

# **ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL**

## **FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA**

### **DISEÑO DE UNA PLANTA PARA EL TRATAMIENTO DE LOS EFLUENTES LÍQUIDOS DE LA INDUSTRIA GRÁFICA**

#### **PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO**

**JULIO CÉSAR TORRESANO PAZMIÑO**  
(julio.torresano@epn.edu.ec)

**DIRECTOR: ING. ERNESTO DE LA TORRE CHAUVIN, Ph.D.**  
(ernesto.delatorre@epn.edu.ec)

**Quito, Enero de 2017**

© Escuela Politécnica Nacional (2017)  
Reservados todos los derechos de reproducción

## **DECLARACIÓN**

Yo, Julio César Torresano Pazmiño, declaro que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

La Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

---

Julio César Torresano Pazmiño

## **CERTIFICACIÓN**

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Julio César Torresano Pazmiño, bajo mi supervisión.

---

Ing. Ernesto de la Torre Chauvin, Ph.D.  
**DIRECTOR DE PROYECTO**

## **AUSPICIO**

La presente investigación contó con el auspicio financiero del Proyecto Semilla EPN-Demex Pis-039-12, que se ejecuta en el Departamento de Metalurgia Extractiva.

## **AGRADECIMIENTOS**

A Dios, por este regalo maravilloso que es la vida, por permitirme alcanzar este objetivo y que mi familia sea testigo.

A mis padres Juan y María, por su apoyo invaluable a lo largo de mi vida, por ser un ejemplo de lucha y perseverancia frente a las adversidades, por enseñarme el valor de la honestidad y a trabajar por conseguir mis objetivos.

A mis hermanos Juan y Vinicio, por su apoyo incondicional, por ser mis mejores amigos, por escucharme y porque siempre tienen un consejo y una voz de aliento en los momentos difíciles.

Mis sinceros agradecimientos para el Ingeniero Ernesto de la Torre, por haberme brindado su apoyo y confianza para emprender en este trabajo, por su don de gente, por ser un ejemplo de constante superación, por sus sabios consejos dentro y fuera de las aulas, muchas gracias estimado profesor por su paciencia y porque sin su apoyo este proyecto no habría sido posible.

Por supuesto al querido DEMEX, el mejor departamento, donde la calidez de su gente lo hacen único, muchas gracias a toda la familia DEMEX: Dra. Dianita Endara, Dra. Alicia Guevara, Verito, Evelyn, Anilu, Ing. Kléber, Pauly y Wilmer, tienen una gran energía, a todos ustedes muchas gracias porque todos me brindaron su apoyo en mi paso por nuestro querido departamento.

## **DEDICATORIA**

A mi familia, por todo el amor y apoyo incondicional que me han brindado a lo largo de mi vida porque conocen de cerca mi esfuerzo para alcanzar este objetivo, porque frente a las dificultades siempre permanecemos unidos y me mostraron que el trabajo constante al final entrega sus frutos.

A mis amigos de la facultad, a los compañeros de lucha, por los momentos de alegría y de tristeza que pasamos en las aulas de la POLI y que siempre estuvieron para brindar su mano amiga, muchas gracias por su amistad sincera: Grace, Geovanna, Marthita, Mauri, Mayrita, Pauly, Rommel y al joven Martín.

## ÍNDICE DE CONTENIDOS

	PÁGINA
<b>RESUMEN</b>	<b>xi</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>xiii</b>
<b>1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>1</b>
1.1. Industria gráfica y solventes empleados	1
1.1.1. La industria gráfica	1
1.1.1.1. Pre-impresión	1
1.1.1.2. Impresión	1
1.1.1.3. Post-impresión	2
1.1.2. Sistemas de impresión industrial	2
1.1.2.1. Sistemas de impresión directos	2
1.1.2.2. Sistemas de impresión indirectos	3
1.1.3. Sistema de impresión <i>offset</i>	3
1.1.3.1. Planchas de impresión <i>offset</i>	4
1.1.3.2. Composición de las tintas <i>offset</i>	5
1.1.4. Máquinas de impresión <i>offset</i>	6
1.1.5. Impacto ambiental	7
1.1.5.1. Identificación de las fuentes de generación de residuos peligrosos	8
1.2. Destilación atmosférica y al vacío de solventes orgánicos	9
1.2.1. Destilación flash	10
1.2.1.1. Destilación flash adiabática	11
1.2.1.2. Destilación flash isotérmico	11
1.2.2. Destilación flash de multicomponentes	12
1.2.2.1. Dimensionamiento del destilador flash	16
1.3. Tratamiento de aguas residuales mediante carbón activado granular	19
1.3.1. Generalidades	20
1.3.1.1. Carbón activado	20
1.3.2. Mecanismo de adsorción	21
1.3.3. Factores que afectan la adsorción	22
1.3.3.1. Área superficial del adsorbente	22
1.3.3.2. Características físicas y químicas del adsorbato	23
1.3.3.3. Características químicas superficiales	26
1.3.4. Isotermas de adsorción	27
1.3.4.1. Isoterma de freundlich	27
1.3.4.2. Isoterma de langmuir	28
1.3.5. Curvas de ruptura	29
1.3.6. Filtros de carbón activado	30
<b>2. PARTE EXPERIMENTAL</b>	<b>32</b>
2.1. Caracterización física y química de los efluentes generados en el proceso de impresión <i>offset</i> de una industria gráfica	33
2.1.1. Muestreo de las descargas líquidas	33



2.1.2. Caracterización física y química de los efluentes generados en el proceso de impresión <i>offset</i> de una industria gráfica	34
2.2. Evaluación de la recuperación de solventes por destilación	35
2.2.1. Ensayo de destilación en condiciones atmosféricas	35
2.2.2. Ensayo de destilación en condiciones de vacío	37
2.2.3. Caracterización de la mezcla de solventes recuperados en los ensayos de destilación	38
2.2.3.1. Caracterización química de la mezcla de solventes recuperados	38
2.2.3.2. Caracterización física de la mezcla de solventes recuperados por destilación atmosférica	39
2.3. Evaluación de la capacidad de reducción de la dco del agua recuperada en el proceso de destilación mediante carbón activado granular	39
2.3.1. Caracterización química de la fase acuosa del destilado	40
2.3.2. Caracterización del carbón activado granular	40
2.3.3. Procedimiento para la construcción de las isotermas de adsorción con carbón activado granular	40
2.3.4. Procedimiento para la construcción de la curva de ruptura para una columna empacada con carbón activado	41
2.4. Determinación de la factibilidad de aprovechamiento energético de los residuos de la destilación	42
2.4.1. Análisis previos	42
2.5. Dimensionamiento de los equipos requeridos para una planta de 370 gal/semana	43
2.5.1. Dimensionamiento del equipo de destilación	43
2.5.2. Dimensionamiento del filtro de carbón activado	45
2.5.3. Evaluación económica preliminar de la factibilidad de instalación de la planta diseñada	46
<b>3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>47</b>
3.1. Resultados del muestreo y caracterización física y química de los efluentes generados en el proceso de impresión <i>offset</i> de una industria gráfica	47
3.1.1. Resultados del muestro de las aguas residuales	47
3.1.2. Resultados de la caracterización física y química de los efluentes líquidos	48
3.2. Resultados de la evaluación del efecto de la temperatura en la recuperación de solventes por destilación	49
3.2.1. Resultados de la evaluación del ensayo de destilación atmosférica	50
3.2.2. Resultados de la evaluación del ensayo de destilación en condiciones de vacío	52
3.2.3. Resultados de la caracterización química de la mezcla de solventes recuperados en los ensayos de destilación	53
3.2.4. Resultados de la caracterización física de los solventes recuperados por destilación atmosférica	57

3.3. Resultados de la evaluación de la capacidad de reducción de la dco del agua recuperada en el proceso de destilación mediante carbón activado granular	58
3.3.1. Resultados de la caracterización química de la fase acuosa del destilado	58
3.3.2. Resultados de la caracterización del carbón activado granular	60
3.3.3. Resultados de las isotermas de adsorción con carbón activado	60
3.3.4. Curva de ruptura en columna empacada con carbón activado	63
3.4. Resultados de la determinación de la factibilidad de aprovechamiento energético de los residuos de la destilación	65
3.4.1. Resultados de los análisis previos	65
3.4.2. Determinación del poder calorífico de los residuos de la destilación	67
3.5. Diseño de la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica	69
3.5.1. Definición del diagrama de flujo del proceso y dimensionamiento de los equipos	69
3.5.1.1. Descripción detallada del proceso	72
3.5.1.2. Balance de masa y energía	72
3.5.1.3. Dimensionamiento de los equipos requeridos para la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica	75
3.5.2. Distribución de equipos en planta	89
3.6. Evaluación económica preliminar de la factibilidad de instalación de la planta diseñada	91
3.6.1. Inversión	91
3.6.2. Capital de operación	92
3.6.2.1. Inversión total y financiamiento	93
3.6.3. Ingresos por concepto de ahorros	94
<b>4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	<b>96</b>
4.1. Conclusiones	96
4.2. Recomendaciones	98
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>99</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>106</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

		PÁGINA
<b>Tabla 2.1</b>	Parámetros para la caracterización física y química de las muestras líquidas de los efluentes de una industria gráfica	34
<b>Tabla 2.2</b>	Condiciones de operación para el análisis de solventes	39
<b>Tabla 3.1</b>	Caudales durante la recolección de 500 mL de muestra simple para cada unidad de impresión	47
<b>Tabla 3.2</b>	Caracterización de los efluentes líquidos de la industria gráfica	49
<b>Tabla 3.3</b>	Volumen recuperado por destilación de la mezcla de solventes	50
<b>Tabla 3.4</b>	Porcentaje de la fase solvente y la fase acuosa presentes en el condensado	50
<b>Tabla 3.5</b>	Resultados del rango de destilación de los efluentes para los ensayos A y B	51
<b>Tabla 3.6</b>	Resultados de la destilación: condensado, residuo y pérdidas por destilación	51
<b>Tabla 3.7</b>	Resultados del volumen recuperado por destilación al vacío de los efluentes líquidos	52
<b>Tabla 3.8</b>	Volumen de la fase solvente y la fase acuosa presentes en el condensado recuperado por destilación al vacío	53
<b>Tabla 3.9</b>	Composición cuantitativa de la muestra de la mezcla de solventes recuperados por destilación atmosférica y al vacío	56
<b>Tabla 3.10</b>	Resultados de la caracterización física de los solventes recuperados por destilación atmosférica	57
<b>Tabla 3.11</b>	Resultados de la caracterización química de la fase acuosa recuperada por destilación atmosférica	59
<b>Tabla 3.12</b>	Índice de yodo y densidad aparente del carbón activado comercial	60
<b>Tabla 3.13</b>	Concentraciones finales de la DQO en diferentes cantidades de carbón activado y a diferentes valores de pH, expresadas en mg/L	60
<b>Tabla 3.14</b>	Resultados de la caracterización del agua tras el ensayo en columna empacada con C.A. (pH: 6,9)	65

<b>Tabla 3.15</b>	Resultados del análisis químico elemental de los residuos de la destilación	65
<b>Tabla 3.16</b>	Resultados de la caracterización de metales pesados para el residuo de la destilación atmosférica	66
<b>Tabla 3.17</b>	Resultados de los ensayos para la determinación de la energía equivalente del calorímetro	68
<b>Tabla 3.18</b>	Resultados de los ensayos para la determinación del poder calorífico de los residuos de la destilación atmosférica	68
<b>Tabla 3.19</b>	Balance de masa en el destilador flash	73
<b>Tabla 3.20</b>	Resultados del balance de energía y costos por consumo	74
<b>Tabla 3.21</b>	Especificaciones del destilador flash TSF-101	79
<b>Tabla 3.22</b>	Espesor mínimo de las paredes según el diámetro del tanque	80
<b>Tabla 3.23</b>	Especificaciones del tanque de almacenamiento para los efluentes líquidos de la industria gráfica TKD-101	81
<b>Tabla 3.24</b>	Especificaciones del tanque pulmón TKP-101	82
<b>Tabla 3.25</b>	Temperatura de las corrientes en el condensador	83
<b>Tabla 3.26</b>	Áreas de flujo y diámetros equivalentes en intercambiadores de calor de doble tubo	85
<b>Tabla 3.27</b>	Características de los tubos seleccionados para el condensador	85
<b>Tabla 3.28</b>	Especificaciones del tanque de separación TSL-101	89
<b>Tabla 3.29</b>	Inversión en maquinaria y equipos para la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica	91
<b>Tabla 3.30</b>	Costos adicionales en varios accesorios y herramientas	92
<b>Tabla 3.31</b>	Detalle de costos de inversión fija	92
<b>Tabla 3.32</b>	Detalle de capital de operación mensual	93
<b>Tabla 3.33</b>	Detalle de la inversión total requerida	93
<b>Tabla 3.34</b>	Detalle de valores por concepto de ahorros	94
<b>Tabla 3.35</b>	Flujo neto de efectivo para cinco periodos	94

<b>Tabla 3.36</b>	Indicadores económicos del proyecto	95
<b>Tabla AI.1</b>	Número de muestras simples para descargas continuas según las horas por día que opera el proceso generador de la descarga	107
<b>Tabla AII.1</b>	Parámetros a ser analizados y límites máximos permisibles para descargas líquidas relacionadas con las actividades de impresión, ordenanza 404 del MDMQ	108
<b>Tabla AIX.1</b>	Resultado del ensayo de adsorción con carbón activado	134
<b>Tabla AX.1</b>	Constantes de Antoine de la metil-etil-cetona	135
<b>Tabla AX.2</b>	Resultados de la primera iteración a 340 K para el cálculo de la temperatura de burbuja	136
<b>Tabla AX.3</b>	Resultados de la iteración a 349 K para el cálculo de la temperatura de burbuja	136
<b>Tabla AX.4</b>	Resultados de la iteración para el cálculo de la temperatura de destilación flash a 360 K	137
<b>Tabla AX.5</b>	Resultados de la iteración para el cálculo de la temperatura de destilación flash a 355 K	137
<b>Tabla AX.6</b>	Resultados de la función fracción vaporizada de los componentes para $\Psi=0,50$ y $\Psi=0,82$	138
<b>Tabla AX.7</b>	Composición molar en las corrientes de vapor y de líquido para el destilador flash	139
<b>Tabla AX.8</b>	Longitud equivalente para diferentes accesorios	148
<b>Tabla AX.9</b>	Factor de fricción en zona de turbulencia para conductos de acero	148
<b>Tabla AXI.1</b>	Coefficiente global de transferencia de calor (U) para diferentes sistemas	149

## ÍNDICE DE FIGURAS

		PÁGINA
<b>Figura 1.1</b>	Esquema de la plancha de impresión: zona de imagen y zona de no imagen	4
<b>Figura 1.2</b>	Sistema de cuatricromía en la impresión <i>offset</i>	5
<b>Figura 1.3</b>	Esquema del sistema de impresión <i>offset</i>	7
<b>Figura 1.4</b>	Sistema de destilación instantánea	11
<b>Figura 1.5</b>	Dimensiones recomendadas para un tambor de destilación flash	18
<b>Figura 1.6</b>	Mecanismo de adsorción en carbón activado	22
<b>Figura 1.7</b>	Representación esquemática de los diferentes tipos de poros	25
<b>Figura 1.8</b>	Tendencia de una curva de ruptura para una columna de adsorción con carbón activado	30
<b>Figura 1.9</b>	Esquema de un filtro de carbón activado	31
<b>Figura 2.1</b>	Metodología experimental para el tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica	33
<b>Figura 2.2</b>	Esquema del sistema de destilación simple para destilación atmosférica	36
<b>Figura 2.3</b>	Esquema del sistema de destilación al vacío	38
<b>Figura 3.1</b>	Cromatograma de estándares (MEK, acetato de etilo, benceno, tolueno y p-xileno) utilizados para la respectiva identificación de los disolventes recuperados	54
<b>Figura 3.2</b>	Cromatograma de hexano utilizado para la identificación en la muestra de solventes recuperados por destilación	54
<b>Figura 3.3</b>	Cromatograma de la mezcla de disolventes recuperados por destilación atmosférica e identificación de los solventes presentes	55
<b>Figura 3.4</b>	Cromatograma de la mezcla de disolventes recuperados por destilación al vacío e identificación de los solventes presentes	56
<b>Figura 3.5</b>	Isoterma de adsorción de Freundlich a pH 6,9	61
<b>Figura 3.6</b>	Isoterma de adsorción de Langmuir a pH 6,9	62

<b>Figura 3.7</b>	Curva de ruptura para columna empacada con carbón activado. pH de la solución: 6,9. Concentración inicial de la DQO: 3 200 mg/L	64
<b>Figura 3.8</b>	Diagrama de bloques propuesto para el tratamiento de los efluentes líquidos de una industria gráfica	70
<b>Figura 3.9</b>	Diagrama de flujo propuesto para el tratamiento de los efluentes líquidos de una industria gráfica (PFD)	71
<b>Figura 3.10</b>	Distribución de los equipos en planta (Layout)	90
<b>Figura AX.1</b>	Diagrama entre los tanques TKD-101 y TKP-101	146
<b>Figura AX.2</b>	Diagrama de Moody	147
<b>Figura AX.3</b>	Especificaciones de las resistencias de calentamiento	151
<b>Figura AX.4</b>	Especificaciones de las bombas centrífugas	152
<b>Figura AX.5</b>	Especificaciones del filtro de carbón activado	152

## ÍNDICE DE ANEXOS

	<b>PÁGINA</b>
<b>ANEXO I</b> Frecuencia de muestreo para descargas continuas	107
<b>ANEXO II</b> Límites máximos permisibles de acuerdo a la ordenanza 404 para descargas líquidas dentro del MDMQ	108
<b>ANEXO III</b> Normas para determinación de sólidos suspendidos (APHA 2540-D), aceites y grasas (APHA 5520-B), DQO (APHA 5220-D), DBO <sub>5</sub> (APHA 5210-B), tensoactivos (APHA 5540-C), fenoles (APHA 5530-C) y cromo total (APHA 3500-CR B).	109
<b>ANEXO IV</b> Norma para determinación del rango de destilación de líquidos orgánicos (ASTM D 1078)	123
<b>ANEXO V</b> Normas para determinación de la densidad relativa de solventes (NTE INEN 2 150:99), viscosidad cinemática y dinámica (ASTM D 445-03), punto de inflamación en copa cerrada (NTE INEN 1493)	124
<b>ANEXO VI</b> Normas empleadas para la caracterización física del carbón activado granular	128
<b>ANEXO VII</b> Preparación de la muestra de residuos de destilación para análisis de metales pesados	132
<b>ANEXO VIII</b> Procedimiento para determinación del poder calorífico (NTE INEN-ISO 1716)	133
<b>ANEXO IX</b> Ejemplo de cálculo para la determinación de la isoterma de adsorción	134
<b>ANEXO X</b> Balance de masa y energía para la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica	135
<b>ANEXO XI</b> Coeficiente global de transferencia de calor (U) para diferentes sistemas	149



**ANEXO XII**

Cálculo de la cantidad de carbón activado requerido para remover la concentración de la DQO 150

**ANEXO XIII**

Especificaciones de los equipos seleccionados 151

## RESUMEN

El objetivo de este proyecto fue diseñar una planta para el tratamiento de los efluentes líquidos generados el proceso de impresión *offset* de una industria gráfica, para esto se caracterizó los efluentes con la finalidad de conocer los parámetros que no cumplen con la ordenanza 404 del Distrito Metropolitano de Quito (DMQ). Se realizaron ensayos de destilación atmosférica y al vacío para recuperar los solventes presentes en las descargas líquidas, con la fracción acuosa recuperada en la destilación atmosférica se evaluó la capacidad de reducción de la demanda química de oxígeno (DQO) con carbón activado y para complementar se determinó la capacidad calorífica de los residuos de la destilación atmosférica.

A través del muestreo y análisis de los efluentes, la caracterización física y química permitió conocer la concentración de los siguientes parámetros: aceites y grasas ( $28,4 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), demanda bioquímica de oxígeno ( $\text{DBO}_5$ ) ( $112\,777,8 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), DQO ( $580\,000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), fenoles ( $2,44 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), plata ( $2,75 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), sólidos suspendidos ( $206 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ) y tensoactivos ( $28 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ), de los cuales  $\text{DBO}_5$ , DQO, fenoles, plata, sólidos suspendidos y tensoactivos están fuera de norma.

Los ensayos de destilación atmosférica permitieron recuperar 83,65% en volumen de solventes y mediante cromatografía de gases se determinó su concentración en peso metil-etil-cetona (0,49 %), hexano (15,27 %), benceno (13,84 %), tolueno (13,51 %), p-xileno (0,59 %) y acetato de etilo (56,30 %). Además el contenido de agua recuperado fue del 10,4 % en volumen.

La destilación al vacío permitió la recuperación del 56,5 % en volumen de solventes y tras la respectiva caracterización por cromatografía de gases se determinó su concentración en peso: metil-etil-cetona (0,47 %), hexano (12,62 %), benceno (13,67 %), tolueno (13,80 %), p-xileno (0,63 %) y acetato de etilo (58,80 %).

Se realizó las isotermas de adsorción en carbón activado granular malla 8x20 (tamaño de partícula 1,0 - 2,0 mm, índice de yodo  $765 \text{ mg I}_2/\text{g C.A.}$ ) con el agua residual proveniente de la destilación atmosférica. Se logró reducir la DQO en un

89 %. La concentración final fue de  $362 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  a pH 6,9. Se trabajó con un flujo de  $6 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$  de agua en columna empacada con carbón activado granular que permitió reducir un 92 % de la DQO, cumpliendo con la ordenanza 404 del DMQ.

Se determinó el poder calorífico de los residuos de la destilación a través de ensayos con una bomba calorimétrica y su valor fue de  $4\,704,84 \text{ kcal/kg}$ .

Con los resultados obtenidos se diseñó el proceso y el respectivo dimensionamiento de equipos para una demanda de 370 galones por semana de los efluentes líquidos, el cual consta de una etapa de calentamiento previo a la destilación flash, condensación de vapores, separación de las fases y filtración con carbón activado del agua residual.

Se realizó una evaluación económica preliminar de la implementación de la planta, se determinó que la inversión es de  $16\,531,45 \text{ USD}$ . Se consideró que la industria al implementar este proceso no tiene como finalidad comercializar los solventes recuperados, por lo que no recibe ingresos como tal, sino un importante ahorro por concepto de reducción en el volumen de descargas destinadas al gestor ambiental y por adquisición de solventes nuevos.

## INTRODUCCIÓN

Los efluentes líquidos generados en el proceso de impresión *offset* contienen altos niveles de DQO y DBO<sub>5</sub> como un efecto directo de generación continua de mezclas de solventes orgánicos residuales producidos durante la limpieza automática de rodillos de remojo, entintadores y mantillas conocido como purga, estos solventes salen mezclados con tintas residuales y agua, lo que los hace difíciles de tratar. En el país existen 535 empresas dedicadas a esta actividad de acuerdo a la Superintendencia de Compañías (Falconí, 2014, p. 25)

Por la naturaleza de las tintas (sintéticas) y los solventes (hidrocarburos), estas descargas presentan alto grado de toxicidad, especialmente por las emisiones de compuestos orgánicos volátiles (COVs), que reaccionan con otros contaminantes atmosféricos como los óxidos de nitrógeno en presencia de la luz solar para formar ozono troposférico, el mismo que al encontrarse a nivel del suelo produce graves efectos sobre la salud (especialmente del tracto respiratorio y de la piel) y la vegetación (Franco, 2010, p. 26).

Diferentes destinos han recibido estos residuos desde el encapsulamiento hasta la incineración térmica y catalítica resultando poco efectiva desde el punto de vista económico y de recuperación energética dada la cantidad de agua que posee (del 5 al 15 % en volumen) (U.S. EPA, 1989a).

Las regulaciones ambientales cada vez más rigurosas prohíben la descarga directa al sistema de alcantarillado, siendo una opción, la entrega de los desechos a los gestores ambientales autorizados, lo que implica un costo tanto económico como ambiental, por el contrario el reciclaje de esta mezcla de solventes constituye una inversión recuperable (Castells, 2008, p. 371).

Por lo tanto, en este trabajo se plantea una alternativa amigable con el ambiente, económica y efectiva capaz de dar la solución a la problemática que representan las descargas líquidas generadas en la industria gráfica.

# **1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA**

## **1.1. INDUSTRIA GRÁFICA Y SOLVENTES EMPLEADOS**

### **1.1.1. LA INDUSTRIA GRÁFICA**

La industria gráfica es un sector que involucra un conjunto de actividades, cuyo propósito es la comunicación visual a través de textos e imágenes como catálogos, periódicos, libros, revistas, etc. Dentro del conjunto de actividades se encuentran la pre-impresión, impresión y post-impresión (Riat, 2006, pp. 9-10).

#### **1.1.1.1. Pre-impresión**

Su finalidad es obtener la forma impresa, es decir el medio desde el cual se va a reproducir el texto e imágenes deseadas hacia el sustrato e involucra la edición por medios electrónicos, composición de las matrices fotográficas y la obtención de las formas grabadas en planchas metálicas (molde) (Pozo, 2001, p. 21).

#### **1.1.1.2. Impresión**

Es la etapa más importante del conjunto de procesos dentro de la industria gráfica debido al trabajo de gran precisión que se requiere para conservar el registro de colores, la velocidad y la tensión del papel a su paso por la prensa son factores determinantes para asegurar una impresión de calidad. El proceso propiamente dicho consiste en la reproducción múltiple por el cual se transfiere la tinta desde la forma impresora y de modo controlado hacia el sustrato el cual generalmente es papel, formando así los diseños tanto en texto como en imágenes previamente creados (Pozo, 2001, p. 25).

### **1.1.1.3. Post-impresión**

En este punto el material impreso recibe el acabado para la presentación final del producto, dichos acabados son: cortado, plegado, encolado, cocido y encuadernación (Pozo, 2001, p. 25).

## **1.1.2. SISTEMAS DE IMPRESIÓN INDUSTRIAL**

Los sistemas de impresión han sido clasificados desde diferentes criterios basados fundamentalmente en el proceso por medio del cual transfieren la tinta desde la matriz hacia el sustrato. Considerando las características físicas del mecanismo de impresión se divide en:

- a) Sistemas de impresión directos**
- b) Sistemas de impresión indirectos**

### **1.1.2.1. Sistemas de impresión directos**

Se denominan sistemas de impresión directos porque la matriz transfiere las imágenes por contacto directo con el sustrato, sin ninguna superficie intermedia. Los principales métodos directos para impresión sobre papel son: Huecograbado y Planograf o Serigrafía (Oteysa, Geijo y Pericot, 2012, p. 5).

**Huecograbado**, también conocido como sistema de impresión en hueco debido al mecanismo empleado en el proceso para conseguir la transferencia tanto de texto como de imágenes a ser impresas. Los diseños son previamente grabados en un cilindro de cobre (cilindro impresor), con la finalidad de que la tinta se aloje en las hendiduras creadas de tal manera que al pasar el sustrato el cual comúnmente es papel sobre ellas, se transfieran las imágenes gracias a la presión ejercida (Oteysa et al., 2012, p. 7).

El cilindro impresor gira semi-sumergido en el tintero de manera tangencial a otro cilindro de caucho el mismo que cumple la función de presionar el papel que pasa entre los dos cilindros. El sobrante de tinta se retira del cilindro impresor por medio de una cuchilla en movimiento lateral, dejando la tinta únicamente en las imágenes grabadas. Las tintas empleadas en este sistema deben ser de baja densidad y secado rápido para evitar manchas y excesos de tinta (Hernández, 2012, p. 2).

**Planograf o Serigrafía**, en este sistema la tinta se suministra al sustrato a través de una malla que se encuentra tensada en un marco, en las zonas de no imagen se bloquea el paso de tinta empleando emulsiones o barniz. Una ventaja que ofrece la serigrafía es la posibilidad de imprimir de manera repetitiva sin perder la calidad y definición (Oteyasa et al., 2012, p. 8).

#### **1.1.2.2. Sistemas de impresión indirectos**

En estos sistemas la tinta se transfiere hacia el sustrato a través de un sistema intermedio y no directamente desde la matriz. Dentro de este grupo se encuentra el sistema de impresión *offset*, el mismo que actualmente ofrece los mejores estándares en calidad de imagen, nitidez y el costo que disminuye a medida que aumentan las unidades impresas la han convertido en el sistema de impresión con mayor demanda por parte de la industria gráfica (Oteyasa et al., 2012, p. 5).

#### **1.1.3. SISTEMA DE IMPRESIÓN *OFFSET***

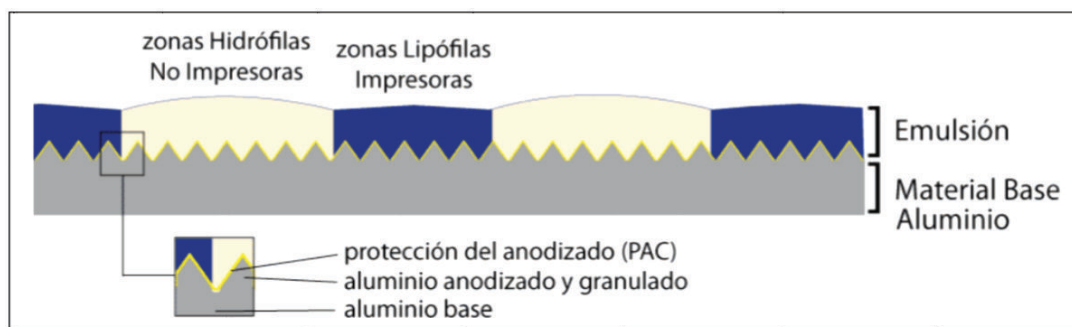
En este mecanismo las planchas de impresión (matriz impresora) constan de dos áreas: área de imagen y área de no imagen.

- a) **Área de imagen.-** Transmiten la tinta hacia el sustrato con la imagen deseada.

**b) Área de no imagen.-** Corresponden al papel en blanco.

Se diferencian entre sí por las propiedades químicas que poseen, las áreas de imagen están hechas de un polímero, mientras que las áreas de no imagen son generalmente de aluminio. Las primeras atraen la tinta que posee características oleosas, por tal motivo estas áreas se denominan lipófilas, mientras que las áreas no impresoras o de no imagen por el contrario repelen la tinta y se las denominan hidrófilas.

En las zonas de no imagen gracias a sus propiedades hidrófilas se emplea el agua con la finalidad de protegerlas de la tinta, mientras que las áreas de impresión gracias a sus propiedades hidrófobas repelen el agua. Un esquema del proceso se muestra en la Figura 1.1.



**Figura 1.1.** Esquema de la plancha de impresión: zona de imagen y zona de no imagen (Flores, 2013, p. 9)

### 1.1.3.1. Planchas de impresión *offset*

La impresión se lleva a cabo empleando planchas monocromáticas, por lo tanto se requiere una plancha por cada color a imprimir, para el sistema que emplea cuatro colores (cuatricromía) conocido como modelo CMYK (*Cyan, Magenta, Yellow y Key*), se han de generar cuatro planchas, considerando que el blanco corresponde al color del papel y no se imprime en el sistema *offset*, como se puede observar en la Figura 1.2.





**Figura 1.2.** Sistema de cuatricromía en la impresión *offset*  
(Denche, 2010, p. 357)

### 1.1.3.2. Composición de las tintas *offset*

Las tintas utilizadas en la impresión *offset* se componen de pigmento en un 15 %, vehículo 75 % y aditivos 10 %.

- a) **Pigmento.-** Es el responsable del color, se clasifican en blancos, negros y coloreados, según su naturaleza pueden ser: orgánicos que se derivan del carbón y se emplean para las tintas negras; inorgánicos se obtienen a partir de mezclas químicas: sulfuros, silicio, sales de sulfato, etc. y los pigmentos metálicos constituidos principalmente por aleaciones de cobre y zinc.
- b) **Vehículo.-** Cumple la función principal de recubrir al pigmento para movilizarlo entre los cuerpos impresores, aporta ciertas características a la tinta como son: viscosidad, solubilidad controlada en solventes, tolerancia controlada al agua (parcialmente miscibles), etc. Están compuestos por resinas y aceites.

**Resinas:** son de origen sintético y su función es la de manejar el balance de agua-tinta, pueden ser resinas fenólicas, alquídicas, maleicas e hidrocarbonadas.

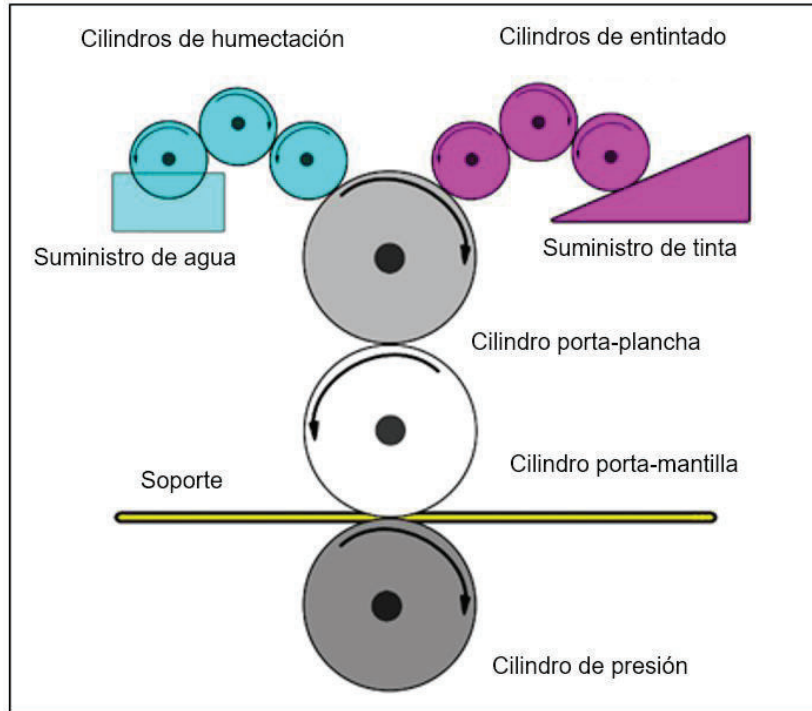
**Aceites:** su función es la de manejar el tipo de secado, pueden ser de origen mineral y son obtenidos de la destilación del petróleo a temperaturas entre 240 a 380 °C, secan por penetración. Los aceites de naturaleza vegetal secan por penetración, oxidación y polimerización, pueden ser obtenidos de: linaza, ricino, soya, etc.

**c) Aditivos.-** Se ubican entre la interface pigmento-vehículo, aportan características necesarias para conseguir el acabado de impresión deseado, entre los aditivos se encuentran los barnices que ayudan a controlar la viscosidad y la pegajosidad de las tintas; catalizadores de cobalto, circonio, manganeso, perborato y acetato de cobalto para acelerar el secado; antioxidantes o anticapas tienen por finalidad evitar que la tinta seque dentro del cuerpo de impresión de las máquinas para ser absorbida por el sustrato (papel).

#### 1.1.4. MÁQUINAS DE IMPRESIÓN *OFFSET*

El proceso se lleva a cabo de manera automática, a través de diferentes fases, para esto utiliza un sistema de rodillos: sistema de entintado, sistema de mojado y el cuerpo impresor. La placa de aluminio o forma impresora se ancla a un rodillo giratorio llamado porta plancha, aquí la placa recepta la tinta de característica oleosa en las zonas hidrófobas (área de imagen) y una fina capa de agua (para que repela la tinta en las zonas de no imagen) en las zonas hidrófilas desde los sistemas de entintado y mojado respectivamente, luego la placa de aluminio transfiere las imágenes a un rodillo de caucho llamado mantilla el cual finalmente traspasa por presión las imágenes al soporte (papel). El proceso descrito imprime un solo color,

por lo que para imprimir cuatro colores se requiere de cuatro cuerpos de impresión, el esquema descrito se presenta en la Figura 1.3.



**Figura 1.3.** Esquema del sistema de impresión *offset*  
(Denche, 2010, p. 37)

### 1.1.5. IMPACTO AMBIENTAL

El proceso de impresión *offset* es una fuente de diversos residuos químicos que en conjunto se convierten en un problema a corto plazo. Entre los principales residuos producidos se encuentran las emisiones atmosféricas, aguas residuales y residuos sólidos.

- **Emisiones atmosféricas.-** Conformadas principalmente por compuestos orgánicos volátiles (COVs) procedentes de la limpieza de tintas con disolventes. Algunas sustancias pueden causar olores desagradables, afectan a la salud de los trabajadores y causan un impacto ambiental importante.

- **Aguas residuales.-** Constituidas por restos de tintas, contienen solventes producto de la limpieza, metales como: plata, hierro, cromo, cobre, bario, etc.
- **Residuos sólidos.-** Contienen residuos peligrosos generados durante el revelado de las placas de impresión como lodos de hidróxidos metálicos, residuos de colorantes y disolventes, material de desuso, pruebas de material mal impreso y residuos de papel.

#### 1.1.5.1. Identificación de las fuentes de generación de residuos peligrosos

Los impactos ambientales generados en la industria gráfica están relacionados mayoritariamente con los solventes empleados y se producen en las diferentes actividades durante la cadena productiva desde la pre-impresión, impresión y post-impresión (Franco, 2010, p. 27).

**a) Etapa de pre-impresión.-** Aunque son catalogadas como emisiones de baja concentración y volumen, su principal afectación es el ambiente de trabajo y su origen son:

- **Aplicación de colas en spray.-** Se emplean para fijar las planchas de impresión al cilindro porta-plancha, contienen compuestos orgánicos volátiles (COVs), resultan tóxicos por inhalación e irritantes para la piel y los ojos.
- **Limpieza de las hojas de montaje.-** Son de la misma naturaleza que las anteriores, es decir contienen COVs.

**b) Etapa de impresión.-** La mayor fuente de generación, está constituida principalmente por las aguas residuales generadas en el proceso de purga de las máquinas y contienen principalmente mezclas de disolventes, siendo los principales: acetato de etilo, benceno, hexano, metiletilcetona (MEK), tolueno, xileno (Franco, 2010, p. 28).

