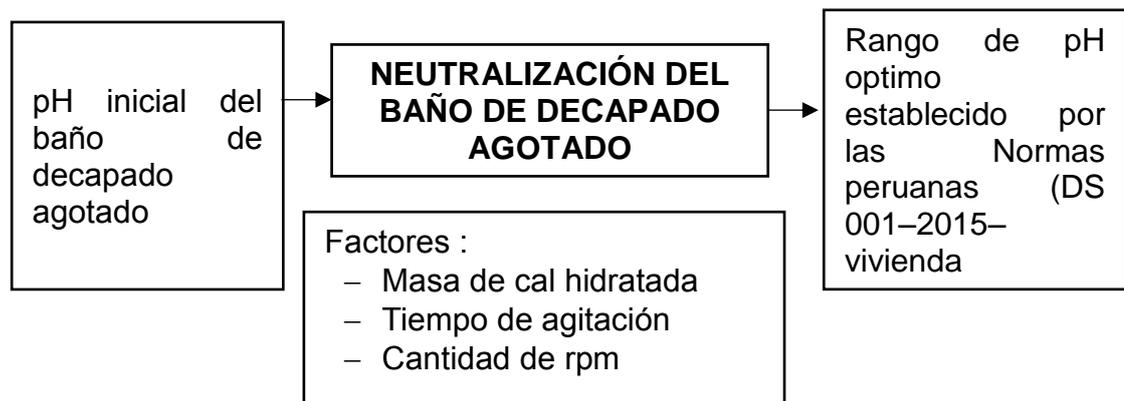
## IV. DISEÑO METODOLÓGICO

### 4.1 Tipo y diseño de investigación

La presente investigación es de tipo experimental porque permitió manipular variables mediante la observación y medición de resultados para determinar los parámetros deseados; por el manejo de datos es cuantitativo debido a la naturaleza de las variables de investigación que en su mayoría son medibles; es longitudinal porque los efectos del tratamiento se obtiene en intervalos de tiempo; por su finalidad es de tipo aplicada, debido a que los resultados obtenidos podrán ser puestos en práctica siendo considerada como una gran opción para tratar los efluentes provenientes de baños de decapado agotado de las industrias de galvanizado.

#### 4.1.1 Diseño experimental

En el diseño experimental de la presente investigación se ha considerado los siguientes factores que se muestran en la **Figura 12**.



*Figura 12* : Diseño experimental  
Elaboración propia

#### 4.1.2 Nivel de investigación

El presente trabajo de investigación será a nivel de laboratorio.

### 4.2 Método de investigación

Con todo lo mencionado en este trabajo de investigación, la metodología apropiada para la realización experimental es el diseño factorial.

#### 4.2.1 Diseño factorial

El diseño factorial permite manipular dos o más variables independientes e incluyen dos o más niveles en cada una de ellas. (Hernández et al., 2014)

Con ello se determinará el número de experimentos necesarios a realizar para lograr los objetivos de estudio a través de la siguiente ecuación:

$$N = B^A \qquad 18$$

Donde :

**N** : Número de experimentos necesarios

**A** : Número de variables a manipular

**B** : Número de niveles o valores que adopta la variable

En base a antecedentes bibliográficos se establecieron tres niveles para cada factor (variable independiente), estos son detallados mediante la tabla 4, y con estos datos se obtiene una cantidad de 27 corridas a realizar (**Ver Tabla 5 pag. N° 41**)

**Tabla 4**  
*Factores y niveles*

Factores	Notación	Niveles		
Tiempo de agitación (minutos)	X1	10	20	30
RPM	X2	400	500	700
masa de cal hidratada (g)	X3	6	8	10

Elaboración Propia

#### 4.2 Población y muestra

Por la naturaleza de la investigación (experimental) esta tesis no presenta el elemento universo, pero se puede considerar población y muestra.

- a) **Población.**- La planta de galvanizado en mención dispone de 30 m<sup>3</sup> de efluentes de baños de decapado agotado en un tanque de tal capacidad.
- b) **Muestra.**- Se estimó que cada corrida o prueba se realizará con 100 litros de efluentes de baños de decapado agotado.

**Tabla 5**  
*Diseño factorial*

Número de experimento	X1	X2	X3
	Tiempo de agitación (s)	RPM	masa de cal hidratada (g)
1	20	400	6
2	30	700	6
3	10	400	6
4	30	500	6
5	30	400	8
6	20	500	10
7	20	400	8
8	10	500	10
9	20	500	6
10	10	400	6
11	10	400	10
12	30	700	10
13	20	700	8
14	20	500	10
15	30	700	10
16	10	400	10
17	10	700	8
18	30	500	8
19	10	700	8
20	20	700	6
21	30	500	10
22	30	500	8
23	20	700	8
24	10	400	6
25	30	400	6
26	20	700	10
27	10	1000	8

Minitab16

### **4.3 Lugar de estudio y periodo desarrollado**

Las pruebas experimentales o corridas se realizaron en el laboratorio de la Facultad de Ingeniería Ambiental y Recursos Naturales (FIARN), laboratorio de operaciones unitarias (LOPU) y laboratorio de química de la Universidad Nacional del Callao.

#### **4.4 Técnicas e instrumentos de recolección de datos**

##### **4.4.1 Instrumentos de recolección de datos**

###### **a) Materiales :**

- 1) Vasos precipitados de 250 ml
- 2) Matraz Erlenmeyer de 250 ml
- 3) Probeta
- 4) Mortero
- 5) Vagueta
- 6) Luna de reloj
- 7) Fiolas
- 8) Botellas descartables
- 9) EPPS (lentes de seguridad, guantes, etc.)

###### **b) Reactivos :**

- 1) Cal hidratada al 80% de pureza
- 2) Acido orto fosfórico 85%
- 3) Permanganato de potasio 0,1 N
- 4) Agua destilada

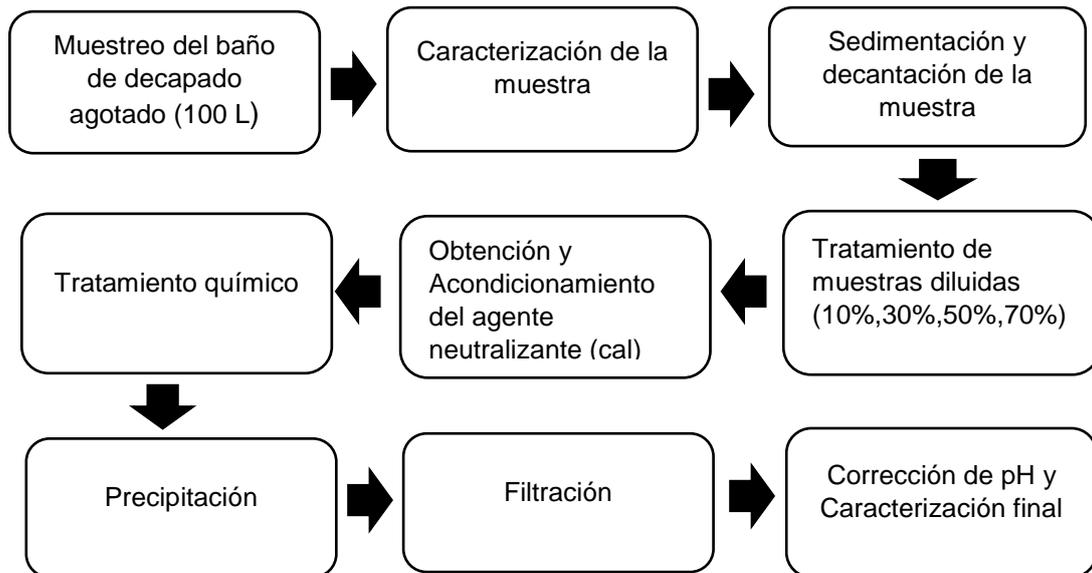
###### **c) Equipos :**

- 1) ICP – MS
- 2) Balanza analítica con  $\pm 0,0001$  mg de precisión marca OHAUS
- 3) Multiparámetro de laboratorio marca SPER SCIENTIFIC
- 4) Agitador Magnético multipunto marca VARIOMAG POLY
- 5) Equipo de filtrado al vacío
- 6) Tamices

##### **4.5.2. Procedimiento de recolección de datos**

Para la recolección de datos experimentales se siguieron una serie de etapas mostradas a través de la **Figura 13 (Ver pag. N° 43)**

También se consideró el siguiente plan de trabajo (**Ver Tabla 6 pag. N° 44**), en donde los espacios vacíos son para colocar los resultados de pH (variable dependiente)



*Figura 13* : Esquema experimental  
Elaboración propia

- a) **Muestreo de baños de decapado agotado.**- La muestra fue adquirida en una planta de galvanizado ubicada en Lurín (**Ver Figura 14 pag. Nº 44**), Se recolectó 100 litros de muestra para realizar las pruebas experimentales y/o análisis requeridos, en bidones de plástico y con los EPP respectivos. (**Ver Figura 14 pag. Nº 44**)
- b) **Caracterización de la muestra.**- Para caracterizar la muestra fue necesario 7 L del efluente del baño de decapado agotado. Se procedió a realizar en una muestra los análisis correspondientes a las normas vigentes peruana DS-001-2015-Vivienda (**Ver Tabla 7 pag. Nº 45**)
- c) **Sedimentación y decantación.**- La muestra recolectada (100 litros) se almacenó en un recipiente cilíndrico durante 24 horas, tiempo apropiado para la sedimentación de sólidos en suspensión, luego se procedió a decantar. En la **Figura 15 (Ver pag. Nº 45)** se observa la muestra con sólidos en suspensión (izquierda) y la muestra luego de la sedimentación y decantación (derecha)



Figura 14: Toma de muestra del baño de decapado agotado  
Foto tomada en Planta de galvanizado

**Tabla 6**  
*Plan de trabajo*

<b><math>v_1 = 400 \text{ RPM}</math></b>			
	<b><math>m_1 = 6 \text{ g}</math></b>	<b><math>m_2 = 8 \text{ g}</math></b>	<b><math>m_3 = 10 \text{ g}</math></b>
<b><math>t_1 = 10 \text{ min}</math></b>			
<b><math>t_2 = 20 \text{ min}</math></b>			
<b><math>t_3 = 30 \text{ min}</math></b>			
<b><math>v_2 = 500 \text{ RPM}</math></b>			
	<b><math>m_1 = 6 \text{ g}</math></b>	<b><math>m_2 = 8 \text{ g}</math></b>	<b><math>m_3 = 10 \text{ g}</math></b>
<b><math>t_1 = 10 \text{ min}</math></b>			
<b><math>t_2 = 20 \text{ min}</math></b>			
<b><math>t_3 = 30 \text{ min}</math></b>			
<b><math>v_3 = 700 \text{ RPM}</math></b>			
	<b><math>m_1 = 6 \text{ g}</math></b>	<b><math>m_2 = 8 \text{ g}</math></b>	<b><math>m_3 = 10 \text{ g}</math></b>
<b><math>t_1 = 10 \text{ min}</math></b>			
<b><math>t_2 = 20 \text{ min}</math></b>			
<b><math>t_3 = 30 \text{ min}</math></b>			

Elaboración propia

Donde :

- m** : Masa de cal hidratada
- t** : Tiempo de agitación
- v** : Velocidad de agitación



Figura 15: Muestra antes y después de la sedimentación y decantación  
Elaboración Propia

**Tabla 7**  
*Composición química de los baños de decapado agotado*

Parámetro	Valores máximos admisibles según norma	Composición química del baño de decapado agotado
Demanda bioquímica de oxígeno	500 mg/L	---
demanda química de oxígeno	1000 mg/L	---
solidos suspendidos totales	500 mg/L	640 mg/L
aceites y grasas	100 mg/L	100 mg/L
Aluminio	10 mg/L	21,580 mg/L
Arsénico	0,5 mg/L	< 0,002 mg/L
Boro	4 mg/L	< 0,002 mg/L
Cadmio	0,2 mg/L	17,1274
Cianuro	1 mg/L	< 0,0125 mg/L
Cobre	3 mg/L	< 0,0003 mg/L
Cromo hexavalente	0,5 mg/L	0,01
Cromo total	10 mg/L	39,4199 mg/L
Manganeso	4 mg/L	904
Mercurio	0,02 mg/L	0,0076 mg/L
Níquel	4 mg/L	28,2372
Plomo	0,5 mg/L	< 0,002 mg/L
Sulfatos	1 000 mg/L	150 mg/L
Sulfuros	5 mg/L	< 0,02 mg/L
Zinc	10 mg/L	3 010 mg/L
Nitrógeno Amoniacal	80 mg/L	---
pH	6 – 9	1
Solidos Sedimentables	8,5 ml/L/h	10 ml/L/h
Temperatura	< 35°C	22°C

Datos tomados del informe de ensayo N° IE-19-4864 análisis. (Anexo 2)

**Tabla 8**

*Datos de la composición del baño de decapado agotado*

Parámetro	Composición química del baño de decapado agotado
Contenido de acidez	3 650 mg/L
Cloruros	9 700 mg/L
Hierro	100 718 mg/L

Datos tomados de la planta de galvanizado

**d) Tratamiento de muestras diluidas.**- Para saber el volumen de torta que se genera con el tratamiento químico primero se realizó un tratamiento de adición directa de  $\text{Ca(OH)}_{2(s)}$  a las muestras de baño de decapado agotado diluidas al 10%, 30%, 50% y 70%

- 1) Dilución de muestras.**- En una fiola de 100 ml se colocó 10 ml de muestra de baño de decapado agotado y se enrasó con agua destilada. Luego se vertió ésta dilución en un vaso precipitado.
- 2) Adición de cal hidratada.**- Se agregó 1,6 g  $\text{Ca(OH)}_{2(s)}$  en la dilución preparada anteriormente y se agitó con una bagueta durante 10 minutos (**Ver Figura 16**), se dejó reposar por 30 minutos para observar la sedimentación, posteriormente se midió el pH de la solución sobrenadante.



*Figura 16 : Dilución de muestras luego de la adición de  $\text{Ca(OH)}_{2(s)}$ .  
Elaboración Propia*

Se repitió la operación para cada dilución de muestra, tal como lo muestra la **Tabla 9**

**Tabla 9**  
*Tratamiento de diluciones y pH luego del tratamiento*

Dilución de muestra (%)	masa de Ca(OH) <sub>2</sub> (g)	Tiempo de agitación (min.)	pH
10	1,60	10	8,0
30	5,25	22	9,5
50	8,00	22	9,0
70	11,20	20	9,0
100	16,00	20	9,0

Elaboración propia

Se observó la formación del volumen de torta y solución sobrenadante por cada dilución (**Ver Tabla 10**)

**Tabla 10**  
*Volumen de lodo y de solución sobrenadante*

Dilución de muestra (%)	Volumen de torta (ml)	Volumen de solución sobrenadante (ml)
10	44,87	86,00
30	48,61	71,04
50	67,30	52,35
70	78,52	37,39
100	97,00	18,00

Elaboración propia

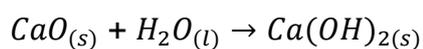
**NOTA** : El volumen de torta formada permitieron conocer experimentalmente en que volumen disolver parcialmente la cal hidratada. La suspensión de cal hidratada se realizó con el fin de facilitar la reacción de este con los analitos presentes en la muestra, vale decir que se eligió la dilución de muestra al 50%, teniendo en cuenta el volumen de torta que se genera y que la solubilidad de la cal hidratada en agua es 0,185 g/100 cm<sup>3</sup> Por ello en adelante se trabajó con suspensiones de cal hidratada,

disolviéndose parcialmente en 50 ml de agua destilada. En el capítulo V se observa la cantidad de torta generada.

