

Fundación Tecnológica de Costa Rica,
FUNDATEC.

Instituto Tecnológico de Costa Rica,
ITCR

Centro de Investigación en Protección
Ambiental (CIPA)

Informe Fase I de:

Contratación Directa: 2016CDS-000103-P

Proyecto:

**“Evaluación de regeneración
del medio adsorbente para
remoción de arsénico”**

13 de Diciembre 2016. Pavas, San José.

**CEDO AyA
5009**



**Instituto Costarricense de Acueductos y Alcantarillados
Centro de Documentación e Información
UEN Investigación y Desarrollo**



**AUTORIZACIÓN INSTITUCIONAL PARA PUBLICAR TESIS, ESTUDIOS,
ARTÍCULOS Y/O INFORMES PROPIEDAD INTELECTUAL DE AyA EN EL
REPOSITORIO DIGITAL DEL CEDI**

Yo, Jorge Luis Zapata Arroyo

N° Cédula: 2-0564-875

Dependencia: Gerencia General

Autorizo como Gerente General y representante legal del Instituto Costarricense de Acueductos y Alcantarillados (AyA) cédula jurídica 4-000-042138 al Centro de Documentación e Información (CEDI) de la UEN Investigación y Desarrollo la inclusión, publicación y difusión en su Repositorio Digital y Catálogo en línea (OPAC) la documentación incluida en la lista adjunta.

Se trata de estudios y documentos cuyos derechos intelectuales y de uso son exclusivos de nuestra institución.

E-mail: gerenciageneral@aya.go.cr **N° Teléfono:** 2242-5090

**JORGE LUIS ZAPATA
ARROYO (FIRMA)**

Firmado digitalmente por JORGE
LUIS ZAPATA ARROYO (FIRMA)
Fecha: 2022.08.29 19:48:12 -06'00'

Firma: _____

Nombre del proveedor:

Fundación Tecnológica de Costa Rica, FUNDATEC.

Instituto Tecnológico de Costa Rica, ITCR

Centro de Investigación en Protección Ambiental (CIPA)

Profesionales a cargo del proyecto:

Téc. Sup. Ma. Sofía Infante Alfaro

Dr. Johnny Valverde Cerdas

M.Sc. Carlos Calleja Amador

M.Sc. José Andrés Araya (No participa en esta I Fase)

Dr. Luis G. Romero Esquivel (Director del proyecto)