**c) Post-impresión.-** Se generan a partir de la limpieza manual de las máquinas cuando éstas no lo hacen automáticamente, generalmente son disolventes altamente volátiles por lo que se evaporan durante el proceso de limpieza, por lo que afectan directamente al sitio de trabajo, los disolventes más empleados son: benceno, tolueno, acetato de etilo, isopropanol, ciclohexanona, y metiletilcetona (Franco, 2010, p. 29).

## **1.2. DESTILACIÓN ATMOSFÉRICA Y AL VACÍO DE SOLVENTES ORGÁNICOS**

En el entorno ambiental y económico actual, la recuperación de disolventes juega un papel cada vez más importante dentro de la industria química, farmacéutica u otras industrias cuyos procesos productivos demandan de diferentes tipos de disolventes. Estos pueden ser un factor significativo en lo que se refiere a los costos de producción, por ende su recuperación y reutilización pueden hacer una gran diferencia en costos. La eliminación de solventes constituye un gasto importante ya sea que se dispongan para su incineración o la disposición a través de empresas acreditadas para su eliminación con el impacto ambiental que ello conlleva así como son las emisiones de gases tóxicos (COVs) (Smallwood, 2002, pp. 2-3).

Cuando en el proceso de recuperación de disolventes se requiere además alcanzar un cierto grado de pureza de los componentes de la mezcla se recurre a la destilación multi-etapas o destilación fraccionada para separar dichos componentes de la mezcla, los vapores del solvente a medida que ascienden a lo largo de la columna de destilación entran en contacto con el reflujo del solvente (condensado) que ingresa por la parte superior de la columna. El solvente recuperado se lo obtiene por la parte superior de la columna, conocido como producto de tope, mientras que el solvente que permanece en el fondo de la columna se retira como residuo y está conformado en su mayoría por residuos de solventes con mayor punto de ebullición. La destilación puede ser continua o por lotes. La destilación por etapas es muy empleada en la refinación del petróleo que permite separar los

constituyentes en sus componentes más básicos. Una de las ventajas de la destilación fraccionada es la alta eficiencia que permite alcanzar, en contraparte su principal desventaja es el costo que demanda la construcción de una columna y su mantenimiento (Hoffman, 2011, pp. 183-184).

La recuperación de los solventes por el tope de la columna es posible mediante la condensación de los vapores a través de un sistema de arreglo de tubos, por los cuales fluye el agua de enfriamiento, mientras que los vapores atraviesan la carcasa que envuelve el sistema de tubos para evitar que se mezclen (Petlyuk, 2004, p. 21-22).

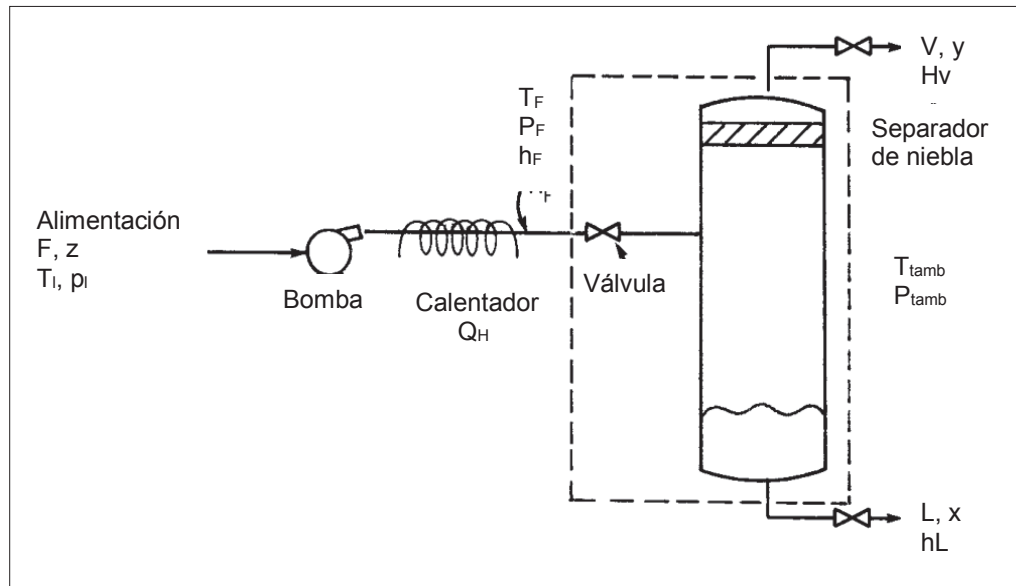
La destilación al vacío se emplea si los productos de interés son susceptibles a la descomposición térmica, si los solventes que se busca recuperar presentan temperaturas de ebullición por sobre los 155 °C, de este modo se reduce la cantidad de energía requerida en comparación con la cantidad de energía para la destilación atmosférica. El proceso de destilación en una columna de vacío demanda costos adicionales por concepto de adquisición y mantenimiento de una unidad de vacío (Thakore y Bhatt, 2007, p. 383)

### **1.2.1. DESTILACIÓN FLASH**

Es un proceso de separación por evaporación instantánea, también denominada destilación en equilibrio en una sola etapa. En este proceso la alimentación que llega a la cámara de evaporación flash se evapora para separar vapor y líquido que se encuentran en equilibrio mutuo. Si se trata de una evaporación de multicomponentes los mismos se concentrarán en el vapor (Wankat, 2008, p. 12).

El equipo empleado para ejecutar este proceso es como el mostrado en la Figura 1.4. La operación puede llevarse a cabo de manera continua o por lotes. El líquido alimentado es previamente calentado ya sea a través de un intercambiador de calor tubular o atravesando por los tubos calientes de un horno de combustión.

Se forma el vapor adiabáticamente y la alimentación se introduce al tanque de evaporación conocido como tambor flash. La fase líquida sale por la parte inferior del tambor, mientras que la fase vapor enriquecida con los componentes más volátiles sale por la parte superior y atraviesa un condensador.



**Figura 1.4.** Sistema de destilación instantánea  
(Wankat, 2008, p. 13)

### 1.2.1.1. Destilación flash adiabática

Es una de las variantes de la destilación flash. En este sistema la alimentación se calienta a presión, se provoca una caída de presión mediante una válvula que controla el ingreso al tambor flash y se produce la separación de los componentes.

### 1.2.1.2. Destilación flash isotérmico

En esta variante la corriente de la alimentación se calienta a baja presión por lo tanto no se requiere una válvula puesto que no existe descompresión súbita. Los componentes se separan en las fases líquido y vapor.

La destilación flash es un proceso que ha demostrado ser altamente eficiente y de bajo costo de operación en la recuperación de disolventes incluso con presencia de agua, donde el vapor generado durante la evaporación flash presenta cantidades sustanciales de agua y disolventes que posteriormente son separados por diferencia de densidades. Estos procesos han sido empleados hace varios años y se han presentado diversos estudios ante congresos de control de la contaminación de desechos peligrosos, un ejemplo de ello es el trabajo presentado por Keener y Shoemaker “*MOBILE SOLVENT RECOVERY FROM INDUSTRIAL HAZARDOUS WASTES*” (Conway, Duckett, Frick, Warner y Wiles, 1989, p. 108).

### 1.2.2. DESTILACIÓN FLASH DE MULTICOMPONENTES

Para sistemas multicomponentes, el balance general de masa se describe en función de las corrientes de alimentación, flujo de líquido, vapor y las fracciones molares en cada corriente. La Ecuación 1.1 describe el balance general de masa para el sistema de la Figura 1.4.

$$F_{z_i} = L_{x_i} + V_{y_i} \quad [1.1]$$

Donde:

$F, L, V$ : flujos en las corrientes de alimentación, líquida y vapor

$z_i, x_i, y_i$ : fracciones molares en las corrientes de alimentación, líquido y vapor del componente  $i$

Generalmente se especifican el flujo de alimentación y sus fracciones molares. Es factible que también se especifiquen la presión del tambor flash  $P_{\text{tamb}}$  y su temperatura  $T_{\text{tamb}}$ , o una de las composiciones ya sea del líquido o del vapor, en estos casos la resolución del problema comienza por los balances de masa y posteriormente se resuelven los balances de energía.



Una manera de simplificar el procedimiento en la solución de los balances de masa es usar las constantes de equilibrio,  $y_i = K_i x_i$ , con lo cual es posible suprimir  $y_i$  en la Ecuación 1.1:

$$F_{z_i} = Lx_i + VK_i x_i \quad [1.2]$$

Despejando  $x_i$ :

$$x_i = \frac{F_{z_i}}{L + VK_i} \quad [1.3]$$

Puesto que  $L=F-V$ , la Ecuación 1.3 se redefine:

$$x_i = \frac{F_{z_i}}{F - V + VK_i} \quad [1.4]$$

Si se divide a la Ecuación 1.4 tanto el numerador como el denominador para el flujo de la alimentación  $F$ , entonces la Ecuación 1.4 queda en función de  $V/F$  conocida como fracción vaporizada ( $\psi$ ), como indica la Ecuación 1.5.

$$x_i = \frac{z_i}{1+(K_i-1)\frac{V}{F}} = \frac{z_i}{1+(K_i-1)\psi} \quad [1.5]$$

La fracción vaporizada ( $\psi$ ) puede tomar valores entre 0 y 1. Considerando que  $y_i = K_i x_i$ , entonces:

$$y_i = \frac{K_i z_i}{1+(K_i-1)\frac{V}{F}} \quad [1.6]$$

Una vez establecido el valor de la fracción vaporizada, el cálculo de las fracciones molares tanto  $x_i$  como  $y_i$ , se determina por medio de las Ecuaciones 1.5 y 1.6. Considerando que la suma de las fracciones molares tanto para la fase líquida como para la fase de vapor es siempre igual a 1, entonces se puede escribir las Ecuaciones 1.7 y 1.8.

$$\sum_{i=1}^c \frac{z_i}{1 + (K_i - 1) \frac{V}{F}} = 1.0 \quad [1.7]$$

$$\sum_{i=1}^c \frac{K_i z_i}{1 + (K_i - 1) \frac{V}{F}} = 1.0 \quad [1.8]$$

Las Ecuaciones 1.7 y 1.8 pueden ser empleadas para calcular el valor de la fracción vaporizada, sin embargo un procedimiento que garantiza buenas propiedades de convergencia involucra una resta entre las ecuaciones anteriormente citadas para obtener la Ecuación 1.9.

$$\sum \frac{K_i z_i}{1 + (K_i - 1) \frac{V}{F}} - \sum \frac{z_i}{1 + (K_i - 1) \frac{V}{F}} = 0 \quad [1.9]$$

El siguiente paso es simplificar la Ecuación 1.9 para obtener la Ecuación 1.10 expresada en función de la fracción vaporizada.

$$f\left(\frac{V}{F}\right) = \sum_{i=1}^c \frac{(K_i - 1) z_i}{1 + (K_i - 1) \frac{V}{F}} = 0 \quad [1.10]$$

La Ecuación 1.10 es conocida como la ecuación de *Rachford-Rice* y tiene muy buenas propiedades de convergencia para poder determinar el valor de la fracción vaporizada.

Una vez conocida la composición de la alimentación  $z_i$  y considerando que la presión y temperatura del proceso son también establecidas, entonces pueden ser calculados los valores de las constantes de equilibrio  $k_i$ , la única variable por conocer es la de la fracción vaporizada ( $V/F$ ) en la Ecuación 1.10. Como se puede observar la Ecuación 1.10 es función de ( $V/F$ ), por lo tanto debe tener una raíz que puede ser determinada por el método de convergencia de Newton con la Ecuación 1.11.

$$f_{k+1} - f_k = \frac{df_k}{d(V/F)} \Delta(V/F) \quad [1.11]$$

Donde:

$f_k$ : valor de la función para una aproximación por tanteo  $k$

$\frac{df_k}{d(V/F)}$ : derivada de la función para el tanteo  $k$

El valor de  $f_{k+1}$  es igual a cero, por lo tanto despejando  $(V/F)$ :

$$\Delta(V/F) = (V/F)_{k+1} - (V/F)_k = \frac{-f_k}{\left[ \frac{df_k}{d(V/F)} \right]} \quad [1.12]$$

La Ecuación 1.12 ha demostrado ser la mejor expresión que permite el cálculo de la fracción vaporizada, para poder usarla se emplea la ecuación de *Rachford-Rice* (Ec. 1.10), por lo tanto se puede reescribir la Ecuación 1.12:

$$\frac{df_k}{d(V/F)} = - \sum_{i=1}^c \frac{(K_i - 1)^2 z_i}{\left[ 1 + (K_i - 1) \frac{V}{F} \right]^2} \quad [1.13]$$

Sustituyendo las Ecuaciones 1.10 y 1.13 en la Ecuación 1.12 y despejando  $(V/F)_{k+1}$ , se tiene:

$$\left( \frac{V}{F} \right)_{k+1} = \left( \frac{V}{F} \right)_k - f_k / \frac{df_k}{d(V/F)} \quad [1.14]$$

La Ecuación 1.14 permite el cálculo de la siguiente iteración. Una vez establecido el valor de  $(V/F)_{k+1}$ , es posible resolver la ecuación de *Rachford-Rice*, si su valor se aproxima a cero, entonces el cálculo finaliza, caso contrario continúa la convergencia de Newton para la siguiente iteración.

Con el valor de la fracción vaporizada (V/F) establecida, se calculan las fracciones molares  $x_i$  y  $y_i$ , a través de las Ecuaciones 1.5 y 1.6. Los flujos de líquido y vapor pueden determinarse a través del balance general de masa. El siguiente paso es calcular las entalpías del líquido y del vapor ( $h_L$  y  $H_V$ ). Las entalpías pueden ser calculadas con la sumatoria del producto entre las fracciones molares con las entalpías de los componentes puros, mediante las Ecuaciones 1.15 y 1.16.

$$H_V = \sum_{i=1}^c y_i \dot{H}_{vi}(T_{tamb}, p_{tamb}) \quad [1.15]$$

$$h_L = \sum_{i=1}^c x_i \dot{h}_{Li}(T_{tamb}, p_{tamb}) \quad [1.16]$$

Donde:

$\dot{H}_{vi}$  y  $\dot{h}_{Li}$ : entalpías de los componentes puros

### 1.2.2.1. Dimensionamiento del destilador flash

Conocidas las corrientes tanto de vapor como del líquido y sus composiciones, el cálculo para las dimensiones del tambor de destilación empieza por determinar la velocidad máxima permisible de vapor a través de la Ecuación 1.17.

$$u_{perm} = K_{tamb} \sqrt{\frac{\rho_L - \rho_V}{\rho_V}} \quad [1.17]$$

Donde:

$u_{perm}$ : velocidad máxima permisible de vapor en la sección transversal (pie/s)

$\rho_L$ ;  $\rho_V$ : densidades de líquido y vapor respectivamente ( $\text{kg/m}^3$ )

$K_s$ : constante de Souders-Brown (pie/s)

Blackwell (1984), presentó una correlación que permite calcular la constante  $K_s$ , mediante la Ecuación 1.18 (p. 154).

$$K_s = \exp[A + B \cdot \ln F_{lv} + C \cdot (\ln F_{lv})^2 + D \cdot (\ln F_{lv})^3 + E \cdot (\ln F_{lv})^4] \quad [1.18]$$

Donde:

$$F_{lv} = \frac{W_L}{W_V} \sqrt{\frac{\rho_V}{\rho_L}} \quad [1.19]$$

$W_L$  y  $W_V$ : flujos de líquido y vapor en unidades de masa por hora ( ej. kg/h)

$A, B, C, D, E$ : constantes de *Blackwell*

$$A = -1,877478097$$

$$B = -0,8145804587$$

$$C = -0,1870744085$$

$$D = -0,0145228667$$

$$E = -0,0010148518$$

Los valores típicos de  $K_s$  se encuentran entre 0,10 y 0,35.

Según Walas, para separadores verticales es recomendable utilizar un valor de  $K_s$  igual a 2/3 del valor calculado y 30 % de la velocidad crítica producen un buen rendimiento y disminuye la posibilidad de arrastre de líquido (Walas, 1990, p. XVII). El siguiente paso es conocer el área transversal de flujo de vapor mediante la Ecuación 1.20.

$$A_c = \frac{V \cdot (PM_V)}{u_{perm} \cdot (3\ 600) \cdot \rho_V} \quad [1.20]$$

Donde:

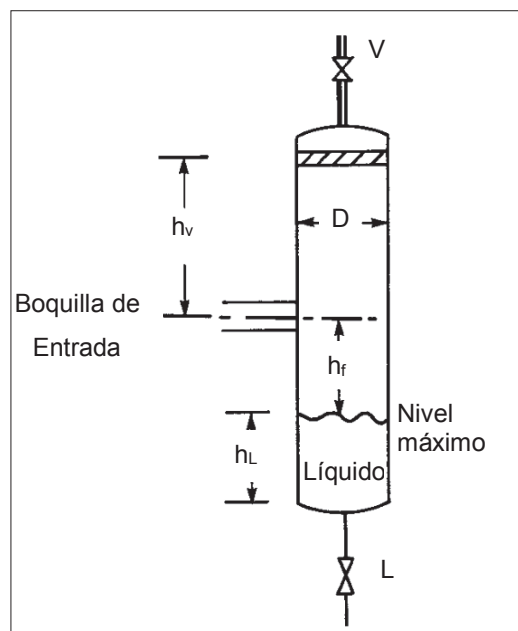
$A_c$ : área transversal de flujo (pie<sup>2</sup>)

$V$ : flujo de vapor (lbmol/h)

Si se considera un tambor vertical, entonces el diámetro queda determinado con la Ecuación 1.21.

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot A_c}{\pi}} \quad [1.21]$$

En general conviene incrementar en 6 pulgadas el diámetro calculado a través de la Ecuación 1.21. Para tambores verticales una regla aproximada para establecer la relación altura/diámetro va de 3,0 a 5,0. La altura del tambor desde la boquilla de alimentación ( $h_v$ ), puede ser 36 pulgadas más la mitad del diámetro del tubo de alimentación, también se recomienda la mitad del diámetro del destilador flash, un esquema del destilador se muestra en la Figura 1.5 (Wankat, 2008, p. 46).



**Figura 1.5.** Dimensiones recomendadas para un tambor de destilación flash (Wankat, 2008, p. 46)

La altura desde el nivel máximo del líquido ( $h_f$ ) hasta el tubo de alimentación, debe ser 12 pulgadas más la mitad del diámetro del tubo de alimentación, como distancia óptima para este espacio se recomienda 18 pulgadas (Wankat, 2008, p. 47).

La profundidad del líquido ( $h_L$ ) se determina a través de la Ecuación 1.22, para lo cual se parte del volumen de reserva dentro del tambor previamente establecido ( $V_r$ ). Para evitar la formación de un vórtice que arrastre al vapor se han empleado varias relaciones empíricas puesto que es complicado de predecir, una de ellas es la Ecuación 1.23.

$$h_L = \frac{V_r}{\pi D^2 / 4} \quad [1.22]$$

$$N_{ml} = 13 \cdot VH \quad [1.23]$$

Donde:

$N_{ml}$ : nivel mínimo de líquido al que se forma el vórtice (m)

$$VH = \frac{V^2}{2 \cdot g} \quad [1.24]$$

$VH$ : velocidad de descarga (m/s)

### **1.3. TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES MEDIANTE CARBÓN ACTIVADO GRANULAR**

En la industria química el carbón activado granular se utiliza ampliamente en el tratamiento de aguas residuales, ya sea para cumplir con las normas ambientales o para su posterior reutilización dentro de los procesos industriales. El reciclaje o la reactivación térmica del carbón gastado, le da la oportunidad a las industrias de reducir costes por desechos, ahorro de energía, reducción de las emisiones de  $CO_2$

y limitar la responsabilidad a largo plazo de la eliminación del carbón gastado (Marsh, 2006, p. 11).

El uso del carbón activado granular para la eliminación de contaminantes orgánicos en fase líquida continúa creciendo a medida que las empresas buscan las soluciones más rentables y eficaces para abordar una gran variedad de aplicaciones dentro de cada industria. De hecho, el carbón activado granular ha sido clasificado por la Agencia de Protección Ambiental Estadounidense (EPA) como una de las mejores tecnologías disponibles para la eliminación de muchos de los contaminantes orgánicos. Dentro de los compuestos orgánicos que son fácilmente adsorbidos por el carbón activado granular incluyen: disolventes aromáticos, compuestos aromáticos clorados, fenoles y clorofenoles, combustibles (gasolina, queroseno y aceite), compuestos aromáticos polinucleares (acenafteno y benzopirenos) y los pesticidas y herbicidas (DDT, aldrín, clordano y heptacloro) (Deithorn, 2012, pp. 2-3).

### **1.3.1. GENERALIDADES**

#### **1.3.1.1. Carbón activado**

El carbón activado involucra una amplia gama de material carbonoso preparado para ofrecer un alto grado de porosidad y consecuentemente una gran área superficial, su preparación se lleva a cabo en dos pasos: la carbonización de la materia prima a temperaturas en el rango de 400 a 600 °C en atmósfera inerte y la posterior activación del producto carbonizado con CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O (Chambre, 2014, p. 2; Chand y Goyal, 2005, pp. 3-4).

**Carbón activado granular:** Se lo emplea como lecho de los filtros a través de los cuales circulará el agua a ser tratada. Los filtros se suelen utilizar de manera individual o como un arreglo ya sea en serio o en paralelo. Su uso se recomienda para tratar aguas que contienen compuestos orgánicos solubles en un proceso



continuo, periódicamente el carbón activado granular puede ser regenerado térmicamente con la consecuente destrucción de los compuestos orgánicos atrapados. Aproximadamente se pierde un 10 % del carbón activado durante el proceso de regeneración (McKinney, 2004, p. 193; Schutte, 2006, p. 189).

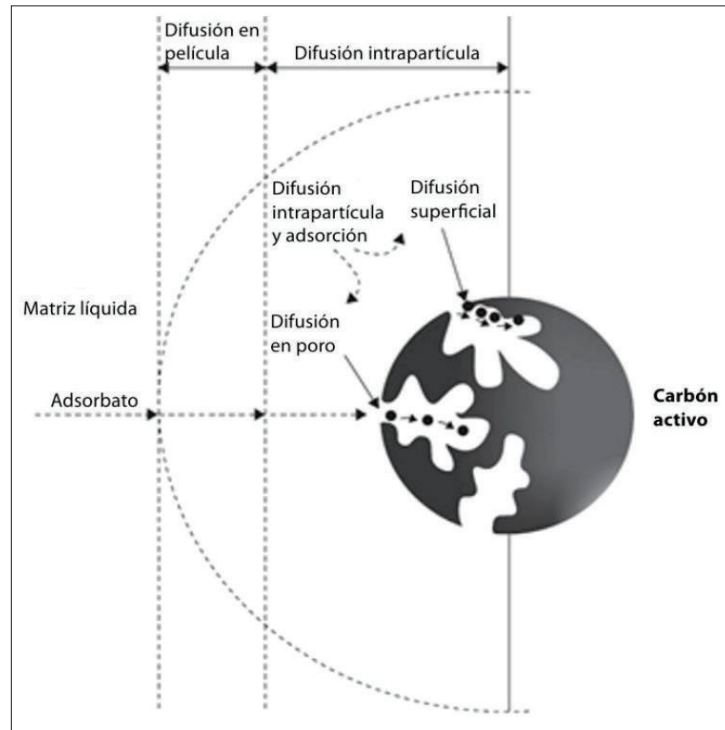
**Carbón activado en polvo:** Se lo emplea mezclado con el agua a tratar y transcurrido un cierto período de tiempo se deja que el carbón sedimente en el fondo del tanque y es separado, su uso está orientado al control de olores, sabor y de productos químicos, se lo emplea una vez y no puede ser regenerado (Cummings, Matarazzo, Nelson, Sickels y Storms, 2015, p. 17).

La principal diferencia entre el carbón activado granular y el carbón en polvo radica en el tamaño de partícula, el carbón activado granular posee un diámetro entre 1,2 a 1,6 mm, su densidad aparente está entre 25 a 31 lb/ft<sup>3</sup>, dependiendo de la materia prima y el proceso de producción. La densidad del lecho es aproximadamente un 10 % menos que la densidad aparente y se usa para determinar la cantidad de carbón activado granular requerido para llenar un determinado filtro, Cummings et al. (2015).

### 1.3.2. MECANISMO DE ADSORCIÓN

La adsorción es un fenómeno de transferencia de masa en la cual una molécula que se encuentra en la fase líquida (soluto) se transfiere a la fase sólida (adsorbente), fenómeno que responde a las leyes de equilibrio de concentración tanto en la fase líquida como en la fase sólida. Un soluto se adsorbe en cuatro etapas como se representa en la Figura 1.6: la etapa rápida, tiene lugar mediante la transferencia del soluto desde la fase líquida hasta la película cercana al sólido adsorbente; la transferencia de masa externa, se lleva a cabo por la transferencia del soluto en medio de la película líquida muy cercana a la superficie externa del sólido adsorbente; la etapa de difusión intra-partícula, comprende la difusión del

soluto hacia el interior de la partícula adsorbente y finalmente la etapa de adsorción propiamente (Dudamel, Dominique y Cazeaudumec, 2010, pp. 255-257).



**Figura 1.6.** Mecanismo de adsorción en carbón activo  
(Ferhan y Özgür, 2012, p. 22)

### 1.3.3. FACTORES QUE AFECTAN LA ADSORCIÓN

#### 1.3.3.1. Área superficial del adsorbente

Se considera que el grado de adsorción es proporcional al área de superficie específica. El área de superficie específica es la proporción de la superficie total, que está disponible para la adsorción. Se esperaría que los adsorbentes más finamente divididos y más porosos sean capaces de producir más adsorción por unidad de peso del adsorbente. La superficie se puede caracterizar ya sea como externa cuando se trata de salientes o cavidades con anchura mayor que la

profundidad, o interna cuando se trata de poros y cavidades que tienen profundidad mayor que la anchura (Lawrence, Wang y Nazih, 2007, p. 592).

### **1.3.3.2. Características físicas y químicas del adsorbato**

En general, la capacidad de adsorción de un compuesto se incrementa conforme aumenta el peso molecular y un incremento del número de grupos funcionales tales como enlaces dobles o halógenos. Las moléculas más grandes son adsorbidas sobre carbón activado mejor que las moléculas más pequeñas. El grado de solubilidad del soluto también es un factor que influye sobre la capacidad de adsorción de un carbón activado. Existe una relación inversa entre el grado de adsorción de un soluto en particular y su solubilidad en el disolvente a partir del cual se produce la adsorción. Una solubilidad alta significa que los bordes soluto-disolvente son más fuertes que las fuerzas de atracción entre el soluto y el adsorbente (Falk, Hassan y Neville, 2003, p. 316).

La polaridad del adsorbato constituye un factor muy importante, un soluto polar es preferiblemente adsorbido por un adsorbente polar, respectivamente un soluto no polar es más fácilmente adsorbido por un adsorbente no polar. El carbón activado es capaz de adsorber moléculas no polares mejor que las moléculas polares. Las constantes de disociación de ácidos y bases débiles son otro factor que influye en la capacidad de adsorción. Generalmente se debe a que el grado de ionización se determina por la constante de disociación. La adsorción de formas iónicas y moleculares difiere de tal manera que estos últimos son mucho mejor adsorbidos en comparación con el primero. Constantes de disociación altas dan como resultado mayores cantidades de formas iónicas que por lo general no son adsorbidos sobre carbón activado (Cheremisinoff, 2002, p. 411).

La presencia de grupos sustituyentes también afecta a la capacidad de adsorción de ciertos compuestos orgánicos. La introducción de un segundo o tercer grupo sustituyente a menudo se extiende a la influencia del primer sustituyente. La

influencia de un grupo sustituyente depende de la posición que ocupa, por ejemplo, orto, meta, y para. Las cadenas ramificadas son por lo general más adsorbibles que las cadenas lineales. Por otra parte, un incremento de la longitud de la cadena tiene como resultado un aumento de la capacidad de adsorción del carbón activado (Cheremisinoff, 2002, p. 413).

### **pH**

A valores altos de pH, las moléculas orgánicas forman iones negativos, mientras que a valores bajos de pH forman iones positivos, en presencia de valores de pH intermedios se forman moléculas neutras. La adsorción de la mayoría de compuestos orgánicos se ve favorecida en condiciones neutras. En general, la adsorción de los contaminantes orgánicos en carbón activado se incrementa con la disminución de pH. Esto como resultado de la neutralización de las cargas negativas en la superficie del carbón a valores bajos de pH. La neutralización de cargas negativas reduce el obstáculo a la difusión y conduce a los sitios de adsorción más activos. Las diferencias en los valores de pH también pueden surgir debido a los grupos funcionales ácidos o básicos de la superficie del carbón activado. Estos grupos podrían ser liberados por simple contacto con el agua destilada en lugar de los grupos funcionales de la superficie fija (Ferhan y Özgür, 2012, pp. 19-20).

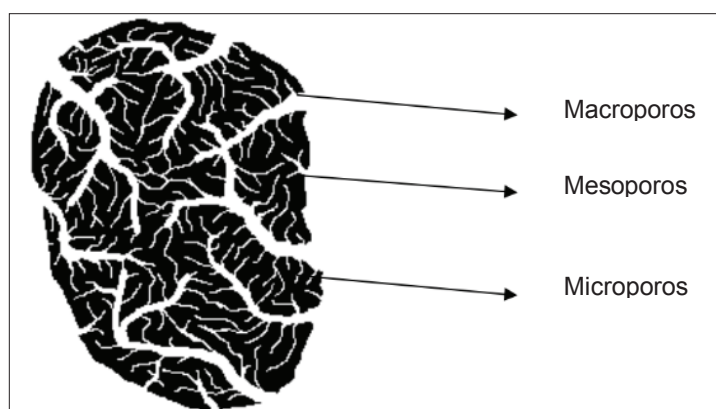
### **Temperatura**

La capacidad de adsorción puede verse mejorada con un decrecimiento en la temperatura, es importante considerar que un incremento en la temperatura también provoca un incremento del grado de difusión por parte del soluto que se encuentra en la fase líquida hacia los centros de adsorción lo cual puede producir un incremento en la adsorción, mientras que si se considera la adsorción en gases un incremento en la temperatura se traduce en un aumento en la predisposición del gas a escapar de la interfaz (Cheremisinoff, 2002, p. 411).

### **La porosidad del adsorbente**

Una de las propiedades más importantes y decisivas en los materiales adsorbentes es la estructura de sus poros; el número total de poros así como su forma y tamaño

influyen en la capacidad de adsorción e incluso en la velocidad de adsorción. La mayoría de los adsorbentes sólidos poseen estructuras complejas conformadas de poros de diferentes tamaños y formas como el esquema presentado en la Figura 1.7. La porosidad total de un material adsorbente puede ser clasificada en tres grupos, de acuerdo con la recomendación de la IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*), los microporos se definen como poros de una anchura inferior o igual 2 nm, los meso-poros son poros con anchura de entre 2 a 50 nm, y los macroporos son poros que poseen una anchura mayor a 50 nm. La clasificación anterior es aceptada ampliamente en la literatura relacionada con los procesos de adsorción. Adicionalmente se incorpora una clasificación que hace referencia a los ultra microporos, que son poros de un ancho menores a 0,7 nm (Inglezakis y Pouloupoulos, 2006, p. 31).



**Figura 1.7.** Representación esquemática de los diferentes tipos de poros  
(Wu, 2004, p. 7)

El mecanismo de adsorción en la superficie de los macroporos no difiere del mecanismo presente en las superficies planas. El área superficial específica de los macroporos del adsorbente es muy pequeña, por lo tanto la adsorción en esta superficie generalmente es despreciable. Los macroporos no adsorben moléculas pequeñas por volumen sino más bien por superficie (Inglezakis y Pouloupoulos, 2006, pp. 31-32).

Para el caso de los mesoporos, el área superficial del adsorbente tiene un significado físico distinto. Se presenta un proceso de adsorción mono y multicapas

que se llevan a cabo sucesivamente en la superficie de los mesoporos procedida de la adsorción de acuerdo al mecanismo de condensación capilar del adsorbato. En el área superficial específica, la distribución de tamaño de poro y el volumen del poro representan los parámetros característicos de los mesoporos. Tanto los macroporos como los mesoporos desempeñan un papel importante en el transporte de moléculas de adsorbato a través de los microporos (Inglezakis y Pouloupoulos, 2006, pp. 32-33).

El tamaño de los microporos presentes en la superficie del adsorbente generalmente es comparable al tamaño de las moléculas del adsorbato. La principal diferencia entre la adsorción que presentan los microporos y aquella que presentan los mesoporos radica en que tanto átomos como moléculas del adsorbente son capaces de interactuar con las especies de adsorbato. Por tal motivo la adsorción en los microporos es un proceso de llenado de poro y en consecuencia el volumen representa el parámetro de control para la adsorción en los microporos (Inglezakis y Pouloupoulos, 2006, p. 33).

### **1.3.3.3. Características químicas superficiales**

El comportamiento frente a la capacidad de adsorción que presenta un carbón activado determinado depende de las características químicas de la superficie del adsorbente, una superficie del carbón activado significativamente heterogénea contribuye favorablemente a la capacidad de adsorción. La heterogeneidad de la superficie del carbón se debe particularmente a la presencia de grandes cantidades de átomos distintos al carbono, principalmente oxígeno los mismos que perturban a las propiedades de la superficie tales como la acidez superficial, la carga y la polaridad. La presencia de grupos funcionales heterogéneos sobre la superficie del carbón reduce la capacidad de adsorción debido a la adsorción de agua sobre dichos grupos por medio de enlaces de hidrógeno. Un incremento en el número de grupos funcionales que contienen oxígeno también incrementa la polaridad de la superficie del carbón. Consecuentemente se produce un incremento en

la selectividad de la superficie del carbón hacia el agua, por lo tanto el agua adsorbida puede bloquear los poros del carbón de este modo el acceso de contaminantes a las regiones hidrofóbicas en la superficie del carbón (Ferhan y Özgür, 2012, pp. 21- 22).

### 1.3.4. ISOTERMAS DE ADSORCIÓN

Si el adsorbente y adsorbato se ponen en contacto por un período de tiempo suficiente se alcanzará un equilibrio entre la cantidad de adsorbato adsorbido y la cantidad de adsorbato en solución. Las relaciones de equilibrio se describen por medio de las isotermas de adsorción, la capacidad de adsorción de un carbón activado puede ser determinada experimentalmente en laboratorio a través del uso de una isoterma de adsorción. Las isotermas más comúnmente utilizados para la aplicación de carbón activo en el tratamiento de agua y aguas residuales son las isotermas Freundlich y Langmuir (Foo y Hameed, 2010, pp. 3-4).

#### 1.3.4.1. Isoterma de Freundlich

Es una ecuación empírica y considera que no existen interacciones entre las moléculas del soluto, su adsorción se produce en una monocapa y la superficie del adsorbente está constituida por grupos adsorbentes con energías características. Se representa mediante de la Ecuación 1.25 (Lazo, Navarro, Sun- Kou, y Llanos, 2013, p. 4).

$$\frac{X}{M} = k_f \cdot C_e^{1/n} \quad [1.25]$$

Donde:

X: peso del soluto adsorbido (mg)

- $M$ : peso del adsorbente (g)  
 $k_f$ : constante de la isoterma de Freundlich (mg/g)  
 $C_e$ : concentración del soluto en el equilibrio (mg/L)  
 $n$ : parámetro adimensional que varía entre 0 y 1

Linealizando la Ecuación 1.25, se obtiene la Ecuación 1.26:

$$\text{Log}\left(\frac{X}{M}\right) = \text{Log}(k_f) + \frac{1}{n}\text{Log}(C_e) \quad [1.26]$$

La Ecuación 1.26, representa una función lineal que permite determinar los valores de  $k_f$  y  $1/n$  del intercepto y la pendiente resultante del gráfico  $\text{Log}(X/M)$  vs.  $\text{Log}(C_e)$ .

#### 1.3.4.2. Isoterma de Langmuir

Describe el proceso de adsorción de un soluto A en un adsorbente B, para el desarrollo de la isoterma de Langmuir es necesario hacer las siguientes consideraciones: la superficie del adsorbente se encuentra en contacto con una solución cuyo adsorbato es fuertemente atraído hacia la superficie del adsorbente, la superficie del adsorbente posee una cantidad específica de sitios donde las moléculas del soluto pueden ser adsorbidas y el soluto es adsorbido como una película monomolecular en la superficie del adsorbente (Dada, Olalekan y Olatunya, 2012, p. 40). La isoterma de Langmuir es la más frecuentemente utilizada y se describe mediante la Ecuación 1.27:

$$\frac{X}{M} = \frac{KbC_e}{1 + KC_e} \quad [1.27]$$

Donde:

- $X$ : peso del soluto adsorbido (mg)



- $M$ : peso del adsorbente (g)  
 $K$ : constante de equilibrio ( $\text{cm}^3$  de adsorbente/ mg de adsorbato)  
 $C_e$ : concentración del soluto en el equilibrio (mg/L)  
 $b$ : constante que representa el cubrimiento en monocapa (mg de adsorbato/g de adsorbente).