**e) Obtención y acondicionamiento del agente neutralizante.-** Se obtuvo cal hidratada ( $\text{Ca(OH)}_{2(s)}$ ) a partir de cal viva ( $\text{CaO}_{(s)}$ ) de la siguiente manera:

**(Ver Figura 17)**

**1) Hidratación.-** En un mortero se colocó trozos del mineral  $\text{CaO}_{(s)}$  y se agregó agua a través de un aspersor; 33% de agua del peso de cal viva **(Ver Figura 17)** Al hidratar los trozos de cal viva se hincharon y se resquebrajaron para así obtener como producto final un polvo fino blanco, así mismo cabe mencionar que esta etapa presento una reacción exotérmica **(Ver Figura 18 pag. Nº 49)**



19



*Figura 17 : Trozos de Cal viva  
Elaboración Propia.*

**2) Molienda.-** En un mortero se trituro la cal hidratada ( $\text{Ca(OH)}_{2(s)}$ ) para luego proceder a tamizar el compuesto químico en malla 1 200  $\mu\text{m}$ .



Figura 18: Resquebrajamiento del mineral luego de la hidratación  
Elaboración Propia.

- 3) Tamizado.**- Se tamizo  $\text{Ca}(\text{OH})_{2(s)}$  obteniéndose partículas de tamaño inferior a 1 200  $\mu\text{m}$  (**Ver Figura 19**)



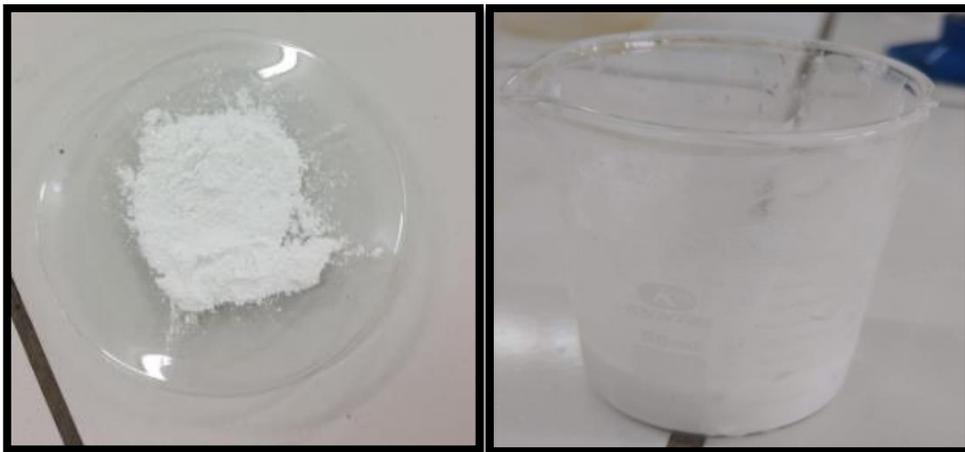
Figura 19: Tamizado de  $\text{Ca}(\text{OH})_{2(s)}$   
Elaboración Propia

- 4) Análisis de porcentaje de pureza de hidróxido de calcio.**- Se realizó el análisis de porcentaje de pureza de hidróxido de calcio, en lo cual se obtuvo 87,43% de pureza (**Ver Anexo 8**)

**5) Acondicionamiento del agente neutralizante (Suspensión de cal).-**

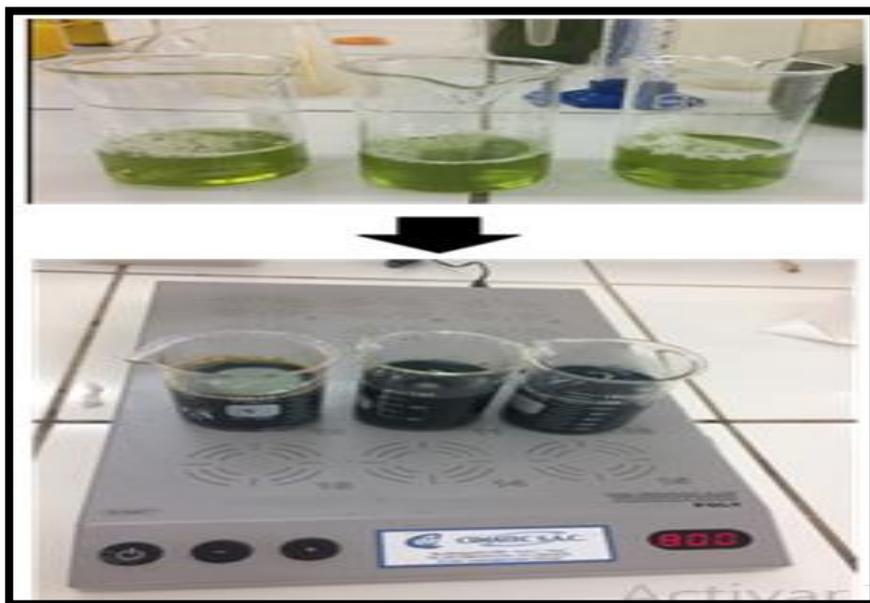
Para el tratamiento mediante neutralización se utilizó una suspensión de cal hidratada ( $\text{Ca(OH)}_{2(\text{ac})}$ ), en las proporciones indicadas en la **Tabla 4 (Pag. N° 40)** (6 g, 8 g, 10 g de  $\text{Ca(OH)}_{2(\text{s})}$  cada una en 50 ml de agua destilada)

- Se pesó 6 g de  $\text{Ca(OH)}_{2(\text{s})}$  en una luna de reloj
- En una probeta se colocó 50 ml de agua destilada
- Se agregó el agua destilada en un vaso precipitado y se añadió  $\text{Ca(OH)}_{2(\text{s})}$  que se pesó anteriormente, se procedió a agitar usando una bagueta durante un minuto. Se obtuvo  $\text{Ca(OH)}_{2(\text{ac})}$  parcialmente disuelto (**Ver Figura 20**)
- Se repitió el procedimiento para las 27 corridas a realizar con los respectivos pesos de cal.



*Figura 20 :  $\text{Ca(OH)}_{2(\text{s})}$  parcialmente disuelto  
Elaboración Propia*

- f) Tratamiento químico.-** En un vaso precipitado se colocó 50 ml de la muestra (baño de decapado agotado) y se añadió la suspensión de cal hidratada preparada anteriormente. Mediante el agitador magnético multipunto se aplicó una velocidad determinada, se trabajó con 3 muestras a la vez a diferentes masas (**Ver Figura 21 pag. N° 51**), a un mismo tiempo e igual velocidad.



*Figura 21* : Tratamiento químico  
Elaboración propia.

Obtenido las variables óptimas, se trató el baño de decapado agotado mediante neutralización de forma secuencial, el cual presenta dos etapas, debido a la presencia de los metales que precipitan en diferentes rangos de pH. Se utilizó una suspensión de cal hidratada, en las siguientes proporciones, en dos vasos de precipitado se colocó 43,75 ml y 6,25 ml de agua destilada con 7 g y 1 g respectivamente de cal hidratada.

**g) Precipitación.-** Durante el tratamiento químico se observó la formación de precipitados, en forma de hidróxidos de metales (**Ver Figura 22 pag. N° 52**) Luego se deja reposar las muestras tratadas por un lapso de 30 minutos, en lo cual se puede observar el volumen de la torta. Se repitió el procedimiento para los 27 ensayos, como se indica en la **Tabla 5 (Ver pag. N° 41)**

Se hizo la lectura del pH final mediante el uso del multiparámetro. Ver resultados del pH en el capítulo V, (**Ver Tabla 11 pag. N° 56**)

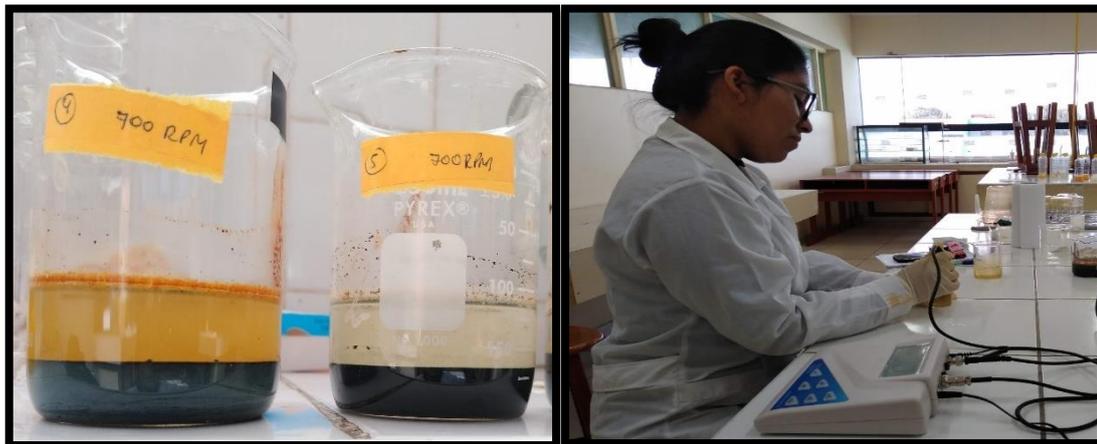


Figura 22 : Formación de precipitado (izquierda), medición de pH (derecha)  
Elaboración propia

**h) Filtración.-** Mediante la filtración al vacío (**Ver Figura 23**) se procedió a filtrar las muestras tratadas, se obtuvo torta (sólidos finos) y el líquido de la muestra tratada, este último se almacena en botellas de plástico.

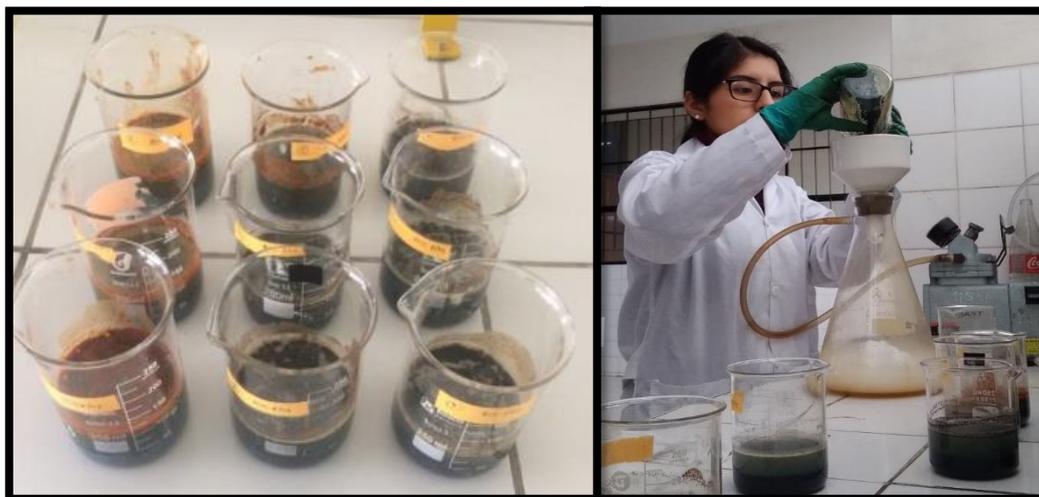


Figura 23 : Muestras tratadas a 500 RPM (izquierda), filtración (derecha)  
Elaboración propia.

Durante la filtración al vacío se observó partículas en suspensión y formación de espuma (**Ver Figura 24 pag. N° 53**) en la superficie del líquido, por lo cual se procedió nuevamente a filtrar, pero esta vez se realizó una filtración por gravedad (**Ver Figura 25 pag. N° 53**) para eliminar totalmente las partículas suspendidas.

A nivel laboratorio no fue necesario el uso de un antiespumante porque la presencia de espuma no interfirió en las etapas posteriores del tratamiento.



*Figura 24 : Muestra filtrada*  
*Elaboración propia*



*Figura 25 : Muestras filtradas por gravedad*  
*Elaboración propia*

Se observó la formación de torta para 400, 500 y 700 RPM, resultando en total 27 tortas y 27 botellas contenidas de líquido sobrenadante (**Ver Figura 26 pag. N° 54**)



Figura 26 : Generación de torta (izquierda), liquido sobrenadante (derecha)  
Elaboración propia

Para observar mejor el líquido de la muestra tratada se vertió en vasos precipitados y se volvió a medir el pH (**Ver Figura 27**), se encontró mínimas variaciones con las medidas de pH hechas antes del filtrado.

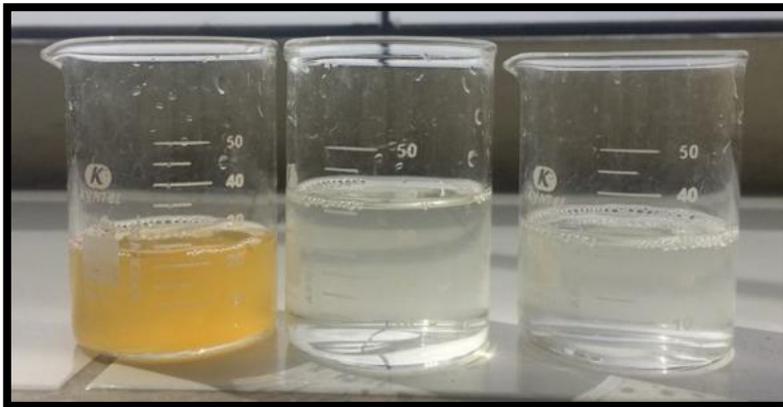


Figura 27 : Liquido sobrenadante  
Elaboración propia.

- i) **Corrección de pH.**- Se corrigió el pH en la muestra de baño de decapado agotado tratado óptimo con ácido clorhídrico concentrado en una relación de 1 : 2 en agua, hasta llegar al rango de pH óptimo (6–9)
- j) **Caracterización final.**- Finalmente se realizó los siguientes análisis a la muestra de baño de decapado agotado tratado (**Ver Figura 28 pag. Nº 55**) mediante el tratamiento de neutralización, que presentó un pH de 10.52 en

la segunda etapa, porque a un pH mayor a 10 precipita cadmio, níquel y manganeso.



*Figura 28: Baño de decapado agotado tratado*  
*Elaboración propia*

- 1) pH
- 2) Contenido de hierro, zinc, cadmio, níquel y manganeso
- 3) Solidos suspendidos totales
- 4) Solidos sedimentables
- 5) Aceites y grasas

#### **4.5 Análisis y procesamiento de datos**

Después de haber concluido con la etapa de recolección de datos, se procedió con el análisis de datos con el uso de los software IBM SPSS Statistics 21 y minitab 16, al ingresar las variables de la tabla 5, como son: RPM, cantidad de cal hidratada, tiempo de agitación y la variable respuesta pH.