CEDO AyA
5009

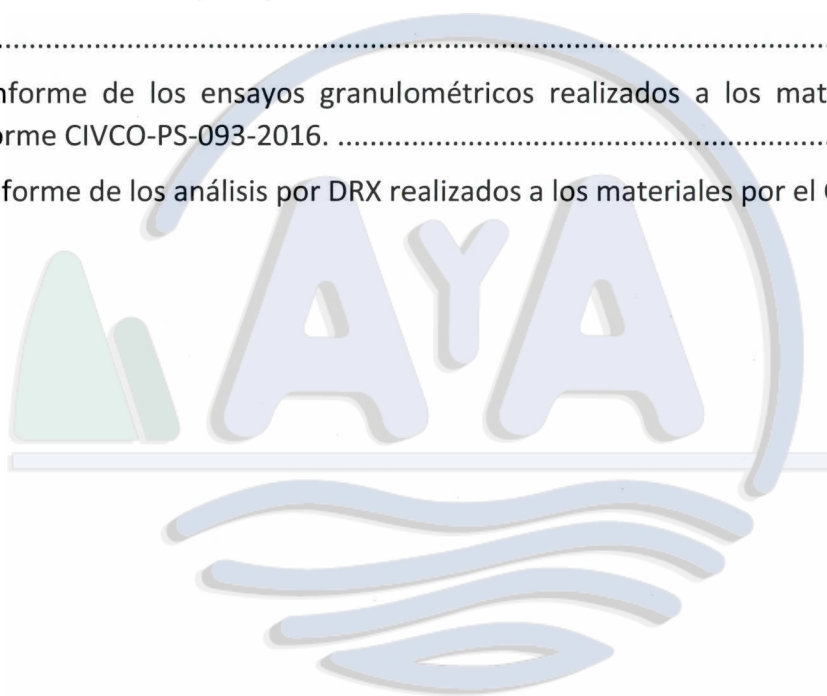


F: 6911

Contenido

Procedimientos y ensayos realizados.....	5
Caracterización inicial de los materiales.....	5
Granulometría.....	5
Difracción de Rayos X (DRX).....	6
Determinación de componentes químicos mediante digestión	6
Determinación de la capacidad de adsorción mediante isotermas.....	7
Isotermas de adsorción.....	7
Estudios de regeneración del material y su efectividad	10
Ensayos de regeneración	10
Determinación de la efectividad de los ensayos de regeneración.....	11
Métodos de análisis de los elementos evaluados	11
Determinación de arsénico	11
Determinación de titanio	12
Determinación de silicio.....	12
Resultados y discusión	13
Caracterización inicial de los materiales entregados por AyA.....	13
Granulometría.....	13
Difracción de rayos X	13
Composición química de los materiales (Digestión)	14
Capacidad de adsorción de los materiales recibidos (sin regenerar)	15
Capacidad de adsorción del material virgen.....	15
Capacidad de adsorción del material agotado de Quintas don Miguel (MA1)	17
Capacidad de adsorción del material agotado de Santa Cecilia (MA2)	19
Comparación de la capacidad de adsorción de los tres materiales recibidos.....	21
Efectividad del método de regeneración	21
Difracción de rayos X de los materiales regenerados	22
Capacidad de adsorción de los materiales sometidos a regeneración	22
Conclusiones y recomendaciones	27

Lista de referencias	28
APÉNDICES	29
Apéndice 1: Balance de masas iniciales y al finalizar la extracción	29
Apéndice 2: Curvas de calibración utilizadas en los análisis de arsénico, titanio y silicio.	30
Apéndice 3: Datos completos de la digestión de los materiales	32
Apéndice 4: Resultados completos de las isotermas de los adsorbentes MV, MA1 y MA2	35
Apéndice 5: Datos de isotermas con diferentes lavados.....	36
<i>Apéndice 6: Datos de ensayos tipo Batch</i>	40
Anexos.....	45
Anexo I: Informe de los ensayos granulométricos realizados a los materiales por el CIVCO. Informe CIVCO-PS-093-2016.	45
Anexo II: Informe de los análisis por DRX realizados a los materiales por el CIEMTEC ...	46



Procedimientos y ensayos realizados

En esta I Fase se trabajó con tres materiales suministrados por al UEN de Investigación y Desarrollo del AyA. Los materiales fueron recibidos en el laboratorio del Centro de Investigación en Protección Ambiental (CIPA) ubicado en el Campus del Instituto Tecnológico de Costa Rica (ITCR) el día 9 de setiembre de 2016 conjuntamente con el oficio REF: UEN-ID-2016-00510. En la Tabla I se detallan el tipo de material, cantidad y código asignado en el CIPA y que se continuará usando en este informe.

Tabla 1: Materiales utilizados en el estudio de regeneración

Tipo de material	Código CIPA	Masa recibida (g)
Material usado Identificada como Quintas don Miguel	MA1	3490,6
Material usado identificada como Santa Cecilia, Los Chiles	MA2	2890,0
Material virgen identificada como TiO ₂ de AyA	MV	1296,4

De acuerdo con el Volumen II Especificaciones Técnicas de la contratación los tres materiales fueron primeramente caracterizados mediante una serie de ensayos/análisis físicos y químicos. Después, fue evaluada su capacidad de adsorción inicial mediante ensayos de isothermas. Finalmente, los materiales MA1 y MA2 fueron sometidos a ensayos de regeneración tipo batch con hidróxido de sodio y, una vez regenerados, su capacidad de adsorción nuevamente fue evaluada mediante isothermas de adsorción. A continuación se presentan en detalle los procedimientos seguidos en cada caso.

Caracterización inicial de los materiales

Granulometría

El ensayo granulométrico fue realizado por el Centro de Investigación en Vivienda y construcción (CIVCO).