Linealizando la Ecuación 1.27, se obtiene la Ecuación 1.28:

$$\frac{1}{(X/M)} = \left(\frac{1}{Kb}\right)\left(\frac{1}{C_e}\right) + \frac{1}{b} \quad [1.28]$$

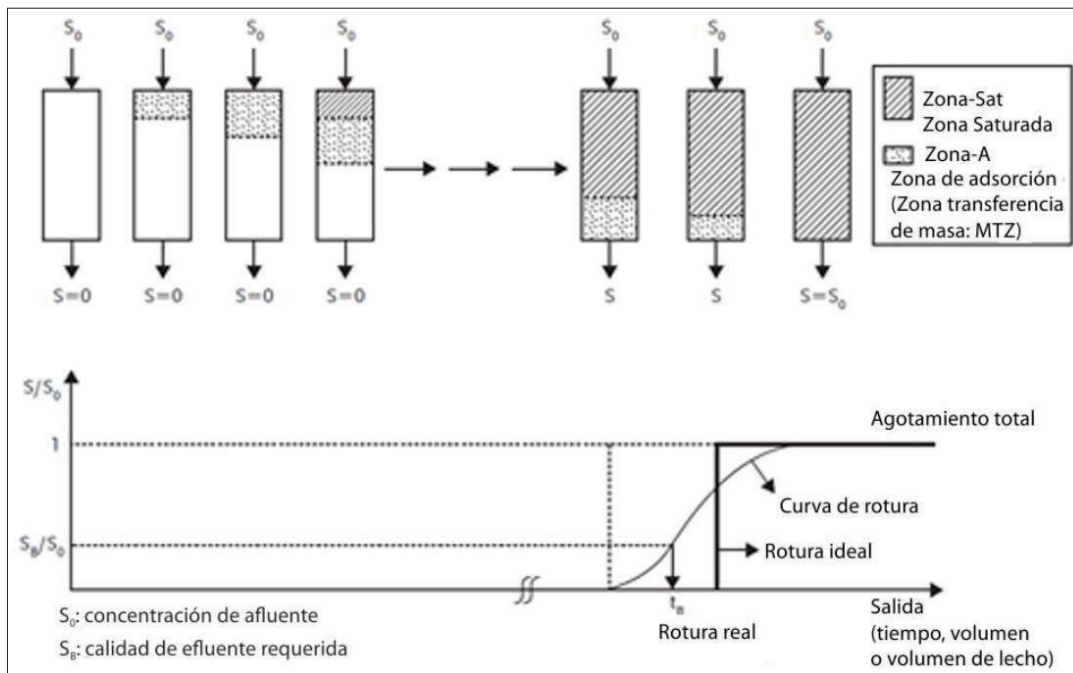
La expresión  $1/(X/M)$  en función de  $1/C_e$ , permite determinar los valores de  $K$  y  $b$  empleando la pendiente y la ordenada en el origen.

### 1.3.5. CURVAS DE RUPTURA

Generalmente los procesos de adsorción de contaminantes se lleva a cabo de forma continua, se emplean columnas empacadas con carbón activado granular, el porcentaje de soluto adsorbido depende fundamentalmente del tiempo de contacto entre el agua residual y el carbón activado (Ramalho, 2003, p. 589).

Para una columna empacada con carbón activado granular alimentada con flujo descendente de agua residual, los contaminantes son removidos por adsorción en la zona A, como se muestra en la Figura 1.8, esta zona se denomina de transferencia de masa (MTZ: *mass transfer zone*), conforme avanza el proceso de adsorción, la zona MTZ se desplaza hacia abajo. Por otro lado en la parte superior se forma otra zona, denominada zona de saturación (*Zone-Sat*), porque es donde quedan atrapados los contaminantes y se encuentra en equilibrio con la concentración inicial  $S_0$ . La representación gráfica de la zona de adsorción en la cual las ordenadas corresponden a la concentración del afluente dividida para la concentración inicial y las abscisas el tiempo de operación de la columna, se conoce como curva de ruptura (Ferhan & Özgür, 2012, pp. 34-37).

En la práctica las columnas empacadas operan hasta alcanzar la concentración requerida del afluente  $S_B$ , denominada concentración de ruptura, la concentración de ruptura se encuentra aún lejos de alcanzar la saturación de la columna, en esos casos se recomienda emplear columnas en serie, de tal modo que el efluente de una columna sea la alimentación de otra y la regeneración del carbón saturado empezaría en la primera columna, lo que alarga el tiempo de vida útil del carbón y resulta más económico (Ramalho, 2003, p. 591).

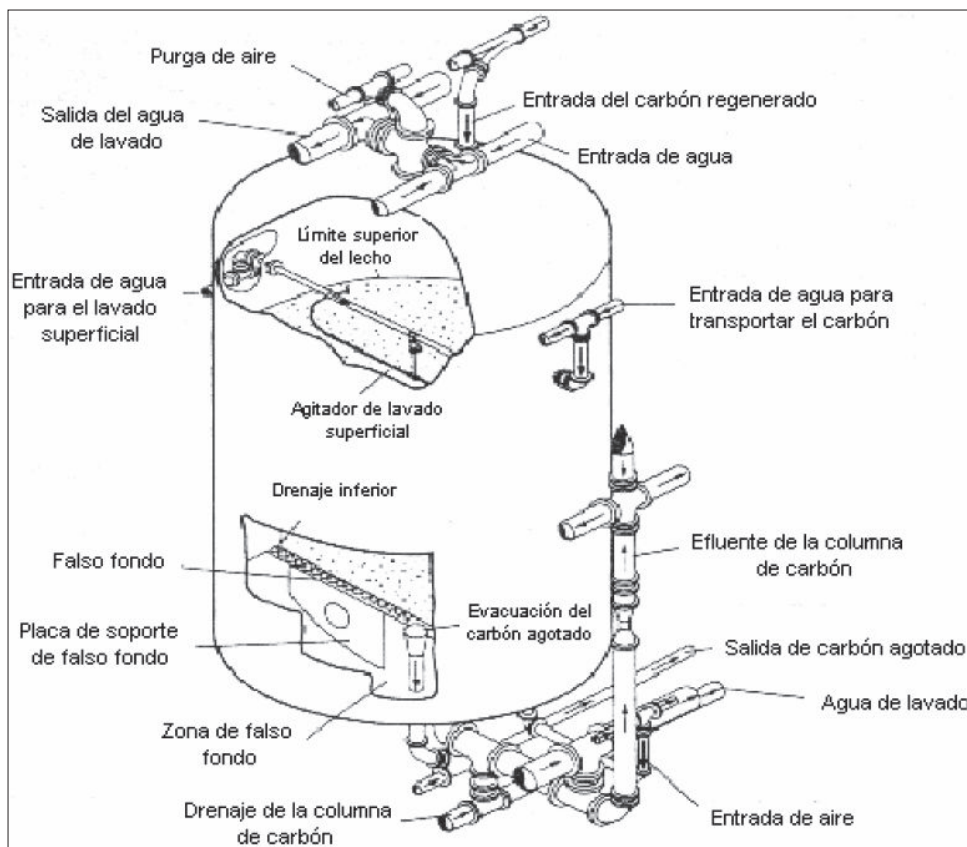


**Figura 1.8.** Tendencia de una curva de ruptura para una columna de adsorción con carbón activado (Ferhan y Özgür, 2012)

### 1.3.6. FILTROS DE CARBÓN ACTIVADO

Un filtro de carbón activado constituye generalmente una columna de acero, el cual contiene el carbón como lecho filtrante. Se emplean lechos fijos para tratar aguas residuales con baja o nula concentración de sólidos suspendido. Los filtros de lecho fijo operan a gravedad o a presión, la alimentación del agua a tratar se la hace normalmente por la parte superior del filtro y es el método

más frecuentemente empleado de tal modo que el agua a tratar desciende por el lecho y sale por la parte inferior del filtro, la adsorción de los contaminantes se produce durante el recorrido del agua residual a través del lecho de carbón. Para evitar una pérdida excesiva de carga como consecuencia de la progresiva acumulación de sólidos en el interior de la columna, se debe proveer de un sistema de retro-lavado en el diseño del filtro. Adicionalmente, el sistema debe contar con una salida que permita remover el carbón gastado para su regeneración y para la adición de carbón nuevo. El esquema de un filtro de carbón activado con sus partes principales es el que se presenta en la Figura 1.9.



**Figura 1.9.** Esquema de un filtro de carbón activado  
(Maldonado, 2008, p. 30)

La filtración en lechos empacados con carbón activado también se lleva a cabo mediante flujo ascendente, para lo cual es importante remover los sólidos suspendidos previamente y de ese modo garantizar una mayor eficiencia en el proceso de adsorción (Maldonado, 2008, p. 30).

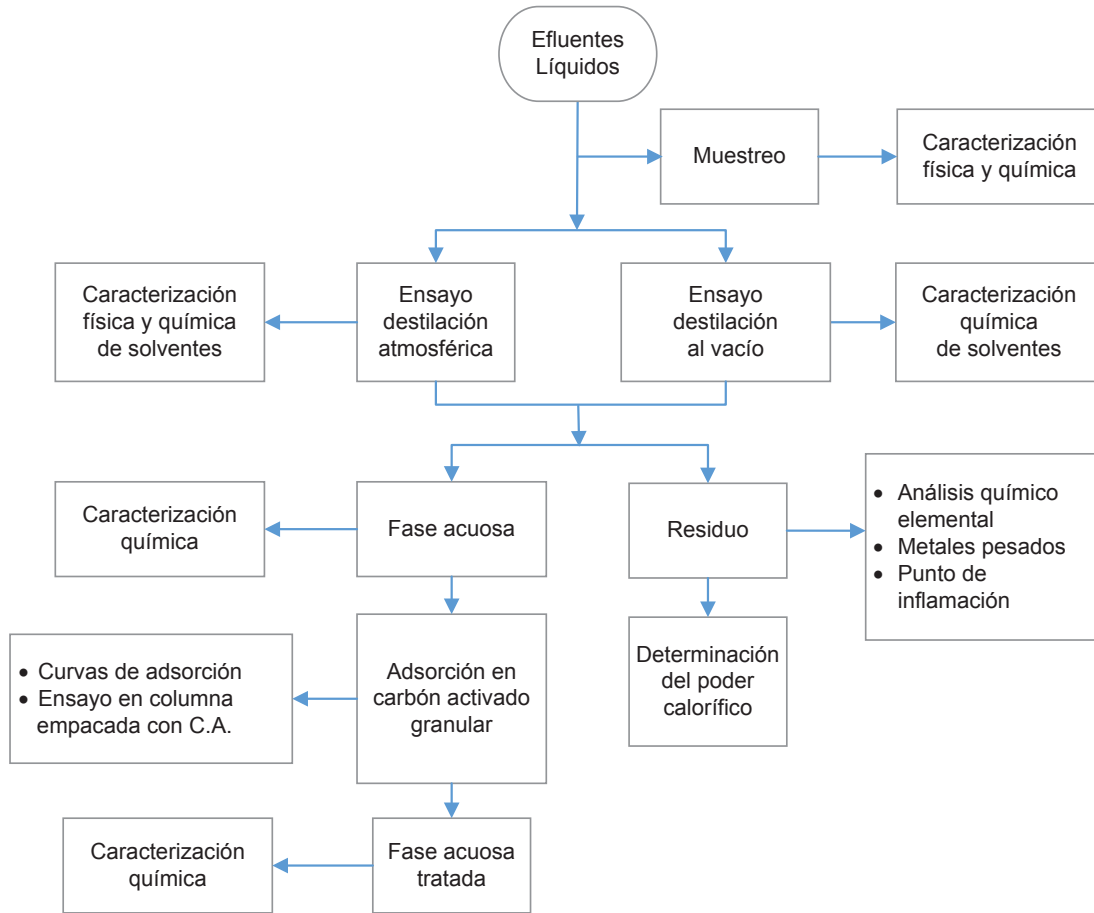
## 2. PARTE EXPERIMENTAL

En el presente trabajo se diseñó una planta de recuperación de solventes de los efluentes generados del proceso de impresión *offset* de una industria gráfica por destilación, tratamiento del agua recuperada en el proceso de destilación y evaluación del poder calórico de los residuos con la finalidad de disminuir los costos por concepto de incineración como una alternativa de disposición final de los mismos.

Para alcanzar este objetivo se partió de un muestreo de los efluentes para su respectiva caracterización, analizando los parámetros citados por la Norma Técnica de la Ordenanza N° 404 del DMQ como se describe en la Sección 2.1.2. Se evaluó la recuperación de los solventes a través de ensayos de destilación atmosférica y al vacío. Se llevó a cabo la caracterización química de la mezcla de solventes recuperados tanto por destilación atmosférica como al vacío por cromatografía de gases con el objeto de evaluar si la temperatura en el proceso de destilación degrada los solventes y por otro lado con el propósito de verificar que se recuperaron los solventes de interés.

Una vez comprobado que la temperatura no degrada los solventes de interés, se procedió con la caracterización física de los solventes recuperados por destilación atmosférica y se valoró las condiciones de operación de los filtros de carbón activado granular para el tratamiento del agua residual previamente recuperada en la destilación.

Finalmente para determinar la factibilidad de aprovechamiento energético de los residuos de la destilación se llevó a cabo los siguientes análisis previos: análisis químico elemental carbono (C), hidrógeno (H), nitrógeno (N) y azufre (S); metales pesados zinc (Zn), plomo (Pb), cadmio (Cd), cobalto (Co), cobre (Cu), cromo (Cr), níquel (Ni), molibdeno (Mo), vanadio (V); y punto de inflamación a presión atmosférica, la justificación se presenta en la Sección 2.4.1. Finalmente se determinó el poder calorífico empleando una bomba calorimétrica marca Parr (No 2917). La metodología experimental se cita en la Figura 2.1.



**Figura 2.1.** Metodología experimental para el tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica

## 2.1. CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA DE LOS EFLUENTES GENERADOS EN EL PROCESO DE IMPRESIÓN *OFFSET* DE UNA INDUSTRIA GRÁFICA

### 2.1.1. MUESTREO DE LAS DESCARGAS LÍQUIDAS

Para asegurar una muestra representativa del caudal se realizó un muestreo compuesto de 4 muestras simples cada 2 horas de 8h00 a 14h00, según lo

establecido en la Norma Técnica de la Ordenanza N° 404 del DMQ, Resolución 002-SA-2014, 2014. Los puntos de muestreo fueron las unidades de impresión (12 unidades). Se recolectó 0,5 litros en cada punto de muestreo, conforme lo establece la norma NTE INEN 2176:2013.

La frecuencia de muestreo para descargas líquidas establecida por la Ordenanza Municipal se presenta en el Anexo I.

Seguidamente se mezcló las muestras recolectadas en un tanque de 74 litros, del cual se obtuvo la muestra compuesta de las aguas residuales, el manejo y conservación de las muestras se efectuó conforme a la norma NTE INEN 2169:2013.

### 2.1.2. CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA DE LOS EFLUENTES GENERADOS EN EL PROCESO DE IMPRESIÓN *OFFSET* DE UNA INDUSTRIA GRÁFICA

Los parámetros analizados, así como los métodos empleados se describen en la Tabla 2.1 y corresponden a aquellos citados en la legislación ambiental vigente aplicados a las actividades de impresión según la Norma Técnica de la Ordenanza N° 404 del DMQ, Resolución 002-SA-2014, 2014.

**Tabla 2.1.** Parámetros para la caracterización física y química de las muestras líquidas de los efluentes de una industria gráfica

Parámetro	Método	Nombre de la norma
Sólidos suspendidos	APHA 2540-D	<i>Suspended Solids Dried at 103-105°C.</i>
Aceites y grasas	APHA 5520-B	<i>Oil and Grease, Liquid-Liquid, Partition Gravimetric Method.</i>
DQO	APHA 5220-D	<i>Chemical Oxygen Demand (COD) Liquid-Liquid, Closed</i>
DBO <sub>5</sub>	APHA 5210-B	<i>Biochemical Oxygen, Demand (BOD), 5210-B 5-Day BOD</i>

**Tabla 2.1** Parámetros para la caracterización física y química de las muestras líquidas de los efluentes de una industria gráfica (**continuación ...**)

Parámetro	Método	Nombre de la norma
Tensoactivos	APHA 5540-C	<i>Surfactants, 5540-C, Anionic Surfactants as MBAS.</i>
Fenoles	APHA 5530-C	<i>Phenols, 5530-C, Chloroform Extraction Method</i>
Cromo total	APHA 3500-Cr B	<i>Phenols, 3500-Cr B, Colorimetric Method</i>
As, Pb, Cd, Hg, Ag	Espectrofotometría de absorción atómica	Norma interna DEMEX

Los parámetros y límites máximos permisibles establecidos por la Ordenanza Municipal del DMQ se presentan en el Anexo II.

El procedimiento experimental para determinar los parámetros citados se explican en el Anexo III.

## **2.2. EVALUACIÓN DE LA RECUPERACIÓN DE SOLVENTES POR DESTILACIÓN**

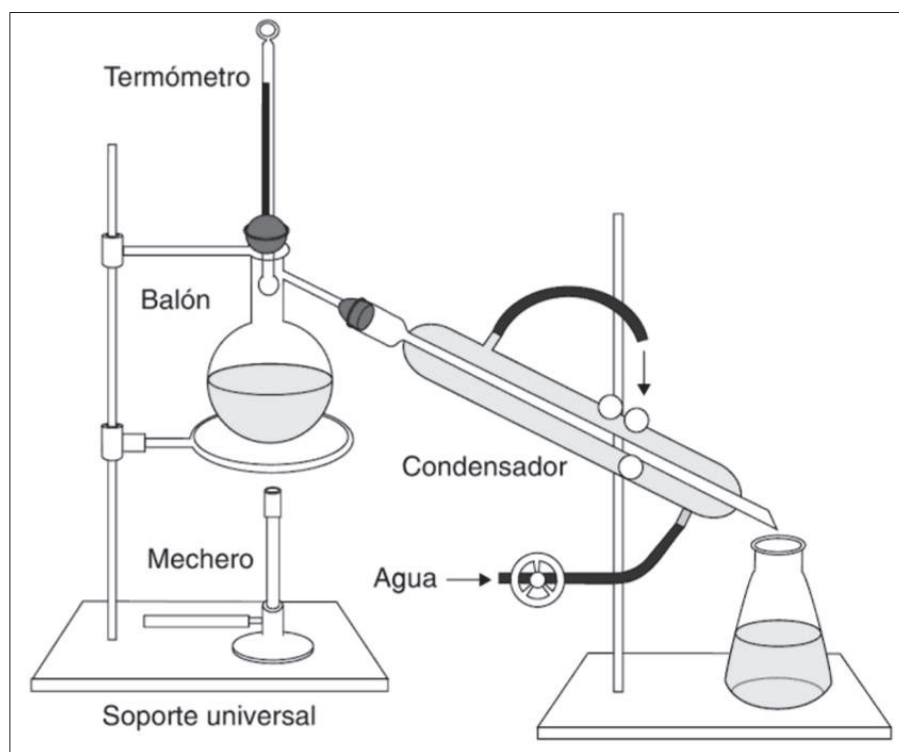
Los ensayos se realizaron con el objetivo de recuperar una mezcla de disolventes orgánicos de valor comercial tales como: acetato de etilo, benceno, tolueno, xileno, hexano y metil-etil cetona; a partir de los efluentes líquidos generados en la etapa de impresión de una industria gráfica, los cuales son usados como agentes limpiadores del sistema de rodillos entintadores, mojadores y mantillas en forma automática por las máquinas de impresión *offset* (Amorós, Gallardo, y García, 2011, pp. 17-21).

### **2.2.1. ENSAYO DE DESTILACIÓN EN CONDICIONES ATMOSFÉRICAS**

Para llevar a cabo el ensayo se armó un sistema de destilación simple como se muestra en la Figura 2.2 que permitió determinar el rango de destilación de la

mezcla de solventes, es decir: punto de ebullición inicial, punto seco y el punto de descomposición del líquido en el matraz, con lo cual se determinó el volumen recuperado, cantidad de residuo y pérdidas por destilación, el ensayo se ejecutó según la norma ASTM D 1078. El procedimiento experimental se presenta en el Anexo IV.

El destilado recuperado presentó dos fases: fase orgánica (mezcla de solventes) y una fase acuosa, las mismas que fueron separadas por decantación. La fase orgánica fue almacenada en un recipiente de vidrio con tapa hermética y debidamente etiquetada para su posterior caracterización como se describe en la Sección 2.2.3.1.



**Figura 2.2.** Esquema del sistema de destilación simple para destilación atmosférica (Giraldo, 2009, p. 79)

Por otra parte se obtuvo el residuo de la destilación presente en el fondo del balón de destilación, este residuo fue caracterizado y valorado energéticamente como se detalla en la Sección 2.4.



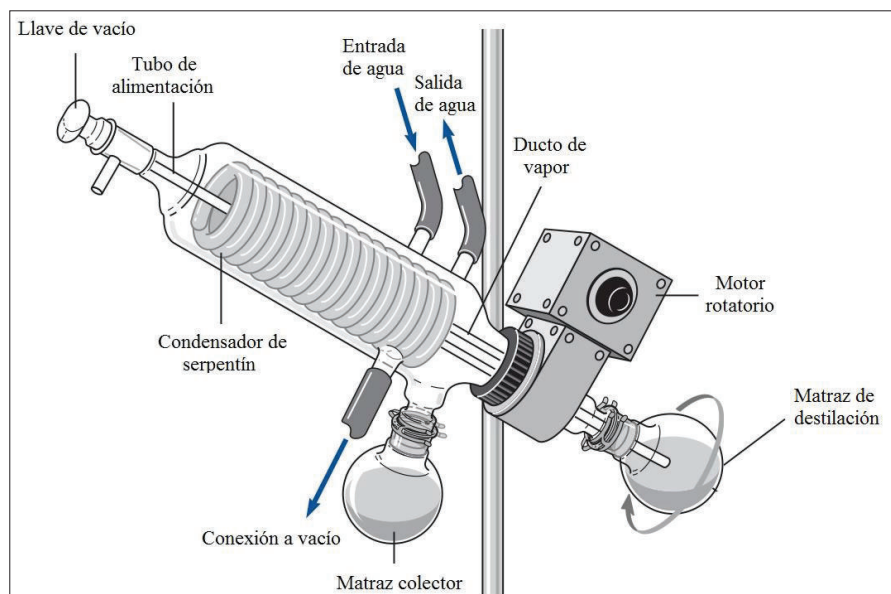
### 2.2.2. ENSAYO DE DESTILACIÓN EN CONDICIONES DE VACÍO

Para este ensayo se montó un sistema como el que se muestra en la Figura 2.3. Se utilizó un rotavapor marca Heidolph, modelo 517. Se usó una bomba de vacío marca Millipore, modelo 0498, para trabajar a 25 mmHg y 60 °C (Mohrig, Noring y Schatz, 2010, p. 166).

A continuación se explica detalladamente la metodología empleada:

- Se colocaron 100 mL de la muestra a destilar en el matraz de destilación.
- Se acopló el matraz de destilación a la boca esmerilada del tubo evaporador.
- Se suministró el agua refrigerante.
- Se encendió el motor que hace girar el matraz hasta una velocidad tal que el líquido contenido en el matraz no se proyecte hacia el interior del tubo evaporador.
- Se conectó la fuente de vacío, fijando la presión en 25 mmHg.
- Se sumergió el montaje hasta que el matraz con la muestra quede parcialmente sumergido en el baño de agua.
- Se encendió la calefacción del baño fijando la temperatura en 60°C.
- La destilación concluyó cuando no se observó más condensación de vapores en el matraz recolector.
- Se levantó el montaje hasta sacar el matraz del baño de agua.
- Se desconectó en primer lugar el sistema de vacío.
- Se apagó el motor rotatorio.
- Se retiró el matraz de destilación del tubo evaporador.
- Se cerró el agua refrigerante.
- Se vació el contenido del matraz recolector en un embudo de separación.
- Se recuperó la fase orgánica en un recipiente de vidrio con tapa hermética y debidamente etiquetado.

La muestra recuperada se almacenó en refrigeración para su posterior caracterización como se describe en la Sección 2.2.3.1.



**Figura 2.3.** Esquema del sistema de destilación al vacío  
(Mohrig, 2010, p. 140)

### 2.2.3. CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA DE SOLVENTES RECUPERADOS EN LOS ENSAYOS DE DESTILACIÓN

Se realizó la caracterización química de la mezcla de solventes recuperados en los ensayos de destilación atmosférica y al vacío, con la finalidad de verificar si la temperatura en el proceso de destilación degrada la mezcla de solventes recuperados (Mohrig, et al., 2010, pp. 166-167).

#### 2.2.3.1. Caracterización química de la mezcla de solventes recuperados

La caracterización química de los solventes recuperados se llevó a cabo por cromatografía de gases, equipo Agilent, modelo 7890A. Las condiciones de operación se presentan en la Tabla 2.2. Sobre la base de los resultados obtenidos se verificó la naturaleza de los solventes recuperados y citados en la Sección 2.2.

**Tabla 2.2.** Condiciones de operación para el análisis de solventes

Temperatura inicial [°C]	Razón de incremento de temperatura [°C]	Temperatura final [°C]	Flujo de gas portador [mL/min]
40	15	210	45

Para la caracterización se inyectaron los estándares correspondientes a los solventes de interés mencionados.

Posteriormente se realizó una inter-comparación de resultados para determinar el porcentaje de recuperación por destilación atmosférica y al vacío.

### **2.2.3.2. Caracterización física de la mezcla de solventes recuperados por destilación atmosférica**

Las pruebas de caracterización realizadas se detallan a continuación:

- Densidad relativa, se ejecutó conforme a la norma NTE INEN 2 150:99.
- Viscosidad cinemática y dinámica, por el método ASTM-D445-03, se utilizó el equipo Precision, modelo SYD-265D-1.
- Punto de inflamación en copa cerrada en base a la norma NTE INEN 1493, se utilizó el equipo Koehler, modelo K16200.

Los procedimientos experimentales se detallan en el Anexo V.

## **2.3. EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE REDUCCIÓN DE LA DQO DEL AGUA RECUPERADA EN EL PROCESO DE DESTILACIÓN MEDIANTE CARBÓN ACTIVADO GRANULAR**

Para disminuir la DQO en la fase acuosa del destilado se llevó a cabo un proceso de tratamiento con carbón activado granular, se caracterizó la muestra para

conocer los valores iniciales de la DQO. Se caracterizó el carbón activado a utilizar y sobre la base de los resultados experimentales se construyó la isoterma de adsorción para la remoción de la DQO. Finalmente se determinó la curva de ruptura para una columna empacada con una cantidad conocida de carbón activado.

### **2.3.1. CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LA FASE ACUOSA DEL DESTILADO**

La caracterización química de la fase acuosa del destilado se llevó a cabo con la finalidad de conocer si los parámetros cumplían con la Norma Técnica de la Ordenanza N° 404 del DMQ, Resolución 002-SA-2014, 2014. Los parámetros analizados fueron: aceites y grasas según el método APHA 5520-B; DBO5 por el método APHA 5210-B; DQO según el método APHA 5220-D, fenoles acorde al método APHA 5530-C y tensoactivos de acuerdo al método APHA 5540-C.

El procedimiento experimental para determinar los parámetros citados se explican en el Anexo III.

### **2.3.2. CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO GRANULAR**

Se caracterizó el carbón activado granular malla 8x20 de acuerdo a la normativa NTE INEN 1 988:94 (1995c), determinación del número de *yodo*. Para establecer la densidad aparente se utilizó la normativa NTE INEN 1 986:94 (1995c). El procedimiento llevado a cabo se presenta en el Anexo VI.

### **2.3.3. PROCEDIMIENTO PARA LA CONSTRUCCIÓN DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN CON CARBÓN ACTIVADO GRANULAR**

Para evaluar la capacidad de adsorción del carbón activado se realizaron pruebas de adsorción en lechos agitados, se colocó 100 mL del agua recuperada en la

destilación atmosférica en 3 erlenmeyers, se añadió cantidades diferentes de carbón activado (0,01; 0,10 y 10,00 g). Los erlenmeyers se colocaron sobre una plancha de calentamiento y agitación de marca Labtech, el ensayo se llevó a cabo a temperatura ambiente y con un tiempo de agitación de 24 horas a 300 rpm. Con la finalidad de determinar la influencia del pH, se repitió el procedimiento detallado a valores de pH: 2,1; 6,9 y 10,2 (Maldonado, 2008, pp. 56-60).

Posteriormente se filtraron las muestras para la respectiva caracterización de la DQO, con los resultados obtenidos se determinaron las curvas de adsorción de Freundlich y Langmuir. Se estableció la línea de tendencia que mejor se ajustó a los datos de adsorción (Maldonado, 2008, pp. 56-60).

Con base en los resultados obtenidos para el carbón activado granular malla 8x20, se procedió a construir las isotermas de adsorción.

#### **2.3.4. PROCEDIMIENTO PARA LA CONSTRUCCIÓN DE LA CURVA DE RUPTURA PARA UNA COLUMNA EMPACADA CON CARBÓN ACTIVADO**

Sobre la base de los resultados obtenidos en los ensayos de adsorción en lechos agitados se realizaron las pruebas de adsorción en una columna de vidrio (56,0 cm de alto y 2,8 cm de diámetro interno) empacada con carbón activado granular malla 8x20 (altura del lecho 46,0 cm, 192,0 g de carbón). Se utilizó una capa de grava de 4,5 cm como soporte al lecho de carbón. La fase acuosa recuperada en la destilación atmosférica fue alimentada por gravedad a la columna a través de mangueras plásticas con un flujo continuo de 6 mL/min (caudal necesario para inundar la columna), regulado con válvulas plásticas. Se tomaron muestras de 100 mL cada 24 horas para la caracterización de la DQO, con los resultados obtenidos se determinó la curva de ruptura para la columna empacada al graficar la concentración de la DQO vs. tiempo de operación (Maldonado, 2008, p. 61).

## 2.4. DETERMINACIÓN DE LA FACTIBILIDAD DE APROVECHAMIENTO ENERGÉTICO DE LOS RESIDUOS DE LA DESTILACIÓN

### 2.4.1. ANÁLISIS PREVIOS

El aprovechamiento energético a partir de la incineración de los desechos industriales demanda un análisis previo de los mismos: análisis químico elemental (C, H, N, S), metales pesados (Zn, Pb, Cd, Co, Cu, Cr, Ni, Mo, V) y punto de inflamación a presión atmosférica (Castells, 2005, p. 379).

Los análisis citados en el párrafo anterior se los realizó como se describe continuación:

- Análisis químico elemental: colaboración Empresa Proinstra.
- Metales pesados: se analizó por absorción atómica (equipo AAnalyst 300). El procedimiento realizado se presenta en el Anexo VII.
- Punto de inflamación: Se determinó en base a la norma NTE INEN 1493: *Productos de Petróleo. Determinación del Punto de Inflamación de Copa Cerrada*, con el equipo *Koehler*. El procedimiento seguido se detalla en el Anexo V.

Finalmente se procedió a determinar el poder calorífico de los residuos de la destilación mediante ensayos conforme a la norma NTE INEN-ISO 1716: *Ensayos de Reacción al Fuego de Productos. Determinación del Calor Bruto de Combustión (valor calorífico)*, empleando una bomba calorimétrica marca Parr (modelo 2917).

El procedimiento experimental llevado a cabo para los análisis citados se presenta en el Anexo VIII.

Sobre la base de los resultados obtenidos se estableció la mejor alternativa de disposición final de estos residuos.

## **2.5. DIMENSIONAMIENTO DE LOS EQUIPOS REQUERIDOS PARA UNA PLANTA DE 370 GAL/SEMANA**

Sobre la base de los mejores resultados obtenidos a través del trabajo experimental se efectuó el diseño de la planta con una capacidad de 370 gal/semana de residuos (demanda determinada en la etapa de muestreo, considerando un 7 % adicional) para recuperar la mezcla de solventes generados en el proceso de impresión *offset* que incluye el tratamiento de la fase acuosa. Para lo cual se estableció el diagrama de flujo del proceso, se realizaron los balances de masa y energía para dimensionar los equipos tales como: equipo de destilación, intercambiadores de calor, filtro de carbón activado y accesorios; también se dimensionaron los tanques de almacenamiento para la materia prima y destilado. Se determinó tanto las características y capacidades requeridas, así como la distribución de los mismos en planta.

### **2.5.1. DIMENSIONAMIENTO DEL EQUIPO DE DESTILACIÓN**

De acuerdo a lo expuesto en la Sección 1.2.1.2, se determinó las dimensiones del tambor de destilación flash. El diámetro se determinó con la Ecuación 1.20. La altura del destilador, la altura de la boquilla de alimentación y la profundidad mínima del líquido se calcularon sobre la base de los criterios de diseño expuestos en la Sección 1.2.2.1.

Para determinar las dimensiones y tipo de condensador que se requiere se realizó el balance de energía entre la corriente de vapor rica en la mezcla de disolventes y el agua de refrigeración, considerando que la mezcla de vapor entrega calor latente

al flujo de agua. Para determinar el área de transferencia requerida se utilizó la Ecuación 2.1.

$$\dot{Q} = U \cdot A \cdot LMTD \quad [2.1]$$

Donde:

- $\dot{Q}$ : flujo de calor transferido (W)
- $U$ : coeficiente global de transferencia de calor ( $W/m^2 \cdot K$ )
- $A$ : área de transferencia de calor ( $m^2$ )
- $LMTD$ : diferencia media logarítmica de temperatura (K)

Para el sistema de calentamiento de la alimentación se diseñó un tanque pulmón con capacidad para una hora de la alimentación. Complementariamente se determinó la potencia requerida para calentar la mezcla contenida dentro del tanque para lo cual se estableció el balance de energía conforme a la Ecuación 2.2.

$$Q = m_F \cdot [\lambda_F + Cp_F \cdot \Delta t] + m_{TP} \cdot Cp_{TP} \cdot \Delta t \quad [2.2]$$

Donde:

- $Q$ : calor entregado al sistema (MJ)
- $m_F$ : masa de alimentación (kmol)
- $\lambda_F$ : calor latente de la mezcla (MJ/kmol)
- $Cp_F$ : calor específico de la alimentación (MJ/kmol·K)
- $\Delta t$ : diferencia de temperatura del sistema (K)
- $m_{TP}$ : masa del tanque pulmón (kg)
- $Cp_{TP}$ : calor específico del tanque pulmón (MJ/kg·K)

Se despreció las pérdidas de calor desde el sistema hacia el ambiente mediante la incorporación de una cubierta aislante con espesor mayor al radio crítico de aislamiento a través de la Ecuación 2.3.



$$\dot{Q} = \frac{T_1 - T_\infty}{\frac{\ln(r_2/r_1)}{2\pi Lk} + \frac{1}{h(2\pi r_2 L)}} \quad [2.3]$$

Donde:

$T_1$ : temperatura exterior del tanque pulmón (°C)

$T_\infty$ : temperatura del medio circundante (°C)

$r_1$ : radio interno del tanque pulmón (m)

$r_2$ : radio externo de la cubierta aislante (m)

$L$ : altura del tanque pulmón (m)

$k$ : conductividad térmica del aislante ( $W/m^2 \cdot ^\circ C$ )

$h$ : coeficiente de transferencia de calor por convección sobre la superficie exterior ( $W/m \cdot ^\circ C$ )

## 2.5.2. DIMENSIONAMIENTO DEL FILTRO DE CARBÓN ACTIVADO

Para cumplir con la ordenanza 404 del MDMQ referente a la concentración de la DQO, se procedió a dimensionar el filtro de carbón activado, para ello se estableció la cantidad requerida de carbón y con la densidad aparente se calculó el volumen del filtro. El diámetro y la altura del filtro fueron calculados mediante las Ecuaciones 2.4 y 2.5, el área de filtración fue determinada con la Ecuación 2.6.

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot A}{\pi}} \quad [2.4]$$

$$H = 2 \cdot h \quad [2.5]$$

$$A = \frac{V_{CA}}{h} \quad [2.6]$$

Donde:

$D$ : diámetro del filtro (m)

- A: área de filtración ( $m^2$ )
- H: altura del filtro (m)
- h: altura del lecho de carbón activado granular (m)
- $V_{CA}$ : volumen de carbón activado ( $m^3$ )

### **2.5.3. EVALUACIÓN ECONÓMICA PRELIMINAR DE LA FACTIBILIDAD DE INSTALACIÓN DE LA PLANTA DISEÑADA**

En esta fase se estableció los costos que representa la inversión inicial, costos de operación por concepto de la demanda energética basados en las potencias requeridas, mantenimiento de equipos y ahorro por concepto de adquisición de solventes nuevos, así como en el tratamiento de desechos acuosos para una planta con capacidad de tratar 370 gal/semana de residuos generados en el proceso de impresión *offset*.

La evaluación del proyecto se realizó considerando que los solventes recuperados no tienen finalidad comercial, su finalidad es la de tratar un pasivo ambiental, por lo tanto no se reciben ingresos como tal, sin embargo para determinar el período de recuperación de la inversión (PRI), el beneficio neto (VAI), el valor actual de los costos de inversión (VAC) y el índice de rentabilidad (IR) se consideró como ingresos el ahorro que representa la disminución en el volumen por concepto de disposición final de los efluentes. Bajo estas consideraciones se estableció el flujo neto de efectivo para un tiempo de vida útil del proyecto de 5 años.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. RESULTADOS DEL MUESTREO Y CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA DE LOS EFLUENTES GENERADOS EN EL PROCESO DE IMPRESIÓN *OFFSET* DE UNA INDUSTRIA GRÁFICA

##### 3.1.1. RESULTADOS DEL MUESTRO DE LAS AGUAS RESIDUALES

Los resultados del muestreo realizado se muestran en la Tabla 3.1 donde se presentan las horas de muestreo y los caudales en cada una de las unidades de impresión para obtener la muestra compuesta.