## V. RESULTADOS

### 5.1. Resultados descriptivos

En la etapa de procedimiento de recolección de datos (capítulo IV) se obtuvieron los siguientes resultados, detallados a continuación:

**Tabla 11**  
*pH final de la muestra en una sola etapa*

<b>v<sub>1</sub> = 400 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	<b>5,18</b>	<b>6,33</b>	<b>10,90</b>
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	<b>5,23</b>	<b>10,52</b>	<b>11,30</b>
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	<b>5,47</b>	<b>11,09</b>	<b>11,31</b>
<b>v<sub>2</sub> = 500 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	<b>5,35</b>	<b>6,26</b>	<b>11,30</b>
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	<b>5,47</b>	<b>11,00</b>	<b>11,35</b>
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	<b>6,01</b>	<b>11,33</b>	<b>11,43</b>
<b>v<sub>3</sub> = 700 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	<b>5,79</b>	<b>7,03</b>	<b>11,31</b>
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	<b>5,74</b>	<b>11,11</b>	<b>11,47</b>
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	<b>5,85</b>	<b>11,53</b>	<b>11,55</b>

Elaboración propia

**Tabla 12**  
*pH final de la muestra en dos etapas*

<b>V<sub>1</sub> = 400 RPM</b>			
<b>Etapa 1</b>	<b>m<sub>1</sub> = 7 g</b>	<b>Etapa 2</b>	<b>m<sub>1</sub> = 1 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 15 min</b>	<b>9,5</b>	<b>t<sub>2</sub> = 5 min</b>	<b>10,52</b>

Elaboración propia

En la **Tabla N° 13 (Ver pag. N° 57)** se observa que el volumen del baño de decapado agotado es variable.

**Tabla 13***Volumen posterior al filtrado al vacío y por gravedad. (ml)*

<b>v<sub>1</sub> = 400 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	73	62	64
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	74	68	66
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	74	65	67
<b>v<sub>2</sub> = 500 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	70	68	69
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	77	66	68
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	77	71	70
<b>v<sub>3</sub> = 700 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	74	63	69
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	65	67	70
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	74	68	71

Elaboración propia.

En la **Tabla N° 14** se observa que el volumen de torta generada depende del pH, es decir mientras mayor sea el pH en el proceso de neutralización, mayor será el volumen de torta generado.

**Tabla 14***Volumen de torta con baño de decapado agotado tratado (ml)*

<b>v<sub>1</sub> = 400 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	39,6	45,2	46,6
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	39,7	46,6	47,5
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	39,9	46,6	48,0
<b>v<sub>2</sub> = 500 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	39,7	45,2	46,6
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	39,8	46,8	47,8
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	43,2	46,8	48,1
<b>v<sub>3</sub> = 700 RPM</b>			
	<b>m<sub>1</sub> = 6 g</b>	<b>m<sub>2</sub> = 8 g</b>	<b>m<sub>3</sub> = 10 g</b>
<b>t<sub>1</sub> = 10 min</b>	40,0	45,5	46,7
<b>t<sub>2</sub> = 20 min</b>	39,9	46,9	47,8
<b>t<sub>3</sub> = 30 min</b>	43,0	47,0	48,2

Elaboración propia

## 5.2. Resultados inferenciales

### a) Diseño factorial de múltiples niveles (DOE) : Resumen del diseño :

Factores	: 3	Réplicas	: 1
Corridas base	: 27	Total de corridas	: 27
Bloques base	: 1	Total de bloques	: 1
Número de niveles	: 3, 3,3		

#### 1) Análisis de diseño factorial

Tabla 15

*Variables estadísticas*

X1	X2	X3	Y
Tiempo de agitación (s)	RPM	masa de cal hidratada (g)	pH
20	400	6	5,23
30	700	6	5,85
10	400	6	5,18
30	500	6	6,01
30	400	8	11,09
20	500	10	11,35
20	400	8	10,52
10	500	10	11,30
20	500	6	5,47
10	400	6	5,35
10	400	10	10,90
30	700	10	11,31
20	700	8	11,11
20	500	10	11,47
30	700	10	11,43
10	400	10	11,31
10	700	8	6,33
30	500	8	11,53
10	700	8	6,26
20	700	6	5,74
30	500	10	11,55
30	500	8	11,33
20	700	8	11,00
10	400	6	5,79
30	400	6	5,47
20	700	10	11,30
10	1000	8	7,03

Minitab16

1) **Efectos principales para pH.**- De las gráficas (Ver Figura 29) del pH vs masa de cal hidratada existe una mayor pendiente en la curva, lo cual indica que hay un mayor efecto principal de la masa de cal hidratada necesaria sobre el pH.

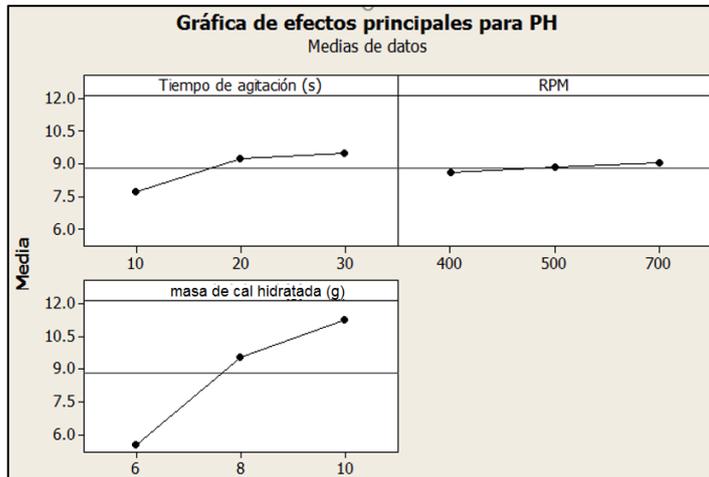


Figura 29: Efectos principales para pH  
Minitab 16

## b) Análisis de normalidad

Tabla 16  
Variables estadísticas por proceso

t (min)	Proceso 1			Proceso 2			Proceso 3		
	700 RPM			500 RPM			400 RPM		
	6 g	8 g	10 g	6 g	8 g	10 g	6 g	8 g	10 g
<b>10</b>	5,79	7,03	11,31	5,35	6,26	11,30	5,18	6,33	10,90
<b>20</b>	5,74	11,11	11,47	5,47	11,0	11,35	5,23	10,02	11,30
<b>30</b>	5,85	11,53	11,55	6,01	11,33	11,43	5,47	11,09	11,31

SPSS statistics 21

### 1) Prueba de normalidad

Sí el número de muestras es < 30, se usa la prueba de normalidad Shapiro.

**Ha** : Los datos no provienen de una distribución normal

**H0** : Los datos provienen de una distribución normal

Sig < 0,05 Se rechaza H0

Sig > = 0,05 Se acepta H0

En la **Tabla N° 17** se observa que las variables presentan una distribución no paramétrica.

**Tabla 17**  
*Prueba de normalidad*

	Proceso	Kolmogórov – Smirnov			Shapiro – Wilk		
		Estadístico	gl	Sig.	Estadístico	gl	Sig.
pH	Proceso 1	0,324	g	0,007	0,729	g	0,003
	Proceso 2	0,327	g	0,008	0,723	g	0,003
	Proceso 3	0,302	g	0,018	0,749	g	0,005

SPSS statistics 21

## 2) Prueba de Kruskal – wallis

**H0** : No hay diferencias entre los grupos

**H1** : Hay diferencia entre los grupos; Si es mayor  $p > 005$ , acepto la hipótesis H0

Por lo tanto si Sig. Asintót es 0,357 no existe diferencia significativa en los valores del pH en los proceso 1,2 y 3.

**Tabla 18**  
*Rangos promedio*

pH	Proceso	N	Rango promedio
	Proceso 1	9	16,50
	Proceso 2	9	14,33
	Proceso 3	9	11,17
	Total	27	

SPSS statistics 21

## 1) Análisis de la mediana

En la **Tabla N° 20 (Ver pag. N° 61)** se observa que el proceso tiene igual mediana, aparentemente no hay mucha diferencia en cuanto a su tendencia en la mediana dentro de los procesos 1, 2 y 3.

**Tabla 19**  
*Estadísticos de contraste <sup>a, b</sup>*

	<b>pH</b>
Chi – cuadrado	2,057
GI	2,000
Sig. Asintót	0,357

a. Prueba de kruskal – wallis  
b. Variable de agrupación: proceso

SPSS statistics 21

**Tabla 20**  
*Resumen del procesamiento de los casos*

<b>pH* proceso</b>	<b>CASOS</b>					
	<b>Incluidos</b>		<b>Excluidos</b>		<b>Total</b>	
	N	Porcentaje	N	Porcentaje	N	Porcentaje
	27	100%	0	0,0%	27	100,0%
	Informe					
<b>pH Proceso</b>	N	Mediana agrupada		Mediana		Desv. Tip.
<b>Proceso 1</b>	9	11,11		11,11		2,81761
<b>Proceso 2</b>	9	11,00		11,00		2,91821
<b>Proceso 3</b>	9	10,52		10,52		2,91147
<b>Total</b>	27	10,90		10,90		2,77603

SPSS statistics 21

### c) Análisis de correlaciones no paramétricas

#### 1) Correlación no paramétrica entre el pH y los RPM

Según Spearman si  $P < 0,05$  se rechaza  $H_0$

**$H_0$**  : No hay asociación entre el pH y los RPM

**$H_a$**  : Hay correlación entre el pH y los RPM

Por lo tanto, no hay asociación entre los pH y los RPM

Así mismo de la **Tabla Nº 21 (Ver pag. Nº 62)** se observa que el coeficiente de correlación de spearman es 0,350, por lo tanto, existe una correlación positiva débil entre los RPM y el pH

**Tabla 21**  
*Correlaciones no paramétricas pH VS RPM*

			pH	RPM
<b>Rho de Spearman</b>	<b>pH</b>	Coeficiente de correlación	1,000	0,350
		Sig. (bilateral)		0,074
	<b>RPM</b>	Coeficiente de correlación	0,350	1,000
		Sig. (bilateral)	0,740	

N según lista = 27  
SPSS statistics 21

## 2) Correlación no paramétrica entre el pH y tiempo

De la **Tabla N° 22** se observa que el coeficiente de correlación de spearman es 0,280, por lo tanto, existe una correlación positiva débil entre los Tiempo y el pH

Según Spearman si  $P < 0,05$  se rechaza  $H_0$

$H_0$  : No hay asociación entre el pH y los RPM

$H_a$  : Hay correlación entre el pH y los RPM

Se observa que  $p = 0,158$ ; por lo tanto no hay asociación entre los pH y los tiempos.

**Tabla 22**  
*Correlaciones no paramétricas pH vs tiempo*

			pH	RPM
<b>Rho de Spearman</b>	<b>pH</b>	Coeficiente de correlación	1,000	0,280
		Sig. (bilateral)		0,158
	<b>Tiempo</b>	Coeficiente de correlación	0,280	1,000
		Sig. (bilateral)	0,158	

N según lista = 27  
SPSS statistics 21

## 3) Correlación no paramétrica entre el pH y la masa de cal hidratada.-

De la **Tabla N°23 (Ver pag. N° 63)** se observa que el coeficiente de correlación de spearman es 0,851, por lo tanto existe una correlación

positiva intensa entre la masa y el pH

Según Spearman si  $P < 0,05$  se rechaza  $H_0$

**$H_0$**  : No hay asociación entre el pH y los RPM

**$H_a$**  : Hay correlación entre el pH y los RPM

Se observa que  $p = 0,00$ ; por lo tanto, hay asociación entre los pH y la masa.

Por lo tanto, la variable  $X_3 =$  masa de cal hidratada es más significativa que  $X_1 =$  tiempo de agitación y  $X_2 =$  RPM

**Tabla 23**  
*Correlaciones no paramétricas pH vs masa de cal hidratada*

			pH	RPM
<b>Rho de Spearman</b>	<b>pH</b>	Coefficiente de correlación	1,000	0,851 <sup>^^</sup>
		Sig. (bilateral)		0,000
	<b>Masa de cal hidratada</b>	Coefficiente de correlación	0,851 <sup>^^</sup>	1,000
		Sig. (bilateral)	0,000	

<sup>^^</sup> La correlación es significativa al nivel 0,01 (bilateral)

N según lista = 27

SPSS statistics 21

**4) Regresión múltiple.**- El modelo explica 79,8% de la variación en el pH, sin embargo, la variable RPM no es significativa, pues  $p > 0,05$

El modelo es significativo y tiene buena capacidad de predicción, porque  $SSE = 35,822$  no es muy diferente a  $PRESS = 46,97$  La diferencia es menos del doble.

La ecuación de regresión es :

$$Y = - 5,25 + 0,0896 \times 1 = \text{tiempo de agitación} + 0,00143 \times 2 = \text{RPM} + 1,44 \times 3 = \text{masa de cal hidratada}$$

Predictor	Coef	SE Coef	T	P
Constante	- 5,252	1,686	- 3,11	0,005
X1	0,089560	0,029420	3,04	0,006
X2	0,001435	0,001926	0,75	0,464
X3	1,439700	0,147100	9,79	0,000

S = 1,24799      R – cuad. = 82,1%      R – cuad. (ajustado) = 79,8%

PRESS = 46,9752      R – cuad. /pred) = 76,56%

Análisis de varianza

Fuente	GL	SC	CM	F	P
Regresión	3	164,543	54,848	35,22	0
Error residual	23	35,822	1,557		
Total	26	200,365			

Fuente	GL	SC Sec.
X1	1	14,436
X2	1	0,865
X3	1	149,242

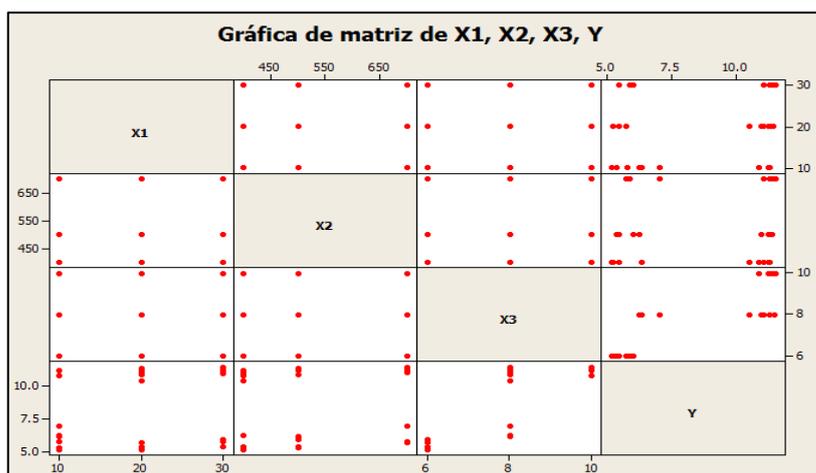


Figura 30: Matriz de  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_3$  vs  $y$   
Minitab 16

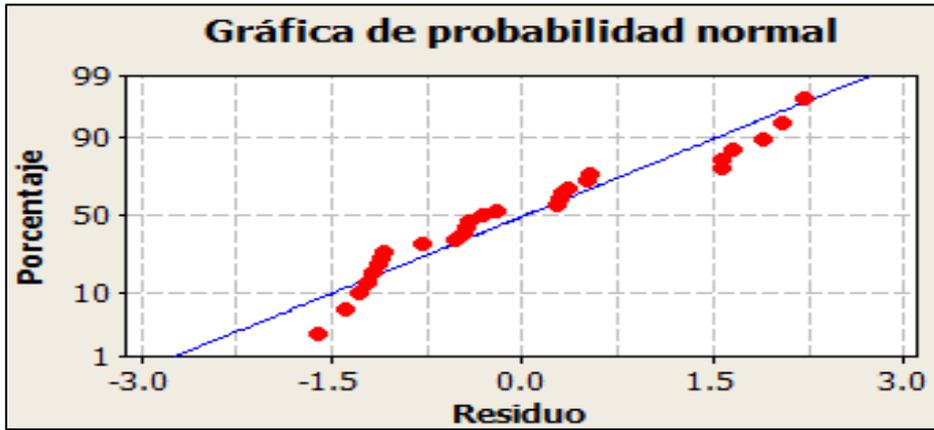


Figura 31 : Probabilidad normal  
Minitab 16

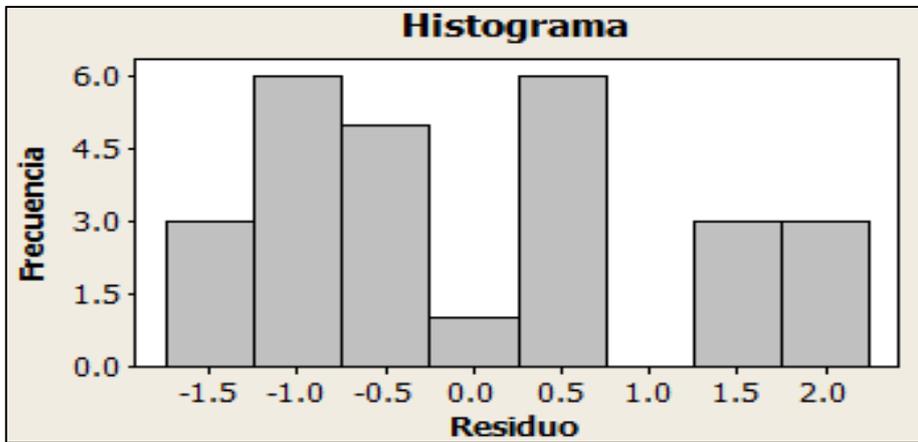


Figura 32: Histograma  
Minitab 16

En la **Figura N°31 y N°32** se observa que no cumplen con el supuesto de que los residuos están distribuidos normalmente.