**Tabla 3.1.** Caudales durante la recolección de 500 mL de muestra simple para cada unidad de impresión

No	Hora	Caudal [mL/min]	Hora	Caudal [mL/min]	Hora	Caudal [mL/min]	Hora	Caudal [mL/min]
1	8h00	22,32	10h00	22,32	12h00	21,28	14h00	22,62
2	8h00	23,58	10h00	22,22	12h00	22,03	14h00	21,65
3	8h00	24,27	10h00	24,88	12h00	23,58	14h00	21,93
4	8h00	22,62	10h00	22,32	12h00	23,92	14h00	24,63
5	8h00	23,36	10h00	20,66	12h00	23,36	14h00	22,62
6	8h00	25,25	10h00	21,19	12h00	22,32	14h00	22,22
7	8h00	22,42	10h00	21,37	12h00	21,19	14h00	22,32
8	8h00	23,15	10h00	22,22	12h00	23,58	14h00	23,47
9	8h00	23,58	10h00	22,62	12h00	24,51	14h00	22,03
10	8h00	22,32	10h00	22,83	12h00	24,27	14h00	23,70
11	8h00	25,25	10h00	21,28	12h00	22,42	14h00	24,75

**Tabla 3.1.** Caudales durante la recolección de 500 mL de muestra simple  
Para cada unidad de impresión (**continuación...**)

No	Hora	Caudal [mL/min]	Hora	Caudal [mL/min]	Hora	Caudal [mL/min]	Hora	Caudal [mL/min]
11	8h00	25,25	10h00	21,28	12h00	22,42	14h00	24,75
12	8h00	24,51	10h00	21,55	12h00	21,74	14h00	24,63
<b>Promedio</b>		23,55	-	22,12	-	22,85	-	23,05
<b>Desv. Estándar</b>		1,07	-	1,09	-	1,16	-	1,14

En la Tabla 3.1 se observa los valores de caudal calculados para cada unidad de impresión durante los muestreos simples realizados al recolectar 500 mL en cada unidad en intervalos de 2 horas.

De los valores citados en la Tabla 3.1 se aprecia que los caudales entre las diferentes unidades de impresión y durante el transcurso del muestreo no varían considerablemente, la desviación estándar presenta valores ligeramente más altos a las 12h00 y a las 14h00. Adicionalmente a través de los caudales promedio para las 12 unidades de impresión durante la jornada diaria de 16 horas, se puede establecer que el volumen generado es de 69,67 galones, es decir 348,37 galones semanales. El ejemplo de cálculo se presenta en el Anexo I.

### **3.1.2. RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA DE LOS EFLUENTES LÍQUIDOS**

Los resultados de la caracterización física y química de los efluentes de la muestra compuesta tomada en las unidades de impresión de la industria gráfica, comparados con los límites establecidos por la Ordenanza 404 del DMQ, se muestran en la Tabla 3.2.

De los resultados se observa que los parámetros aceites y grasas, arsénico, cadmio y plomo se encuentran dentro la norma establecida por la Ordenanza 404 del DMQ. Adicionalmente se evidencia que las concentraciones tanto de la DBO<sub>5</sub> como de la DQO son muy altas. Según Metcalf y Eddy (2004), cuando la relación entre

DBO/DQO es menor o igual a 0,3 puede deberse a que el efluente contiene algunos componentes tóxicos, que es el caso de la industria gráfica que utiliza disolventes orgánicos (p. 96).

**Tabla 3.2.** Caracterización de los efluentes líquidos de la industria gráfica

Parámetro [mg/L]	Resultado	Ordenanza 404 del MDMQ (Alcantarillado)
Aceites y grasas	28,4	70
Arsénico	<0,010	0,1
Cadmio	<0,010	0,02
Cromo total	18,0	-
DBO <sub>5</sub>	112 777,8	170
DQO	580 000	350
Fenoles	2,44	0,2
Mercurio	0,013	0,01
Plata	2,75	0,5
Plomo	0,176	0,5
Sólidos suspendidos	206,0	100
Tensoactivos	28,0	1

Los resultados de la caracterización también reflejan concentraciones que superan la norma establecida para mercurio, plata y sólidos suspendidos, componentes que forman parte de las tintas empleadas en la industria gráfica a través de los pigmentos.

### **3.2. RESULTADOS DE LA EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA EN LA RECUPERACIÓN DE SOLVENTES POR DESTILACIÓN**

Se realizó los ensayos de destilación a partir de las muestras de los efluentes líquidos previamente recolectadas en las unidades de impresión de acuerdo a la Sección 3.2. Los ensayos se ejecutaron tanto en condiciones atmosféricas como al vacío de acuerdo al procedimiento descrito en la Sección 2.2, con la finalidad de establecer el porcentaje de recuperación en los dos casos y se obtuvieron los siguientes resultados.

### 3.2.1. RESULTADOS DE LA EVALUACIÓN DEL ENSAYO DE DESTILACIÓN ATMOSFÉRICA

El ensayo de destilación atmosférica se lo realizó por duplicado conforme lo establece la norma citada en la Sección 2.2.1 y tuvieron como duración una hora, los resultados se presentan en la Tabla 3.3.

**Tabla 3.3.** Volumen recuperado por destilación de la mezcla de solventes

Vol [mL]	Recuperación % [v/v]	Ensayo A T [°C]	Ensayo B T [°C]
5	5,0	86,5	87,0
10	10,0	87,0	87,0
20	20,0	87,0	87,0
30	30,0	87,0	87,0
40	40,0	87,0	87,0
50	50,0	87,0	87,0
60	60,0	87,5	87,0
70	70,0	87,5	87,5
80	80,0	88,5	89,0
82	82,0	-	89,0
<b>Desviación Estándar</b>		0,5	0,8

De los resultados se observa que el rango de destilación global para la mezcla de solventes es menor a 10 °C para los dos ensayos. Se logró recuperar 80 mL de condensado para el ensayo A y 82 mL para el ensayo B. En los dos casos la desviación estándar es pequeña, lo que demuestra que es posible efectuar una reproducibilidad de los ensayos evitando errores significativos.

Los ensayos mostrados en la Tabla 3.3 arrojaron un condensado de dos fases en forma de dos capas, la fase acuosa presente en la parte inferior y la fase solvente en la parte superior, el porcentaje de cada fase para los dos ensayos se presentan en la Tabla 3.4.

**Tabla 3.4.** Porcentaje de la fase solvente y la fase acuosa presentes en el condensado

Fase	Ensayo A % [v/v]	Ensayo B % [v/v]
Solvente	89,8	89,4
Acuosa	10,2	10,6

Los resultados presentados en la Tabla 3.4 evidencian la elevada recuperación de la fase solvente, siendo: 89,8 y 89,4 % v/v, respectivamente para los ensayos A y B. Estos valores indican que la presencia de solventes en la impresión *offset* es aproximadamente el 90 % respecto del agua empleada para recubrir las áreas de no imagen en las planchas de impresión.

Los resultados correspondientes al rango de destilación para los ensayos A y B se presentan en la Tabla 3.5.

**Tabla 3.5.** Resultados del rango de destilación de los efluentes para los ensayos A y B

Parámetro	Ensayo A T [°C]	Ensayo B T [°C]
Punto de ebullición inicial	80,0	80,5
Punto Seco	88,5	89,0
Punto de descomposición	115,0	115,0
Rango de destilación	8,5	8,5

Los datos demuestran que el rango global de destilación es de 8,5 °C. El punto de ebullición inicial de los dos ensayos se registra entre 80,0 y 80,5 °C respectivamente, mientras que el punto seco difiere en 0,5 °C, un valor bastante pequeño que puede deberse a una ligera variación en la temperatura ambiental.

Adicionalmente se presenta el punto de descomposición de la muestra y registrado para los dos casos en 115 °C, temperatura a la cual se evidenció la formación de humos pesados en el interior del matraz, como sugiere que puede ocurrir la norma ASTM 1078.

A continuación se presentan los resultados obtenidos de la destilación atmosférica para los ensayos A y B en la Tabla 3.6.

**Tabla 3.6.** Resultados de la destilación: condensado, residuo y pérdidas por destilación

Fracción	Ensayo A [mL]	Ensayo B [mL]	Desviación estándar
Residuo	15,0	13,5	1,06
Volumen recobrado	82,5	84,8	1,63
Pérdidas por destilación	2,5	1,7	0,57

El volumen de residuo contenido dentro del matraz fue medido una vez que alcanzó la temperatura ambiente, mientras que el volumen recuperado fue medido después de que el tubo del condensador había escurrido completamente. La diferencia entre 100 mL (volumen inicial de muestra contenida en el matraz) y la suma del volumen de residuo y volumen recuperado representa las pérdidas por destilación. Las pérdidas reportadas se deben a posibles fugas por las juntas del aparato de destilación simple. La desviación estándar representa un valor bajo para los dos ensayos, lo que demuestra que es posible efectuar una reproducibilidad de los ensayos evitando errores significativos para conseguir datos confiables.

### 3.2.2. RESULTADOS DE LA EVALUACIÓN DEL ENSAYO DE DESTILACIÓN EN CONDICIONES DE VACÍO

Este ensayo se llevó a cabo con la finalidad de evaluar si la temperatura en el proceso de destilación degrada los solventes de interés. Los resultados de la destilación de los solventes se presentan en la Tabla 3.7.

**Tabla 3.7.** Resultados del volumen recuperado por destilación al vacío de los efluentes líquidos

Hora	Volumen [mL]	Recuperación % [v/v]	Temperatura [°C]	Residuo [mL]	Pérdidas por destilación
8h15	0,0	0,0	19,0	0,0	0,0
10h37	65,0	65,0	59,0	32,5	1,5

El ensayo de destilación al vacío como se muestra en la Tabla 3.7 tardó dos horas y media. Se logró recuperar 65 mL de una muestra inicial de 100 mL, lo que representa un 65 % v/v de condensado, este valor es considerablemente menor al conseguido por la destilación atmosférica, lo que evidencia una menor eficiencia como lo menciona Mohrig et al. (2010) y por lo tanto una desventaja (p.166).

El volumen del residuo fue medido al final del ensayo una vez que el balón de destilación había alcanzado la temperatura ambiental y se presenta en la Tabla 3.7.



Las pérdidas por destilación para este ensayo presentaron un valor de 1,5 mL, puesto que el equipo de destilación empleado presentaba juntas herméticas esmeriladas, se estima que las pérdidas fueron debidas a remanentes en las paredes del condensador en forma de micro gotas.

El condensado presentó dos fases: la fase orgánica en la parte superior enriquecida en los componentes más volátiles y la fase acuosa por densidad en la parte inferior, el volumen de la fase orgánica alcanzó los 56,5 mL y la fase acuosa 8,5 mL. Estos valores se presentan en la Tabla 3.8.

**Tabla 3.8.** Volumen de la fase solvente y la fase acuosa presentes en el condensado recuperado por destilación al vacío

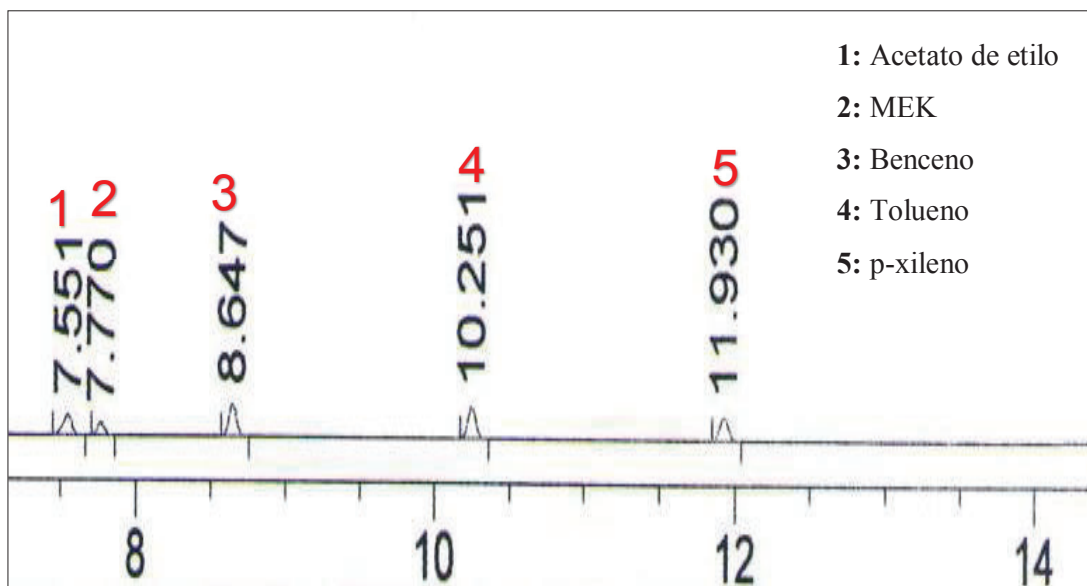
Fase	Volumen [mL]	% [v/v]
Solvente	56,5	87,0
Acuosa	8,5	13,0

El porcentaje en volumen que presenta la fase acuosa se enmarca dentro del rango del 5 al 15 % como lo menciona la Agencia de Protección Ambiental (U.S. EPA, 1989a).

### **3.2.3. RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LA MEZCLA DE SOLVENTES RECUPERADOS EN LOS ENSAYOS DE DESTILACIÓN**

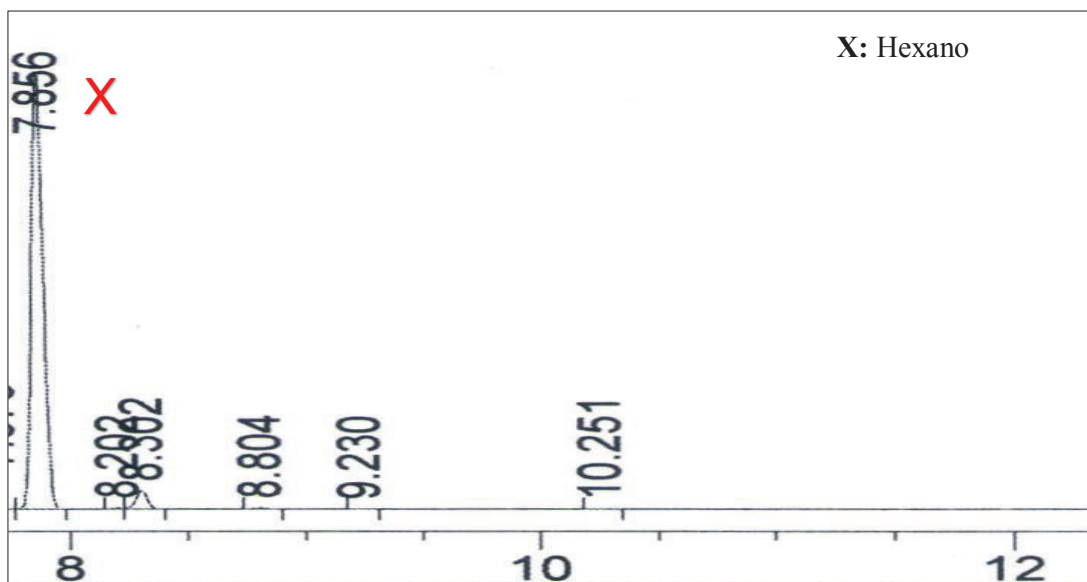
Los cromatogramas correspondientes a los estándares inyectados se muestran en la Figura 3.1 y 3.2.

En la Figura 3.1 se puede evidenciar la presencia de las bandas a diferentes tiempos de retención y correspondientes a los siguientes estándares: acetato de etilo, metil-etil-cetona, benceno, tolueno y p-xileno, a partir de las cuales se compararon con los cromatogramas obtenidos de las muestras de disolventes recuperados por medio de los ensayos de destilación tanto atmosférica como al vacío para identificar la presencia de los solventes de interés.



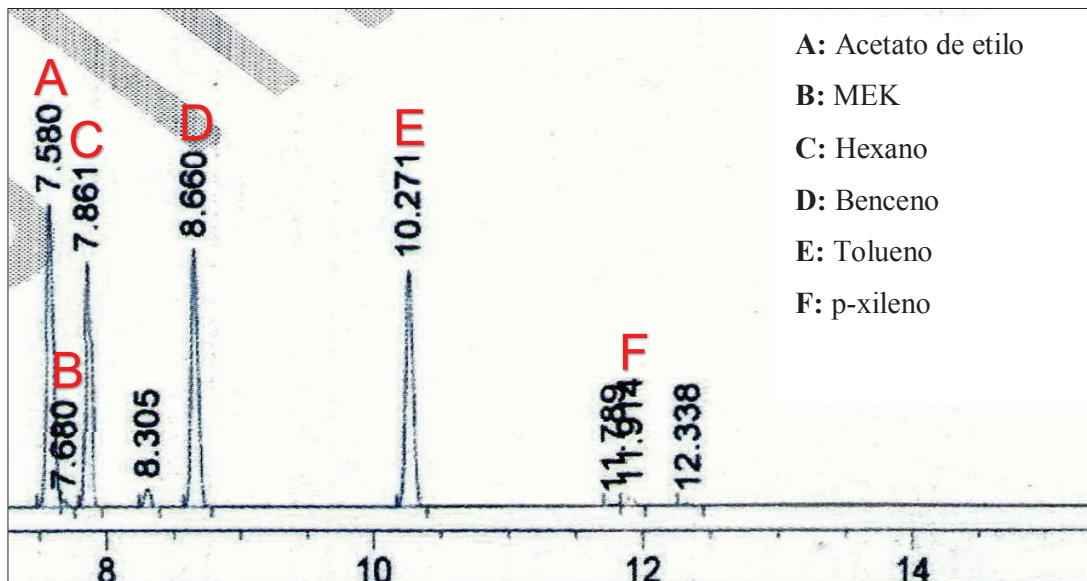
**Figura 3.1.** Cromatograma de estándares (MEK, acetato de etilo, benceno, tolueno y p-xileno) utilizados para la respectiva identificación de los disolventes recuperados

La Figura 3.2 muestra el cromatograma del estándar inyectado correspondiente al hexano. Se decidió inyectarla por separado debido a que presentaba pequeñas impurezas como se puede apreciar y de éste modo evitar que las bandas de dichas impurezas se sobrepongan lo cual distorsionaría los resultados.



**Figura 3.2** Cromatograma de hexano utilizado para la identificación en la muestra de solventes recuperados por destilación

En la Figura 3.3 se presenta el cromatograma con la identificación de los solventes presentes en la muestra de la fase orgánica recuperada por destilación atmosférica.



**Figura 3.3.** Cromatograma de la mezcla de disolventes recuperados por destilación atmosférica e identificación de los solventes presentes

A través de la comparación con los cromatogramas obtenidos con los estándares fue posible verificar la presencia de metil-etil-cetona, acetato de etilo, hexano, benceno, tolueno y p-xileno. Los componentes que aparecen sin identificar pueden ser impurezas o a su vez restos de tintas.

En la Figura 3.4 se muestra el cromatograma de la mezcla de solventes recuperados por destilación al vacío con la identificación de los componentes presentes. Como se puede observar no existe mayores diferencias entre los cromatogramas obtenidos de las muestras derivadas de la destilación atmosférica y al vacío.

Considerando que las temperaturas máximas de destilación atmosférica y al vacío fueron de 89 y 59 °C respectivamente, se puede afirmar que la temperatura de operación no evidencia indicios de una posible degradación de los solventes recuperados.

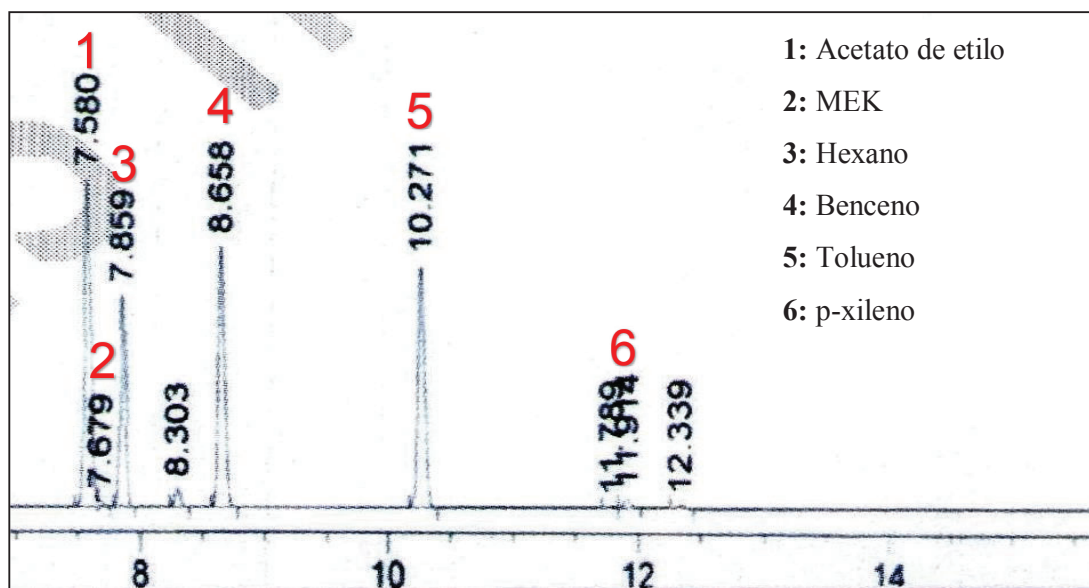


Figura 3.4. Cromatograma de la mezcla de disolventes recuperados por destilación al vacío e identificación de los solventes presentes

La composición cuantitativa de la mezcla de solventes que se obtuvo por destilación atmosférica y al vacío se presenta en la Tabla 3.9. No se consideró las impurezas debido a la falta de estándares para poder cuantificarlos.

Tabla 3.9. Composición cuantitativa de la muestra de la mezcla de solventes recuperados por destilación atmosférica y al vacío

Componente	Condiciones atmosféricas	Condiciones de vacío
	% w/w	% w/w
MEK	0,49	0,47
Hexano	15,27	12,62
Benceno	13,84	13,67
Tolueno	13,51	13,80
p-xileno	0,59	0,63
Acetato de etilo	56,30	58,80

La composición en peso de los componentes presentes en las muestras recuperadas en los ensayos evidencia que en los dos casos se obtienen valores bastante cercanos. El componente mayoritario es el acetato de etilo. Los componentes hexano, benceno y tolueno tienen composiciones en peso algo

similares entre ellos, mientras que los componentes con menor presencia son la metil-etil-cetona y el p-xileno.

### 3.2.4. RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN FÍSICA DE LOS SOLVENTES RECUPERADOS POR DESTILACIÓN ATMOSFÉRICA

En la Tabla 3.10 se presenta la densidad relativa, viscosidad cinemática, viscosidad dinámica y el punto de inflamación para la muestra de solventes recuperados en el proceso de destilación atmosférica.

**Tabla 3.10.** Resultados de la caracterización física de los solventes recuperados por destilación atmosférica

Parámetro	Resultado
Densidad relativa	0,81
Viscosidad cinemática [cSt]	0,97
Viscosidad dinámica [mmPa/s]	0,78
Punto de inflamación [°C]	41,26

La densidad de un disolvente es una propiedad importante, muchas veces se la emplea como una medida de su concentración o pureza, los disolventes orgánicos presentan un rango de densidad comprendida entre 0,66 y 1,63, para los solventes ligeros hasta los más pesados como el percloroetileno. La mezcla de solventes recuperados presenta una densidad de 0,81 calculada a 20 °C/ 20 °C, como se muestra en la Tabla 3.10, un valor por debajo de la densidad del agua, lo que permite separar las dos fases del destilado por decantación de manera sencilla.

La viscosidad cinemática fue calculada a 40 °C, se utilizó un viscosímetro cross arm, tamaño 3 y su valor fue de 0,97 cSt., a partir de éste valor se procedió a calcular la viscosidad dinámica, su medida fue de 0,78 mmPa/s, como se muestra en la Tabla 3.10. Estos valores son bajos, según Helmut (2001) la viscosidad es probablemente la propiedad física más importante de un disolvente, mientras menor sea la viscosidad, menor su resistencia a fluir y por lo tanto la

penetración será mayor especialmente en la limpieza y desengrasado de piezas mecánicas como es el caso de las máquinas de impresión *offset*. La viscosidad está relacionada con el poder disolvente, para el caso de las pinturas oleosas frecuentemente empleadas en la industria gráfica, las moléculas poliméricas se aglutinan y el mejor disolvente es aquel que presenta la menor viscosidad (pp.122- 123).

Respecto del punto de inflamación de la mezcla recuperada de disolventes, su valor calculado fue de 41,26 °C, como se evidencia en la Tabla 3.10, esta temperatura representa el valor ajustado por la presión atmosférica para la ciudad de Quito, el ejemplo del cálculo se muestra en el Anexo V. De acuerdo a la norma OSHA 29 CFR 1910.1200 (*Toxic and Hazardous Substances*), los líquidos con punto de inflamación mayor a 37,5 °C y menor a 93,3 °C son considerados como líquidos combustibles, por lo tanto la mezcla recuperada se encuentra dentro de esta clasificación.

### **3.3. RESULTADOS DE LA EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE REDUCCIÓN DE LA DQO DEL AGUA RECUPERADA EN EL PROCESO DE DESTILACIÓN MEDIANTE CARBÓN ACTIVADO GRANULAR**

#### **3.3.1. RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LA FASE ACUOSA DEL DESTILADO**

Los parámetros analizados fueron: aceites y grasas, DBO5, DQO, fenoles, tensoactivos, cadmio, mercurio, plata, plomo y arsénico, conforme lo estipula la legislación ambiental vigente a través de la Ordenanza No 404 aplicada a las actividades de impresión. Los resultados obtenidos de la respectiva caracterización y comparados con los límites establecidos por la Ordenanza No 404 del DMQ se muestran en la Tabla 3.11.

**Tabla 3.11.** Resultados de la caracterización química de la fase acuosa recuperada por destilación atmosférica

Parámetro [mg/L]	Resultado	Ordenanza 404 del MDMQ (Alcantarillado)
Aceites y grasas	2,60	70
DBO <sub>5</sub>	283,30	170
DQO	3 400,00	350
Fenoles	25,80	0,2
Tensoactivos	1,04	1
Cadmio	<0,01	0,02
Mercurio	<0,01	0,01
Plata	<0,01	0,5
Plomo	<0,01	0,5
Arsénico	<0,01	0,1

Como se muestra en los resultados, la fase acuosa presenta una concentración de aceites y grasas de 2,60 mg/L, y por lo tanto cumple con la ordenanza 404 del MDMQ.

Como se puede observar en los resultados presentados en la Tabla 3.11, los parámetros cuyas concentraciones se logró disminuir drásticamente corresponden a la DBO<sub>5</sub> y a la DQO, con 283,30 mg/L y 3 400 mg/L respectivamente, en comparación con los valores de la caracterización inicial mostrada en la Tabla 3.2. Ello se debe a la naturaleza orgánica de los disolventes y de los residuos de las tintas que ya fueron separados de la fase acuosa previamente por destilación y posteriormente por decantación. Sin embargo el valor de la DQO aún permanece considerablemente elevado ello puede deberse a la presencia de trazas de solventes. La DBO<sub>5</sub> y fenoles presentan valores que aún superan la norma establecida por la ordenanza 404, mientras que la concentración de tensoactivos prácticamente cumple con la norma, por tal motivo se evaluó la capacidad de reducción de la DQO con carbón activado granular en lechos agitados, adicionalmente fue evaluada la capacidad de reducción de la DBO<sub>5</sub> y fenoles en columna empacada.

Los metales: cadmio (Cd), mercurio (Hg), plata (Ag), plomo (Pb) y arsénico (As) no fueron detectados dentro de la fase acuosa del destilado, ello se debe a que poseen puntos de ebullición altos y por lo tanto su presencia debe mantenerse en el residuo.

### 3.3.2. RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN ACTIVADO GRANULAR

En la Tabla 3.12, se muestran los resultados de la caracterización del carbón activado comercial que se utilizó para los ensayos en lechos agitados y en columna empacada

**Tabla 3.12.** Índice de yodo y densidad aparente del carbón activado comercial

Índice de yodo [mg yodo/g C.A.]	Densidad aparente [g/cm <sup>3</sup> ]
765	0,51

Como se muestra en los resultados, el valor del índice de yodo es de 765 (mg yodo/ g C.A.), medida que se encuentra dentro de los valores típicos para carbón activado granular (650-1 000 mg yodo/ g C.A.) (Clark y Lykins, 1991, p. 32).

La densidad aparente es una propiedad de gran utilidad que permitirá determinar el volumen que ocupará el carbón dentro del filtro, además su medida determina en gran parte el caudal de agua requerido para conseguir un buen retrolavado del carbón.

### 3.3.3. RESULTADOS DE LAS ISOTERMAS DE ADSORCIÓN CON CARBÓN ACTIVADO

Se evaluó la influencia del pH en la reducción de la DQO a tres valores diferentes de pH (2,1; 6,9 y 10,2). Los resultados se presentan en la Tabla 3.13.

**Tabla 3.13.** Concentraciones finales de la DQO en diferentes cantidades de carbón activado y a diferentes valores de pH, expresadas en mg/L

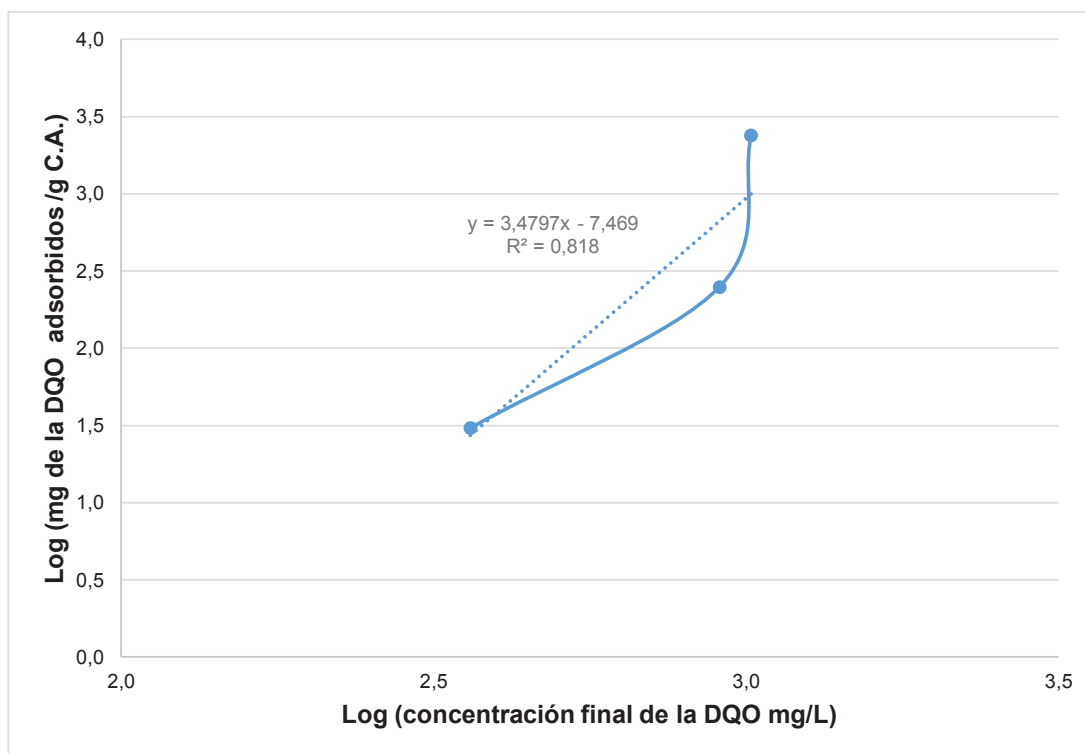
Carbón activado [g/100 mL]	pH 2,1	pH 6,9	pH 10,2
0,1	1 600	1 019	1 580
1,0	1 200	907	1 450
10,0	1 000	362	1 050



Los resultados demostraron que los porcentajes de reducción de la DQO más altos se obtienen a pH 6,9. Para el ensayo con 10 gramos de carbón activado y pH 6,9 se logra reducir la concentración de la DQO del agua recuperada por destilación a 362 mg.L<sup>-1</sup> desde su concentración inicial de 3 400 mg.L<sup>-1</sup>. Para valores de pH 2,1 y 10,2 la reducción alcanzada se aleja considerablemente de lo establecido por la ordenanza del MDMQ (352 mg.L<sup>-1</sup>).

Para establecer la isoterma de adsorción que mejor se ajusta a los datos obtenidos se evaluó los modelos de Freundlich y Langmuir. La linealización que mejor se ajustó a los resultados fue la isoterma de Langmuir.

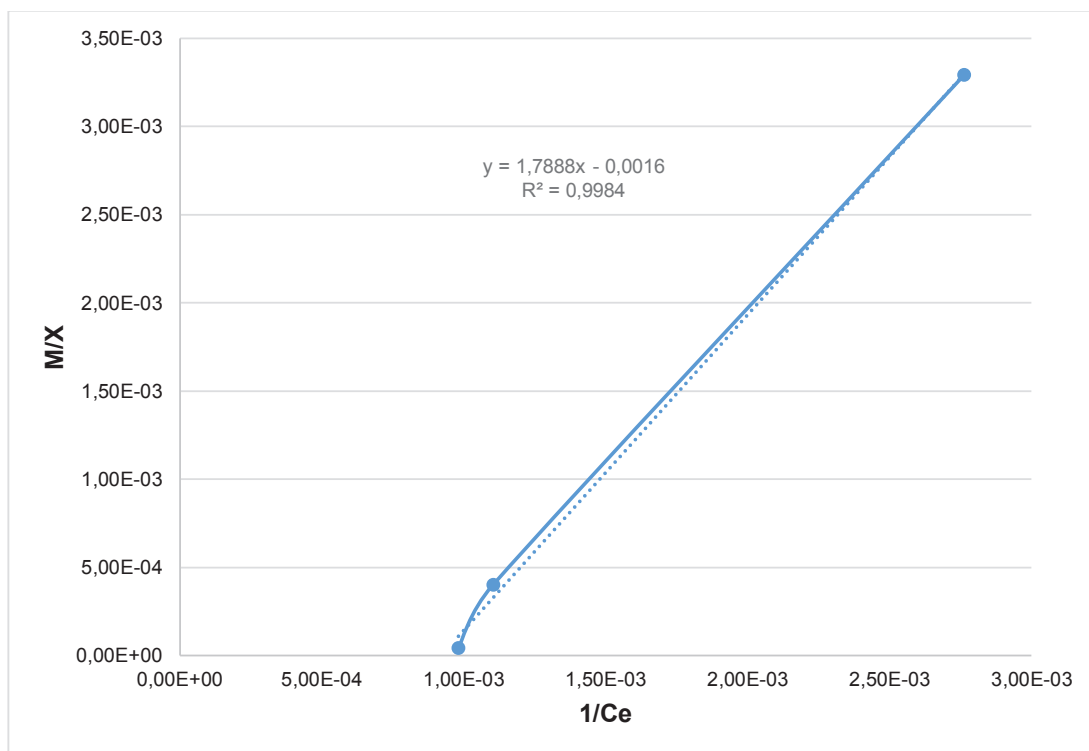
En la Figura 3.5 se presenta la isoterma de Freundlich para el carbón activado utilizado para la reducción de la DQO del agua recuperada por destilación y separada por decantación de la fase orgánica. El procedimiento para la construcción de la isoterma se presenta en el Anexo IX.



**Figura 3.5.** Isotherma de adsorción de Freundlich a pH 6,9 (concentración inicial de la DQO 3 400 mg/L; volumen 100 mL, tiempo de agitación 24 horas)

Nótese en la Figura 3.5 que la linealización de los resultados presenta un coeficiente de correlación de 0,818; por lo tanto, la cantidad de carbón activado requerido mediante este modelo arrojaría niveles de reducción de la DQO diferentes a lo esperado.

En la Figura 3.6 se muestra la isoterma de Langmuir para el carbón activado para la reducción de la DQO del agua recuperada por destilación y separada de la fase orgánica por decantación.



**Figura 3.6.** Isotherma de adsorción de Langmuir a pH 6,9 (concentración inicial de la DQO 3 400 mg/L; volumen 100 mL, tiempo de agitación 24 horas)

De la Figura 3.6 se puede apreciar que los datos experimentales se ajustaron de mejor manera a la isoterma de adsorción de Langmuir para el carbón activado comercial analizado, puesto que presenta un coeficiente de correlación de 0,9984. Consecuentemente la cantidad de carbón activado para alcanzar una concentración adecuada de la DQO en el agua, será a partir de éste modelo.

La Ecuación 3.1 se obtuvo como resultado de la linealización la isoterma de Langmuir para el carbón activado comercial empleado en el ensayo.

$$y = 1,7888x - 0,0016 \quad [3.1]$$

De la Ecuación 3.1 se obtuvieron los parámetros de las constantes empíricas para la isoterma de Langmuir. La Ecuación 3.2 representa la isoterma de Langmuir para el carbón activado empleado, para la reducción de la DQO.

$$\frac{X}{M} = \frac{0,5590 \cdot C_e}{1 - 9 \cdot 10^{-4} \cdot C_e} \quad [3.2]$$

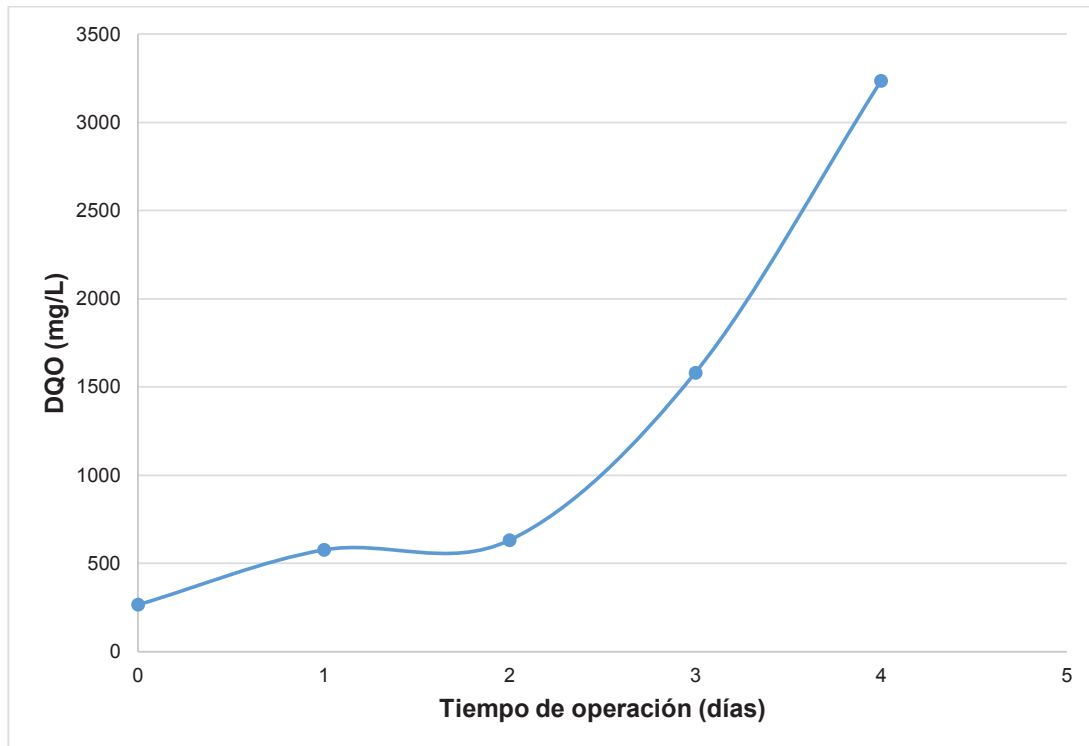
Sobre la base de la Ecuación 1.25, respecto de la Ecuación 3.2 se puede observar que la expresión  $K \cdot C_e < 1$ , por lo tanto  $X/M \approx 0,5590 \cdot C_e$ , es decir que la cantidad adsorbida es proporcional a la concentración. Mientras que para valores intermedios de  $C_e$  la isoterma de Langmuir expresa la variación en peso de soluto adsorbido (mg) por peso de adsorbente (g) y dentro de un intervalo limitado la adsorción se puede describir mediante la isoterma de Freundlich (Laitinen y Harris, 1982, p. 176).

### **3.3.4. CURVA DE RUPTURA EN COLUMNA EMPACADA CON CARBÓN ACTIVADO**

En la Figura 3.7, se presenta la curva de ruptura para la columna empacada con carbón activado en función del tiempo de operación. El caudal con el cual se llevó a cabo el ensayo fue de 6 cm<sup>3</sup>/min con un valor de pH del agua residual de 6,9.

Se evidencia que al trabajar con un caudal de 6 cm<sup>3</sup>/min, se obtiene una concentración de salida del efluente de 3 234 mg (DQO)/L al cuarto día de operación, éste valor representa el 95 % de la concentración inicial (3 400 mgDQO/L) y por lo tanto el ensayo revela que al cuarto día se

alcanza el punto de agotamiento de la columna. A partir del segundo día la concentración de salida del agua residual comienza a incrementarse de manera importante hasta el tercer día, ese comportamiento refleja que la zona de transferencia de masa se aproxima al fondo del lecho, es decir que el carbón activado está próximo a saturarse.



**Figura 3.7.** Curva de ruptura para columna empacada con carbón activado. pH de la solución: 6,9. Concentración inicial de la DQO: 3 200 mg/L

La concentración de salida en el primer día de ensayo es 265 mg (DQO)/L, un valor por debajo de lo establecido en la ordenanza 404 para el MDMQ. Adicionalmente se caracterizó los siguientes parámetros: DBO<sub>5</sub>, fenoles y tensoactivos los cuales no entraban en norma de acuerdo a los valores presentados en la Tabla 3.11. Los valores obtenidos se presentan en la Tabla 3.14. La retención de fenoles fue del 99,3 %, cercano al 100 %, como lo menciona Jiménez (2002) sobre la eficacia del carbón activado vegetal en la adsorción de fenoles (p. 1). Los resultados alcanzados demuestran que el carbón utilizado permite la adsorción de los solutos orgánicos

presentes en el agua recuperada en la destilación y separada de la fase orgánica por decantación.

**Tabla 3.14.** Resultados de la caracterización del agua tras el ensayo en columna empacada con C.A. (pH: 6,9)

Parámetro [mg/L]	Resultado	Ordenanza 404 del MDMQ (Alcantarillado)
DBO <sub>5</sub>	51,63	170
DQO	265,00	350
Fenoles	0,18	0,2
Tensoactivos	0,12	1

### 3.4. RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DE LA FACTIBILIDAD DE APROVECHAMIENTO ENERGÉTICO DE LOS RESIDUOS DE LA DESTILACIÓN

#### 3.4.1. RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS PREVIOS

Los resultados del análisis químico elemental expresado en porcentaje en peso de la muestra de los residuos se presentan en la Tabla 3.15.

**Tabla 3.15.** Resultados del análisis químico elemental de los residuos de la destilación

Elemento	Resultado
N [%]	16,2
C [%]	41,6
H [%]	4,5
S [%]	18,2
O [%]	19,4

Se puede observar que el carbono es el elemento que presenta mayor concentración con un valor de 41,6 % en peso. El hecho de que el carbono sea más abundante es un reflejo de la naturaleza de la muestra, puesto que los solventes orgánicos en sus grupos funcionales contienen carbono. El oxígeno representa el segundo elemento más abundante en el residuo con 19,4 %. La presencia de azufre

y nitrógeno puede deberse a sustancias orgánicas sintéticas empleadas en las tintas y que van ligadas a las cadenas de carbono, su concentración representan el 18,2 % y 16, 2 % respectivamente. El hidrógeno es otro elemento presente en los grupos funcionales de los compuestos orgánicos como son los solventes orgánicos. Su concentración es del 4,5 %.

El análisis de C e H se llevó a cabo puesto que su presencia representa el aporte calorífico en las reacciones de combustión y permite estimar las cantidades de CO<sub>2</sub> y H<sub>2</sub>O que serán generados. El nitrógeno no aporta energía a la combustión sin embargo si su concentración es importante y el proceso de combustión se lleva a cabo a temperaturas elevadas favorece la formación de NO<sub>x</sub>. El oxígeno disminuye los requerimientos de aire combustible, sin embargo su presencia disminuye el poder calorífico del combustible. El contenido de azufre en el combustible da origen a la formación de SO<sub>2</sub> y la posterior formación de ácido sulfúrico.

Los resultados de la caracterización de metales pesados presentes en los residuos de la destilación, comparados con los límites permisibles se muestran en la Tabla 3.16.

**Tabla 3.16.** Resultados de la caracterización de metales pesados para el residuo de la destilación atmosférica

Elemento	Resultado [mg/kg]	Límite máximo permisible [mg/kg]
Zn	6 160,0	420
Pb	480,0	4 300
Cd	50,0	85
Co	1 980,0	-
Cu	17 370,0	-
Cr	170,0	3 000
Ni	1 240,0	57
Mo	<0,1	-
V	<0,1	-
Ag*	890	-

\* La concentración de plata que se presenta en la Tabla 3.16 fue calculada a partir de la relación  $C_1V_1=C_2V_2$ , ( $C_1$  y  $V_1$  parámetros de la caracterización de los efluentes

líquidos) debido a que la lectura en la caracterización réplica presentó un valor de desviación considerable.

La presencia de metales pesados en los lodos residuales de la destilación atmosférica obedece a su uso en la fabricación de las tintas, específicamente los pigmentos. Conforme al acuerdo ministerial No 142, la norma técnica de desechos peligrosos y especiales del ministerio de ambiente establece los límites máximos permisibles para declarar un desecho peligroso por toxicidad. Los límites máximos permisibles para extracción de metales pesados (digestión ácida) también se presentan en la Tabla 3.16.

Sobre la base de los resultados obtenidos de la caracterización de metales pesados de los residuos de la destilación se evidencia que los contaminantes zinc y níquel sobrepasan los límites establecidos por la Ordenanza No 404. Mientras que los contaminantes: cadmio, cromo y plomo se encuentran dentro de la norma. Los límites máximos permisibles para los metales cobalto, cobre y plata no se encuentran estipulados dentro de la norma, sin embargo es importante mencionar que sus concentraciones presentaron valores importantes 1 980 (mg/kg), 17 370 (mg/kg) y (890 mg/kg) respectivamente.

Por otro lado las concentraciones de molibdeno y vanadio no fueron detectadas por el equipo, ello puede deberse a que su concentración está por debajo del rango mínimo de detección.

#### **3.4.2. DETERMINACIÓN DEL PODER CALORÍFICO DE LOS RESIDUOS DE LA DESTILACIÓN**

Para determinar el poder calorífico de los residuos de la destilación, se ejecutó previamente la calibración de la bomba calorimétrica marca Parr con ácido benzoico. Sobre la base de los resultados obtenidos se estableció la energía equivalente del calorímetro W (cal/°C). Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 3.17.

**Tabla 3.17.** Resultados de los ensayos para la determinación de la energía equivalente del calorímetro

Ensayo	Peso [g]	Ti [°C]	Tf [°C]	W [cal/°C]
1	0,998	20,1	24,0	1 621,5
2	1,002	20,0	23,7	1 715,9
3	1,011	19,9	23,5	1 819,8
4	0,996	20,5	23,8	1 912,4
5	1,018	20,0	24,0	1 612,5
<b>Promedio</b>				1 736,4
<b>Desviación estándar</b>				115,7

El ensayo se llevó a cabo con cinco réplicas, en cada una de ellas se tomó el peso inicial de ácido benzoico (empleado para la calibración de la bomba calorimétrica), la temperatura inicial y final del sistema, los resultados presentados en la Tabla 3.17 muestran para cada uno de los ensayos, los valores calculados de la energía equivalente del calorímetro.

Los resultados reflejan un valor promedio para los cinco ensayos de 1 736,4 (cal/°C). El valor citado en el manual del calorímetro es de 2 402,1 cal/°C, la diferencia puede ser porque el ácido benzoico presenta impurezas y también por el poder calórico del alambre de encendido empleado en los ensayos. También se presenta la desviación estándar, su valor pequeño de 115,7 muestra que el ensayo es reproducible.

En una segunda etapa se determinó el poder calorífico del residuo. El ensayo se ejecutó con cinco réplicas y los resultados se presentan en la Tabla 3.18.

**Tabla 3.18.** Resultados de los ensayos para la determinación del poder calorífico de los residuos de la destilación atmosférica

Ensayo	Peso [g]	Ti [°C]	Tf [°C]	Residuo alambre [cm]	Kcal/kg
1	1,033	19,9	22,8	0,95	4 869,17
2	1,001	20,1	22,7	1,1	4 504,51
3	1,027	20,0	22,8	1,0	4 728,57
4	1,048	19,9	22,8	0,9	4 799,44
5	1,013	20,0	22,7	1,0	4 622,50
<b>Promedio</b>					4 704,84
<b>Desviación estándar</b>					144,42



Para cada réplica se calculó el poder calorífico y se determinó el promedio, su valor es de 4 704,84 kcal/kg. Según Castells (2012), los residuos con un contenido calórico superior a los 2 500 kcal/kg, favorecen la combustión del residuo en condiciones en las que no es necesario el aporte adicional de calor por parte de un combustible complementario (p. 336) y de acuerdo al IPPC (2011), los residuos industriales con poder calorífico alto ( $> 15 \text{ MJ/kg} = 3 585 \text{ kcal/kg}$ ) se emplean frecuentemente como combustible auxiliar en plantas incineradoras (p. 268), por lo tanto los residuos de la destilación pueden recibir ese destino.

### **3.5. DISEÑO DE LA PLANTA DE TRATAMIENTO DE LOS EFLUENTES LÍQUIDOS DE LA INDUSTRIA GRÁFICA**

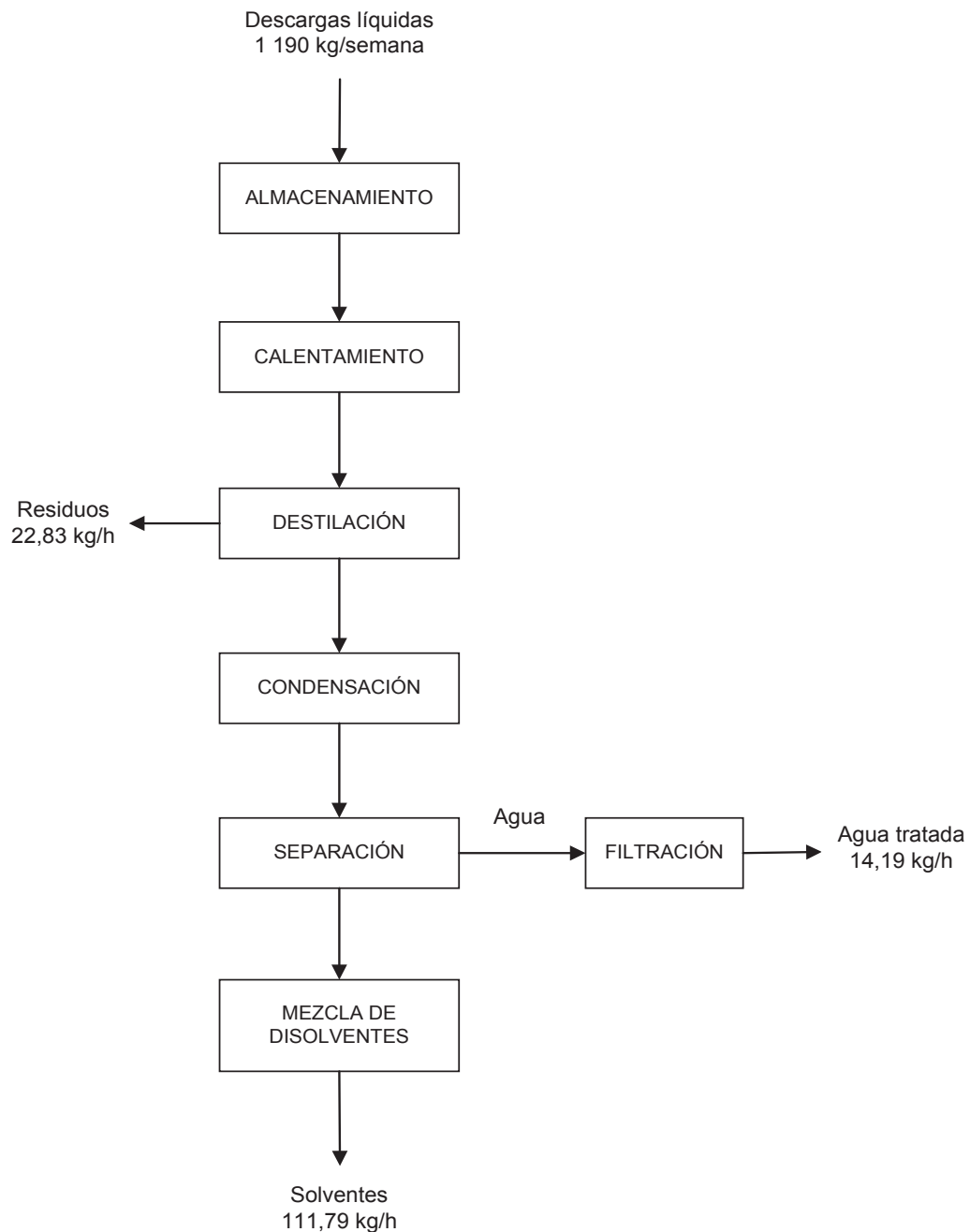
Para la operación de la planta de tratamiento es necesario definir el diagrama de flujo y sobre la base de los mejores resultados obtenidos en el trabajo experimental desarrollado previamente, se efectuó el diseño conceptual de la planta.

La capacidad de la planta fue dimensionada con la finalidad de atender el volumen de los residuos producidos semanalmente que alcanza los 370 galones, por otro lado el tratamiento de estos residuos permite recuperar una mezcla de disolventes orgánicos que pueden ser reutilizados para el lavado de piezas mecánicas de las máquinas de impresión y evitar posibles sanciones por parte de la autoridad ambiental al evitar las descargas contaminadas con restos de tintas y disolventes.

#### **3.5.1. DEFINICIÓN DEL DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO Y DIMENSIONAMIENTO DE LOS EQUIPOS**

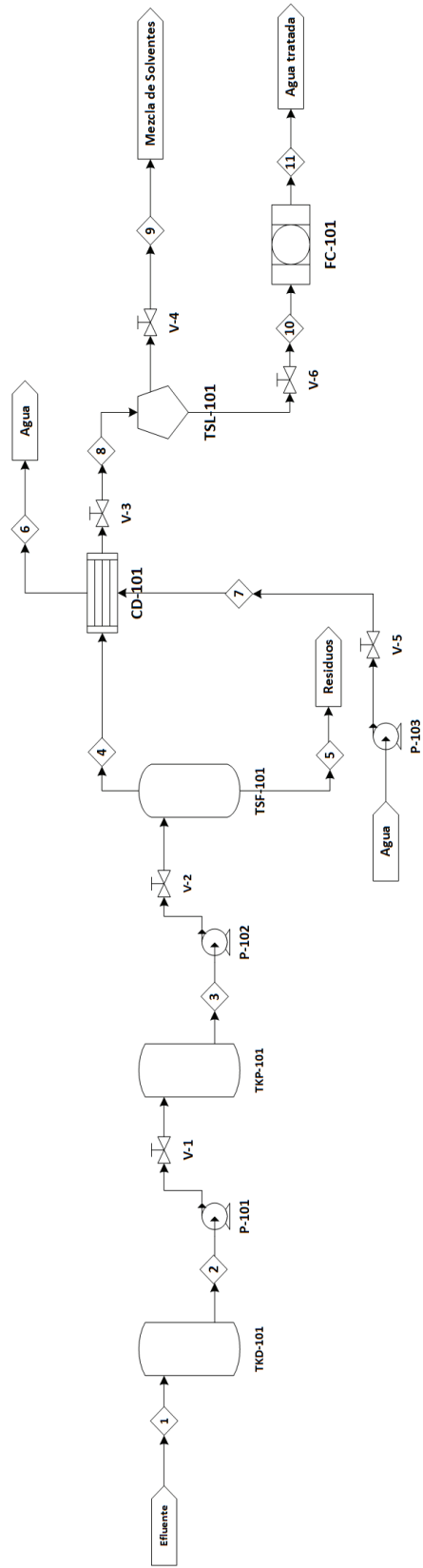
Para definir el diagrama de flujo se considera como alternativa tecnológica la recuperación de disolventes a partir de los efluentes generados en la etapa de impresión *offset* por destilación flash y el tratamiento de la fase acuosa mediante

filtración con carbón activado granular. Se desarrolló el diagrama de bloques para el tratamiento de los efluentes líquidos de una industria gráfica que se muestra en la Figura 3.8, en base al cual se diseñó el diagrama de flujo presentado en la Figura 3.9



**Figura 3.8.** Diagrama de bloques propuesto para el tratamiento de los efluentes líquidos de una industria gráfica

Nomenclatura	Descripción
TKD-101	Tanque de almacenamiento de los efluentes líquidos
TKP-101	Tanque pulmón con resistencias de calentamiento
TSF-101	Destilador flash
CD-101	Condensador
TSL-101	Tanque separador de líquidos
FC-101	Filtro de carbón activado



Corriente No	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Temperatura (°C)	20	20	82	82	82	34	20	37	20	20	20
Presión (atm)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Flujo másico (kg/h)	148,81	148,81	148,81	125,98	22,83	1 220	1 220	125,98	111,79	14,19	14,19
Efluente (kg/h)	148,81	148,81	148,81								
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O				0,56	0,08			0,56			
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>				17,96	1,92			17,96			
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>				15,66	2,35			15,66			
C <sub>2</sub> H <sub>8</sub>				12,68	4,91			12,68			
C <sub>2</sub> H <sub>10</sub>				0,39	0,38			0,39			
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>				64,54	8,74			64,54			
H <sub>2</sub> O				14,19	4,46	1 220	1 220	14,19		14,19	14,19

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA	
NOMBRE DEL PROYECTO: PLANTA DE RECUPERACIÓN DE DISOLVENTES	
PROCESO DE TRATAMIENTO	
ELABORADO POR: Julio Torresano Pazmiño	PÁGINAS: 1 DE 1
Fecha: 19 de marzo de 2016	PFD

Figura 3.9. Diagrama de flujo propuesto para el tratamiento de los efluentes líquidos de una industria gráfica (PFD)

### 3.5.1.1. Descripción detallada del proceso

A continuación se describe el proceso de operación de la planta para el tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica presentado en el diagrama de flujo (PFD), Figura 3.9.

Considerando que los efluentes se descargan de manera continua durante el proceso de impresión y que el caudal es pequeño como se describe en la Sección 2.1.1, se almacenan las descargas en el tanque TKD-101. La planta opera un día por semana de forma continua. Del tanque de almacenamiento se transporta a través de la bomba P-101 hacia el tanque pulmón TKP-101. Este tanque tiene dos funciones, la primera es almacenar la cantidad de efluente para alimentar por una hora al destilador flash y la segunda es calentar la mezcla hasta la temperatura de operación flash mediante resistencias eléctricas. El tanque pulmón está dotado de una capa de aislamiento de fibra de vidrio para minimizar las pérdidas de calor hacia el medio ambiente.

El tanque pulmón entrega una alimentación constante hacia el destilador flash TSF-101. Por el tope del destilador sale la corriente de vapor rica en solventes hacia el condensador CD-101 donde cede calor al agua refrigerante que ingresa en contracorriente alimentada a través de la bomba P-103. Por otro lado del fondo del destilador sale la corriente de residuos.

La corriente de solventes recuperados se alimenta al separador TSL-101 el cual divide la alimentación en dos corrientes, la fase orgánica rica en solventes que se almacena en tanques de 55 galones de forma manual por medio de la válvula V-4 y la fase acuosa se alimenta al filtro de carbón activado FC-101 a través de la bomba P-104, donde es tratada para cumplir con la ordenanza municipal.

### 3.5.1.2. Balance de masa y energía

Los resultados del balance de masa obtenidos para el destilador flash se muestran en la Tabla 3.19. El ejemplo de cálculo se presenta en el Anexo X.

**Tabla 3.19.** Balance de masa en el destilador flash

Componente	F (kg/h)	V (kg/h)	L (kg/h)
MEK	0,64	0,56	0,08
Hexano	19,88	17,96	1,92
Benceno	18,01	15,66	2,35
Tolueno	17,58	12,68	4,91
p-xileno	0,77	0,39	0,38
Acetato de etilo	73,28	64,54	8,74
Agua	18,65	14,19	4,46
<b>Total</b>	<b>148,81</b>	<b>125,98</b>	<b>22,83</b>

**Balance de energía en el condensador**

Se partió del balance general de energía descrito por las Ecuaciones 3.3 y 3.4.

$$\dot{Q}_{cedido} = \dot{Q}_{ganado} \quad [3.3]$$

$$\dot{Q}_{vapor} \cdot \Delta h_{vapor} = \dot{Q}_{agua} \cdot \Delta h_{agua} \quad [3.4]$$

Donde:

- $\dot{Q}$ : flujo de calor (kJ/h)
- $\dot{Q}_{vapor}$ : caudal de vapor (kmol/h)
- $\dot{Q}_{agua}$ : caudal de agua (kmol/h)
- $\Delta h$ : variación de entalpía (kJ/kmol)

Si se desarrolla la Ecuación 3.4, entonces se obtienen las Ecuaciones 3.5, 3.6 y 3.7

$$\dot{m}_{vapor} \cdot (h_{vapor} - h_{cond}) = \dot{m}_{agua} \cdot C_{p_{agua}} \times \Delta t_{agua} \quad [3.5]$$

$$\dot{m}_{vapor} \cdot \lambda_{vapor} = \dot{m}_{agua} \cdot C_{p_{agua}} \cdot (t_{sal_{agua}} - t_{ent_{agua}}) \quad [3.6]$$

$$\dot{m}_{ent_{agua}} \cdot h_{entra_{agua}} + \dot{m}_{vapor} \cdot h_{vapor} = \dot{m}_{sal_{agua}} \cdot h_{sal_{agua}} + \dot{m}_v \cdot h_{cond} \quad [3.7]$$

Puesto que el caudal másico tanto del flujo del destilado como del agua refrigerante no se modifica, debido a que no existen reacciones químicas, entonces se puede escribir la Ecuación 3.8:

$$\dot{m}_{vapor} \cdot \lambda_{vapor} = \dot{m}_{agua} \cdot Cp_{agua} \cdot \Delta t_{agua} \quad [3.8]$$

Se considera que el calor específico del agua se mantiene constante en el intervalo de temperatura, adicionalmente se entrega calor sensible, entonces la Ecuación 3.8

$$\dot{m}_{vapor} \cdot [\lambda_{vapor} + Cp_{cond.} \cdot \Delta t_{cond.}] = \dot{m}_{agua} \cdot Cp_{agua} \cdot \Delta t_{agua} \quad [3.9]$$

Donde:

- $\dot{m}$ : flujo másico (kmol/h)
- $\lambda_{vapor}$ : calor latente del vapor (J/kmol)
- $Cp$ : capacidad calorífica (J/kmol·K)
- $\Delta t$ : variación de temperatura (K)

En la Tabla 3.20 se muestran los resultados del balance de energía con los costos que demanda. Para determinar la potencia de las resistencias requeridas para calentar la mezcla dentro del tanque pulmón se utilizó la Ecuación 2.2. La potencia requerida de las bombas para transportar los efluentes se calcularon considerando las pérdidas por fricción en las tuberías, por accesorios (válvulas y codos) y el caudal de agua refrigerante que se requiere para el condensador fue determinado a través de la Ecuación 3.9. Los cálculos se muestran en el Anexo X.

**Tabla 3.20.** Resultados del balance de energía y costos por consumo

Descripción	Cantidad	Potencia [kWh]	Horas/día	Costo [USD/día]
Resistencias eléctricas	4	36	8	25,34
Bombas centrífugas	4	1	8	0,54
<b>Condensador</b>				
Flujo de agua [m <sup>3</sup> /h]	1,22	-	8	7,02
<b>TOTAL</b>		37		32,90

### 3.5.1.3. Dimensionamiento de los equipos requeridos para la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica

Para el cálculo del diámetro del destilador se procedió a calcular en primer lugar el parámetro de flujo ( $F_{lv}$ ) a través de la Ecuación 1.19, luego se determinó velocidad crítica de la corriente de vapor ( $u_{perm}$ ) por medio de la Ecuación 1.17. Las propiedades fueron calculadas a la temperatura de operación como se muestra en el Anexo X y los flujos ( $W_L$  y  $W_V$ ) resultan del balance de masa que se muestra en la Tabla 3.19.

$$F_{lv} = \frac{22,83 \text{ kg/h}}{125,98 \text{ kg/h}} \cdot \sqrt{\frac{1,50 \text{ kg/m}^3}{885,08 \text{ kg/m}^3}} = 7,46 \cdot 10^{-3}$$

Para calcular la constante  $K_s$ , se emplearon las constantes de *Blackwell*, como se describe en la Sección 1.2.2.1:

$$A = -1,877478097$$

$$B \cdot \ln F_{lv} = -0,8145804587 \cdot \ln(7,46 \cdot 10^{-3}) = 3,99$$

$$C \cdot (\ln F_{lv})^2 = -0,1870744085 \cdot [\ln(7,46 \cdot 10^{-3})]^2 = -4,48$$

$$D \cdot (\ln F_{lv})^3 = -0,0145228667 \cdot [\ln(7,46 \cdot 10^{-3})]^3 = 1,70$$

$$E \cdot (\ln F_{lv})^4 = -0,0010148518 \cdot [\ln(7,46 \cdot 10^{-3})]^4 = -0,58$$

$$K_s = \text{EXP}[-1,877478097 + 3,99 - 4,48 + 1,70 - 0,58] = 0,29 \frac{\text{pie}}{\text{s}}$$

Considerando que el diseño del destilador es de tipo vertical, se calculó la velocidad crítica del vapor con un valor equivalente a 2/3 de la constante de *Souders-Brown* ( $K_s$ ), como se menciona en la Sección 1.2.2.1.

$$u_{perm} = \frac{2}{3} \cdot \frac{0,29 \text{ pie}}{s} \cdot \sqrt{\frac{(885,08 - 1,50) \text{ kg/m}^3}{1,50 \text{ kg/m}^3}} = 4,70 \frac{\text{pie}}{s}$$

Para reducir la posibilidad de arrastre de líquido por el vapor, se trabajó al 30 % de la velocidad crítica calculada, es decir 1,41 pies/s, de conformidad con lo citado en la Sección 1.2.2.1.

### a) Dimensionamiento del destilador TSF-101

El área transversal de flujo ( $A_c$ ) se calculó con la Ecuación 1.20 y el diámetro del destilador ( $D$ ) según la Ecuación 1.21.

$$A_c = \frac{4,58 \text{ lbmol/h} \cdot 60,58 \text{ lb/lbmol}}{(1,41 \text{ pie/s}) \cdot (3600 \text{ s/h}) \cdot (0,094 \text{ lb/pie}^3)} = 0,59 \text{ pie}^2$$

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot (0,59 \text{ pie}^2)}{\pi}} = 0,87 \text{ pie}$$

$$D = 0,87 \text{ pie} \cdot \frac{0,30 \text{ m}}{1 \text{ pie}} = 0,26 \text{ m}$$

Se incrementó el diámetro en 6 pulgadas (0,15 m), como se menciona en la Sección 1.2.2.1.

$$D = 0,41 \text{ m}$$

La altura se calculó en relación al diámetro, de acuerdo a lo expuesto en la Sección 1.2.2.1.

$$h = 3 \cdot (0,41 \text{ m}) = 1,23 \text{ m}$$



Según Wallas, es conveniente estimar el volumen del líquido retenido dentro de un destilador ( $V_r$ ) para 15 minutos (Wallas, 1990, p. XVII).

$$V_r = 0,175 \frac{m^3}{h} \cdot \frac{1 h}{60 min} \cdot 15 min = 0,04 m^3$$

La altura del líquido retenido dentro del destilador ( $h_L$ ) fue calculada con la Ecuación 1.22.

$$h_L = \frac{4 \cdot 0,04 m^3}{\pi \cdot (0,41 m)^2} = 0,30 m$$

Para determinar la altura de la boquilla de entrada de la alimentación al destilador ( $h_{be}$ ), se incrementó en 18 pulgadas (0,46 m) a la altura del líquido ( $h_L$ ), conforme lo mencionado en la Sección 1.2.2.1.

$$h_{be} = 0,30 m + 0,46 m = 0,76 m$$

Se calculó el área de la boquilla de salida del líquido ( $A_{bs}$ ) con la Ecuación 3.10. Como velocidad de salida ( $V_s$ ) se tomó 0,5 m/s y el diámetro de la boquilla de salida se determinó con la Ecuación 3.11 (Wallas, 1990, p. XVIII).

$$A_{bs} = \frac{W_L}{\rho_L \cdot V_s} \quad [3.10]$$

Donde:

$A_{bs}$ : área de la boquilla de salida del líquido residual del destilador ( $m^2$ )

$\rho_L$ : densidad del líquido ( $kg/m^3$ )

$V_s$ : velocidad de salida del líquido (m/s)

$$A_{bs} = \frac{22,83 \frac{kg}{h} \cdot m^3 / 885,08 kg \cdot 1 h / 3600 s}{0,5 m/s} = 1,4 \cdot 10^{-5} m^2$$

$$D_{bs} = \sqrt{\frac{4 \cdot A_{bs}}{\pi}} \quad [3.11]$$

$$D_{bs} = \sqrt{\frac{4 \cdot 1,4 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2 \cdot 10\,000 \text{ cm}^2 / 1 \text{ m}^2}{3,1416}} = 0,42 \text{ cm}$$

Se calculó el nivel mínimo de líquido dentro del destilador para evitar el arrastre de vapor por la formación de vórtices en base a la Ecuación 1.23.

$$N_{ml} = 13 \cdot \frac{(0,5 \text{ m/s})^2}{2 \cdot 9,8 \text{ m/s}^2} = 0,17 \text{ m}$$

Donde.

$N_{ml}$ : nivel mínimo del líquido dentro del destilador para evitar la formación de Vórtices (m).

Como es de notar la altura del líquido retenido dentro del destilador ( $h_L$ ) es mayor al nivel mínimo de líquido, por lo tanto no se requiere de un rompe vórtices (Wallas, 1990, p. XIX).

Para el cálculo del área de la boquilla de salida del vapor se consideró el 100 % de la velocidad crítica de manera análoga a la Ecuación 3.10 y el diámetro según la Ecuación 3.11.

$$A_{bsv} = \frac{125,98 \text{ kg/h} \cdot \text{m}^3 / 1,5 \text{ kg} \cdot 1 \text{ h} / 3\,600 \text{ s}}{7,05 \text{ pie/s} \cdot 0,305 \text{ m} / 1 \text{ pie}} = 0,01 \text{ m}^2$$

Donde:

$A_{bsv}$ : área de la boquilla de salida de la corriente de vapor ( $\text{m}^2$ )

$$D_{bsv} = \sqrt{\frac{4 \cdot 0,01 \text{ m}^2 \cdot 10\,000 \text{ cm}^2 / 1 \text{ m}^2}{3,1416}} = 11,28 \text{ cm}$$

Donde:

$D_{bsv}$ : diámetro de la boquilla de salida de la corriente de vapor (cm)

En la Tabla 3.21 se presenta las especificaciones del destilador flash.

**Tabla 3.21.** Especificaciones del destilador flash TSF-101

Descripción	Unidad	Valor
Material	-	Acero inoxidable
Espesor	mm	5,0
Diámetro	m	0,41
Altura	m	1,23
Altura de la boquilla de entrada de la alimentación	m	0,76
Diámetro de la boquilla de salida del líquido	in	1/8
Diámetro de la boquilla de salida del vapor	in	6
Diámetro de la boquilla de la alimentación	in	1/2

### b) Tanque de almacenamiento TKD-101

Para el dimensionamiento del tanque de almacenamiento TKD-101 se hizo las siguientes consideraciones: el tanque sirve para almacenar 370 galones de los efluentes líquidos de la industria gráfica provenientes de las unidades de impresión, para efectos de seguridad se estimó un 10 % en volumen adicional, es decir 407 galones (API:2350, 2005, p.17). La relación diámetro/altura se estimó en 1,33 para efectos de estabilidad (API:650, 2012, p. E-13). Para el espesor de las paredes del tanque se consideró las recomendaciones de la norma API (API:650, 2012, p. 12), la Tabla 3.22 presenta el espesor recomendado según el diámetro del tanque. Se muestra el desarrollo del cálculo a continuación.

$$V_{TKD} = 407 \text{ gal} \cdot \frac{3,785 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3}{1 \text{ gal}} = 1,54 \text{ m}^3$$

Para determinar el diámetro del tanque TKD-101 se utilizó la Ecuación 3.12, como se muestra a continuación:

$$V_{TKD} = \frac{\pi \cdot (D_{TKD})^2 \cdot D_{TKD}}{4 \cdot 1,33} \quad [3.12]$$

Donde:

$V_{TKD}$ : volumen del tanque de almacenamiento TKD-101 (m<sup>3</sup>)

$D_{TKD}$ : diámetro del tanque de almacenamiento TKD-101 (m)

Despejando  $D_{TKD}$  de la Ecuación 3.12:

$$D_{TKD} = \sqrt[3]{\frac{4 \cdot 1,33 \cdot 1,54 \text{ m}^3}{\pi}} = 1,37 \text{ m}$$

$$h_{TKD} = \frac{1,37 \text{ m}}{1,33} = 1,03 \text{ m}$$

Donde:

$h_{TKD}$ : altura del tanque de almacenamiento TKD-101 (m)

**Tabla 3.22.** Espesor mínimo de las paredes según el diámetro del tanque

Diámetro nominal [m]	Espesor mínimo [mm]
D<15	5
15<D<36	6
36<D<60	8
D>60	10

(API 650, Sección 5.6.1.1)

En la Tabla 3.23 se presenta las especificaciones del tanque de almacenamiento (TKD-101) para los efluentes líquidos de la industria gráfica para la planta de tratamiento.

**Tabla 3.23.** Especificaciones del tanque de almacenamiento para los efluentes líquidos de la industria gráfica TKD-101

Descripción	Unidad	Valor
Material	-	Acero inoxidable
Espesor	mm	5
Diámetro	m	1,37
Altura	m	1,03
Volumen	m <sup>3</sup>	1,54

### c) Dimensionamiento del tanque pulmón TKP-101

El tanque pulmón (TKP-101) fue diseñado con capacidad para abastecer al destilador flash por una hora, es decir 0,18 m<sup>3</sup>. El tanque además alberga las resistencias tipo cartucho que tienen recubrimiento cerámico para evitar riesgos de explosión. La potencia requerida y las especificaciones de las resistencias se presentan en el Anexo X. Se consideró dentro del diseño aislar el tanque con fibra de vidrio para minimizar las pérdidas de calor. Se decidió dimensionar el tanque con una capacidad del 15 % adicional (API:2350, 2005, p.18), es decir 0,21 m<sup>3</sup>, para albergar las resistencias eléctricas. A continuación se presentan los cálculos pertinentes.

$$V_{TKP} = \frac{\pi \cdot (D_{TKP})^2 \cdot (D_{TKP}/1,33)}{4} = 0,21 \text{ m}^3$$

$$D_{TKP} = \sqrt[3]{\frac{4 \cdot 1,33 \cdot 0,21 \text{ m}^3}{\pi}} = 0,70 \text{ m}$$

$$h_{TKP} = \frac{0,70 \text{ m}}{1,33} = 0,52 \text{ m}$$

Donde:

$V_{TKP}$ : volumen del tanque pulmón TKP-101 (m<sup>3</sup>)

$D_{TKP}$ : diámetro del tanque pulmón TKP-101 (m)

$h_{TKP}$ : altura del tanque pulmón TKP-101 (m)

En la Tabla 3.24 se presenta las especificaciones del tanque pulmón TKP-101.