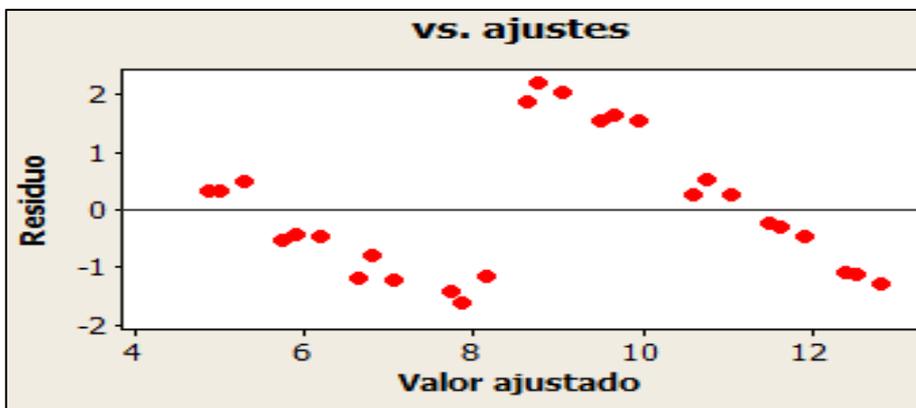
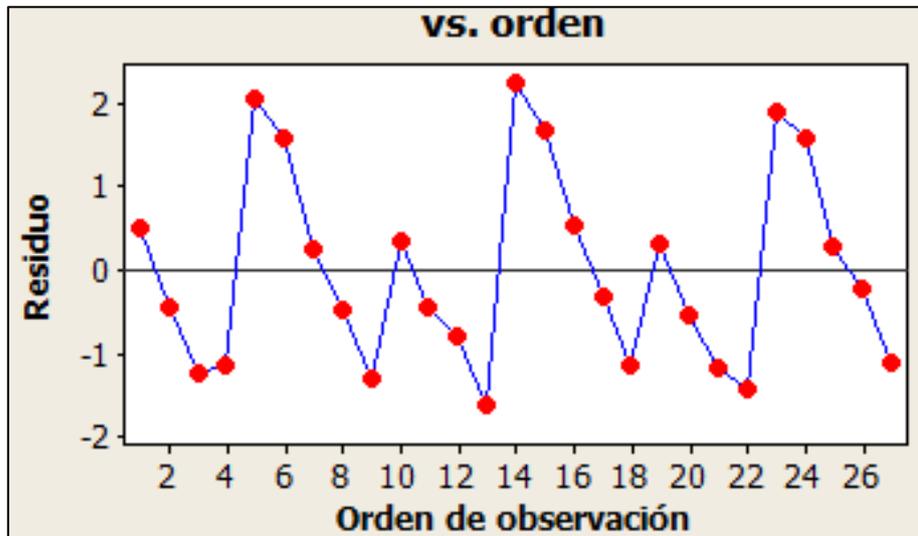


Figura 33: Residuos vs valor ajustado  
Minitab 16

En la **Figura N° 33 (Ver pag. N° 65)** de residuo vs valor ajustado se observa que la varianza residual nos es constante, por la tanto no cumple con el supuesto de que los residuos están distribuidos aleatoriamente y tienen una varianza constante.



*Figura 34:* Residuo vs orden de observación  
Minitab 16

En la **Figura N° 34** de residuos vs orden observación se demuestra que los residuos son independientes entre sí, porque no existe un patrón de comportamiento específico; así mismo se observa que los residuos están ubicados aleatoriamente alrededor de la línea central.

Se observa en la **Figura N° 31, N° 32 y N° 33 (Ver pag. N° 65)** el comportamiento anómalo de los residuos, lo cual puede deberse a las siguientes razones :

- El modelo requiere de una variable adicional o una transformación de “y” antes de ajustar la ecuación de regresión.
- Valores extremos (datos no normales)

**5) Transformación de box cox.-** Se realizó la transformación de “Y” antes de ajustar la ecuación de regresión lineal múltiple, usando la herramienta Box – cox, pero se obtuvo  $\lambda = 1$ , lo cual es equivalente a usar los datos originales.

En la gráfica (Ver Figura 35) se observa que el intervalo de confianza de lambda óptimo incluye 1, entonces no es necesaria una transformación.

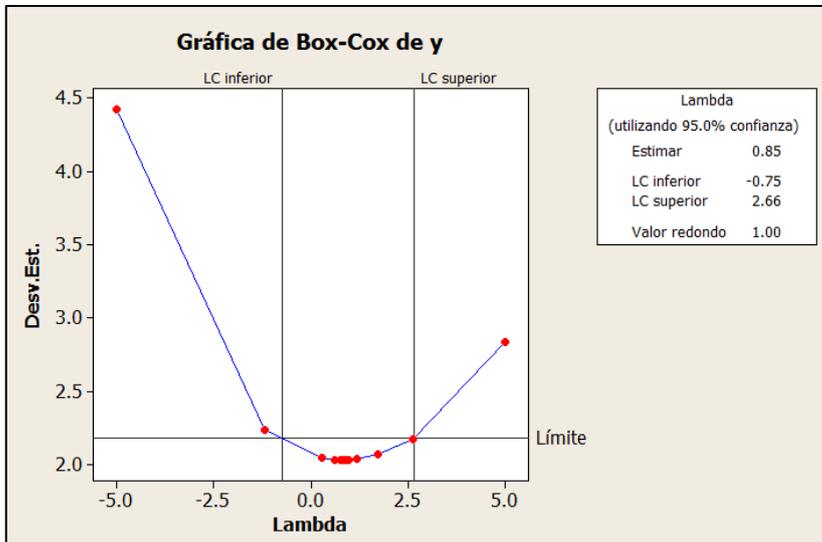


Figura 35 : Gráfica de Box cox de y  
Minitab 16

Así mismo los estimadores del modelo indican que la ecuación de regresión lineal múltiple es significativa a un alfa de 0,05; a pesar de no cumplir con los supuestos del modelo.

## 6) Gráfica de superficies

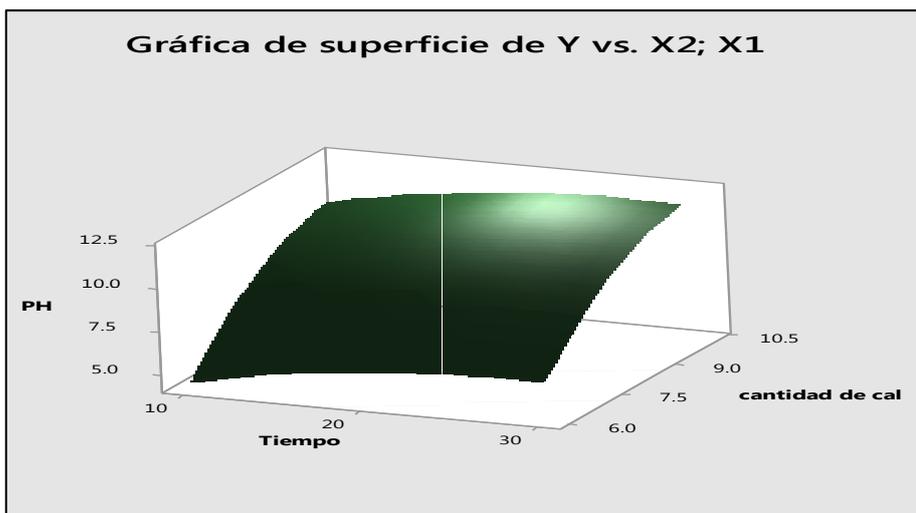


Figura 36 : Superficie de tiempo, cantidad de cal vs pH  
Minitab 16

En la **Figura N° 36** (Ver pag. N° 67) se observa que existe un efecto de proporcionalidad directa, a mayor tiempo de agitación y mayor cantidad de cal hidratada existe un mayor pH.

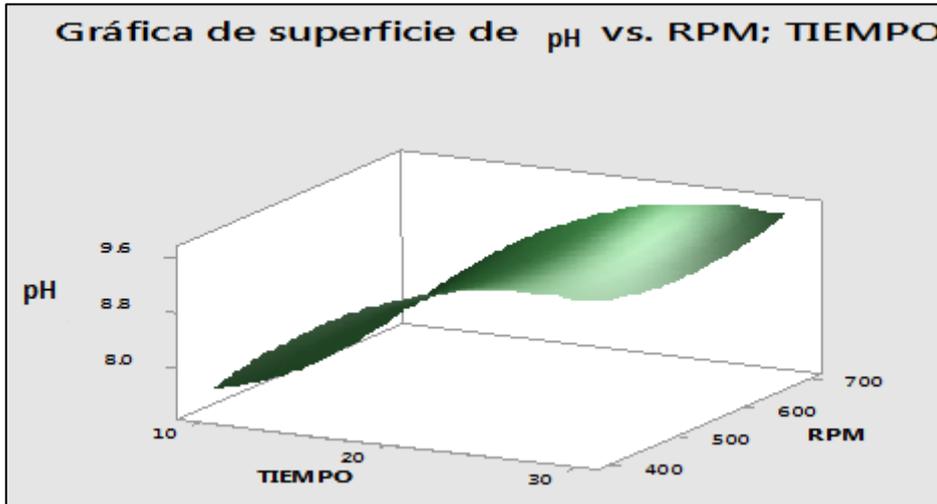


Figura 37: Superficie de PH vs RPM  
Minitab 16

En la **Figura N° 37** se observa que existe un efecto de proporcionalidad directa, a mayor tiempo de agitación y mayor rpm existe un mayor pH.

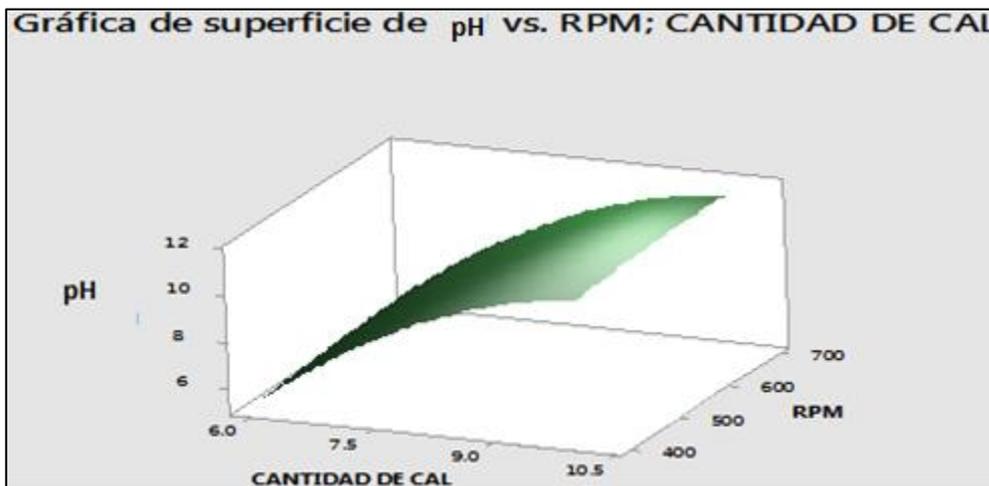
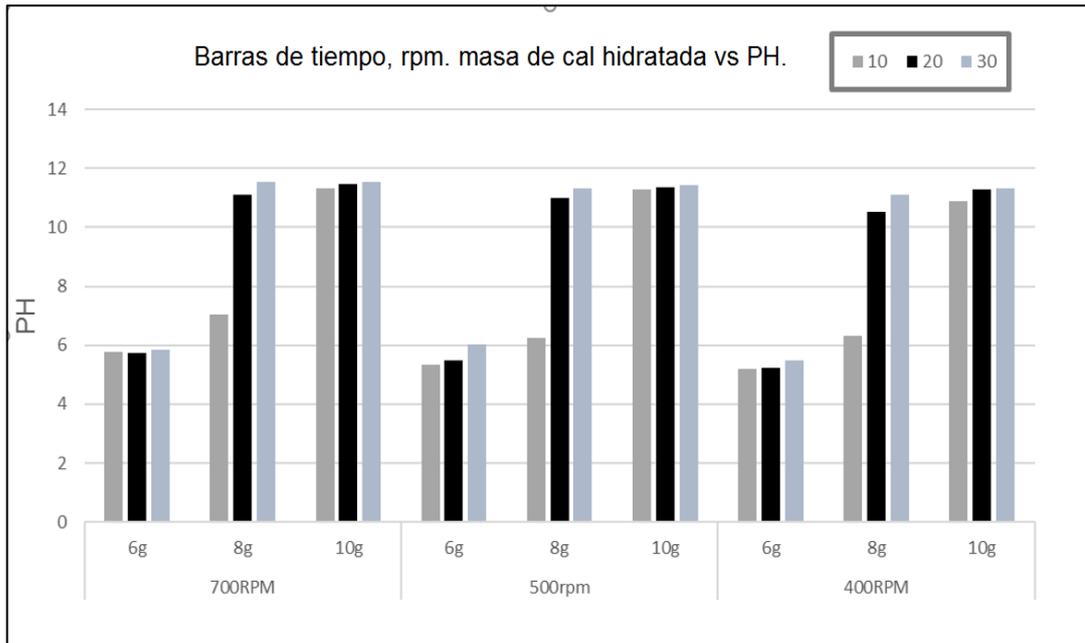


Figura 38: Superficie de RPM, cantidad de cal vs pH  
Minitab 16

En la **Figura N° 38 (Ver pag. N° 68)** se observa que existe un efecto de proporcionalidad directa, a mayor masa de cal hidratada y mayor rpm existe un mayor pH

### 5.3. Resultados parciales

En el siguiente gráfico (**Ver Figura 39**) se observa el comportamiento de las 3 variables independientes vs pH (variable dependiente) en una sola grafica.