**Tabla 3.24.** Especificaciones del tanque pulmón TKP-101

Descripción	Unidad	Valor
Material	-	Acero inoxidable
Espesor	mm	5
Diámetro	m	0,70
Altura	m	0,52
Volumen	m <sup>3</sup>	0,21
<b>Aislante</b>		
Material	-	Fibra de vidrio
Espesor	mm	35

#### d) Dimensionamiento del condensador CD-101

Para el dimensionamiento del condensador se partió del balance de energía a través de la Ecuación 3.9 y el cálculo pertinente se presenta en el Anexo X. Se determinó el calor cedido por el vapor con la Ecuación 3.13.

$$\dot{Q} = \dot{m}_{vapor} [\lambda_{vapor} + C_{p_{cond.}} \cdot (\Delta t_{cond.})] \quad [3.13]$$

$$\dot{Q} = \frac{2,08 \text{ kmol}}{h} \left[ \frac{3,52 \cdot 10^7 J}{\text{kmol}} + \frac{1,45 \cdot 10^5 J}{\text{kmol} \cdot K} \cdot (355 - 310) K \right] = 8,70 \cdot 10^7 \frac{J}{h}$$

$$\dot{Q} = 8,70 \cdot 10^7 \frac{J}{h} = 24,17 \text{ kw}$$

La diferencia de temperatura media logarítmica (LMTD) fue calculada para un sistema en contraflujo con la Ecuación 3.14 y las temperaturas estimadas se presentan en la Tabla 3.25.

$$LMTD = \frac{(T_1 - t_2) - (T_2 - t_1)}{\ln \left( \frac{(T_1 - t_2)}{(T_2 - t_1)} \right)} \quad [3.14]$$

Donde:

$T_1$  y  $T_2$ : temperatura de entrada y salida del fluido caliente respectivamente (K)

$t_1$  y  $t_2$ : temperatura de entrada y salida del fluido refrigerante respectivamente (K)

**Tabla 3.25.** Temperatura de las corrientes en el condensador

Temperatura	[K]
$T_1$	355
$T_2$	310
$t_1$	290
$t_2$	307

$$LMTD = \frac{(355 - 307) K - (310 - 290) K}{\ln \left[ \frac{(355 - 307) K}{(310 - 290) K} \right]} = 32 K$$

Sobre la base de los criterios mostrados en la Tabla AXI.1 (Anexo XI), para un sistema agua-solventes orgánicos se seleccionó un valor promedio del coeficiente global de transferencia de calor ( $U$ ) de:  $565 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ . El área de transferencia de calor se determinó a través de la Ecuación 2.1.

$$A = \frac{24\,170 \text{ W}}{\left[ 565 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K}) \right] \cdot 32 \text{ K}} = 1,33 \text{ m}^2$$

Como el área calculada es menor a  $10 \text{ m}^2$ , se debe utilizar un intercambiador de doble tubo o tubos concéntricos (Kern, 1998, p. 132)

A continuación se presenta el cálculo para el área de flujo para el fluido refrigerante ( $A_f$ ), se utilizó la Ecuación 3.15, se estimó una velocidad moderada de  $1,1 \text{ m/s}$  (Mott, 1996, p. 162).

$$A_{fr} = \frac{Q_{fr}}{v_{fr}} \quad [3.15]$$

Donde:

$Q_{fr}$ : caudal del fluido refrigerante ( $m^3/h$ )

$v_{fr}$ : velocidad de flujo del fluido refrigerante ( $m/s$ )

El caudal ( $Q_{fr}$ ), es de  $1,22 m^3/h$ , en el Anexo X se presenta el ejemplo de cálculo

$$A_{fr} = \frac{(1,22 m^3/h) \cdot (1 h/3600 s) \cdot (10000 cm^2/1 m^2)}{1,1 m/s} = 3,08 cm^2$$

$$A_{fr} = 3,08 cm^2 \cong 0,47 in^2$$

El área de flujo para el fluido caliente se estableció considerando que dentro del condensador no existe acumulación de masa y no existen reacciones químicas, las composiciones son iguales, el flujo másico de vapor que ingresa al condensador es igual al flujo másico que sale de condensado.

$$\dot{m}_{cond.} = 125,98 \frac{kg}{h}$$

Por lo tanto el caudal de condensado ( $Q_{cond}$ ) es:

$$Q_{cond.} = 125,98 \frac{kg}{h} \times \frac{1 m^3}{884,28 kg} = 0,14 \frac{m^3}{h}$$

Se diseñó el condensador considerando un arreglo de tubos concéntricos en el cual el condensado atraviesa por el tubo interno y el agua refrigerante por el anulo, tomando como referencia las configuraciones típicas de intercambiadores (configuración IPS), mostrados en la Tabla 3.26, para el área de



flujo requerida por el fluido refrigerante, la configuración más aproximada es la de 2 X 1¼.

**Tabla 3.26.** Áreas de flujo y diámetros equivalentes en intercambiadores de calor de doble tubo

Intercambiador [IPS]	Área de flujo [in <sup>2</sup> ]		Ánulo [in]	
	Ánulo	Tubo	di	de
2 X 1¼	1,19	1,50	0,92	0,40
2 ½ X 1 ¼	2,63	1,50	2,02	0,81
3X2	2,93	3,35	1,57	0,69
4X3	3,14	7,38	1,14	0,53

(Kern, 1998, p. 141)

En la Tabla 3.27 se presentan las características de los tubos para el condensador requerido para el destilador flash.

**Tabla 3.27.** Características de los tubos seleccionados para el condensador

Tamaño nominal [IPS]	Diámetro externo [in]	Cédula N°	Diámetro interno [in]
1 ¼	1,66	40	1,38
2	2,38	40	2,07

(Kern, 1998, pp. 948-949)

Finalmente se determinó la longitud requerida para el condensador por medio de la Ecuación 3.16.

$$L = \frac{A}{2 \cdot \pi \cdot r} \quad [3.16]$$

Donde:

- L: longitud del condensador (m)
- A: área de transferencia de calor (m<sup>2</sup>)
- r: radio externo del tubo interno (m)

Reemplazando los datos de acuerdo a la información citada en la Tabla 3.27, se obtuvo la longitud del condensador como se presenta a continuación:

$$L = \frac{1,33 \text{ m}^2}{2 \cdot \pi \cdot \left(4,22 \cdot 10^{-2} \text{ m}/2\right)} = 10,03 \text{ m}$$

Según Kern, los intercambiadores de doble tubo se construyen en longitudes efectivas de 12, 15 o 20 pies y para intercambiadores que requieren mayor longitud se colocan horquillas (Kern, 1998, p. 132), por lo tanto se decidió colocar tres horquillas cada 12 pies de longitud efectiva, es decir 3,65 m.

Se calculó del número de Reynolds para el agua refrigerante por la sección del anulo con la Ecuación 3.17.

$$Re = \frac{Deq \cdot Ga}{\mu} \quad [3.17]$$

Donde:

$Ga$ : velocidad másica en la sección anular (kg/h·in<sup>2</sup>)

$\mu$ : viscosidad del agua (kg/m·s)

El diámetro equivalente ( $Deq$ ) se determinó con la Ecuación 3.18.

$$Deq = \frac{(Di,e^2 - De,i^2)}{De,i} \quad [3.18]$$

Donde:

$Di,e$ : diámetro interno del tubo externo (in)

$De,i$ : diámetro externo del tubo interno (in)

$$Deq = \frac{((2,067 \text{ in})^2 - (1,66 \text{ in})^2)}{1,66 \text{ in}} = 0,91 \text{ in}$$

La velocidad másica por la sección anular:

$$Ga = \frac{\dot{m}_{agua}}{\left(\frac{\pi}{4}\right) \cdot (Di, e^2 - De, i^2)}$$

$$Ga = \frac{1\,220 \text{ kg/h}}{\left(\frac{\pi}{4}\right) \cdot (2,07^2 - 1,66^2) \text{ in}^2} = 1\,015,72 \frac{\text{kg}}{\text{h} \cdot \text{in}^2}$$

$$Re = \frac{0,91 \text{ in} \cdot \frac{1\,015,72 \text{ kg}}{\text{h} \cdot \text{in}^2} \cdot \frac{1 \text{ h}}{3\,600 \text{ s}}}{0,871 \cdot 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{m} \cdot \text{s}} \cdot \frac{1 \text{ m}}{39,37 \text{ in}}} = 11\,605,63$$

Como se puede apreciar  $Re = 11\,605,63 > 4\,000$ , por lo tanto el régimen de flujo de agua dentro del anulo es turbulento, fenómeno que es favorable para la transferencia de calor que se requiere.

#### e) Dimensionamiento del filtro de carbón activado FC-101

Sobre la base de los resultados obtenidos en el ensayo realizado para la curva de ruptura con carbón activado se determinó la cantidad de carbón activado requerido como se muestra en el Anexo XII y se calculó el volumen que ocupa el carbón requerido como se muestra en la Ecuación 3.19.

$$V_{CA} = \frac{m_{CA}}{\delta_{CA}} \quad [3.19]$$

Donde:

$V_{CA}$  volumen de carbón activado ( $\text{m}^3$ )

$m_{CA}$ : cantidad de carbón activado requerido (kg)

$\delta_{CA}$ : densidad del carbón activado ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )

$$V_{CA} = \frac{7,53 \text{ kg}}{517 \text{ kg}/\text{m}^3} = 1,5 \cdot 10^{-2} \text{ m}^3$$

Considerando que el volumen de carbón activado requerido ( $V_{CA}$ ) es pequeño, se decidió estimar una altura del lecho para el filtro de 0,30 m, a partir de lo cual se procedió a determinar el área requerida y el diámetro como se muestra en las Ecuaciones 3.20 y 3.21 respectivamente.

$$A = \frac{V_{CA}}{h} \quad [3.20]$$

Donde:

$A$ : área del filtro ( $m^2$ )

$h$ : altura del lecho de filtrado (m)

$$A = \frac{1,5 \cdot 10^{-2} m^3}{0,30 m} = 0,05 m^2$$

$$D = \sqrt{\frac{4 \cdot (0,05 m^2)}{\pi}} = 0,25 m \quad [3.21]$$

Con la finalidad de alargar la vida útil del carbón activado se consideró que el filtro operará a la mitad su capacidad volumétrica a fin de realizar un retro lavado, por lo tanto la altura del filtro ( $H$ ) se determinó por medio de la Ecuación 3.22.

$$H = 2 \cdot 0,30 m = 0,60 m \quad [3.22]$$

#### **f) Dimensionamiento del tanque de separación TSL-101**

Para el diseño de la capacidad del tanque separador TSL-101 se consideró un volumen de  $1,25 m^3$ , que incluye un 10 % adicional al volumen recuperado de acuerdo al balance de masa (API:2350, 2005, p.17).

$$V_{TSL} = 1,35 m^3$$

$$D_{TSL} = \sqrt[3]{\frac{4 \cdot 1,35 \text{ m}^3}{2\pi}} = 0,95 \text{ m}$$

$$h_{TSL} = 2 \cdot 0,95 \text{ m} = 1,90 \text{ m}$$

Donde:

$V_{TSL}$ : volumen del tanque de almacenamiento TKD-101 (m<sup>3</sup>)

$D_{TSL}$ : diámetro del tanque de almacenamiento TKD-101 (m)

$h_{TSL}$ : altura del tanque de almacenamiento TKD-101 (m)

Las especificaciones del tanque de separación TSL-101 se presentan en la Tabla 3.28.

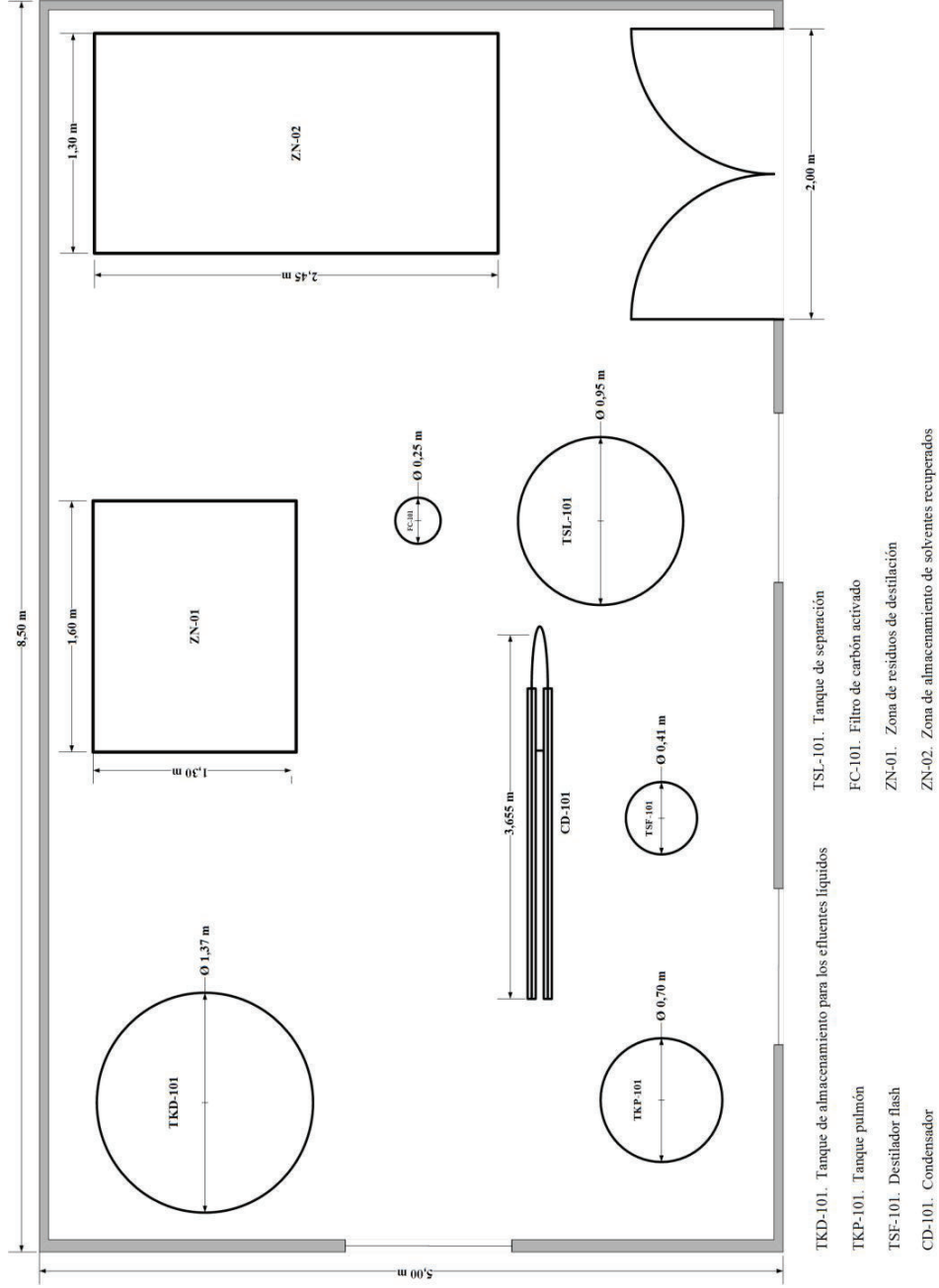
**Tabla 3.28.** Especificaciones del tanque de separación TSL-101

Descripción	Unidad	Valor
Material	-	Acero inoxidable
Espesor	mm	5
Diámetro	m	0,95
Altura	m	1,90
Volumen	m <sup>3</sup>	1,35

### 3.5.2. DISTRIBUCIÓN DE EQUIPOS EN PLANTA

Tomando en consideración el dimensionamiento de los equipos requeridos para el proceso, se procedió a realizar la distribución de los equipos en planta.

En la Figura 3.10 se presenta el Layout de la planta, se consideró que la industria gráfica cuenta con el espacio físico para incorporar el proceso que permita el tratamiento de los efluentes líquidos, por lo tanto la distribución se limita únicamente a los equipos requeridos para el funcionamiento correspondiente. El área total es de 42,5 m<sup>2</sup>.



**Figura 3.10.** Distribución de los equipos en planta (Layout)

### 3.6. EVALUACIÓN ECONÓMICA PRELIMINAR DE LA FACTIBILIDAD DE INSTALACIÓN DE LA PLANTA DISEÑADA

La presente sección se fundamenta en los detalles técnicos previamente ejecutados en la Sección 3.5, para la implementación de la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica. Los costos que se presentan en el desarrollo de este análisis se determinaron a través de los cálculos presentados en el Anexo X.

#### 3.6.1. INVERSIÓN

En la Tabla 3.29 se presenta el detalle de la inversión por concepto de maquinaria y equipos seleccionados por medio de catálogos en función de las capacidades requeridas para la construcción de la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica.

**Tabla 3.29.** Inversión en maquinaria y equipos para la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica

<b>Equipo</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Valor unitario (USD)</b>	<b>Inversión (USD)</b>
Tanque de almacenamiento TKD-101	1	2 400,00	2 400,00
Tanque pulmón con aislamiento TKP-101	1	400,00	400,00
Tambor de destilación flash TSF-101	1	300,00	300,00
Condensador de doble tubo CD-101	1	250,00	250,00
Tanque separador TSL-101	1	2 200,00	2 200,00
Filtro de carbón activado FC-101	1	250,00	250,00
Resistencias de calentamiento	4	80,00	320,00
Bombas centrífugas	4	120,00	480,00
Costo de los equipos en fábrica (+ 40 %)			2 640,00
<b>Total</b>			<b>9 240,00</b>

Adicionalmente se consideró varios costos por concepto de accesorios y herramientas necesarias para la implementación de la planta de tratamiento de los efluentes líquidos y que se adquieren por una sola vez, el detalle se muestra en la Tabla 3.30.

**Tabla 3.30.** Costos adicionales en varios accesorios y herramientas

<b>Descripción</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Valor unitario (USD)</b>	<b>Inversión (USD)</b>
Lote de tuberías	1	600,00	600,00
Válvulas de globo	6	20,00	120,00
Herramientas	-	-	500,00
Codos, uniones, etc.	-	-	500,00
<b>Total</b>			<b>1 720,00</b>

Se estipuló que la industria gráfica dentro de sus instalaciones tiene el espacio necesario para albergar los equipos, por lo tanto no se considera el rubro por concepto de arriendos o compra de terreno.

Seguidamente se detalla en la Tabla 3.31 se detalla el resumen de los costos por concepto de la inversión fija que implica la implementación de la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica.

**Tabla 3.31.** Detalle de costos de inversión fija

<b>Detalle</b>	<b>Inversión (USD)</b>
Maquinaria y equipos	9 240,00
Costos varios (accesorios herramientas)	1 720,00
Mano de obra	2 500,00
Insumos de arranque	650,00
10% por concepto de imprevistos	1 411,00
<b>Total</b>	<b>15 521,00</b>

### 3.6.2. CAPITAL DE OPERACIÓN

Por las características del caudal generado en el proceso de impresión detallado en la Tabla 3.1, el diseño contempla la recolección de los efluentes a lo largo de la semana (370 galones), tras lo cual entrará en operación la planta. Del balance de masa se determinó que para completar la destilación se requerirán 8 horas, por lo tanto no se considera necesario la contratación de personal a tiempo completo, por otro lado al contratar personal a tiempo parcial se corre el riesgo de inasistencia. Por lo anteriormente expuesto se considera factible la capacitación del personal de



mantenimiento de la industria gráfica para que mediante un cronograma operen la planta que permita recuperar los solventes, por lo tanto dentro del capital de operación no se contemplan costos adicionales por concepto de mano de obra u otro tipo de costos asociados al personal.

En la Tabla 3.32 se presenta el detalle del capital de operación que se requiere para la planta mensualmente, los resultados fueron calculados con el balance de masa y energía.

**Tabla 3.32.** Detalle de capital de operación mensual

<b>Suministro</b>	<b>Valor Mensual (USD)</b>
Electricidad	103,52
Agua	28,11
Tratamiento de lodos	492,00
Carbón activado	50,00
Mantenimiento 5 %	336,82
<b>Total</b>	<b>1 010,45</b>

### 3.6.2.1. Inversión total y financiamiento

Se presenta en la Tabla 3.33 el detalle de la inversión total que se requiere para la puesta en marcha de la planta de tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica.

**Tabla 3.33.** Detalle de la inversión total requerida

<b>Inversión</b>	<b>Valor (USD)</b>
Inversión fija	15 521,00
Capital de operación	1 010,45
<b>Total inversión</b>	<b>16 531,45</b>

Se considera que la industria se encuentra en capacidad de asumir el costo total de la inversión pues es un monto razonable si se tiene en cuenta los costos que representa la disposición a un gestor de la totalidad de las descargas, por lo tanto el financiamiento es directo.

### 3.6.3. INGRESOS POR CONCEPTO DE AHORROS

En este punto se describen los ahorros a los que la industria accedería por un lado como resultado de una importante reducción en el volumen que se destina al gestor ambiental para su disposición final y por otro lado el ahorro por concepto de adquisición de solventes nuevos. Considerando que la planta a través del proceso no tiene la finalidad de comercializar dichos solventes sino más bien la de reutilizarlos no recibirá ingresos como tal. En la Tabla 3.34 se presenta el detalle de los valores económicos por concepto de ahorros.

**Tabla 3.34.** Detalle de valores por concepto de ahorros

<b>Detalle</b>	<b>Mensual (USD)</b>
Ingreso por reducción en volumen entregado al gestor	2 869,34
Ingreso por reducción en compra de solventes	450,00
<b>Total ingresos</b>	<b>3 319,34</b>

Se consideró que el proyecto tiene cinco años de vida útil, para el cálculo del flujo neto de efectivo se estimó que las bombas centrífugas y las resistencias eléctricas se reemplazan en un período de dos años y para el resto de equipos cinco años. Sobre la base de los resultados presentados en la Tabla 3.33 y Tabla 3.35 se calculó el flujo de efectivo neto para los cinco periodos, los resultados se presentan en la Tabla 3.35.

**Tabla 3.35.** Flujo neto de efectivo para cinco periodos

<b>Período</b>	<b>Flujo neto de efectivo (USD)</b>
0	-16 531,45
1	26 171,68
2	26 171,68
3	25 371,68
4	26 171,68
5	25 371,68

Con los datos presentados en la Tabla 3.36 se calculó el tiempo de recuperación de la inversión (PRI), el beneficio neto (VAI) con un interés del 8,67 % al 31 de julio de 2016 (Banco Central del Ecuador, 2016), el valor actual de los costos de

inversión (VAC) y el índice de rentabilidad (IR). Los resultados se exponen en la Tabla 3.36.

**Tabla 3.36.** Indicadores económicos del proyecto

<b>Indicador económico</b>	<b>Valor</b>
Período de recuperación de la inversión (años)	0,63
Beneficio neto (USD)	84 993,64
Valor actual de los costos de inversión (USD)	28 205,64
Índice de rentabilidad (IR)	5,14

Con los datos expuestos se puede afirmar que la inversión es recuperable en un período de 6 meses. Por las consideraciones de que el proyecto no tiene como finalidad comercializar los solventes recuperados, el beneficio neto no contempla impuestos, y su valor es de 84 993,64 USD. Se obtiene un índice de rentabilidad de 5,14 lo cual evidencia que el proyecto sería viable, sin embargo la industria gráfica no recibe ingresos como tal, es un valor representativo del ahorro que significaría el recuperar los solventes. Por otro lado el valor actual de los costos de inversión para el período de cinco años es de 28 205,64 USD, cabe recordar que no contempla gastos de inversión en terreno y mano de obra de acuerdo a las consideraciones citadas en la Sección 3.7.2.

## 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 4.1. CONCLUSIONES

- A partir de los resultados de la caracterización física y química de los efluentes generados en el proceso de impresión *offset* de la industria gráfica se determinó que los parámetros que superan la ordenanza 404 son DBO<sub>5</sub> (112 777,8 mg·L<sup>-1</sup>), DQO (580 000 mg·L<sup>-1</sup>), fenoles (2,44 mg·L<sup>-1</sup>), plata (2,75 mg·L<sup>-1</sup>), sólidos suspendidos (206 mg·L<sup>-1</sup>) y tensoactivos (28 mg·L<sup>-1</sup>).
- En la evaluación de recuperación de la mezcla de disolventes por destilación atmosférica se obtuvo 83,6 % en volumen y por destilación al vacío se recuperó 56,5 % en volumen.
- El volumen de agua recuperado en el ensayo de destilación atmosférica fue de 10,4 % y 8,5 % para la destilación al vacío.
- En la caracterización por cromatografía de gases de la mezcla de solventes recuperados por destilación atmosférica se determinó metil- etil- cetona (0,49 % w/w), hexano (15,27 % w/w), benceno (13,84 % w/w), tolueno (13,51 % w/w), p-xileno (0,59 % w/w) y acetato de etilo (56,30 % w/w).
- En la caracterización por cromatografía de gases de la mezcla de solventes recuperados por destilación al vacío se obtuvo metil-etil-cetona (0,47 % w/w), hexano (12,62 % w/w), benceno (13,67 % w/w), tolueno (13,80 % w/w), p-xileno (0,63 % w/w) y acetato de etilo (58,80 % w/w).
- Los resultados de la caracterización química del agua recuperada en el ensayo de destilación atmosférica reflejaron que la concentración de la DQO (3 400 mg·L<sup>-1</sup>) es la que supera considerablemente la ordenanza 404 del DMQ.

- La mayor reducción en la concentración de la DQO en el agua recuperada a través de las pruebas de adsorción con carbón activado granular malla 8x20 en lechos agitados se logró trabajando a pH 6,9. Su concentración final fue de  $362 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ .
- La isoterma de adsorción de Langmuir es la que presentó el mejor ajuste para el carbón activado granular empleado malla 8x20 (tamaño de partícula 1,0 - 2,0 mm, índice de yodo  $765 \text{ mg I}_2/\text{g C.A.}$ ).
- Al trabajar con un flujo de  $6 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$  de agua en la columna empacada con carbón activado granular se alcanzó una remoción del 92 % de la concentración de la DQO, cumpliendo la ordenanza 404 del DMQ.
- El residuo de la destilación atmosférica presenta concentraciones de Zn ( $6\ 160 \text{ mg/kg}$ ) y Ni ( $1\ 240 \text{ mg/kg}$ ) que superan la norma establecida mediante acuerdo ministerial No 142 y por lo tanto puede ser considerado como desecho peligroso por toxicidad.
- El poder calorífico del residuo de la destilación es de  $4\ 704,84 \text{ kcal/kg}$ , por lo tanto favorece la combustión de residuos sin el requerimiento de aporte adicional de calor por parte de un combustible adicional.
- Para el tratamiento de los efluentes líquidos de la industria gráfica se propone un proceso en el que se recupera la mezcla de disolventes por destilación atmosférica, separación de la mezcla de disolventes del agua por decantación y tratamiento del agua con carbón activado granular.
- De la evaluación económica preliminar, se determinó que la inversión es recuperable en un período de seis meses, si se considera además que se evitaría posibles multas por parte de la autoridad ambiental al mitigar las descargas, se puede decir que el proyecto es viable económica, ambiental y tecnológicamente.

## 4.2. RECOMENDACIONES

- Por las elevadas concentraciones en DQO y DBO<sub>5</sub> que presentan los efluentes líquidos de la industria gráfica y los altos porcentajes de recuperación de solventes que se puede conseguir, se recomienda implementar este proceso.
- El residuo de la destilación debería incinerarse y realizar pruebas con la finalidad de recuperar plata presente en las cenizas.
- Buscar alternativas de valorización de los solventes reciclados: evaluación de la calidad de impresión obtenida con la mezcla de solventes o como combustibles.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Alsina, H. (2015). Recuperado el Agosto de 2016, de <http://www.bombashasa.com/imag/cat-tarifa/catalogo.pdf>
2. Amorós, V., Gallardo, A., & García, R. (2011). *Guía de Tintas y Disolventes: Sector Artes Gráficas*. Barcelona, España: Castellana.
3. APHA-American Public Health Association. (2012). *2540 Solids, 2540-D Total Suspended Solids Dried at 103-105°C*. (22da. ed.). Washington, U.S.A.: APHA.
4. APHA-American Public Health Association. (2012). *3500-Phenols, 3500-Cr B Colorimetric Method* (22da. ed.). Washington, U.S.A.: APHA.
5. APHA-American Public Health Association. (2012). *5210-Biochemical Oxygen Demand (BOD), 5210-B 5-Day BOD Test*. (22da. ed.). Washington, U.S.A.: APHA.
6. APHA-American Public Health Association. (2012). *5220-Chemical Oxygen Demand (COD) Liquid-Liquid, 5220-D Closed Reflux, Colorimetric Method*. (22da. ed.). Washington, U.S.A.: APHA.
7. APHA-American Public Health Association. (2012). *5520 Oil and Grease, 5520-B Liquid-Liquid, Partition-Gravimetric Method*. (22da. ed.). Wahington, U.S.A.: APHA.
8. APHA-American Public Health Association. (2012). *5530-Phenols, 5530-C Chloroform Extraction Method*. (22da. ed.). Washington, U.S.A.: APHA.
9. APHA-American Public Health Association. (2012). *5540-Surfactants, 5540-C Anionic Surfactant as MBAS*. (22da. ed.). Washington, U.S.A.: APHA.
10. API satandard (American Petroleum Institute). (2005). *API 2350: Overfill Protection for Storage*. Washington, U.S.A.: API.
11. API standard (American Petroleum Institute). (2012). *Welded Tanks for Oil Storage*. Washington, U.S.A.: API.
12. ASTM-American Society for Testing and Materials. (2001). *D 1078-01 (Standard Test Methods for Distillation Range of Volatile Liquids)*. Philadelphia, U.S.A.: ASTM.

13. ASTM-American Society for Testing and Materials. (2003). *D445-03 Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids ( and the Calculation of Dynamic Viscosity)*. Philadelphia, U.S.A.: ASTM.
14. ASTM-American Society for Testing and Materials. (2003). *D445-03 Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and the Calculation of Dynamic Viscosity)*. Philadelphia, U.S.A.: ASTM.
15. Banco Central del Ecuador. Recuperado de [https://contenido.bce.fin.ec/resumen\\_ticker.php?ticker\\_value=activa](https://contenido.bce.fin.ec/resumen_ticker.php?ticker_value=activa) (Julio, 2016)
16. Blackwell, W. (1984). *Chemical Process Design on a Programmable Calculator*. New York, U.S.A.: McGraw-Hill.
17. Castells, X. (2005). *Tratamiento y Valorización Energética de Residuos*. Cataluña, España: Díaz Santos.
18. Castells, X. (2008). *Reciclaje de Residuos Industriales Residuos Sólidos Urbanos y Fangos de Depuradora* (2da. ed.). Madrid, España: Díaz Santos.
19. Chambre, A. (2014). *Effects of Carbon Filtration Type on Filter Efficiency: Granular Loose-Fill vs. Bonded Filters*. Recuperado el 02 de 2016, de <http://www.airscience.com/lib/sitefiles/pdf/WhitePapers/Carbon-Filtration-Whitepaper.pdf>
20. Chand, R., & Goyal, M. (2005). *Activated Carbon Adsorption*. Boca Raton, U.S.A.: Taylor & Francis Group.
21. Cheremisinoff, P. (2002). *Handbook of Water and Wastewater Treatment Technology*. Woburn, U.S.A.: Butterworth-Heinemann.
22. Chon, G., & Garrido, M. (2008). *Diseño Mecánico para una Tubería de Conducción de 14" Ø NOM a 16" Ø NOM entre Equipos de Almacenamiento de Benceno*. (Tesis Curricular que para Obtener el Título de Ingeniero Mecánico). Instituto Politécnico Nacional, México, México., México.
23. Clark, R., & Lykins, B. (1991). *Granular Activated Carbon Design, Operation and Cost*. Michigan, U.S.A.: Lewis.



24. Conway, A., Duckett, J., Frick, J., Warner, J., & Wiles, C. (1989). *Hazardous and industrial solid waste minimization practices*. Baltimore: ASTM.
25. Cummings, L., Matarazzo, A., Nelson, N., Sickels, F., & Storms, C. (Junio de 2015). *Recommendation on Perfluorinated Compound Treatment Options for Drinking Water*. Recuperado el Enero de 2016, de <http://www.nj.gov/dep/watersupply/pdf/pfna-pfc-treatment.pdf>
26. Dada, A., Olalekan, A., & Olatunya, A. (2012). Langmuir, Freundlich, Temkin and Dubinin–Radushkevich Isotherms Studies of Equilibrium Sorption of Zn<sup>2+</sup> Unto Phosphoric Acid Modified Rice Husk. *IOSR Journal of Applied Chemistry*, 3(1), 38-45.
27. Deithorn, R. (2012). Carbon Adsorption & Reactivation: Turning Obligation Into Opportunity in the Chemical Process Industry. *White Paper*, 2-6.
28. Denche, P. (2010). *Manual de Impresión Offset en Pliego y Bobina*. Barcelona, España: Starbook.
29. Dudamel, W., Dominique, D., & Cazeaudumec, Y. (2010). Modelado de la cinética de adsorción de plaguicidas en fase acuosa sobre carbón activado considerando efectos de la temperatura. *Interciencia*, 35 (4), 255-257.
30. Empresa Eléctrica Quito. Recuperado de <http://www.eeq.com.ec:8080/documents/10180/143788/Pliego+Tarifario+Enero+2016/414767b2-234d-4f10-a578-2c2990465c1f> (Julio, 2016)
31. Empresa Pública Metropolitana de Agua Potable y Saneamiento. Recuperado de [http://www.aguaquito.gob.ec/sites/default/files/documentos/pliego\\_tarifario\\_epmaps.pdf](http://www.aguaquito.gob.ec/sites/default/files/documentos/pliego_tarifario_epmaps.pdf) (Julio, 2016)
32. Escoda, S. (2014). Recuperado de [http://www.salvadorescoda.com/tecnico/RA/Catalogo\\_Tarifa\\_Resistencia\\_Electricas\\_dic2014.pdf](http://www.salvadorescoda.com/tecnico/RA/Catalogo_Tarifa_Resistencia_Electricas_dic2014.pdf) (Agosto, 2016)
33. Falconí, V. (2014). *Plan de marketing relacional; modelo de fidelización de clientes con el uso de estrategias de marketing para la empresa "boutique creativa" empresa que compite en el sector de publicidad e impresiones*. (Trabajo de titulación de grado previo a la obtención del título de Ingeniera Comercial). Pontificia Universidad Católica del Ecuador, Quito, Ecuador, Ecuador.

34. Falk, A., Hassan, A., & Neville, G. (2003). A Study of the Influence of Hydrophobicity of Activated Carbon on the Adsorption Equilibrium of Aromatics in Non-Aqueous Media. *Adsorption*, 9, 311-319. doi:10.1023/A:1026271830072
35. Ferhan, C., & Özgür, A. (2012). *Activated Carbon for Water and Wastewater Treatment*. Weinheim, Alemania: Wiley-VCH Verlag & Co.
36. Flores, J. (2013). *Automatización de una procesadora de placas (computer to plate) mediante un panel HMI con PLC integrado*. (Tesis previa a la obtención del título de ingeniero electrónico). Universidad Salesiana, Cuenca, Ecuador.
37. Foo, K., & Hameed, B. (2010). Insights into the modeling of adsorption isotherm systems. *Elsevier*, 2(10), 3-5.
38. Franco, M. (2010). *Degradación de compuestos orgánicos (covs) volátiles en fase gas por medio de ozono*. (Tesis para obtener el grado de maestro en ciencias con especialización en Ingeniería Química). Instituto Politécnico Nacional, México DF, México.
39. Giraldo, R. (2009). *Manual de técnicas de laboratorio químico*. Medellín, Colombia: Universidad de Antioquia.
40. Helmut, H. (2001). *Handbook of Print Media Technologies and Production Methods*. Berlin, Germany: Springer-Verlag.
41. Hernández, R. (2012). Técnicas artísticas de impresión. *Diseño y comunicación gráfica*, 2(2), 1-8.
42. Hoffman, E. (2011). *Process Technology Systems*. New York, U.S.A.: Delmar Cengage.
43. Inglezakis, V., & Pouloupoulos, S. (2006). Adsorption, Ion Exchange and Catalysis: Design of Operations and Environmental Applications. *Elsevier*, 31-33.
44. IPPC-Serie Prevención y Control Integrados de la Contaminación. (2011). *Mejores Técnicas Disponibles de referencia europea para la Incineración de Residuos*. Madrid, España: IPPC.
45. Jiménez, M. (2002). *Extensión de adsorción de compuestos fenólicos sobre carbón activado vegetal*. Toluca: Universidad Autónoma del Estado de México.

46. Kern, D. (1998). *Procesos de transferencia de calor*. México D.F., México: Cecsca.
47. King, C. (2003). *Procesos de Separación*. Barcelona, España: Reverté S.A.
48. Kreith, F., Manglik, R., & Bohn, W. (2011). *Principles of heat transfer (7 ed.)*. Stamford, U.S.A.: RKP.
49. Laitinen, H., & Harris, W. (1982). *Análisis Químico Texto avanzado y de referencia*. New York, U.S.A.: Reverté.
50. Lawrence, K., Wang, Y., & Nazih, K. (2007). *Physicochemical Treatment Processes (Vol. 3)*. New Jersey, U.S.A.: Humana Press Inc.
51. Lazo, C., Navarro, A., Sun-Kou, M., & Llanos, B. (2013). *www.researchgate.net*. Recuperado el Febrero de 2016, de [https://www.researchgate.net/publication/242709453\\_SYNTHESIS\\_AND\\_CHARACTERIZATION\\_OF\\_ORGANOPHILIC\\_CLAYS\\_AND\\_THEIR\\_USE\\_AS\\_ADSORBENTS\\_FOR\\_PHENOL](https://www.researchgate.net/publication/242709453_SYNTHESIS_AND_CHARACTERIZATION_OF_ORGANOPHILIC_CLAYS_AND_THEIR_USE_AS_ADSORBENTS_FOR_PHENOL)
52. Maldonado, L. (2008). *Estudio de la remoción de detergentes aniónicos tipo sulfato con carbón activado*. (Proyecto previo a la obtención del título de Ingeniera Química). Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador.
53. Marsh, H. (2006). Activated Carbon. *Elsevier*, 1, 10-11.
54. McKinney, R. (2004). *Environmental Pollution Control Microbiology: A Fifty-Year Perspective*. Lawrence, U.S.A.: Macerl Dekker.
55. Metcalf, L., Eddy, H., & Tchobanoglous, G. (2004). *Wastewater Engineering Treatment and Reuse (4ta ed.)*. New York, U.S.A.: McGraw-Hill.
56. Mohrig, J., Noring, C., & Schatz, P. (2010). *Techniques in Organic Chemistry*. (3ra ed.). New York, U.S.A.: W.H. Freeman and Company.
57. Mott, R. (1996). *Mecánica de fluidos aplicada*. México, México: Pearson.
58. Municipio del Distrito Metropolitano de Quito. (2014). "Resolución No. 002-SA-2014". Recuperado de [http://www.quitoambiente.gob.ec/images/M\\_images/documentos/resol\\_002\\_2014.pdf](http://www.quitoambiente.gob.ec/images/M_images/documentos/resol_002_2014.pdf) (Abril, 2015).