*Figura 39:* Barras de tiempo, rpm. masa de cal hidratada vs pH  
Elaboración propia

#### 5.3.1. Influencia respecto a los RPM

Respecto a los rpm, a 700 y 500, se observa que se obtuvo un pH mayor a 11 y menor a 7; los cuales están fuera del rango de pH óptimo y son desfavorable para generar la precipitación de los metales pesados tales como el cromo, aluminio, zinc, níquel, cadmio, manganeso y hierro en forma de hidróxido, mientras que a 400 rpm se obtuvo un pH de 10,52 el cual favorece la precipitación del cromo, aluminio, cadmio, níquel, manganeso, zinc y hierro en forma de hidróxidos; posteriormente a la filtración el pH se corrigió con ácido clorhídrico hasta un rango de 6 a 9, obteniéndose un pH de 6,6

### **5.3.2. Comparación respecto a la masa de cal hidratada**

Respecto a la masa de cal hidratada necesaria, a 10 g y 6 g, se observa que se obtuvo un pH mayor a 10,9 y menor a 6; los cuales están fuera del rango de pH óptimo y son desfavorable para generar la precipitación de los metales pesados tales como el cromo, aluminio, níquel, cadmio, manganeso, zinc y hierro en forma de hidróxido, mientras que a 8 g se obtuvo un pH de 10,52, el cual favorece la precipitación de los metales en mención en forma de hidróxidos; posteriormente a la filtración, el pH se corrigió con ácido clorhídrico hasta un rango de 6 a 9, obteniéndose un pH de 6,6.

### **5.3.3. Influencia respecto al tiempo**

Respecto al tiempo, a 20 minutos se observa que se obtuvo un pH de 10,52; el cual favorece la precipitación del cromo, aluminio, cadmio, níquel, manganeso, zinc y hierro en forma de hidróxidos; posteriormente a la filtración el pH se corrigió con ácido clorhídrico hasta un rango de 6 a 9, obteniéndose un pH de 6,6.

## VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### 6.1 Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados

A partir de los resultados obtenidos en la **Tabla N° 11 (Ver pag. N° 56)**, se deduce que hay una remoción aceites y grasas, solidos sedimentables, solidos suspendidos, del cromo, aluminio, hierro, zinc, cadmio, níquel y manganeso en forma de hidróxidos con respecto a las variables tomadas en el estudio, ello acepta la hipótesis general de esta investigación, donde menciona que el tratamiento mediante neutralización del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado se logra usando 8 g de cal hidratada/50 ml de agua destilada en 50 ml de nuestra muestra, en un tiempo de 20 minutos a 400 RPM, donde existe una relación directamente proporcional entre la masa de cal hidratada necesaria y el pH, siendo la cantidad de cal hidratada la más significativa.

En el proceso de neutralización con cal hidratada por etapas, considerando el contenido de cromo (39,4199 mg/L), aluminio (21,580 mg/L), níquel (28,2372 mg/L), cadmio (17,1274 mg/L), manganeso (904 mg/L), zinc (3 010 mg/L) y hierro (10 027 mg/L), se logró retirar los metales contenidos en la muestra de acuerdo al rango de pH en el que forman precipitados, que además de obtener una mejor calidad de la muestra tratada se logra obtener en cada etapa una torta con significativo contenido metálico.

El proceso de neutralización presento dos etapas, así como la separación de los torta generada en cada etapa, la primera etapa consistió en incrementar el pH hasta 9,5, con 7 g de cal hidratada/43,75 ml de agua destilada, en un tiempo de 15 minutos a 400 RPM, punto en el que se formaron hidróxido de cromo, aluminio, zinc y hierro, en la segunda etapa se continuo con el proceso de neutralización hasta llevar el pH hasta 10,52 , con 1 g de cal hidratada/ 6,25 ml de agua destilada, en un tiempo de 5 minutos a 400 RPM, donde se obtuvo solidos insolubles que corresponden a la formación de precipitados de cadmio, níquel y manganeso.

Al finalizar el proceso de neutralización y con la separación de los lodos, la muestra tratada presento las siguientes características en la **Tabla 24** donde se evidencia que se logró la remoción efectiva de cromo, aluminio, cadmio, níquel, manganeso, zinc y hierro mediante un procedimiento secuencial lo cual permitió evitar la redisolución de los lodos formados en rangos de pH de 9 – 10 Al comparar los resultados obtenidos de la composición química del baño de decapado agotado tratado con los resultados de la muestra inicial sin tratamiento descritos en la tabla 7 y 8 (véase las páginas 47 y 48), se observa la demostración de la hipótesis planteada en la presente tesis, logrando la remoción de los metales presente por debajo de los VMA

**Tabla 24**  
*Composición química de los baños de decapado agotado tratado*

<b>Parámetro</b>	<b>Valores máximos admisibles según norma</b>	<b>Composición química del baño de decapado agotado tratado</b>
Demanda bioquímica de oxígeno	500 mg/L	---
demanda química de oxígeno	1000 mg/L	---
solidos suspendidos totales	500 mg/L	106 mg/L
aceites y grasas	100 mg/L	90 mg/L
Aluminio	10 mg/L	0,112 mg/L
Arsénico	0,5 mg/L	< 0,002 mg/L
Boro	4 mg/L	0,197 mg/L
Cadmio	0,2 mg/L	< 0,0001 mg/L
Cianuro	1 mg/L	< 0,0125 mg/L
Cobre	3 mg/L	0,0441
Cromo hexavalente	0,5 mg/L	< 0,01 mg/L
Cromo total	10 mg/L	0,0465 mg/L
Manganeso	4 mg/L	< 0,001 mg/L
Mercurio	0,02 mg/L	0,0076 mg/L
Níquel	4 mg/L	< 0,0003 mg/L
Plomo	0,5 mg/L	< 0,002 mg/L
Sulfatos	1 000 mg/L	150 mg/L
Sulfuros	5 mg/L	< 0,020
Zinc	10 mg/L	7,6362 mg/L
Hierro	---	2,384 mg/L
Nitrógeno Amoniacal	80 mg/L	---
pH	6 – 9	6,6
Solidos Sedimentables	8,5 ml/L/h	< 1ml/L/h
Temperatura	< 35°C	22°C

Elaboración propia

## 6.2 Contrastación de los resultados con otros estudios similares

Los parámetros que exceden los valores máximos admisibles (VMA) (**Ver Tabla 7 pag. N° 45**) son aceites y grasas, cromo, aluminio, zinc, cadmio, níquel, manganeso, solidos sedimentables, solidos suspendidos, pH

Así mismo el baño de decapado agotado es rico en hierro, en forma de cloruro ferroso. (**Ver Tabla 8 pag. N° 46**) :

**Tabla 25**  
*Cuadro comparativo del baño de decapado agotado tratado*

Parámetro	Unidad	Concentración inicial	Concentración final	VMA
pH	Unidad	1	6,6	6 – 9
Aluminio	mg/L	21,580	0,112	10
Cadmio	mg/L	17,1274	<0,0001	0,2
Cromo total	mg/L	39,4199	0,0465	10
Manganeso	mg/L	904	<0,001	4
Níquel	mg/L	28,2372	<0,0003	4
Zinc	mg/L	3010	7,6362	10
Solidos suspendidos totales	mg/L	640	106	500
Aceites y grasas	mg/L	100	90	100
Solidos sedimentables	ml/L/h	10	<1	8,5
Hierro	mg/L	100 718	2,384	–

Elaboración propia

La **Tabla 25** muestra que se logró una eficiente remoción de los parámetros en mención, llevando la muestra de un pH inicial de 1 a un pH promedio de 10,52; cumpliendo con los valores máximos admisibles de las

descargas de aguas residuales no domesticas en los sistemas de alcantarillado sanitario.

Con respecto a los antecedentes, Medina, R. (2012) reportó una reducción de casi todos los elementos presentes en el efluente de Quiulacocha (**Ver Tabla 26**), llevando la muestra de un pH inicial de 2 a un pH promedio de 8,3, excepto el plomo que se encontró por encima de los límites máximos permisibles (LMP) de la Resolución Ministerial N° 011–96–E.M./VMM del Ministerio de Energía y Minas, después del tratamiento de neutralización con lechada de cal hidratada.

**Tabla 26**  
*Cuadro comparativo del efluente de quiulacocha tratado*

Parámetro	Unidad	Concentración inicial	Concentración final	LMP
pH	unidad	2,83	7,77	6 – 9
Cu	mg/L	6,40	0,05	0,5
Pb	mg/L	1,60	1,07	0,2
Zn	mg/L	2308	0,5	1,5
Fe	mg/L	5644	0,95	2
TSS	mg/L	303	30,0	50

Medina, R. (2018)

Mientras que con Aduvire, O. et al (2006), que llevo la muestra de un pH inicial de 2,1 a un pH promedio de 9,5, logró reducir los elementos presentes en las aguas ácidas de mina. Al final del proceso de neutralización con cal hidratada y la separación de los lodos presento las siguientes características (**Ver Tabla 27 pag. N° 75**), donde se evidencia que el manganeso aún mantiene niveles que requiere reducirse según los límites máximos permisibles (LMP) de la Resolución Ministerial N° 011–96–E.M./VMM del Ministerio de Energía y Minas.

**Tabla 27**  
**Cuadro comparativo de aguas ácidas de mina tratado**

<b>Parámetro</b>	<b>Unidad</b>	<b>Concentración Inicial</b>	<b>Concentración final</b>	<b>LMP</b>
pH	unidad	2,1	6 – 9	6 – 9
Fe	mg/L	285	1,80	2
Al	mg/L	22	1,02	---
Mn	mg/L	350	140	---
Pb	mg/L	3,1	0,15	0,2
Zn	mg/L	70	1,80	1,5

Loza, A. (2017)

### **6.3. Responsabilidad ética de acuerdo a los reglamentos vigentes**

Los autores del presente informe, reconocen los reglamentos y procedimientos vigentes por la Universidad Nacional del Callao y se responsabilizan por la información emitida en el presente informe de tesis: Tratamiento mediante neutralización de los baños de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente, para optar el título de Ingeniero Químico, lo cual se desarrolló en cumplimiento de los aspectos metodológicos, éticos, legales y de propiedad intelectual de los proyectos de investigación, de conformidad con los reglamentos internos y con las disposiciones normativas pertinentes, sometiéndose a ser sancionado si actuamos en contra de lo establecido.

## **CONCLUSIONES**

- 1)** El tiempo de agitación es de 20 minutos, las RPM son de 400 y la masa de cal hidratada necesaria es de 8 gramos/ 50 ml de agua destilada para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente.
- 2)** Se logró la remoción de sólidos suspendidos totales, sólidos sedimentables, aceites y grasas, cromo, aluminio, hierro, cadmio, manganeso, níquel y zinc en 50 ml del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente en valores por debajo de los VMA que establece la normativa peruana DS 001–2015–Vivienda.
- 3)** La variable más significativa es la masa de hidróxido de calcio (cal hidratada) en el tratamiento mediante neutralización del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente.

## **RECOMENDACIONES**

- 1)** Se recomienda realizar este tratamiento con hidróxido de calcio con una concentración mayor al 80%
- 2)** Si se desea realizar pruebas piloto se estipula el correcto diseño de un reactor para el tratamiento químico, estimando el volumen de efluente a tratar, tipo de agitador, forma de impeler y demás características pertinentes.
- 3)** Profundizar el estudio de los lodos generados por el tratamiento de neutralización de baños de decapado agotado.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abad, J. (2013). *Aplicaciones de proceso foto–electrofenton para la oxidación de contaminantes en la industria química*. Informe de Suficiencia. Universidad Nacional de Ingeniería, Perú
- Aduvire, O. (2006). *Drenaje Ácido de Mina – Generación y Tratamiento*. Trabajo de investigación. Instituto geológico y minero de España, España
- Almansa, I. (2014). *Neutralización de las aguas procedentes de los baños de decapado de acero inoxidable*. Tesis Magistral. Universidad de Sevilla, España
- Bueno, A. (2014) *Evaluación del proceso de estabilización del pH del agua tratada del Rio Cauca*. Trabajo de Investigación. Universidad del Valle, Colombia
- Cadorin, L., Carissimi, E., y Rubio, J. (2007) *Avances en el tratamiento de aguas ácidas de minas*. *Scientia et technica* Año XII, No 36, 849 – 954
- Calvo, et al. (2013) *Estudio para el tratamiento de las aguas acidas por Neutralización – Precipitación en interior de mina Santa Fe, Bolivia*. III Congreso internacional de geología y minería ambiental para el ordenamiento territorial y el desarrollo Cardona, Bolivia
- Capera, J. et al. (2014). *Evaluación de ácido agotado proveniente del proceso de decapado para piezas metálicas como coagulante en aguas residuales de la industria petrolera*. Proyecto de grado. Universidad de Lasalle, Bogotá
- Chernicharo, C. A. (2007). *Principios do tratamento biológico de águas residuárias*. Trabajo de investigación. Universidad Federal de Minas Gerais, Brasil
- Cordón, R. et al. (1999) *Aplicación de estudios de laboratorio al diseño de plantas de tratamiento de agua*. XXI Congreso centroamericano y nacional de ingeniería sanitaria y ambiental, Guatemala
- Dominguez, E. (2012) *Tratamiento y gestión de baños ácidos de decapado*. Proyecto fin de carrera. Universidad de Valladolid, España

- Fonseca, J. et al. (2011) *Proceso de galvanizado en caliente con recubrimiento de zinc para piezas metálicas*. Proyecto de Grado. Universidad estatal de Milagro, Ecuador
- Gerardo, Z. et al. *Propuesta de tratamiento de las aguas acidas de la mina Milluni mediante drenes anoxicos calizos*. Recuperado de [http://www.revistasbolivianas.org.bo/pdf/rmuto/n36/n36\\_a05.pdf](http://www.revistasbolivianas.org.bo/pdf/rmuto/n36/n36_a05.pdf). Articulo Web
- Hernandez, R. et al. (2014). *Metodología de la investigación*. México : Editorial Mc Graw Hill Interamericana de México S.A. Sexta edición
- Hernández, B. (2018). *Detección de los puntos críticos del proceso de galvanizado por inmersión en caliente: un enfoque hacia la sostenibilidad y el desarrollo sostenible*. Tesis de Magistral. Universidad Nacional de Colombia, Colombia
- Loza, A. Optimización de un proceso de tratamiento de aguas acidas de mina para reducir contenidos de Manganese mediante neutralización secuencial. Lima, Perú: SRK, consulting (Perú) S.A. Recuperado de <https://www.latam.srk.com/sites/default/files/file/NLozaO> Aduvi re\_Reducccion\_de\_manganese\_mediante\_neutralizacion\_secuencial\_2017.pdf Articulo Web
- Medina, R. (2018) *Diseño y operatividad de la planta de neutralización de aguas acidas de mina Paragsha Cerro de Pasco en minera Volcan S.A.A*. Tesis. Universidad nacional de San Agustín, Perú
- Morillo, G. (2012) *Reingeniería del proceso de tratamiento de efluentes provenientes de decapado*. Tesis de Grado. Universidad central del Ecuador, Ecuador
- Rivera, D. (2016) *Propuesta de alternativas para el manejo sustentable de los baños de decapado en la galvanización del acero*. Tesis. Escuela superior de Ingeniería química e Industrias extractivas, México
- Samaniego, H. (2006) *Valorización de efluentes de decapado ácido metálico. Recuperación de zinc*. Tesis Doctoral. Universidad de Cantabria, España