59. NTE INEN-ISO Norma Técnica Ecuatoriana, Instituto Ecuatoriano de Normalización Internacional, Organization for Standardization. (2014). *NTE INEN-ISO 1716:2010 Ensayos de Reacción al Fuego de Productos. Determinación del Calor Bruto de Combustión (valor calorífico)*. Primera Revisión. Quito, Ecuador: INEN.
60. NTE INEN-Norma Técnica Ecuatoriana, Instituto Ecuatoriano de Normalización. (1995c). *NTE INEN 1 986:94*. Recuperado de <http://www.inen.gob.ec/images/pdf/nte/1986.pdf> (Marzo, 2015).
61. NTE INEN-Norma Técnica Ecuatoriana, Instituto Ecuatoriano de Normalización. (1995c). *NTE INEN 1 988:94*. Recuperado de <http://www.inen.gob.ec/images/pdf/nte/1988.pdf> (Marzo, 2015).
62. NTE INEN-Norma Técnica Ecuatoriana, Instituto Ecuatoriano de Normalización. (1999). *NTE INEN 2 150:99 Solventes. Determinación de la Densidad Relativa*. Primera Revisión. Quito, Ecuador: INEN.
63. NTE INEN-Norma Técnica Ecuatoriana, Instituto Ecuatoriano de Normalización. (1999). *NTE INEN 2 150:99. Solventes. Determinación de la Densidad Relativa*. Quito, Ecuador: INEN.
64. NTE INEN-Norma Técnica Ecuatoriana, Instituto Ecuatoriano de Normalización. (2013). *NTE INEN 2176:2013-Calidad del agua. Muestreo. Técnicas de Muestreo*. Primera Revisión. Quito, Ecuador: INEN.
65. NTE INEN-Norma Técnica Ecuatoriana, Instituto Ecuatoriano de Normalización. (2013). *NTE INEN 1493-2013 Productos de Petróleo. Determinación del Punto de Inflamación de Copa Cerrada*. Segunda Revisión. Quito, Ecuador: INEN.
66. NTE INEN-Norma Técnica Ecuatoriana, Instituto Ecuatoriano de Normalización. (2013). *NTE INEN 2169:2013-Agua. Calidad del Agua. Muestreo Manejo y Conservación de Muestras*. Primera Revisión. Quito, Ecuador: INEN.
67. OSHA (Occupational Safety & Health Administration). (2012). *Toxic and Hazardous Substances 29 CFR 1910.1200*. Washington, U.S.A.: Gregory & Appel Insurance.
68. Oteyssa, P., Geijo, E., & Pericot, J. (2012). El sector de las artes gráficas. *Revista Sectorial de la Ingeniería Industrial*(24), 2-51.

69. Petlyuk, F. (2004). *Distillation theory and its application to optimal design of separation units*. Cambridge, U.K.: Cambridge.
70. Pozo, R. (2001). *Glosario Técnico de la Industria Gráfica*. Barcelona, España: Ediciones CPG.
71. Ramalho, R. (2003). *Tratamiento de aguas residuales*. Barcelona, España: Reverté.
72. Riat, M. (2006). *Técnicas Gráficas un enfoque a las técnicas de impresión y su historia*. Burriana, España: Díaz Santos.
73. Schutte, F. (2006). *The Water Research Commission The Water Institute of Southern Africa*. Pretoria, Sudáfrica: Gezina.
74. Smallwood, I. (2002). *Solvent Recovery Handbook* (2 ed.). Oxford, U.S.A.: Osney Mead.
75. Thakore, S., & Bhatt, B. (2007). *Introduction to Process Engineering and Design*. New Delhi, India: McGraw-Hill.
76. U.S. EPA-United States Environmental Protection Agency. (1989a). *Preliminary Data Summary for the for the Solvent Recycling Industry*. Washington, U.S.A.: EPA.
77. Walas, S. (1990). *Chemical Process Equipment Selection and Design*. Kansas, U.S.A.: Butterworth-Heinemann.
78. Wankat, P. (2008). *Ingeniería de procesos de separación* (2 ed.). México, México: Pearson.
79. Wu, J. (2004). *Modeling adsorption of organic compounds*. Umeå, Suecia: Solfjäders AB.
80. Yardney, W. (2016). Recuperao de <http://www.yardneyfilters.com/files/manuals/Granular%20Activated%20Carbon%20Filters/Industrial%20GAC%20Multi%20Tank%20Instruction%20Manual%202016.pdf> (Agosto, 2016)
81. Yunus, A. (2007). *Transferencia de calor y masa un enfoque práctico* (3 ed.). México D.F., México: McGraw-Hill.

**ANEXOS**

## ANEXO I

### FRECUENCIA DE MUESTREO PARA DESCARGAS CONTINUAS

**Tabla AI.1.** Número de muestras simples para descargas continuas según las horas por día que opera el proceso generador de la descarga

Horas por día que opera el proceso generador de la descarga	Número de muestras simples	Intervalo entre toma de muestras simples (Horas)	
		Mínimo	Máximo
Hasta 8	4	1	2
Más de 8 y hasta 16	4	2	3
Más de 16 y hasta 24	6	3	4

(MDMQ, 2014, p. 23)

### EJEMPLO DE CÁLCULO DEL VOLUMEN GENERADO A PARTIR DEL CAUDAL DE MUESTREO

Se utilizó los caudales promedio de las doce unidades de impresión presentados en la Tabla 3.1:

$$\frac{(23,55 + 22,12 + 22,85 + 2,05) \text{ mL/min}}{4} = 22,89 \text{ mL/min}$$

Se determinó el volumen generado durante la jornada diaria de 16 horas, por unidad de impresión:

$$\frac{22,89 \text{ mL}}{\text{min}} \times \frac{60 \text{ min}}{1 \text{ h}} \times \frac{16 \text{ h}}{1 \text{ d}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ gal}}{3,78 \text{ L}} = 5,806 \text{ gal/d}$$

Considerando las doce unidades de impresión:

$$12 \text{ unid.} \times \frac{5,806 \text{ gal}}{\text{d}} = 69,67 \text{ gal/d}$$

## ANEXO II

**LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES DE ACUERDO A LA  
ORDENANZA 404 PARA DESCARGAS LÍQUIDAS  
DENTRO DEL MDMQ**

**Tabla AII.1.** Parámetros a ser analizados y límites máximos permisibles para descargas líquidas relacionadas con las actividades de impresión, ordenanza 404 del MDMQ

Parámetro	Unidad	LÍMITE MÁXIMO PERMISIBLE	
		Alcantarillado	Cauce de agua
Aceites y grasas	mg/L	70	30
Arsénico	mg/L	0,1	0,1
Cadmio	mg/L	0,02	0,02
Cromo total	mg/L	-	-
DBO5	mg/L	170	100
DQO	mg/L	350	160
Fenoles	mg/L	0,2	0,2
Mercurio	mg/L	0,01	0,005
Plata	mg/L	0,5	0,1
Plomo	mg/L	0,5	0,2
Sólidos suspendidos	mg/L	100	80
Tensoactivos	mg/L	1	0,5

(MDMQ, 2014, pp. 24-25)



## ANEXO III

### **NORMAS PARA DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS SUSPENDIDOS (APHA 2540-D), ACEITES Y GRASAS (APHA 5520-B), DQO (APHA 5220-D), DBO5 (APHA 5210-B), TENSOACTIVOS (APHA 5540-C), FENOLES (APHA 5530-C) Y Cr TOTAL (APHA 3500-Cr B).**

#### **AIII.1. SÓLIDOS SUSPENDIDOS (APHA 2540-D):**

##### Equipos y materiales:

- Equipo de filtración al vacío
- Filtros para análisis gravimétrico: AP40 Millipore, 934AH Whatman
- Estufa
- Desecador con sílica azul como indicador colorimétrico de humedad
- Balanza analítica: precisión de 0,1 g
- Agitador magnético
- Probetas de diferentes volúmenes

##### Procedimiento:

- Preparación del filtro: Colocar el filtro en el equipo de filtración, aplicar el vacío y lavar 3 veces con 20 mL de agua destilada. Retirar el filtro, colocarlo sobre papel aluminio y secarlo en la estufa a temperatura entre 103-105 °C por 1 hora.
- Registrar el peso del filtro inmediatamente.
- Colocar el filtro en el equipo de filtración y aplicar la succión.
- Depositar un volumen seleccionado de muestra previamente agitada sobre el filtro.

- Retirar el filtro y secarlo en la estufa a 103-105 °C durante 1 hora.
- Enfriar la muestra en un desecador y pesar el filtro.
- Repetir el ciclo de secado: enfriamiento, desecado y pesado, hasta que la variación de su peso sea menor al 4 % y anotar los pesos del filtro.

Cálculos y expresión de resultados

$$SS = \frac{(P_2 - P_1) \times 1000}{V} \quad [A.1]$$

Donde:

$P_1$ : peso del filtro inicial (mg)

$P_2$ : peso del filtro más el residuo seco entre 103-105 °C (mg)

$V$ : volumen de la muestra tomada para filtrar (mL)

(APHA, 1999, pp. 250-251)

### **AIII.2. ACEITES Y GRASAS (APHA 5520-B):**

Acidificar la muestra con ácido clorhídrico HCL (1:1) en el mismo recipiente que fue tomada la muestra, refrigerar a 4 °C y analizar en un máximo de 28 días.

Equipos y materiales:

- Bomba de vacío
- Estufa
- Camisa de calentamiento
- Embudo buchner
- Cono de extracción
- Equipo de extracción Soxhlet
- Núcleos de ebullición
- Papel filtro Whatman N40

Reactivos:

- Ácido clorhídrico (1:1).
- Tierra de diatomeas en suspensión en suspensión 10 g/L en agua destilada.
- Éter de petróleo con punto de ebullición entre 60 y 70 °C.

Procedimiento:

- Marcar el nivel del líquido en el frasco de muestreo para determinar el volumen tomado de la muestra. Dicho volumen se denomina V y se registra en mL.
- Comprobar que el pH de la muestra es inferior a 2, si es necesario acidificar con HCL (1:1).
- Ubicar el papel filtro en el embudo Buchner, humedecerlo con agua destilada. Aplicar el vacío y pasar 100 mL de la suspensión de tierra de diatomeas a través del filtro y lavar con 1 L agua destilada.
- Filtrar la muestra recolectada y acidificada. Utilizando pinzas, transferir el filtro a un vidrio reloj. Pasar un papel filtro húmedo en solvente por el embudo Buchner y también por el frasco de muestreo, asegurándose de retirar las películas grasas y el material sólido presente. Juntar los dos filtros, envolverlos y ubicarlos en el cono de extracción.
- Secar el cono de extracción en una estufa a 103 °C por 30 minutos.
- Pesar el matraz de extracción conteniendo perlas de ebullición. Nombrar a dicho peso como  $p_1$ .
- Colocar el cono en el embudo de extracción Soxhlet. Adicionar aproximadamente 200 mL de éter de petróleo al frasco de extracción. Extraer aceites y grasas a una velocidad de 20 ciclos por hora durante 4 horas.
- Destilar el solvente del frasco de extracción en baño de agua a 70 °C. Al finalizar la condensación del solvente, retirar el frasco de extracción del baño de agua, cubrir el baño con un soporte adecuado y secar el frasco sobre el soporte por 15 minutos, pasar aire a través del residuo usando un vacío apropiado en el último minuto.

- Enfriar el frasco de extracción con ayuda de un desecador por 30 minutos y pesar. Registrar dicho peso como  $p_2$ .

Cálculos y expresión de resultados:

$$AyG = \frac{(p_2 - p_1) \times 100}{V} \quad [A.2]$$

Donde:

$P_1$ : peso del matraz con las perlas de ebullición previo a la extracción (g)

$P_2$ : peso del matraz con las perlas de ebullición posterior a la extracción (g)

$V$ : volumen de la muestra filtrada (mL)

(APHA, 1992, pp. 5-10)

### **AIII.3. DQO (APHA 5220-D):**

Equipos y Materiales:

- Espectrofotómetro, longitud de onda 600 nm, con adaptador de celda de 25 mm de diámetro
- Digestor: block de aluminio con huecos para alojar tubos de 25 mm de diámetro y capacidad de operación a 150 °C
- Tubos de digestión de borosilicato con tapa rosca, contratapa de teflón y resistente al calor
- Matraces aforados de 1 000 mL
- Pipetas aforadas de 1,2,3,4,5,10 mL
- Pipetas graduadas de 10 mL

Reactivos:

- Solución de digestión: Agregar 500 mL de agua destilada y 10,216 g de dicromato de potasio previamente secado a 103 °C durante 2 horas, 167 mL

de ácido sulfúrico concentrado y 33,3 g de sulfato mercúrico. Diluir, enfriar a temperatura ambiente y envasar a 1 000 mL.

- Solución de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ): Agregar sulfato de plata al ácido sulfúrico concentrado en una relación de 5,5 g/kg de ácido sulfúrico. Esperar de 1 a 2 días antes de usar esta solución para permitir la completa disolución del sulfato de plata.
- Solución estándar de ftalato ácido de potasio (KHP), 500 mg  $\text{O}_2/\text{L}$ : Secar el ftalato ácido de potasio hasta lograr un peso constante a 120 °C. Disolver 42 mg en agua destilada y diluir a 1000 mL en un matraz aforado y conservar la solución refrigerada a 4 °C.

Procedimiento:

- Curva de calibración: pipetear en los tubos de digestión: 1, 2, 3, 4, 5, 8 y 10 mL de la solución estándar de KHP y completar un volumen final de 10 mL con agua destilada. Las soluciones corresponden a 50, 100, 150, 200, 250, 400 y 500 mg  $\text{O}_2/\text{L}$  respectivamente.
- Preparar el blanco de reactivos, colocando 10 mL de agua destilada en un tubo de digestión.
- Agregar en cada tubo de digestión 6 mL de solución de digestión (7.1) y 14 mL de solución de ácido sulfúrico.
- Tapar los tubos de digestión y agitarlos vigorosamente. Colocar los tubos en el digester por 2 horas a 150 °C. Enfriar los tubos a temperatura ambiente ubicándolos en una gradilla cuidadosamente.
- Invertir los tubos en repetidas ocasiones y esperar a que el sólido sedimente.
- Descartar los tubos de digestión cuya solución posea color verde. Leer la absorbancia a 600 nm.
- Graficar la absorbancia versus mg  $\text{O}_2/\text{L}$  y trazar la mejor recta.

Cálculos y expresión de resultados:

$$DQO \left( \frac{\text{mgO}_2}{\text{L}} \right) = \frac{C \times 10}{T}$$

[A.3]

Donde:

$C$ : mg O<sub>2</sub>/L de la muestra leído de la curva de calibración

$T$ : mL de muestra tomada para el ensayo

Los resultados se expresan en mg de oxígeno consumido/L  
(APHA, 1992, pp. 5-6)

#### **AIII.4. DBO<sub>5</sub> (APHA 5210-B)**

Equipos y Materiales:

- Botellas de incubación de 300 mL de capacidad. Lavar las botellas previamente con detergente, enjuagar y secarlas antes de usarlas.
- Incubadora controlada termostáticamente a 20±1 °C. Evitar toda fuente de luz para evitar la posibilidad de producción de oxígeno disuelto por fotosíntesis.
- Electrodo de membrana selectiva de oxígeno con compensación automática de temperatura.

Reactivos:

- Solución buffer de fosfato: Disolver 8,5 g de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, 21,75 g de K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> y 1,7 g de NH<sub>4</sub>CL en 500 mL de agua destilada y diluir a 1 L. Controlar el pH debe ser de 7,2.
- Solución de sulfato de magnesio (MgSO<sub>4</sub>): Disolver 22,5 g de sulfato de magnesio con agua destilada y diluir a 1 L
- Solución de cloruro de calcio (CaCl<sub>2</sub>): Disolver 27,5 g de cloruro de calcio con agua destilada y diluir a 1 L.
- Solución de cloruro férrico (FeCl<sub>3</sub>): Disolver 0,25 g de cloruro férrico y diluir a 1 L.
- Soluciones ácidas y alcalinas: Soluciones 1 N. A) Solución ácida: agregar 28 mL de ácido sulfúrico lentamente con agitación en agua destilada y diluir

a 1 L. B) Solución alcalina: disolver 40 g de hidróxido de sodio (NaOH) en agua destilada y diluir a 1 L.

- Agua destilada.

#### Procedimiento:

- Preparación del agua de dilución: Colocar un volumen deseado de agua destilada en un recipiente y adicionar 1 mL de las soluciones: buffer fosfato, sulfato de magnesio, cloruro de calcio y cloruro férrico por litro de agua. Termostatar el agua de dilución previa a su uso a 20 ° C. El contenido de oxígeno debe estar próximo al de saturación a 20 °C.
- Blanco del agua de destilación: Incubar una botella de DBO con agua de dilución por 5 días a 20 °C conjuntamente con el ensayo de la muestra. Medir la concentración de oxígeno antes y después de la incubación. El consumo de oxígeno disuelto al cabo de los 5 días no debe ser mayor a 0,2 mg/L y de preferencia no exceder 0,1 mg/L. Un consumo superior a 0,2 mg/L indica que el agua ha sido contaminada con materia orgánica.

#### Tratamiento de la muestra:

- Ajustar el pH de la muestra entre 6,5 y 7,5 con solución de ácido sulfúrico o hidróxido de sodio de tal modo que la cantidad de reactivo no diluya la muestra en más del 0,5 %.
- Mantener las muestras a temperatura ambiente antes de proceder con las diluciones.

#### Determinación:

- Medida de oxígeno disuelto de la muestra (DDm): Determinar el oxígeno disuelto de la muestra con el electrodo de oxígeno de acuerdo a las instrucciones del manual del equipo. Evitar airear la muestra.
- Incubación: Incubar las botellas de DBO conteniendo las diluciones de la muestra y el blanco del agua dilución a 20 °C durante 5 días.

- Medida de oxígeno disuelto final: Determinar el oxígeno disuelto en las diluciones de la muestra al cabo de 5 días.

Cálculos y expresiones:

$$DBO_5 = \frac{(ODi - ODf) \times V}{T} \quad [A.4]$$

Donde:

*ODi*: concentración de oxígeno disuelto inicial ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )

*ODf*: concentración de oxígeno disuelto final ( $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ )

*V*: capacidad de la botella de  $DBO_5$  (L)

*T*: volumen de muestra tomada para la dilución (mL)

(APHA, 1992, pp. 5-6)

### **AIII.5. TENSOACTIVOS (APHA 5540-C)**

Equipos y Materiales:

- Espectrofotómetro a 652 nm, capaz de proporcionar un trayecto de luz de 1 cm de luz o superior.
- Fotómetro de filtro, con trayectoria de luz de 1 cm o superior, equipado con filtro de color rojo con transmitancia cercana a los 652 nm.
- Embudos de separación de 500 mL, con llaves de paso y tapones.

Reactivos:

- Solución de sulfato de alquilbenceno lineal ( $\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{NaO}_3\text{S}$ ) (SAL) de reserva: Pesar 1 g de SAL. Diluir en agua destilada a 1 000 mL. Conservar en refrigeración.
- Solución SAL patrón: Diluir 10 mL de solución SAL de reserva hasta 1 000 mL con agua destilada.



- Solución indicadora de fenolftaleína  $C_{20}H_{14}O_4$ .
- Hidróxido de sodio 1 N.
- Ácido sulfúrico 1 N y 6 N.
- Cloroformo ( $CHCl_3$ ).
- Reactivo azul de metileno ( $C_{16}H_{18}ClN_3S$ ): Disolver 100 mg de azul de metileno en 100 mL de agua destilada. Pasar 30 mL a un matraz de 1 000 mL. Añadir 500 mL de agua destilada, 42 mL de ácido sulfúrico 6 N y 50 g de fosfato de sodio monobásico monohidratado. Agitar hasta que se disuelva y diluir hasta 1 000 mL.
- Solución de lavado: Añadir 41 mL de ácido sulfúrico 6 N en 500 mL de agua destilada en un matraz de 1 000 mL. Agregar 50 g de fosfato ácido de sodio y agitar hasta que se disuelva. Diluir a 1 000 mL.
- Metanol
- Peróxido de hidrógeno al 30 %
- Lana de vidrio
- Agua destilada

#### Procedimiento:

- Curva de calibración: Añadir en 10 embudos de separación 0, 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15 y 20 mL de solución de SAL patrón. Añadir agua destilada hasta completar 100 mL en cada embudo. Dibujar la curva de calibración de la absorbancia versus los microgramos de SAL añadidos.
- Tratamiento con peróxido: Evitar la decoloración del azul de metileno, añadiendo unas cuantas gotas de peróxido de hidrógeno al 30 %.
- Apareamiento iónico y extracción: A) Añadir muestra a un embudo de separación. Alcalinizar con hidróxido de sodio 1 N, utilizando indicador de fenolftaleína. Eliminar el color rosa con ácido sulfúrico 1 N. B) Añadir 10 mL de cloroformo y 25 mL de azul de metileno. Agitar el embudo durante 30 segundos, dejar separar las fases. C) Separar la capa de cloroformo en un segundo embudo de separación. Enjuagar el primer embudo con cloroformo. Repetir la extracción dos veces, utilizando 10 mL de cloroformo. D) Combinar

todos los extractos de cloroformo en el segundo embudo de separación y añadir 50 mL de solución de lavado, agitar por 30 segundos. Dejar reposar y extraer la capa con cloroformo en un matraz de 100 mL. Extraer dos veces la solución de lavado con 10 mL de cloroformo y añadir al matraz. Tomar los lavados en el matraz y diluir hasta los 100 mL con cloroformo.

- Determinar la absorbancia a 652 nm frente a un blanco de cloroformo.

Cálculos y expresiones:

$$mg \frac{SAAM}{L} = \frac{\mu g SAL \text{ aparente}}{mL \text{ muestra original}} \quad [A.5]$$

Donde:

SAAM: sustancias activas para el azul de metileno

SAL: sulfato de alquilbenceno

(APHA, 1999, pp. 5-36)

### **AIII.6. FENOLES (5530-C)**

Equipos y Materiales:

- Espectrofotómetro a 460 nm, equipado con células de absorción con trayectorias de 1 a 10 cm.
- Embudos Buchner
- Papel filtro para extractos de cloroformo
- Equipo medidor de pH.
- Embudos de separación de 1 000 mL

Reactivos:

- Solución inicial de fenol: Disolver 1 g de fenol en agua destilada, diluir hasta 1 000 mL. A) Añadir 50 mL de solución de bromato-bromuro a 100 mL de

agua destilada, añadir 5 mL de ácido clorhídrico concentrado. Si persiste el color marrón del bromuro, añadir 10 mL de solución de bromato-bromuro. Tapar el matraz y dejar reposar 10 minutos, añadir 1 g de yoduro de potasio. B) Preparar el blanco con agua destilada y 10 mL de solución de bromato-bromuro. Titular el blanco y la muestra con tiosulfato de sodio 0,025 M, empleando almidón como indicador. C) Calcular la concentración de fenol.

- Solución intermedia de fenol: Diluir 10 mL de solución inicial de fenol en agua destilada hasta 1 000 mL.
- Diluir 50 mL de solución intermedia de fenol hasta 500 mL con destilada.
- Solución de bromato-bromuro: Disolver 2,784 g de bromato de potasio ( $\text{KBrO}_3$ ) anhidro en agua destilada, añadir 10 g de KBr, disolver y diluir hasta 1 000 mL.
- Ácido clorhídrico concentrado.
- Tiosulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) 0,025 M.
- Solución de almidón.
- Hidróxido de sodio 0,5 N.
- Solución tampón de fosfato: Disolver 104,5 g de fosfato dipotásico ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ) y 72,3 g de fosfato de potasio monobásico ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) en agua destilada y diluir hasta 1 L.
- Solución de 4-aminoantipirina: Disolver 2 g de 4-aminoantipirina en agua destilada y diluir hasta 100 mL.
- Solución de ferricianuro de potasio ( $\text{C}_6\text{N}_6\text{FeK}_3$ ): Disolver 8 g de ( $\text{C}_6\text{N}_6\text{FeK}_3$ ) en agua y diluir hasta 100 mL.
- Cloroformo
- Sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )
- Yoduro de potasio (KI): Cristales

#### Procedimiento:

- Colocar 500 mL de destilado, diluir hasta 500 mL en un vaso de 1 L. Preparar un blanco de 500 mL de agua destilada y una serie de patrones de fenol de 500 mL con 5, 10, 20, 30, 40 y 50  $\mu\text{g}$  de fenol.

- Añadir a la muestra, al blanco y a los patrones 12 mL de NH<sub>4</sub>OH 0,5 N. Pasar 10 mL de solución tampón de fosfato. Pasar a un embudo de separación de 1 L, añadir 3 mL de solución de aminoantipirina, mezclar bien. Añadir 3 mL de solución de (C<sub>6</sub>N<sub>6</sub>FeK<sub>3</sub>). La solución debe presentar color amarillo claro.
- Extraer con cloroformo, agitar el embudo de separación y dejar que el cloroformo sedimente.
- Filtrar cada extracto de cloroformo con ayuda del papel filtro.
- Colocar los extractos secos en celdas limpias para medir la absorbancia.
- Leer la absorbancia de la muestra, del blanco y las muestras patrón a 460 nm y graficar la absorbancia versus la concentración de fenol en microgramos.

Cálculos y expresiones:

$$\mu g \frac{\text{fenol}}{l} = \frac{C \times D \times 1\,000}{E \times B} \quad [A.6]$$

Donde:

*C*: concentración de fenol patrón (μg)

*D*: absorbancia de la muestra

*E*: absorbancia de la solución de fenol patrón

*B*: concentración de la muestra original (mL)

(APHA, 1999, pp. 1446)

### **AIII.7. CROMO TOTAL (3500-Cr B)**

Equipos y Materiales:

- Espectrofotómetro ajustado a 540 nm, con trayectoria de luz de 1 cm o superior
- Embudos de separación de 125 mL

**Reactivos:**

- Solución de cromo: Disolver 141,4 mg de  $K_2Cr_2O_7$  en agua destilada y diluir hasta 100 mL
- Solución estándar de cromo: Diluir 1 mL de la solución de cromo hasta alcanzar 100 mL
- Ácido nítrico ( $HNO_3$ )
- Ácido sulfúrico concentrado 18 N y 6 N
- Solución de ácido sulfúrico: Diluir 17 mL de ácido sulfúrico 6 N hasta 500 mL con agua destilada
- Ácido fosfórico concentrado ( $H_3PO_4$ )
- Indicador de metil anaranjado
- Peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) al 30%
- Hidróxido de amonio concentrado  $NH_4OH$
- Solución de permanganato de potasio: Diluir 4 g de  $KMnO_4$  en 100 mL de agua destilada
- Solución azida de sodio: Disolver 0,5 g de  $NaN_3$  en 100 mL de agua destilada
- Solución difenolcarbácida: Disolver 250 mg de 1,5-difenolcarbácida en 50 mL de acetona. Conservar en una botella oscura
- Cloroformo
- Solución cuproférica: Disolver 5 g de  $C_6H_5N(NO)ONH_4$  en 95 mL de agua destilada
- Hidróxido de sodio 1 N

**Procedimiento:**

- Curva de calibración: Pipetear volúmenes medidos de la solución estándar de cromo de 2 mL a 20 mL en frascos de 250 mL, transferir una pequeña cantidad de la solución a las celdas de absorción y medir la absorbancia a 540 nm, usar como blanco el agua. Construir la curva de calibración graficando la absorbancia versus los microgramos de cromo en 102 mL de volumen final.

- Pipetear una cantidad de muestra digerida, conteniendo de 10 a 100  $\mu\text{g}$  de cromo en un frasco de 125 mL, añadir varias gotas de indicador de metil anaranjado, agregar hidróxido de sodio concentrado hasta que la solución se torne de color amarillo. Ajustar el volumen a 40 mL, añadir 2 gotas de solución de  $\text{KMNO}_4$ . Hervir por dos minutos. Agregar 1 mL de solución de  $\text{NaN}_3$ .
- Añadir 0,25 mL de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  y ajustar el pH a  $1,0 \pm 0,3$  con ácido sulfúrico 0,2 N. Diluir la solución a 100 mL. Agregar 2 mL de solución de difenilcarbocida, agitar vigorosamente y dejar reposar por 10 minutos. Transferir una cantidad de muestra a una celda de absorción de 1 cm y medir la absorbancia a 540 nm.

Cálculos y expresiones:

Para muestras con digestión

$$mg \frac{Cr}{L} = \frac{\mu g Cr (en 102 mL de volumen final)}{A \times B} \times 100 \quad [A.7]$$

Para muestras sin digestión

$$mg \frac{Cr}{L} = \frac{\mu g Cr (en 102 mL de volumen final)}{A} \times 100 \quad [A.8]$$

Donde:

A: volumen de muestra original (mL)

B: porción de 100 mL de la muestra con digestión (mL)

(APHA, 1999, pp. 451)

## ANEXO IV

### NORMA PARA DETERMINACIÓN DEL RANGO DE DESTILACIÓN DE LÍQUIDOS ORGÁNICOS (ASTM D 1078)

#### Equipos y Materiales:

- Matraz de destilación de 200 mL
- Probeta con capacidad de 100 cm<sup>3</sup> con subdivisiones de 1 cm<sup>3</sup>
- Termómetro de inmersión parcial capacidad de lectura de 30 a 350 °C, con graduaciones de 1 °C
- Condensador y láminas de asbesto, espesor de 3 a 6 mm

#### Procedimiento

- Colocar 100 mL de muestra en el matraz de destilación
- Conectar el condensador, insertar el termómetro y colocar el recipiente graduado en la boca del condensador
- Ajustar el calentamiento para obtener una velocidad de destilación aproximada de 2 gotas por segundo, tomar la primera gota y anotar como punto inicial la temperatura mostrada por el termómetro en el momento en que cae la primera gota de condensado
- Anotar la temperatura del termómetro después de tomar 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 y 95 cm<sup>3</sup>
- Continuar con la destilación hasta alcanzar el punto seco, puede ocurrir que no se alcance el punto seco por descomposición de la muestra porque queda líquido en el fondo del matraz. De ser el caso anotar la anomalía

#### Cálculo y expresiones

- Expresar los resultados como las temperaturas obtenidas a la primera gota y punto seco.

## ANEXO V

### **NORMAS PARA DETERMINACIÓN DE LA DENSIDAD RELATIVA DE SOLVENTES (NTE INEN 2 150:99), VISCOSIDAD CINEMÁTICA Y DINÁMICA (ASTM D445-03), PUNTO DE INFLAMACIÓN EN COPA CERRADA (NTE INEN 1493)**

#### **AV.1. Densidad relativa (NTE INEN 2 150:99)**

##### Equipos y Materiales:

- Picnómetro de vidrio, 50 mL de capacidad
- Balanza analítica, con resolución de 0,1 mg
- Baño de agua con regulador de temperatura ajustada a  $20,0\text{ °C} \pm 0,2\text{ °C}$
- Termómetro, graduado en grados centígrados
- Estufa
- Embudo
- Erlenmeyer de 250 mL
- Papel filtro cualitativo
- Algodón hidrófilo para filtración

##### Procedimiento:

- Pesar el picnómetro limpio y seco con exactitud de 0,1 mg
- Colocar la muestra en el picnómetro cuidadosamente hasta la marca, evitando la formación de burbujas y taparlo
- Sumergir el picnómetro en el baño a  $20\text{ °C}$  hasta alcanzar el equilibrio térmico
- Sacar el picnómetro del baño, secar con papel filtro la parte exterior y pesar con exactitud de 0,1 mg



- Vaciar el picnómetro en el baño, colocar dentro de una estufa para secar por dentro y luego colocar agua destilada, hasta la marca del picnómetro evitando la formación de burbujas
- Sumergir el picnómetro en el baño de agua a 20°C hasta alcanzar el equilibrio térmico
- Retirar el picnómetro del baño, secar exteriormente y pesar con exactitud de 0,1 mg

Cálculos y expresiones:

La densidad en solventes a 20°C/20°C, se determina a través de la Ecuación A.9:

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{m_3 - m_1} \quad [A.9]$$

Donde:

$\rho$ : densidad relativa a 20°C/20°C

$m_1$ : masa del picnómetro vacío (g)

$m_2$ : masa del picnómetro con la muestra (g)

$m_3$ : masa del picnómetro con agua destilada (g)

## **AV.2. Viscosidad cinemática y dinámica (ASTM D445-03)**

Equipos y Materiales:

- Viscosímetro capilar de vidrio
- Baño a temperatura controlada de 15,00 a 100,00 °C ± 0,02°C

Procedimiento:

- Mantener el baño a la temperatura de ensayo, colocar el termómetro con el tubo emergente sobre la cubierta del baño.

- Seleccionar un viscosímetro limpio, seco y calibrado, el tiempo de flujo no debe ser menor a 200 s.
- Cargar el viscosímetro y dejar que permanezca en el baño un tiempo suficiente para alcanzar la temperatura de ensayo, puede ser de 30 minutos.
- Desplazar el nivel superior de la muestra a una posición en el brazo capilar del instrumento alrededor de 5 mm.
- Con la muestra fluyendo libremente, medir el tiempo para que el menisco pase desde la primera a la segunda marca registradora de tiempo.

Cálculos y expresiones:

La viscosidad cinemática se calcula por medio de la Ecuación A.10 y la viscosidad dinámica con la Ecuación A.11

$$V_c = C \cdot t \quad [A.10]$$

Donde:

$V_c$ : viscosidad cinemática ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )

$C$ : constante de calibración del viscosímetro ( $\text{mm}^2/\text{s}^2$ )

$t$ : tiempo de flujo (s)

$$\eta = \rho \cdot V_c \quad [A.11]$$

Donde:

$\eta$ : viscosidad dinámica ( $\text{mmPa/s}$ )

$\rho$ : densidad de la muestra ( $\text{g/cm}^3$ )

$V_c$ : viscosidad cinemática ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )

### **AV.3. Punto de inflamación en copa cerrada (NTE INEN 1493)**

Equipos y Materiales:

- Equipo de ensayo de copa cerrada. El equipo consta de copa y tapa de ensayo, obturador, dispositivo de agitación, fuente de calentamiento, fuego de ignición, baño de aire y plato superior.
- Termómetro de 10 a 200 °C

Procedimiento:

- Colocar la muestra en la copa de bronce hasta la marca interna.
- Calentar y cubrir con una tapa debidamente ajustada
- Agitar la muestra a velocidad constante
- Acercar la fuente de ignición hacia el interior de la copa de ensayo a intervalos regulares con interrupción simultánea de agitación hasta que se produzca el punto de inflamación y registrar la temperatura

Cálculos y expresiones:

Corregir el punto de inflamación con la Ecuación A.12.

$$\text{Punto de inflamación Corregido} = C + 0,033(760 - P) \quad [\text{A.12}]$$

Donde:

C: punto de inflamación observado (°C)

P: presión barométrica (mmHg)

## ANEXO VI

### NORMAS EMPLEADAS PARA LA CARACTERIZACIÓN FÍSICA DEL CARBÓN ACTIVADO GRANULAR

#### AVI.1. Índice de yodo del carbón activado (NTE INEN 1 988:94 (1995 c))

##### Equipos y Materiales:

- Balanza analítica, sensibilidad 0,001 g
- Estufa de temperatura regulable  $150 \pm 5$  °C
- Desecador, cloruro de sodio anhidro y otro desecante apropiado
- Frascos volumétricos, 500, 1 000 mL
- Frascos Erlenmeyers, 250, 500 mL
- Papel filtro Watman No 2v, o su equivalente
- Pipetas volumétricas de 10, 25, 50 y 100 mL
- Bureta volumétrica de precisión
- Plancha de calentamiento

##### Reactivos:

- Ácido clorhídrico al 5 % (w/w)
- Solución estándar de tiosulfato de sodio 0,1 N
- Solución estándar de yodo 0,1 N
- Solución de almidón 1 g/L

##### Procedimiento:

- Moler una muestra representativa de carbón activado hasta que el 95 % del carbón pase por el tamiz de 45  $\mu$ m
- Secar una porción de la muestra del carbón pulverizado por 2 horas a 140 °C
- Pesar 1 g de carbón pulverizado y seco en un erlenmeyer de 250 mL

- Añadir 10 mL de ácido clorhídrico al 5 % (w/w) y agitar el erlenmeyer hasta que la totalidad del carbón se haya humedecido
- Colocar el erlenmeyer sobre la plancha de calentamiento, llevar el contenido hasta ebullición y mantener durante 30 segundos
- Enfriar el erlenmeyer a temperatura ambiente y añadir 100 mL de solución de yodo 0,1 N
- Tapar el erlenmeyer y agitar vigorosamente durante 30 segundos, filtrar con el papel filtro Watman No. 2
- Descartar los primeros 20 ó 30 mL de filtrado
- Mezclar el filtrado con una varilla de vidrio y añadir 50 mL de filtrado en un erlenmeyer de 240 mL
- Titular los 50 mL de muestra con solución de tiosulfato de sodio 0,1 N, hasta que el color amarillo haya desaparecido. Añadir 1 mL de solución de almidón y continuar con la titulación hasta que el color azul del indicador haya desaparecido
- Anotar el volumen gastado de solución estándar de tiosulfato de sodio 0,1 N

Cálculos y expresiones:

$$\text{Número de yodo} = \frac{V}{m} \times f \quad [\text{A.13}]$$

Donde:

$$\frac{V}{m} = \frac{A - (2,2 \times B \times B_t)}{m_0} \quad [\text{A.14}]$$

$$C = \frac{N_2 \times V_t}{50} \quad [\text{A.15}]$$

$$A = N_1 \times 12693 \quad [\text{A.16}]$$

$$B = N_2 \times 126,93 \quad [\text{A.17}]$$

- V/m: mg de yodo absorbidos por g de carbón activado  
 C: normalidad del filtrado residual (para calcular f)  
 f: factor de corrección  
 V<sub>t</sub>: volumen utilizado de tiosulfato de sodio 0,1 N en mL  
 N<sub>1</sub>: normalidad de la solución estándar de yodo 0,1 N  
 N<sub>2</sub>: normalidad de la solución estándar de tiosulfato de sodio 0,1 N

### AVI.2. Densidad aparente del carbón activado (NTE INEN 1 986)

#### Equipos y Materiales:

- Balanza, sensibilidad 0,1 g
- Probeta de 100 mL
- Embudo de alimentación y recepción
- Embudo de recepción
- Estufa de temperatura regulable 150 ± 5 °C

#### Procedimiento:

- Secar la muestra de carbón activado hasta alcanzar un valor de masa constante a 150 ± 5 °C
- Colocar la muestra en el embudo. Si el material fluye prematuramente, retornar al depósito del embudo
- Dejar caer el material por el embudo a una probeta de 100 mL hasta que se llena completamente
- Pesar la probeta en la balanza

#### Cálculos y expresiones:

$$d_{ap} = \frac{m_1 \times (100 - \%H)}{10\,000} \quad [A.18]$$

Donde:

$d_{ap}$ : densidad aparente (g/mL)

$m_1$ : masa del carbón (g)

%H: porcentaje de humedad

## ANEXO VII

### PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE RESIDUOS DE DESTILACIÓN PARA ANÁLISIS DE METALES PESADOS

Procedimiento:

- Se pesó 40,30 g de muestra de residuo de destilación atmosférica y se sometió a un tratamiento térmico a 650 °C por 2 horas con la finalidad de eliminar los componentes volátiles y orgánicos.
- Se tomó de 100 mg de la muestra calcinada y se colocó en un reactor de teflón.
- Se adicionó 3 mL de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) y 3 mL de ácido fluorhídrico (HF), se tapó el reactor con ayuda de las llaves destinadas para el efecto y se llevó a un microondas por 2,3 minutos a potencia 5.
- Se refrigeró el reactor por 30 minutos y se llevó nuevamente el reactor al microondas. El procedimiento se repitió por tres ocasiones.
- Se añadió 5 mL de ácido clorhídrico (HCl), se llevó al microondas durante 5 minutos a potencia 5. Se retiró del microondas y se refrigeró por 30 minutos. El procedimiento se repitió por tres ocasiones.
- Posteriormente se llevó la muestra a un matraz y se aforó a 100 mL con agua destilada para la determinación de los elementos de interés (Zn, Pb, Cd, Co, Cu, Cr, Ni, Mo y V).