- Sinaluisa, M. (2013) *Estudio de factibilidad para la creación de una planta de producción de cal viva e hidratada en la parroquia San Juan*. Tesis. Escuela superior politécnica de Chimborazo, Ecuador.
- Talaverano, L. (2014) *Optimización del desempeño del pH en la precipitación de metales para incrementar la eficiencia del tratamiento de aguas ácidas con producción más limpia en la planta de procesos AWTP pampa larga*. Tesis de pregrado. Universidad Nacional de Ingeniería, Perú
- Téllez, I. (2012) *Neutralización de las aguas procedentes de los baños de decapado del acero inoxidable*. Proyecto de magister. Universidad de Sevilla, España
- Tuiro, C. (2010) *Evaluación y propuesta de investigación de efluentes de aguas acidas de cantera de Caolín*. Tesis Magistral. Universidad Nacional de Ingeniería, Perú

# **ANEXOS**

## Anexo 1 : Matriz de consistencia

### TRATAMIENTO MEDIANTE NEUTRALIZACIÓN DEL BAÑO DE DECAPADO AGOTADO DEL PROCESO DE GALVANIZADO EN CALIENTE

PROBLEMA GENERAL	OBJETIVO GENERAL	HIPÓTESIS GENERAL	VARIABLE DEPENDIENTE	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
¿Cómo obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente?	Obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado del proceso de galvanizado en caliente.	El rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado se obtiene a través de la aplicación de cal hidratada, durante un tiempo y RPM determinados.	Y = Neutralización del baño de decapado agotado para obtener el rango de pH óptimo, en el proceso de galvanizado en caliente.	- Parámetro fisicoquímico (pH)	- pH	EPA 200.8, 4500 - H + B Electrometric Method, 2310B Acidity. Titration Method, "Estándar methods of the examination of the water and wastewater" APHA.
PROBLEMAS ESPECÍFICOS	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	HIPÓTESIS ESPECÍFICAS	VARIABLES INDEPENDIENTES	DIMENSIONES	INDICADORES	MÉTODO
¿Cuál es el tiempo de agitación para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado?	Determinar el tiempo de agitación para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado.	El tiempo de agitación es de 20 minutos para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado	$X_1$ = Tiempo de agitación adecuado para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado	- Tiempo de agitación	- minutos	Ensayos experimentales con cronometro
¿Cuáles son los RPM para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado?	Determinar los RPM para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado	Los rpm óptimos son de 400 para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado	$X_2$ = rpm adecuado para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado	- Rpm	- rpm	Ensayos experimentales con agitador mecánico
¿Cuál es la masa de cal hidratada necesaria para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado?	Determinar la masa de cal hidratada necesaria para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado	La masa de cal hidratada necesaria es de 8.003 g/50 ml de solución para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado agotado	$X_3$ = Masa de cal hidratada para obtener el rango de pH óptimo mediante neutralización del baño de decapado	- Masa de cal hidratada	- g	Ensayos experimentales con balanza analítica.

## Anexo 2 : Acta de toma de muestra inopinada

**"ANEXO II  
"ACTA DE TOMA DE MUESTRA INOPINADA"**  
(Ficha a ser llenada por el prestador del servicio)

Código de Usuario No Doméstico. (Llenado  
por el prestador de servicio)

**1. DATOS GENERALES:**

A. Razón Social:

--

B. Actividad:

--

C. Ubicación Oficina Administrativa:

--

Distrito:	Provincia:	Departamento:
-----------	------------	---------------

E. Ubicación Planta:

--

Distrito:	Provincia:	Departamento:
-----------	------------	---------------

G. Otra Instalación:

--

Distrito:	Provincia:	Departamento:
-----------	------------	---------------

I. Número de la CIU:

	Descripción:
--	--------------

	Descripción:
--	--------------

	Descripción:
--	--------------

	Descripción:
--	--------------

**2. CARACTERÍSTICAS DE LA TOMA DE MUESTRA INOPINADA**

Nombre del Laboratorio:	
Fecha:	
Hora:	
Responsable de la toma de muestra:	

ANEXO N° 1		
Parámetro	VMA	N° de muestras
Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO <sub>5</sub> )	500 mg/lit	
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	1000 mg/lit	
Sólidos Suspendidos Totales	500 mg/lit	
Aceites y Grasas	100 mg/lit	

ANEXO N° 2		
Parámetro	VMA	N° de muestras
Aluminio	10 mg/lit	
Arsénico	0.5 mg/lit	
Boro	4 mg/lit	
Cadmio	0.2 mg/lit	
Cianuro	1 mg/lit	
Cobre	3 mg/lit	
Cromo hexavalente	0.5 mg/lit	
Cromo total	10 mg/lit	
Manganeso	4 mg/lit	
Mercurio	0.02 mg/lit	
Níquel	4 mg/lit	
Plomo	0.5 mg/lit	
Sulfatos	1000 mg/lit	
Sulfuros	5 mg/lit	
Zinc	10 mg/lit	
Nitrógeno Amoniacal	80 mg/lit	
pH	6-9	
Sólidos Sedimentables	8.5 ml/l/h	
Temperatura	<35 ° C	

Los parámetros establecidos en los Anexos N° 01 y N° 02 serán determinados a partir del análisis de muestras puntuales.

Observaciones

3. UBICACIÓN DEL(los) PUNTO(S) DE MUESTREO

	Ubicación
1	
2	
3	

Observaciones

4. DOCUMENTOS QUE ACREDITEN LA TOMA DE MUESTRA INOPINADA

a .
b .
c .
d .

*DS-001-2015-Vivienda*

## Anexo 3 : Caracterización de muestra inicial

### INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-4864

#### I.- DATOS DEL SERVICIO

1.-RAZON SOCIAL	: JOSSELYN INGRID RAMÍREZ CASO
2.-DIRECCIÓN	: NO INDICA
3.-PROYECTO	: ANALISIS DE BAÑOS DE DECAPADO AGOTADO
4.-PROCEDENCIA	: NO INDICA
5.-SOLICITANTE	: JOSSELYN INGRID RAMÍREZ CASO
6.-ORDEN DE SERVICIO N°	: OS-19-1625
7.-PLAN DE MONITOREO	: NO APLICA
8.-MUESTREO POR	: EL CLIENTE
9.-FECHA DE EMISIÓN DE INFORME	: 2019-08-12

#### II.-DATOS DE ÍTEMS DE ENSAYO

1.-MATRIZ	: AGUA
2.-NÚMERO DE MUESTRAS	: 1
3.-FECHA DE RECEPCIÓN DE MUESTRA	: 2019-08-03
4.-PERÍODO DE ENSAYO	: 2019-08-03 al 2019-08-12

INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-4864

#### III.-METODOS Y REFERENCIAS

TIPO DE ENSAYO	NORMA DE REFERENCIA	TÍTULO
Cromo Hexavalente (*)	SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 3500-Cr-B, 23 rd Ed. 2017	Chromium. Colorimetric Method
Mercurio (*)	SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 3112 B, 23 rd Ed. 2017	Metals by Cold-Vapor Atomic Absortion Spectrometric Method
Metales Totales (*)	EPA Method 200.7 Rev.4.4 1994	Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry

"EPA" : U. S. Environmental Protection Agency. Methods for Chemicals Analysis

"SMEWW" : Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

(\*) Ensayos no acreditados por el INACAL-IAS

INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-4864

#### IV. RESULTADOS

ITEM			1
CÓDIGO DE LABORATORIO:			M-13036
CÓDIGO DEL CLIENTE:			TINASA DEDECAPADO PLANTA G
COORDENADAS:			NO INDICA
MATRIZ:			AGUA
GRUPO:			RESIDUAL
SUB-GRUPO:			INDUSTRIAL
INSTRUCTIVO DE MUESTREO:			NO APLICA
INICIO DE MUESTREO		FECHA:	2019-08-03
		HORA:	08:00
ENSAYO	UNIDAD	L.C.M	RESULTADOS
Cromo Hexavalente	mg/L	0.010	<0.010
Mercurio	mg/L	0.0010	0.0076

ENSAYO	UNIDAD	L.D.M	RESULTADOS
<b>Metales Totales</b>			
Plata	mg/L	0.002	<0.002
Aluminio	mg/L	0.005	21.580
Arsénico	mg/L	0.002	<0.002
Boro	mg/L	0.002	<0.002
Bario	mg/L	0.0002	<0.0002
Berilio	mg/L	0.0003	<0.0003
Bismuto	mg/L	0.009	30.26
Calcio	mg/L	0.002	275.058
Cadmio	mg/L	0.0001	17.1274
Cerio	mg/L	0.02	<0.02
Cobalto	mg/L	0.002	6.708
Cromo	mg/L	0.0002	39.4199
Cobre	mg/L	0.0003	<0.0003
Hierro	mg/L	0.001	100718
Potasio	mg/L	0.04	<0.04
Litio	mg/L	0.0003	<0.0003

L.C.M.: Límite de cuantificación de método

L.D.M.: Límite de detección de método

Los resultados contenidos en el presente documento sólo están relacionados con los ítems ensayados.

No se debe reproducir el informe de ensayo, excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita de Analytical Laboratory E.I.R.L.

Los resultados de los ensayos, no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce.

**INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-4864**

#### IV. RESULTADOS

ITEM	1		
CÓDIGO DE LABORATORIO:	M-13036		
CÓDIGO DEL CLIENTE:	TINASA DEDECAPADO PLANTA G		
COORDENADAS:	NO INDICA		
MATRIZ:	AGUA		
GRUPO:	RESIDUAL		
SUB-GRUPO:	INDUSTRIAL		
INSTRUCTIVO DE MUESTREO:	NO APLICA		
INICIO DE MUESTREO	FECHA:	2019-08-03	
	HORA:	08:00	
ENSAYO	UNIDAD	L.D.M	RESULTADOS
<b>Metales Totales</b>			
Magnesio	mg/L	0.005	<0.005
Manganeso	mg/L	0.0001	904
Molibdeno	mg/L	0.0006	<0.0006
Sodio	mg/L	0.004	174.000
Níquel	mg/L	0.0003	28.2372
Fósforo	mg/L	0.01	434
Plomo	mg/L	0.002	<0.002
Antimonio	mg/L	0.002	<0.002
Selenio	mg/L	0.001	<0.001
Sílice	mg/L	0.001	286
Estaño	mg/L	0.001	0.005
Estroncio	mg/L	0.00004	0.75830
Titanio	mg/L	0.0007	<0.0007
Talio	mg/L	0.0003	<0.0003
Vanadio	mg/L	0.0002	0.0005
Zinc	mg/L	0.0001	3010
Uranio	mg/L	0.005	<0.005

L.D.M.: Límite de detección de método

**Laboratorio ALAB**

# INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-5063

## I.- DATOS DEL SERVICIO

1.-RAZON SOCIAL	: JOSSELYN INGRID RAMÍREZ CASO
2.-DIRECCIÓN	: NO INDICA
3.-PROYECTO	: BAÑO DE DECAPADO AGOTADO
4.-PROCEDENCIA	: PLANTA DE GALVANIZADO
5.-SOLICITANTE	: JOSSELYN INGRID RAMÍREZ CASO
6.-ORDEN DE SERVICIO N°	: OS-19-1784
7.-PLAN DE MONITOREO	: NO APLICA
8.-MUESTREADO POR	: EL CLIENTE
9.-FECHA DE EMISIÓN DE INFORME	: 2019-09-04

## II.-DATOS DE ÍTEMS DE ENSAYO

1.-MATRIZ	: AGUA
2.-NÚMERO DE MUESTRAS	: 1
3.-FECHA DE RECEPCIÓN DE MUESTRA	: 2019-08-16
4.-PERÍODO DE ENSAYO	: 2019-08-16 al 2019-09-04

INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-5063

## III.-METODOS Y REFERENCIAS

TIPO DE ENSAYO	NORMA DE REFERENCIA	TÍTULO
Cianuro Total	SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 4500-CN C, F, 23 rd Ed. 2017	Cyanide. Total Cyanide after Distillation. Cyanide-Selective Electrode Method
Sulfuro	SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 4500-S2-D, 23 rd Ed. 2017	Sulfide. Methylene Blue Method.

"ASTM": American Society for Testing Materials

"EPA": U. S. Environmental Protection Agency. Methods for Chemicals Analysis

"SMEWW": Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater

"NIOSH": National Institute of Occupational Safety and Health

INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-5063

## IV. RESULTADOS

ITEM			1
CÓDIGO DE LABORATORIO:			M-13437
CÓDIGO DEL CLIENTE:			AGNT-01
COORDENADAS:			NO INDICA
UTM WGS 84:			
MATRIZ:			AGUA
GRUPO:			RESIDUALES
SUBGRUPO:			INDUSTRIAL
INSTRUCTIVO DE MUESTREO:			NO APLICA
FECHA:			2019-08-15
HORA:			10:00
INICIO DE MUESTREO			
ENSAYO	UNIDAD	L.C.M	RESULTADOS
Cianuro Total	mg/L	0.0125	<0.0125
Sulfuro	mg/L	0.020	<0.020

L.C.M.: Límite de cuantificación de método

Los resultados contenidos en el presente documento sólo están relacionados con los ítems ensayados.

No se debe reproducir el informe de ensayo, excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita de Analytical Laboratory E.I.R.L.

Los resultados de los ensayos, no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce.

**INFORME DE ENSAYO**

**N° (1907-28)**

**Nombre del Cliente** : JOSSELYN INGRID RAMIREZ CASO  
**Dirección** : -  
**Solicitado Por** : JOSSELYN INGRID RAMIREZ CASO  
**Referencia** : OS - 1907-21  
**Proyecto** : -  
**Procedencia** : -  
**Muestreo Realizado Por** : Por el cliente  
**Cantidad de Muestra** : 1  
**Producto** : Agua Residual Industrial.  
**Procedimiento de Muestreo** : -  
**Plan de muestreo** : -  
**Fecha de Recepción** : 26/07/2019  
**Fecha de Ensayo** : Del 23/07/2019 al 25/07/2019  
**Fecha de Emisión** : 05/08/2019

Gracias por utilizar los servicios de Greenlab Perú S.A.C. Póngase en contacto con el Ejecutivo de Ventas, si desea información adicional o cualquier aclaración que pertenecen al este informe.

Informe Autorizado por



**Karin Loayza O.**  
Jefe de Laboratorio

**Walter Simón E.**  
Jefe de Calidad  
C.I.P. N° 185715

**INFORME DE ENSAYO**

N° (1907-28)

**RESULTADOS DE ANALISIS**

Código del Laboratorio	:	1907-28-1
Descripción de la muestra	:	M1
Fecha de muestreo	:	26/07/2019
Hora de muestreo	:	09:00 a.m.
Fecha de Recepción	:	26/07/2019
Hora de Recepción	:	01:00 p.m.
Coordenadas (WGS-84)	:	-

Análisis	Unidades	Fecha de Análisis	L.C.M.	Resultado
-Cloruros (*)	Cl - mg /L	02/08/2019	2,6	<b>9700</b>
-Sólidos suspendidos totales (*)	mg/L	03/08/2019	4,26	<b>640</b>
-Solidos Sedimentables (*)	ml/L/Hr	26/07/2019	0,1	<b>10</b>
-Sulfatos (*)	mg/L	04/08/2019	3	<b>150</b>

**INFORME DE ENSAYO**

N° (1907-28)

**MÉTODOS Y REFERENCIAS**

TIPO ENSAYO	NORMA REFERENCIA	TITULO
-Aceites y Grasas	EPA Method 1664, Revisión B, 2012.	EPA Method 1664, Revisión B, 2012, n-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated n-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; Non-polar Material) by Extraction and Gravimetry
-Demanda bioquímica de oxígeno (DBO5)	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 5210 B, 22ND ED. 2012. BIOCHEMICAL	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 5210 B, 22ND ED. 2012. BIOCHEMICAL OXYGEN DEMAND (BOD). 5-DAY BOD TEST.
-Demanda Química de oxígeno (DQO)	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 5220 D, 22ND ED. 2012.	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 5220 D, 22ND ED. 2012. CHEMICAL OXYGEN DEMAND (COD). CLOSED REFLUX, COLORIMETRIC METHOD
-Cloruros	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 4500-CL B, 22ND ED. 2012	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 4500-CL B, 22ND ED. 2012. CHLORIDE. ARGENTOMETRIC METHOD
-Sólidos suspendidos totales	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 2540 D, 22ND ED. - 2012.	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 2540 D, 22ND ED. - 2012. SOLIDS. TOTAL SUSPENDED SOLIDS DRIED AT 103-105 °C
-Solidos Sedimentables	SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 2540 F, 23rd Ed. 2017	SMEWW-APHA-AWWA-WEF Part 2540 F, 23rd Ed.2017. Solids. Settleable Solids
-Sulfatos	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 4500-SO4(2 <sup>-</sup> ) E, 22ND ED. 2012.	SMEWW-APHA-AWWA-WEF PART 4500-SO4(2 <sup>-</sup> ) E, 22ND ED. 2012. SULFATE. TURBIDIMETRIC METHOD

## Anexo 4 : Caracterización de muestra final

### INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-5064

#### I.- DATOS DEL SERVICIO

1.-RAZON SOCIAL	: JOSSELYN INGRID RAMÍREZ CASO
2.-DIRECCIÓN	: NO INDICA
3.-PROYECTO	: BAÑO DE DECAPADO AGOTADO TRATADO
4.-PROCEDENCIA	: LOPU - UNAC
5.-SOLICITANTE	: JOSSELYN INGRID RAMÍREZ CASO
6.-ORDEN DE SERVICIO N°	: OS-19-1785
7.-PLAN DE MONITOREO	: NO APLICA
8.-MUESTREO POR	: EL CLIENTE
9.-FECHA DE EMISIÓN DE INFORME	: 2019-09-04

#### II.-DATOS DE ÍTEMS DE ENSAYO

1.-MATRIZ	: AGUA
2.-NÚMERO DE MUESTRAS	: 1
3.-FECHA DE RECEPCIÓN DE MUESTRA	: 2019-08-16
4.-PERÍODO DE ENSAYO	: 2019-08-16 al 2019-09-04

INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-5064

#### III.-METODOS Y REFERENCIAS

TIPO DE ENSAYO	NORMA DE REFERENCIA	TÍTULO
Metales Totales	EPA Method 200.7 Rev.4.4 1994	Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry

"EPA" : U. S. Environmental Protection Agency. Methods for Chemicals Analysis

INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-5064

#### IV. RESULTADOS

ITEM	1
CÓDIGO DE LABORATORIO:	M-13438
CÓDIGO DEL CLIENTE:	AGT-01
COORDENADAS:	NO INDICA
UTM WGS 84:	
MATRIZ:	AGUA
GRUPO:	RESIDUALES
SUBGRUPO:	INDUSTRIAL
INSTRUCTIVO DE MUESTREO:	NO APLICA
INICIO DE MUESTREO	FECHA: 2019-08-16
	HORA: 10:00

ENSAYO	UNIDAD	L.D.M	RESULTADOS
<b>Metales Totales <sup>2</sup></b>			
Plata	mg/L	0.002	<0.002
Aluminio	mg/L	0.005	0.112
Arsénico	mg/L	0.002	<0.002
Boro	mg/L	0.002	0.197
Bario	mg/L	0.0002	3.4099
Berilio	mg/L	0.0003	<0.0003
Bismuto	mg/L	0.009	<0.009
Calcio	mg/L	0.002	34019.000
Cadmio	mg/L	0.0001	<0.0001
Cerio	mg/L	0.02	<0.02
Cobalto	mg/L	0.002	<0.002
Cromo	mg/L	0.0002	0.0465
Cobre	mg/L	0.0003	0.0441
Hierro	mg/L	0.001	2.384
Potasio	mg/L	0.04	20.37
Litio	mg/L	0.0003	<0.0003
Magnesio	mg/L	0.005	1.221
Manganeso	mg/L	0.0001	<0.0001
Molibdeno	mg/L	0.0006	<0.0006

L.D.M.: Límite de detección de método

<sup>2</sup> Parámetro acreditado por IAS

INFORME DE ENSAYO N°: IE-19-5064

#### IV. RESULTADOS

ITEM	1		
CÓDIGO DE LABORATORIO:	M-13438		
CÓDIGO DEL CLIENTE:	AGT-01		
COORDENADAS:	NO INDICA		
UTM WGS 84:			
MATRIZ:	AGUA		
GRUPO:	RESIDUALES		
SUBGRUPO:	INDUSTRIAL		
INSTRUCTIVO DE MUESTREO:	NO APLICA		
INICIO DE MUESTREO	FECHA:	2019-08-16	
	HORA:	10:00	
ENSAYO	UNIDAD	L.D.M	RESULTADOS
<b>Metales Totales <sup>2</sup></b>			
Sodio	mg/L	0.004	92.479
Níquel	mg/L	0.0003	<0.0003
Fósforo	mg/L	0.01	<0.01
Plomo	mg/L	0.002	<0.002
Antimonio	mg/L	0.002	<0.002
Selenio	mg/L	0.001	<0.001
Silice	mg/L	0.001	12.232
Estaño	mg/L	0.001	<0.001
Estroncio	mg/L	0.00004	25.97030
Titanio	mg/L	0.0007	<0.0007
Talio	mg/L	0.0003	<0.0003
Vanadio	mg/L	0.0002	<0.0002
Zinc	mg/L	0.0001	7.6362
Uranio	mg/L	0.005	<0.005

L.D.M.: Límite de detección de método

<sup>2</sup> Parámetro acreditado por IAS

Los resultados contenidos en el presente documento sólo están relacionados con los ítems ensayados.

No se debe reproducir el informe de ensayo, excepto en su totalidad, sin la aprobación escrita de Analytical Laboratory E.I.R.L.

Los resultados de los ensayos, no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce.

## Anexo 5 : Ensayo de aceites y grasas

AGGREGATE ORGANIC CONSTITUENTS (5000)

5-40

### 5520 B. Liquid-Liquid, Partition-Gravimetric Method

#### 1. General Discussion

Dissolved or emulsified oil and grease is extracted from water by intimate contact with an extracting solvent. Some extractables, especially unsaturated fats and fatty acids, oxidize readily; hence, special precautions regarding temperature and solvent vapor displacement are included to minimize this effect. Organic solvents shaken with some samples may form an emulsion that is very difficult to break. This method includes a means for handling such emulsions. Recovery of solvents is discussed. Solvent recovery can reduce both vapor emissions to the atmosphere and costs.

The quality control practices considered to be an integral part of each method are summarized in Table 5020.1.

#### 2. Apparatus

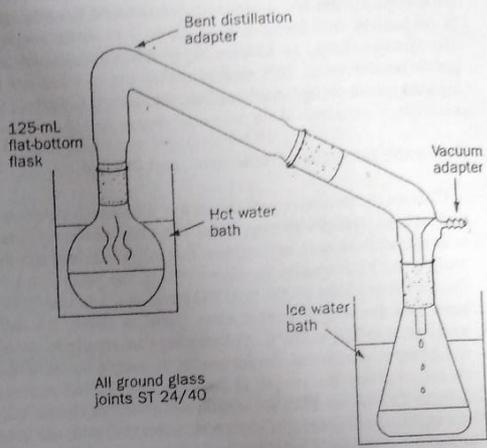
- Separatory funnel, 2-L, with TFE\* stopcock.
- Distilling flask, 125-mL.
- Liquid funnel, glass.
- Filter paper, 11-cm diam.†
- Centrifuge, capable of spinning at least four 100-mL glass centrifuge tubes at 2400 rpm or more.
- Centrifuge tubes, 100-mL, glass.
- Water bath, capable of maintaining 85°C.
- Vacuum pump or other source of vacuum.
- Distilling adapter with drip tip. Setup of distillate recovery apparatus is shown in Figure 5520:1. Alternatively, use commercially available solvent recovery equipment.
- Ice bath.
- Waste receptacle, for used solvent.
- Desiccator.

#### 3. Reagents

- Hydrochloric or sulfuric acid, 1:1: Mix equal volumes of either acid and reagent water.
- n-Hexane, 85% minimum purity, 99% minimum saturated C<sub>6</sub> isomers, residue less than 1 mg/L; distill if necessary. Do not use any plastic tubing to transfer solvent between containers.
- Sodium sulfate, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, anhydrous crystal. Dry at 200–250°C for 24 h.
- Acetone, residue less than 1 mg/L.
- Hexadecane, 98% minimum purity.
- Stearic acid, 98% minimum purity.
- Standard mixture, hexadecane/stearic acid 1:1 w/w, in acetone at 2 mg/mL each. Purchase prepared standard mixture, or prepare as follows.<sup>1</sup>  
Place 200 ± 2 mg stearic acid and 200 ± 2 mg hexadecane in a 100-mL volumetric flask and fill to mark with acetone. NOTE: The solution may require warming for complete dissolution of stearic acid.

#### 4. Procedure

When a sample is brought into the laboratory, either mark sample bottle at the water meniscus or weigh the bottle, for later determination of sample volume. If sample has not been acidified previously (see 5520A.3), acidify with either 1:1 HCl or 1:1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> to pH 2 or lower (generally, 5 mL is sufficient for 1 L sample). Using liquid funnel, transfer sample to a separatory funnel. Carefully rinse sample bottle with 30 mL extracting solvent and add solvent washings to separatory funnel. Shake vigorously for 2 min. Let layers separate. Drain aqueous layer and small amount of organic layer into original sample container. Drain solvent layer through a funnel containing a filter paper and 10 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, both of which have been solvent-rinsed, into a clean, tared distilling flask containing boiling chips. If a clear solvent layer cannot be obtained and an emulsion of more than about 5 mL exists, drain emulsion and solvent layers into a glass centrifuge tube and centrifuge for 5 min at approximately 2400 rpm. Transfer centrifuged material to an appropriate separatory funnel and drain solvent layer through a funnel with a filter paper and 10 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, both of which have been prerinced, into a clean, tared distilling flask. Recombine aqueous layers and any



All ground glass joints ST 24/40

Figure 5520:1. Distillate recovery apparatus.

\* Teflon, or equivalent.  
† Whatman No. 40, or equivalent

Recuperado de "Standard methods", de Weater, L., 2012, p.5-40, Washington, Estados Unidos, Rodger B.

remaining emulsion or solids in separatory funnel. For samples with <5 mL of emulsion, drain only the clear solvent through a funnel with pre-moistened filter paper and 10 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Recombine aqueous layers and any remaining emulsion or solids in separatory funnel. Extract twice more with 30 mL solvent each time, but first rinse sample container with each solvent portion. Repeat centrifugation step if emulsion persists in subsequent extraction steps. Combine extracts in tared distilling flask, and include in flask a final rinsing of filter and Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> with an additional 10 to 20 mL solvent. Distill solvent from flask in a water bath at 85°C. To maximize solvent recovery, fit distillation flask with a distillation adapter equipped with a drip tip and collect solvent in an ice-bath-cooled receiver (Figure 5520:1). When visible solvent condensation stops, replace bent distillation apparatus with vacuum/air adapter connected to vacuum source. Immediately draw air through flask with an applied vacuum for the final 1 min. Remove flask from bath and wipe outside surface to remove moisture. Cool in desiccator until a constant weight is obtained. To determine initial sample volume, either fill sample bottle to mark with water and then pour water into a 1-L graduated cylinder, or weigh empty container and cap and calculate the sample volume by difference from the initial weight (assuming a sample density of 1.00).

#### 5. Calculation

Calculate oil and grease in sample as follows:

$$\text{mg oil and grease/L} = \frac{W_r}{V_s}$$

where:

$W_r$  = total weight of flask and residue, minus tare weight of flask, mg, and

$V_s$  = initial sample volume, L.

#### 6. Precision and Bias

Method B was tested in a single laboratory study and an interlaboratory method validation study.<sup>1</sup> Combined data from these studies yielded an average recovery of 93% and precision (as relative standard deviation) of 8.7%.

#### 7. Reference

1. U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. 1998. Method 1664, Revision A. *n*-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated *n*-Hexane Extractable Material by Extraction and Gravimetry. EPA-821-R-98-002, 40 CFR Part 136 (July 1, 2000); *Federal Register* 64 (93):26315. U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C.

#### 8. Bibliography

- KIRSCHMAN, H.D. & R. POMEROY. 1949. Determination of oil in oil field waste waters. *Anal. Chem.* 21:793.
- U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. 1995. Report of the Method 1664 Validation Studies. EPA-821-R-95-036, U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C.

*Recuperado de "Standard methods", de Weater, L., 2012, p.5-40, Washington, Estados Unidos, Rodger B.*

### Resultado:

Pesos de balón inicial :67.2238 g

Pesos de balón final + grasas y aceites: 67.3138 g

$$\frac{\text{mg de aceites y grasas}}{L} = \frac{67.3138g - 67.2238g}{1L}$$

$$\frac{\text{mg de aceites y grasas}}{L} = \frac{90 \text{ mg}}{L}$$

## Anexo 6 : Ensayo de solidos suspendidos totales

### 2540 D. Total Suspended Solids Dried at 103–105°C

#### 1. General Discussion

*a. Principle:* Filter a well-mixed sample through a pre-weighed standard glass-fiber filter, and then dry the filter and the residue retained on it to a constant weight in a 103–105°C oven. The increase in filter weight represents TSS. To estimate an unknown sample matrix TSS concentration, calculate the difference between TDS and total solids.

To meet the LFB requirement (2540A.5), a TSS standard can be created as follows: weigh 100 mg of Sigmacell® Cellulose Type 20 or Celite 545, dilute to 1 L with reagent water, and stir for  $\geq 15$  min to mix well. This results in a 100 mg/L TSS standard.

*b. Interferences:* See 2540A.2 and B.1b. Unless representative of source, exclude large floating particles or submerged agglomerates of nonhomogeneous materials from sample. Limit sample size so it yields  $\leq 200$  mg residue, because excessive filter residue may form a water-entrapping crust.