## ANEXO VIII

### PROCEDIMIENTO PARA DETERMINACIÓN DEL PODER CALORÍFICO (NTE INEN-ISO 1716)

- Se pesó 1 g de muestra y se colocó en el crisol.
- Luego se conectó el cable de ignición.
- Posteriormente se colocó el crisol en la bomba calorimétrica.
- Se añadió 1 mL de agua destilada en el interior de la bomba calorimétrica. con la finalidad de absorber cualquier gas ácido que se pudiera producir.
- Se cerró la bomba y se alimentó con oxígeno hasta alcanzar una presión de 3,0 MPa y se introdujo la bomba en el vaso calorimétrico.
- Se introdujo en el vaso calorimétrico la suficiente cantidad de agua destilada para cubrir la tapa de la bomba y se pesó. La cantidad de agua fue redondeada a 1 g. Los mismos que se utilizaron en la calibración.
- Se comprobó que la bomba no tenga fugas (sin presencia de burbujas) y se colocó el vaso calorimétrico en el depósito aislado de agua.
- Se llevó el agua del vaso calorimétrico hasta el equilibrio con el depósito aislado. Se anotó la temperatura del agua en el vaso cada minuto hasta que no exista variación en la temperatura y se anotó la temperatura.
- Se cerró el circuito y se produjo la combustión y se anotó la temperatura del agua en el vaso calorimétrico cada minuto hasta que se logró el equilibrio y se anotó la temperatura final como temperatura máxima.

Con los datos registrados se procedió a calcular el poder calórico para los cinco ensayos.

## ANEXO IX

### EJEMPLO DE CÁLCULO PARA LA DETERMINACIÓN DE LA ISOTERMA DE ADSORCIÓN

Ejemplo de cálculo para el ensayo con 0,1 g de carbón activado

$$X = V \cdot (C_o - C_f) \quad [A.19]$$

$$X = 0,1 L \cdot (3\,400 - 1\,019) \frac{mg\ DQO}{L} = 238,10\ mg\ DQO$$

$$X/m = 2\,381$$

Para obtener las isotermas se graficó el logaritmo de los mg adsorbidos/g de carbón activado versus el logaritmo de la concentración final de la DQO en la solución.

**Tabla AIX.1.** Resultado del ensayo de adsorción con carbón activado

C.A. [gr/100ml]	DQO final [mg/L]	X (mg)	X/m (mg/g)	Log Cf	LOG(X/m)
0,1	1 019	238,10	2 381,00	3,01	3,38
1	907	249,30	249,30	2,96	2,40
10	362	303,80	30,38	2,56	1,48

(DQO inicial 3 400 mg/L, volumen de agua residual 100 mL)

## ANEXO X

### BALANCE DE MASA Y ENERGÍA PARA LA PLANTA DE TRATAMIENTO DE LOS EFLUENTES LÍQUIDOS DE LA INDUSTRIA GRÁFICA

Se tomó como base de cálculo 1 hora

#### AX.1. Balance de masa en el destilador flash

Cálculo de la fracción vaporizada

Se calculó la temperatura de burbuja de la mezcla, el ejemplo desarrollado es para la metil etil cetona. Las constantes de Antoine se muestran en la Tabla AX.1.

**Tabla AX.1.** Constantes de Antoine de la metil-etil-cetona

COMPONENTE	A	B	C
MEK	3,9894	1150,207	-63,904

$$P_{SMEK} = 10^{(A-(B/(C+T))} \quad [A.20]$$

Donde:

$P_{SMEK}$ : presión de saturación de la metil-etil-cetona (bar)

T: temperatura (K)

Temperatura estimada 340 K

$$P_{SMEK} = 10^{(3,9894-(1151,207/(-63,904+340))} = 0,67 \text{ bar}$$

$$K_i = \frac{P_i}{P_{amb}} = \frac{0,67 \text{ bar}}{0,73 \text{ bar}} = 0,917$$

$$z_i \cdot K_i = 0,003 \cdot 0,917 = 2,75 \cdot 10^{-3}$$

En la Tabla AX.2 se muestran los valores calculados para todos los componentes a la temperatura estimada de 340 K.

**Tabla AX.2.** Resultados de la primera iteración a 340 K para el cálculo de la temperatura de burbuja

Componente	$z_i$	$P_i^\circ$ (bar)	$K_i$	$z_i \cdot K_i$
MEK	0,00	0,67	0,91	0,00
Hexano	0,09	0,95	1,31	0,12
Benceno	0,09	0,66	0,91	0,08
Tolueno	0,08	0,24	0,33	0,02
p-xileno	0,00	0,09	0,13	0,00
Acetato de etilo	0,33	0,71	0,98	0,32
agua	0,41	0,27	0,38	0,15

$$\sum_{i=1}^n z_i \cdot K_i = 0,70 \neq 1$$

Se asumió una nueva temperatura y se repite el cálculo.

Temperatura estimada 349 K y los valores se presentan en la Tabla AX.3.

**Tabla AX.3.** Resultados de la iteración a 349 K para el cálculo de la temperatura de burbuja

Componente	$z_i$	$P_i^\circ$ (bar)	$K_i$	$z_i \cdot K_i$
MEK	0,003	0,90	1,23	0,00
Hexano	0,09	1,26	1,73	0,16
Benceno	0,09	0,89	1,21	0,11
Tolueno	0,08	0,34	0,46	0,03
p-xileno	0,00	0,13	0,18	0,00
Acetato de etilo	0,33	0,97	1,33	0,47
agua	0,41	0,40	0,55	0,22

$$\sum_{i=1}^n z_i \cdot K_i = 1,00$$

La temperatura de burbuja calculada fue de 349 K.

Se estimó la temperatura de operación flash, la cual debe ser mayor a la temperatura de burbuja.

Temperatura estimada: 360 K, los valores calculados se presentan en la Tabla AX.4.

**Tabla AX.4.** Resultados de la iteración para el cálculo de la temperatura de destilación flash a 360 K

Componente	$z_i$	$P_i^\circ$ (bar)	$K_i$	$z_i/K_i$
MEK	0,00	1,27	1,74	0,00
Hexano	0,09	1,73	2,37	0,04
Benceno	0,09	1,24	1,70	0,05
Tolueno	0,08	0,49	0,67	0,11
p-xileno	0,00	0,20	0,28	0,01
Acetato de etilo	0,33	1,38	1,90	0,17
agua	0,41	0,62	0,85	0,48

$$\sum_{i=1}^n z_i/K_i = 0,87 \neq 1$$

Se repite el cálculo asumiendo una nueva temperatura. La temperatura flash fue determinada a 355 K, los valores se muestran en la Tabla AX.5.

**Tabla AX.5.** Resultados de la iteración para el cálculo de la temperatura de destilación flash a 355 K

Componente	$z_i$	$P_i^\circ$ (bar)	$K_i$	$z_i/K_i$
MEK	0,00	1,09	1,50	0,00
Hexano	0,09	1,50	2,06	0,04
Benceno	0,09	1,07	1,46	0,06
Tolueno	0,08	0,41	0,57	0,13
p-xileno	0,00	0,17	0,23	0,01
Acetato de etilo	0,26	1,18	1,62	0,16
agua	0,41	0,51	0,70	0,58

$$\sum_{i=1}^n z_i/K_i = 1$$

Fracción vaporizada estimada:  $\psi=0,50$

Se utilizó la Ecuación 1.10, para la metil etil cetona, la función fracción vaporizada es la siguiente:

$$f(\psi) = \frac{3 \cdot 10^{-3} \cdot (1,0 - 1,5)}{1,0 + 0,5 \cdot (1,5 - 1,0)} = -1,2 \cdot 10^{-3}$$

Se repite la operación con todos los componentes hasta que se cumpla la siguiente expresión:

$$\sum_{i=1}^n f(\psi_i) = 0,00$$

En la Tabla AX.6 se muestra los resultados para el ejemplo con  $\psi=0,50$  y con  $\psi=0,82$ .

**Tabla AX.6.** Resultados de la función fracción vaporizada de los componentes para  $\psi=0,50$  y  $\psi=0,82$

Componente	$z_i$	$K_i$	$\Psi (0,50)$	$\Psi (0,82)$
MEK	0,003	1,495	-0,001	-0,001
Hexano	0,091	2,058	-0,063	-0,052
Benceno	0,091	1,463	-0,034	-0,031
Tolueno	0,075	0,567	0,042	0,051
p-xileno	0,003	0,230	0,004	0,004
Acetato de etilo	0,328	1,621	-0,155	-0,135
agua	0,409	0,699	0,145	0,163

$$\sum_{i=1}^n f(0,50) = -0,06$$

$$\sum_{i=1}^n f(0,82) = 0,00$$

Por lo tanto la fracción vaporizada es 82 %.

Se calculó la composición molar en el líquido ( $x_i$ ) a partir de la Ecuación 1.5, como se muestra a continuación:

$$x_{mek} = \frac{3 \cdot 10^{-3}}{1 + 0,82 \cdot (1,5 - 1)} = 2 \cdot 10^{-3}$$

La fracción molar en la fase vapor fue determinada con la Ecuación A.21.

$$y_{mek} = x_{mek} \cdot K_{mek} \quad [A.21]$$

$$y_{mek} = 2 \cdot 10^{-3} \cdot 1,495 = 3 \cdot 10^{-3}$$

En la Tabla AX.7 se presenta la composición en las fases de vapor y de líquido para el destilador flash.

**Tabla AX.7.** Composición molar en las corrientes de vapor y de líquido para el destilador flash

Componente	$x_i$	$y_i$
MEK	0,002	0,003
Hexano	0,049	0,100
Benceno	0,066	0,096
Tolueno	0,117	0,066
p-xileno	0,008	0,002
Acetato de etilo	0,217	0,352
agua	0,543	0,379

Considerando una hora de operación:

$$F = \frac{370 \text{ gal}}{8 \text{ h}} \cdot \frac{3,785 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3}{1 \text{ gal}} \cdot \frac{850 \text{ kg}}{\text{m}^3} = 148,81 \frac{\text{kg}}{\text{h}}$$

$$F = \frac{148,81 \text{ kg}}{\text{h}} \cdot \frac{\text{kmol}}{58,68 \text{ kg}} = 2,53 \frac{\text{kmol}}{\text{h}}$$

$$V = \frac{2,53 \text{ kmol} \cdot (0,82)}{h} = 2,08 \frac{\text{kmol}}{h}$$

$$L = \frac{(2,53 - 2,08) \text{ kmol}}{h} = 0,46 \frac{\text{kmol}}{h}$$

**AX.2. Cálculo de la potencia requerida para calentar el volumen contenido en el tanque pulmón, se utilizó la Ecuación 2.2.**

El calor específico del acero inoxidable considerado fue de 500 J/(kg·K) y la densidad de 8 057,3 kg/m<sup>3</sup> (Cengel, 2007, 873).

$$m_F \cdot [\lambda_F + Cp_F \cdot \Delta t] = 148,81 \text{ kg} \cdot \frac{\text{kmol}}{58,68 \text{ kg}} \left[ \frac{35,62 \text{ MJ}}{\text{kmol}} + \frac{0,14 \text{ MJ} \cdot (355 - 290) \text{ K}}{\text{kmol} \cdot \text{K}} \right]$$

$$m_F \cdot [\lambda_F + Cp_F \cdot \Delta t] = 113,46 \text{ MJ}$$

$$m_{TP} \cdot Cp_{TP} \cdot \Delta t = \frac{(8,84 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3) \cdot (8\,057,3 \text{ kg/m}^3) \cdot (5 \cdot 10^{-4} \text{ MJ}) \cdot (355 - 290) \text{ K}}{\text{kg} \cdot \text{K}}$$

$$m_{TP} \cdot Cp_{TP} \cdot \Delta t = 2,31 \text{ MJ}$$

$$Q = (113,46 + 2,31) \text{ MJ} = 115,77 \text{ MJ}$$

La potencia requerida para una hora de operación:

$$Pot = \frac{115,77 \text{ MJ}}{1 \text{ h}} \cdot \frac{1 \text{ h}}{3\,600 \text{ s}} = 32,16 \text{ kW} \cdot \text{h}$$

Se determinó el consumo energético que demanda considerando una jornada laboral de 8 horas:

$$\text{Energía consumida: } 32,16 \text{ kW} \cdot 8 \text{ h} = 257,28 \text{ kW} \cdot \text{h}$$



Considerando el pliego tarifario al 31 de enero de 2016 para el sector industrial, 0,088 USD/kW·h (Empresa Eléctrica Quito, 2016).

$$\text{Costo} = (257,28 \text{ kW} \cdot \text{h}) \frac{0,088 \text{ USD}}{\text{kW} \cdot \text{h}} = 22,64 \frac{\text{USD}}{\text{día}}$$

**AX.3 Balance de energía en el condensador, el calor cedido al agua es la sumatoria del calor latente del vapor y el calor sensible para llegar a la temperatura de 310 K.**

$$\dot{m}_{\text{agua}} = \frac{\dot{m}_{\text{vapor}} \times [\lambda_{\text{vapor}} + C_{p_{\text{cond.}}} \cdot \Delta t_{\text{cond.}}]}{C_{p_{\text{agua}}} \times \Delta t_{\text{agua}}}$$

$$\dot{m}_{\text{agua}} = \frac{(2,08 \text{ kmol/h}) \cdot [3,52 \cdot 10^7 \text{ J/kmol} + (1,32 \cdot 10^5 \text{ J/kmol} \cdot \text{K}) \cdot (355 - 310) \text{ K}]}{(75 \cdot 200 \text{ J/kmol} \cdot \text{K}) \cdot (307 - 290) \text{ K}}$$

$$\dot{m}_{\text{agua}} = \frac{66,94 \text{ Kmol}}{\text{h}}$$

El caudal de agua requerida para el condensador es:

$$\dot{m}_{\text{agua}} = \frac{66,94 \text{ kmol}}{\text{h}} \times \frac{18 \text{ kg}}{1 \text{ kmol}} \times \frac{1 \text{ m}^3}{1000 \text{ kg}} = 1,22 \frac{\text{m}^3}{\text{h}}$$

El costo se calculó en base al pliego tarifario (EPMAPS, 2016), considerando 8 horas laborables.

$$\text{Costo} = 8 \text{ h} \cdot \frac{1,22 \text{ m}^3}{\text{h}} \cdot \frac{0,72 \text{ USD}}{\text{m}^3} = 7,02 \frac{\text{USD}}{\text{día}}$$

#### **AX.4. Ejemplo de cálculo de la potencia de la bomba requerida**

Se aplicó la ecuación de Bernoulli entre los puntos 1 y 2 como se muestra en la Figura AX.1.

$$H_B = \frac{P_2}{\gamma} + \frac{v_2^2}{2g} + z_2 + h_{f1-2} - \frac{P_1}{\gamma} - \frac{v_1^2}{2g} - z_1$$

Donde:

$h_{f1-2}$ : pérdidas debido a la fricción en la tubería, pérdidas por accesorios, por contracción y por expansión brusca (m)

La presión en los puntos 1 y 2 es la presión absoluta de la mezcla, puesto que los tanques no se encuentran abiertos al ambiente con la finalidad de minimizar pérdidas por evaporación de los solventes. Se utilizó una velocidad de flujo moderada de 1,2 m/s (Mott, 1996, p. 162).

$$H_B = \frac{138\,600 \frac{N}{m^2}}{\left(884,54 \frac{kg}{m^3}\right) \cdot \left(9,8 \frac{m}{s^2}\right)} + h_{f1-2} - \frac{78\,800 \frac{N}{m^2}}{\left(884,54 \frac{kg}{m^3}\right) \cdot \left(9,8 \frac{m}{s^2}\right)} - 0,51 \text{ m}$$

$$H_B = 6,41 \text{ m} + h_{f1-2}$$

$$Re = \frac{\left(1,2 \frac{m}{s}\right) \cdot \left(884,54 \frac{Kg}{m^3}\right) \cdot (0,013m)}{0,88 \cdot 10^{-4} \frac{Kg}{m \cdot s}} = 156\,804,81$$

Sobre la base del número de Reynolds ( $Re$ ), el flujo es turbulento, y la pérdida por fricción en la tubería depende también de la rugosidad relativa de la misma y fue calculada con la Ecuación A.22, a partir de los datos proporcionados para diferentes materiales en el diagrama de Moody que se presenta en la Figura AX.2, se optó por una tubería de hierro galvanizado (Chon y Garrido, 2008, p. 27).

$$\text{Rugosidad relativa} = \frac{\varepsilon}{D} \quad [A.22]$$

Donde:

$\varepsilon$ : rugosidad absoluta (mm)

$D$ : diámetro de la tubería

$$\frac{\varepsilon}{D} = \frac{0,15 \text{ mm}}{13,00 \text{ mm}} = 1,2 \cdot 10^{-2}$$

A partir del número de Reynolds ( $Re$ ) y a la rugosidad relativa, se obtuvo el factor de fricción de Darcy ( $f_D$ ) del diagrama de Moody y la pérdida de energía debido a la fricción ( $h_f$ ) se calculó con la Ecuación A.23

$$f_D = 0,039$$

$$h_f = f_D \cdot \frac{L}{D} \cdot \frac{v^2}{2 \cdot g} \quad [\text{A.23}]$$

Donde:

$L$ : longitud de la tubería (m)

$D$ : Diámetro de la tubería (m)

$v$ : velocidad de flujo (m/s)

$g$ : aceleración de la gravedad ( $m/s^2$ )

$$h_f = 0,039 \cdot \left( \frac{5,72 \text{ m}}{0,013 \text{ m}} \right) \cdot \left[ \frac{(1,2 \text{ m/s})^2}{2 \cdot (9,8 \text{ m/s}^2)} \right] = 1,05 \text{ m}$$

- Pérdidas por accesorios

Se utilizó el método de la longitud equivalente, los datos fueron tomados de la Tabla AX.8 y Tabla AX.9 Las pérdidas de carga producidas por los codos y por la válvula (V-1) se determinaron con la Ecuación A.24.

$$h_{cd,val} = f_T \cdot \frac{L_e}{D} \cdot \frac{v^2}{2 \cdot g} \quad [\text{A.24}]$$

Donde:

$h_{cd, val}$ : pérdida de carga debido a codo, válvula (m)

$f_T$ : factor de fricción

$L_e/D$ : longitud equivalente en diámetros de conducto

$v$ : velocidad de flujo (m/s)

$g$ : aceleración de la gravedad ( $m/s^2$ )

$$h_{cd} = 4 \cdot (0,027) \cdot (30) \cdot \left[ \frac{(1,2 \text{ m/s})^2}{2 \cdot (9,8 \text{ m/s}^2)} \right] = 0,24 \text{ m}$$

$$h_{val} = (0,027) \cdot (340) \cdot \left[ \frac{(1,2 \text{ m/s})^2}{2 \cdot (9,8 \text{ m/s}^2)} \right] = 0,67 \text{ m}$$

- Pérdida de entrada a la conducción, se calculó por medio de la Ecuación A.25.

$$h_L = K \frac{v^2}{2 \cdot g} \quad [A.25]$$

Donde:

$h_L$ : pérdida de carga a la entrada (m)

$K$ : coeficiente de resistencia de entrada

$v$ : velocidad de flujo en el conducto (m)

Se utilizó un valor para el coeficiente de resistencia de entrada ( $K$ ) de 0,20 (Mott, 1996, p. 280), el ejemplo de cálculo se presenta a continuación

$$h_L = 0,20 \cdot \frac{(1,2 \text{ m/s})^2}{2 \cdot (9,8 \text{ m/s}^2)} = 0,01 \text{ m}$$

- Pérdida de salida, se calculó a través de la Ecuación A.26.

$$h_s = K \frac{v^2}{2 \cdot g} \quad [\text{A.26}]$$

Donde:

- $h_s$ : pérdida de salida (m)  
 $K$ : coeficiente de resistencia de salida  
 $v$ : velocidad de flujo en el conducto (m)

Se utilizó un valor para el coeficiente de resistencia de salida ( $K$ ) de 1,00 (Mott, 1996, p. 272)

$$h_{f1.3} = 1,00 \cdot \frac{(1,2 \text{ m/s})^2}{2 \cdot (9,8 \text{ m/s}^2)} = 0,07 \text{ m}$$

$$H_B = (6,41 + 1,05 + 0,24 + 0,67 + 0,01 + 0,07) \text{ m} = 8,45 \text{ m}$$

La potencia teórica fue calculada a través de la Ecuación A.27.

$$Pot = H_B \cdot \gamma \cdot Q \quad [\text{A.27}]$$

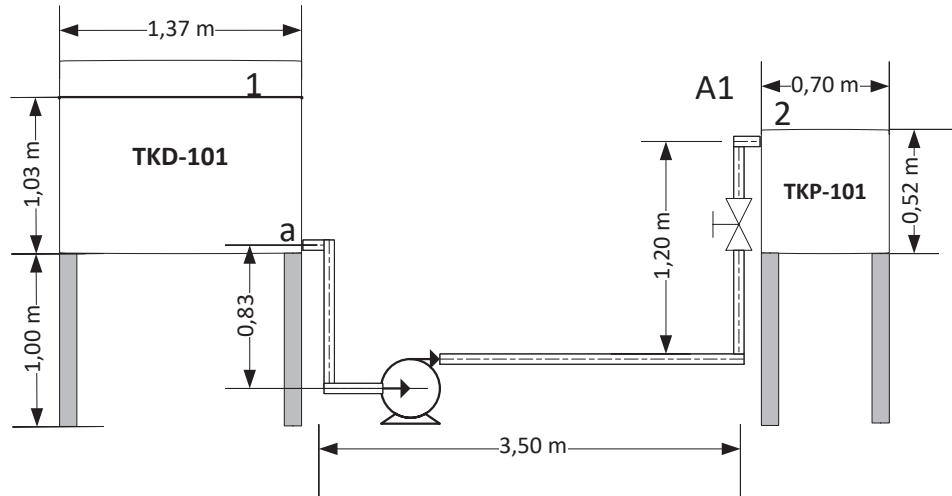
$$Pot = (8,45 \text{ m}) \cdot \left( \frac{8\,673 \text{ N}}{\text{m}^3} \right) \cdot \frac{0,18 \text{ m}^3}{\text{h}} \cdot \frac{1 \text{ h}}{3\,600 \text{ s}} = 3,66 \text{ W}$$

La potencia teórica de la bomba calculada es un valor bajo debido al caudal pequeño que se requiere, por lo tanto bastará una bomba de ¼ HP. Se calculó el consumo de energía para 8 horas de operación:

$$\text{Energía consumida: } 0,186 \text{ kW} \cdot 8 \text{ h} = 1,50 \text{ kW} \cdot \text{h}$$

Considerando el pliego tarifario al 31 de enero de 2016 para el bombeo de agua, 0,068 USD/kW·h (Empresa Eléctrica Quito, 2016).

$$\text{Costo} = (1,50 \text{ kW} \cdot \text{h}) \frac{0,068 \text{ USD}}{\text{kW} \cdot \text{h}} = 0,10 \frac{\text{USD}}{\text{día}}$$



**Figura AX.1.** Diagrama entre los tanques TKD-101 y TKP-101

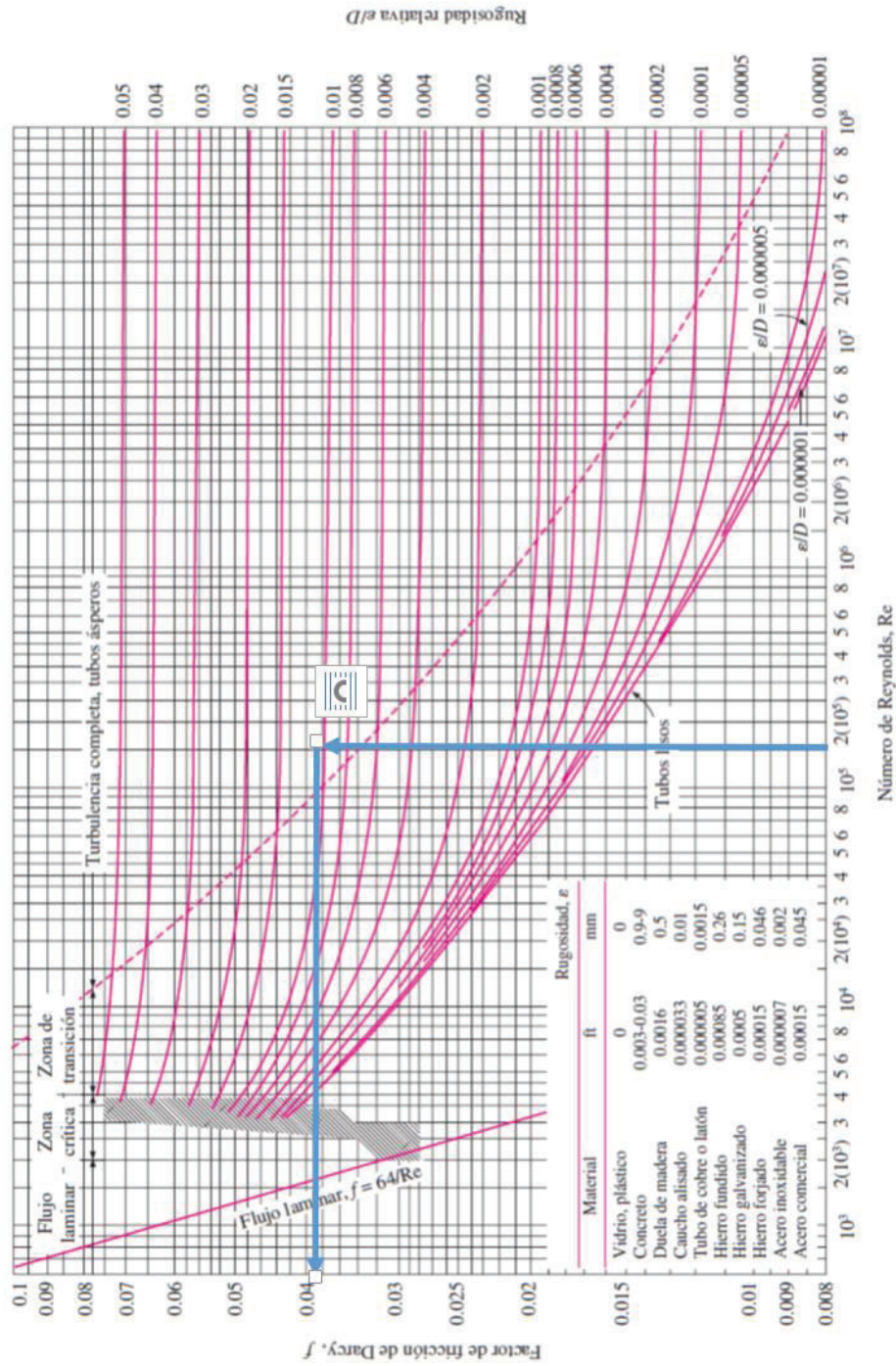


Figura AX.2. Diagrama de Moody  
(Yunus A, 2007, p. 867)

Tabla AX.8. Longitud equivalente para diferentes accesorios

Tipo	Longitud equivalente en diámetros de conducto, $L_e/D$
Válvula de globo—completamente abierta	340
Válvula de ángulo—completamente abierta	150
Válvula de compuerta—completamente abierta	8
—3/4 abierta	35
—1/2 abierta	160
—1/4 abierta	900
Válvula de verificación—tipo giratorio	100
Válvula de verificación—tipo de bola	150
Válvula de mariposa—completamente abierta	45
Codo estándar de 90°	30
Codo de radio de largo de 90°	20
Codo de calle de 90°	50
Codo estándar de 45°	16
Codo de calle de 45°	26
Codo de devolución cerrada	50
Te estándar—con flujo a través de un tramo	20
Te estándar—con flujo a través de una rama	60

(Mott, 1996, p. 283)

Tabla AX.9. Factor de fricción en zona de turbulencia para conductos de acero

Tamaño de conducto nominal (pulg)	Factor de fricción, $f_T$	Tamaño de conducto nominal (pulg)	Factor de fricción, $f_T$
1/2	0.027	4	0.017
3/4	0.025	5	0.016
1	0.023	6	0.015
1 1/4	0.022	8–10	0.014
1 1/2	0.021	12–16	0.013
2	0.019	18–24	0.012
2 1/2, 3	0.018		

(Mott, 1996, p. 284)



## ANEXO XI

**COEFICIENTE GLOBAL DE TRANSFERENCIA DE CALOR (U)  
PARA DIFERENTES SISTEMAS**

**Tabla AXI.1.** Coeficiente global de transferencia de calor (U) para diferentes sistemas

Duty	Overall Coefficients, <i>U</i>	
	(Btu/h ft <sup>2</sup> °F)	(W/m <sup>2</sup> K)
Steam to water		
instantaneous heater	400–600	2,270–3,400
storage-tank heater	175–300	990–1,700
Steam to oil		
heavy fuel	10–30	57–170
light fuel	30–60	170–340
light petroleum distillate	50–200	280–1,130
Steam to aqueous solutions	100–600	570–3,400
Steam to gases	5–50	28–280
Water to compressed air	10–30	57–170
Water to water, jacket water coolers	150–275	850–1,560
Water to lubricating oil	20–60	110–340
Water to condensing oil vapors	40–100	220–570
Water to condensing alcohol	45–120	255–680
Water to condensing Freon-12	80–150	450–850
Water to condensing ammonia	150–250	850–1,400
Water to organic solvents, alcohol	50–150	280–850
Water to boiling Freon-12	50–150	280–850
Water to gasoline	60–90	340–510
Water to gas oil or distillate	35–60	200–340
Water to brine	100–200	570–1,130
Light organics to light organics	40–75	220–425
Medium organics to medium organics	20–60	110–340
Heavy organics to heavy organics	10–40	57–200
Heavy organics to light organics	10–60	57–340
Crude oil to gas oil	30–55	170–310

(Kreith, 2011, p. 527)

## ANEXO XII

### CÁLCULO DE LA CANTIDAD DE CARBÓN ACTIVADO REQUERIDO PARA REMOVER LA CONCENTRACIÓN DE LA DQO

Se determinó la cantidad de carbón requerido a partir de la isoterma de Langmuir:

Base: 1 día

Volumen de agua residual: 0,113 m<sup>3</sup>

Concentración inicial de la DQO: 3 400 mg·L<sup>-1</sup>

Concentración final conforme a la norma: 350 mg·L<sup>-1</sup>

$$X = (3\,400 - 350) \frac{\text{mgDQO}}{L} \cdot 113\,L = 344\,650\, \text{mgDQO}$$

Se utilizó la Ecuación 3.2:

$$\frac{344\,650\, \text{mgDQO}}{m} = \frac{0,56 \cdot (350)}{1 - 9 \cdot 10^{-4}}$$

$$m = 1\,756,83\,g$$

El siguiente paso fue calcular la cantidad de carbón requerido a partir del ensayo en la columna empacada para lo cual se tomó de base un día y se procedió como se detalla a continuación:

Volumen de agua residual a ser tratada: 0,113 m<sup>3</sup>

Caudal: 0,006 L·min<sup>-1</sup>

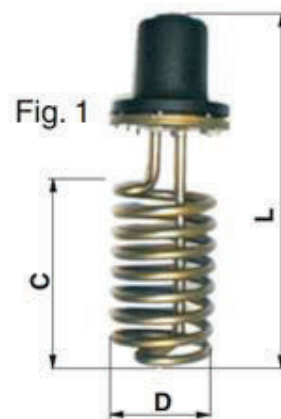
Cantidad de carbón requerido:

$$0,113\text{m}^3 \cdot \frac{1\,000\,L}{1\, \text{m}^3} \cdot \frac{192\,g\,C.A.}{2,88\,L} \cdot \frac{1\,kg\,C.A.}{1\,000\,g\,C.A.} = 7,53\,kg\,C.A.$$

## ANEXO XIII

## ESPECIFICACIONES DE LOS EQUIPOS SELECCIONADOS

## 1. RESISTENCIAS DE CALENTAMIENTO



Modelo	Dimensiones en mm				Voltios	Wattios	W/cm <sup>2</sup>	Material tubo	Material platina y caja conexiones
	C zona de calor	D	Øint.	L					
C010	135	73		240	~230	1500	3	AISI 321 Ø8	Acero
C011	165	73		270	~230	2000	4	AISI 321 Ø8	Acero
C012	225	73		330	~230	3000	4	AISI 321 Ø8	Acero
C001	100	120	95	210	~230	1000	4	AISI 321 Ø8	Acero
C002	100	160	130	210	~230	2000	4	AISI 321 Ø8	Acero
C003	150	210	184	260	~230	3000	4	AISI 321 Ø8	Acero
C004	150	210	180	260	~230	4500	3	AISI 321 Ø10	Acero
C302	170	170	118	270	3-230 Δ 3-400 Δ	3000	3	AISI 321 Ø8	Acero
C303	230	170	118	330	3-230 Δ 3-400 Δ	4500	4	AISI 321 Ø8	Acero
C304	160	245	190	260	3-230 Δ 3-400 Δ	6000	3	AISI 321 Ø8	Acero
C013	35	130	-	135	~230	1000	4	AISI 321 Ø8	Acero
C014	50	130	-	135	~230	2x1000	4	AISI 321 Ø8	Acero
C405	173	343	280	344	3-230 Δ 3-400 Δ	9000	3	AISI 316L 10	Acero Inox.

Figura AX.3. Especificaciones de las resistencias de calentamiento  
(Escoda, 2014, p, 8)

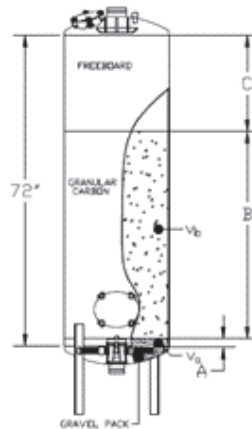
## 2. BOMBAS CENTRÍFUGAS



Modelo Model Modèle	P2		r.p.m.	Ø		Presión max. Max. pressure Pression max. (kg/cm <sup>2</sup> )	Caudal Flow Débit (l/h)
	kW	CV		Asp	Imp		
F-00/10	0,18	0,25	1450	1/4"	1/4"	5	90
F-00/11	0,18	0,25	1450	1/4"	1/4"	5	150
F-00/12	0,18	0,25	1450	3/8"	3/8"	7	300
F-00/16	0,25	0,33	1450	3/8"	3/8"	5	420
F-0	0,37	0,5	1450	3/4"	3/4"	7	600

Figura AX.4. Especificaciones de las bombas centrífugas  
(Alsina, 2015, p. 151)

## 3. FILTRO DE CARBÓN ACTIVADO



FILTER DIAMETER (INCHES)	1/2" TO 3/4" CRUSHED ROCK A (INCHES)	Va (ft <sup>3</sup> )	GRANULAR ACTIVATED CARBON B (INCHES)	Vb (ft <sup>3</sup> )	C (INCHES)
18	2	1.0	48	7.0	22.5
24	2	1.5	48	12.5	22.5
30	2	2.5	48	19.5	22.5
36	2	4.0	48	28.0	22.0
48	2	7.0	48	50.0	25.0
54	2	9.5	48	63.5	24.5

Figura AX.5. Especificaciones del filtro de carbón activado  
(Yardney, 2016, p. 8)