If suspended solids clog the filter, prolonging filtration, consider increasing filter diameter or decreasing sample volume.

When samples contain high concentrations of dissolved solids, thoroughly wash all exposed filter surfaces to ensure that dissolved material is removed (see also 2540A.2). Prolonged filtra-

tion due to filter clogging may capture more colloidal materials, resulting in artificially high results.

Handle all filters carefully, with the wrinkled side up. Transfer filters using forceps to grip the residue-free edge. Weigh only the filters, not the support pans or dishes, unless a Gooch crucible is used.

#### 2. Apparatus

Apparatus listed in 2540B.2 and C.2, except for evaporating dishes, steam bath, hot plate or block, and  $180 \pm 2^\circ\text{C}$  drying oven. In addition:

*a. Weighing dishes or pans,* constructed of aluminum or other inert material, to hold filters.

*b. Forceps.*

#### 3. Procedure

*a. Preparation of glass-fiber filter disk:* Insert filter with wrinkled side up in filtration apparatus. Apply vacuum and wash disk with three successive portions of  $\geq 20$  mL reagent-grade water. Continue suction to remove all traces of water. Remove filter from filtration apparatus and transfer to an inert weighing dish.

Recuperado de "Standard methods", de Weater, L., 2012, p.2-71, Washington, Estados Unidos, Rodger B.

If a Gooch crucible is used, remove crucible and filter combination. Dry in a 103–105°C oven for ≥1 h. Cool in desiccator to ambient temperature and weigh. Store filters (on inert dishes or pans) in desiccator or 103–105°C oven until needed. Adequate filter preparation is demonstrated by negligible weight loss or gain for method blanks.

If measuring volatile solids, ignite at 550 ± 50°C for ≥15 min in a muffle furnace. Cool to room temperature before proceeding. (Alternatively, the ignition step may be performed after washing and drying at 103–105°C for ≥1 h, but before weighing.)

If using commercially prepared glass-fiber filters, the ignition, washing, and weighing steps may be eliminated if the manufacturer certifies that the prepared filters meet this method's requirements. Verify filters using method blanks. Filters are verified if the measured weight differs from the manufacturer's weight by less than ±0.5 mg.

*b. Selection of filter and sample sizes:* Choose sample volumes to yield between 2.5 and 200 mg dried residue. If filtration takes >10 min to complete, increase filter size or decrease sample volume. Identify any sample that yields residue <2.5 mg or >200 mg, and report the value as described in Sections 1020 and 2020.

*c. Sample analysis:* Stir or mix sample and use a pipet or graduated cylinder to transfer a measured volume onto a glass-fiber filter with applied vacuum. Wash filter with at least three successive volumes of ≥10 mL reagent-grade water. Allow complete drainage between washings, and continue suction until all traces of water are removed. When filtering samples with high dissolved solids concentrations, additional washings may be required to ensure that dissolved material is removed from all exposed filter surfaces.

Using forceps, carefully remove filter from filtration apparatus and transfer to an inert weighing dish or pan as a support. If using a Gooch crucible, remove crucible and filter combination from the crucible adapter. Dry for ≥1 h in a 103–105°C oven, cool in a desiccator to ambient temperature, and weigh. Repeat the cycle (drying, cooling, desiccating, and weighing) until the weight change is <0.5 mg. If determining volatile solids, treat the residue according to 2540E.

#### 4. Calculation

$$\text{mg total suspended solids/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{sample volume, mL}}$$

where:

A = final weight of filter + dried residue, fug, and  
B = weight of filter, mg.

#### 5. Precision

The standard deviation was 5.2 mg/L (coefficient of variation 33%) at 15 mg/L, 24 mg/L (10%) at 242 mg/L, and 13 mg/L (0.76%) at 1707 mg/L in studies by two analysts of four sets of 10 determinations each.

Single-laboratory duplicate analyses of 50 samples of water and wastewater were made with a standard deviation of differences of 2.8 mg/L.

#### 6. Bibliography

- DEGEN, J. & F.E. NUSSBERGER. 1956. Notes on the determination of suspended solids. *Sewage Ind. Wastes* 28:237.
- CHAMIN, G., E.H. CHOW, R.B. ALEXANDER & J. POWERS. 1958. Use of glass fiber filter medium in the suspended solids determination. *Sewage Ind. Wastes* 30:1062.
- NUSSBAUM, I. 1958. New method for determination of suspended solids. *Sewage Ind. Wastes* 30:1066.
- SMITH, A.L. & A.E. GREENBERG. 1963. Evaluation of methods for determining suspended solids in wastewater. *J. Water Pollut. Control Fed.* 35:940.
- WYCKOFF, B.M. 1964. Rapid solids determination using glass fiber filters. *Water Sewage Works* 111:277.
- NATIONAL COUNCIL OF THE PAPER INDUSTRY FOR AIR AND STREAM IMPROVEMENT. 1975. A Preliminary Review of Analytical Methods for the Determination of Suspended Solids in Paper Industry Effluents for Compliance with EPA-NPDES Permit Terms; Spec. Rep. No. 75-01. New York, N.Y.
- NATIONAL COUNCIL OF THE PAPER INDUSTRY FOR AIR AND STREAM IMPROVEMENT. 1977. A Study of the Effect of Alternate Procedures on Effluent Suspended Solids Measurement; Stream Improvement Tech. Bull. No. 291. New York, N.Y.
- THRES, C.C. 1978. Analytical analysis of the effect of dissolved solids on suspended solids determination. *J. Water Pollut. Control Fed.* 50:2570.

Recuperado de "Standard methods", de Weater, L., 2012, p.2-72, Washington, Estados Unidos, Rodger B.

#### Resultado:

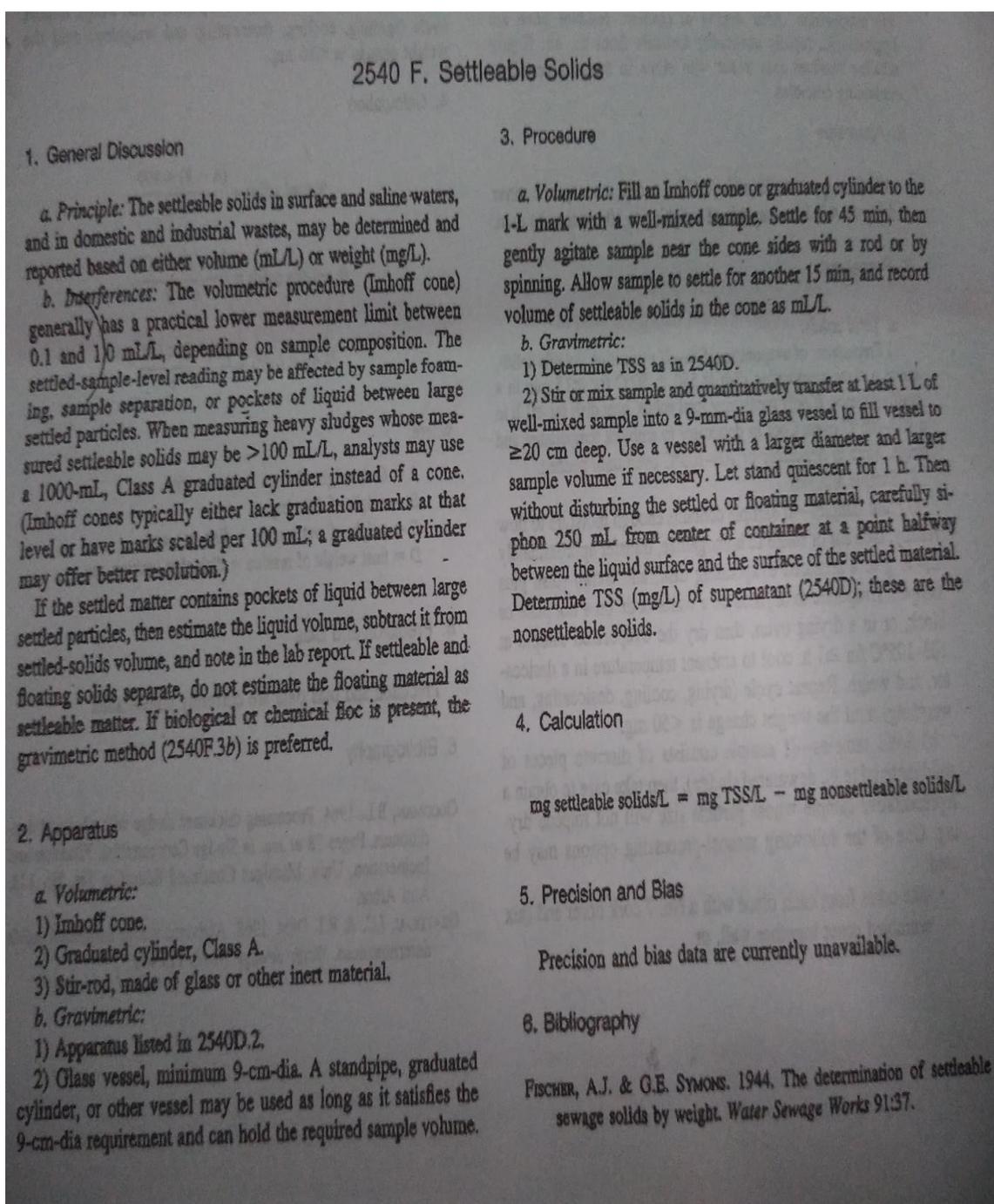
Peso de papel filtro de fibra de vidrio: 0.0815g

Peso de papel filtro de fibra de vidrio + Solidos suspendidos: 0.0921g

$$\frac{\text{mg de solidos suspendidos}}{L} = \frac{0.0921g - 0.0815g}{100ml}$$

$$\frac{\text{mg de solidos suspendidos}}{L} = \frac{106 \text{ mg}}{L}$$

## Anexo 7 : Ensayo de solidos sedimentables



Recuperado de "Standard methods", de Weater, L., 2012, p. 2 – 71, Washington, Estados Unidos, Rodger B

### Resultado :

En el ensayo químico se obtuvo solidos sedimentables menor a 1ml/L/H.

## Anexo 8 : Determinación de hidróxido de calcio disponible en cal hidratada

### a) Reactivos

- 1) Indicador de anaranjado de metilo,
- 2) solución al 0,1%. Se disuelve 1 g de anaranjado de metilo en 100 ml de etanol al 95%.
- 3) Indicador de fenolftaleína, solución al 4%. Se disuelven 4 g de fenolftaleína seca en 100 ml de etanol al 95%.
- 4) Agua destilada libre de dióxido de carbono.
- 5) Azúcar de caña.
- 6) Solución patrón de ácido clorhídrico con una normalidad aproximada de 0,1782 N : Se prepara una solución que contenga 15,7 ml de HCl (gravedad específica 1,19) por litro. Esta solución resulta ligeramente más concentrada de lo necesario y debe valorarse antes de realizar la determinación del hidróxido de calcio disponible en la cal hidratada.

### b) Aparatos

- 1) Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.
- 2) Tamiz US N° 100
- 3) Erlenmeyer de 250 ml
- 4) Pipeta y cilindro graduados
- 5) Cronómetro
- 6) Termómetro
- 7) Bureta de 25 o 50 ml

- c) **Procedimiento de valoración del éxito.**- Se pesan 0,4400 g  $\pm$  0,0100 g de Carbonato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_{3(s)}$ ), previamente secado, en un crisol o cápsula de porcelana, a 250°C por 4 h y se transfieren a una fiola de 500 ml; se adicionan 50 ml de agua destilada y se mezcla hasta disolución del carbonato. Agregue 5 gotas de indicador de rojo de metilo y titule con la solución de ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) (l) hasta la primera aparición de color rojo. Hierva cuidadosamente la solución hasta devolución del cambio de color (de

rojo a amarillo) y enfríe a temperatura ambiente, continuando con la titulación, el calentamiento alternativo y el enfriamiento hasta que no se devuelva más el cambio y permanezca rojo débil. Totalice el volumen gastado de HCl y calcule la normalidad como se indica

$$N(HCl)_{(l)} = \frac{W}{0.053XV}$$

Donde :

**W** = Peso de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, en g

**V** = Volumen total de solución de HCl gastados, en ml

Este procedimiento debe realizarse por triplicado y tomar el valor promedio con 4 decimales.

**d) Procedimiento para la determinación del hidróxido de calcio disponible**

- 1) Se pesa una cantidad de 0,5 g de la muestra, previamente pulverizada y tamizada por una malla de 100 um, y se vierte dentro de un Erlenmeyer de 250 ml que contiene, aproximadamente, 10 ml de agua destinada libre de CO<sub>2</sub>, inmediatamente se tapa con un tapón de caucho sin ejercer presión.
- 2) Se retira la tapa y se coloca el Erlenmeyer sobre una plancha de calentamiento, e inmediatamente se añaden 50 ml de agua destilada libre de CO<sub>2</sub>, previamente hervida y enfriada. Se agita el Erlenmeyer y se hace hervir durante un minuto. Se retira de la plancha de calentamiento, se tapa sin presión el Erlenmeyer y se coloca en un baño de agua fría para llevarlo a la temperatura ambiente. Se añaden aproximadamente 50 ml de agua destilada libre de CO<sub>2(g)</sub> y luego, aproximadamente, 15 g – 17 g de azúcar pura de caña. Se tapa el frasco, se agita manualmente y se le permite reposar durante 15 min, para que reaccione. El tiempo de reacción no debe ser inferior a 10 min ni superior a 20 min. Se agita, nuevamente, a intervalos de 5 min durante la reacción. Se retira la tapa y se añaden 4 o 5 gotas del indicador de fenolftaleína al 4%, se lava el tapón y las paredes del Erlenmeyer con

agua destilada libre de  $CO_{2(g)}$ , y se titula, en el frasco original con la solución patrón de  $HCl_{(l)}$

- 3) Antes de iniciar la titulación (**Ver Nota 4**) se debe asegurar que la temperatura de la muestra esté entre  $20^{\circ}C$  y  $25^{\circ}C$ . En el proceso de titulación, primero se añade, sin agitar, aproximadamente un 90% del ácido requerido desde una bureta. Luego se agita el frasco tan vigorosamente como sea posible y se finaliza la titulación de una forma más cuidadosa, hasta que la primera desaparición del color rosado persista por 3 segundos. Se anota la lectura y se ignora el restablecimiento del color.
- 4) Expresión de resultados Hidróxido de Calcio disponible  $[Ca(OH)_2]$ , % =  $\frac{NxVx3.704}{W}$

$$\%Ca(OH)_{2(s)} = \frac{NxVx3.704}{W}$$

- 5) Donde :

**N** = Normalidad de la solución de ácido patrón

**V** = Volumen de HCl utilizado, en ml

**W** = Peso de la muestra, en g. 3,704 = Ca (OH)<sub>2</sub>, en g, equivalente a 1 ml del ácido estándar x 100 o 1 ml de HCl estándar = 1,32% Ca (OH)<sub>2</sub>, si se utilizan, exactamente, 2,804 g de muestra.

**Resultado :**

$N(HCl_{(l)}) = 0,117 N$ ,  $V_{gastado\ de\ HCl} = 106\ ml$ , masa del  $Ca(OH)_{2(s)} = 0,5016$

$$\%Ca(OH)_{2(s)} = \frac{0.117x106x3.704}{0.5016}$$

$$\%Ca(OH)_{2(s)} = 87.43$$