Procedimiento:

Se realizó la prueba acreditada por el ECA basada en ASTM C136: Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates (ASTM, 2006) y ASTM C117-13: Standard Test Method Materials Finer than 75- μ m (No. 200) Sieve in Mineral Aggregates by Washing (ASTM, 2013). Contrario a lo establecido por las normas, los materiales fueron secados por 72 horas a 50°C debido a que los mismos se compactaron al llevarlos a 105°C pudiendo alterar el resultado. También, no se determinó en detalle las cantidades de material que pasó la malla No. 200, ya que para la contraparte técnica de AyA dicha fracción solamente es importante como un todo.

Más detalles del procedimiento empleado se encuentran en el informe presentado por el CIVCO (Anexo I)

Difracción de Rayos X (DRX)

Los ensayos de DRX fueron realizados por el Centro de Investigación y Extensión en Materiales (CIEMTEC) del ITCR.

Procedimiento:

Para este análisis se utilizó un difractómetro de rayos-X PANalytical modelo Empyrean de la Escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales del Instituto Tecnológico de Costa Rica (ITCR). Previo al análisis de difracción se realizó una trituración fina de las muestras para optimizar la granulometría de los polvos para el ensayo de DRX, cada muestra triturada fue colocada en la probeta del equipo y esta fue introducida dentro de una cuna tipo reflexión – transmisión. Posteriormente, se realizó el análisis de Difracción con un tubo de Cobre ($\lambda=1.54 \text{ \AA}$) a una potencia de 45 kV y 40 mA, con un barrido de 15 a 90°. En este análisis se utilizó un Soller de 0.04 radianes en el extremo del tubo de rayos-X y un Soller large de 0.04 radianes en el extremo del detector, un slit de divergencia de 1/4° y un slit antiscatter de 1/2°. Para el filtrado de radiación $K\beta$ se utilizó un filtro de Níquel. Para la adquisición de datos se utilizó el Software Data Collector y para el análisis de los difractogramas (resultados obtenidos con el DRX) se utilizó el software HighScore Plus.

En el Anexo II se presentan los dos informes del CIEMTEC donde se encuentra el procedimiento en detalle y los resultados tanto para los materiales sin tratamiento de regeneración como para los materiales regenerados.

Determinación de componentes químicos mediante digestión

El procedimiento de digestión de las muestras se basó en la norma: ASTM D1394-76 Standard test method for Chemical Analysis of White Titanium Pigments (ASTM, 2014). Cada material fue digerido por triplicado siguiendo el procedimiento resumido a continuación.

Procedimiento.

Se pesaron alrededor de 0.5000 g de la muestra en un Matraz Erlenmeyer de 250mL. Seguidamente, se agregaron 20 mL de H_2SO_4 concentrado y 7g de $(NH_4)_2SO_4$, se mezcló bien y se llevó a ebullición por 10 minutos utilizando un mechero Meker. Luego, la mezcla fría se transfirió cuantitativamente y aforó a 100,00 mL con Agua ultrapura. Se transfirió a un beaker y se calentó nuevamente hasta ebullición, se dejó enfriar y un sólido formado se filtró utilizando papel Whatman #5 (18,5cm).

Para el posterior análisis de titanio y silicio se tomó 1,0000 mL y se llevó a volumen de 100,00 mL con agua ultrapura. Para la determinación de arsénico se tomó una alícuota de 2,000 mL e igualmente se diluyó a 100,00 mL.

Reactivos utilizados

Se utilizó ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) (J.T.Baker, A.C.S. Reagent, al 51%) y sulfato de amonio ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$) (J.T.Baker, A.C.S. Reagent)

Determinación de la capacidad de adsorción mediante isotermas

El procedimiento seguido, ampliamente mencionado en la literatura (Crittenden et al. 2012; Edzwald & Tobiason 2011; Sawyer et al. 2003), se basa en la elaboración de isotermas de adsorción. Este consiste en colocar diferentes masas de material en contacto con una disolución de arsénico y la medición de arsénico 24 horas después. Se asume que ese tiempo de contacto fue más que suficiente para alcanzar el equilibrio. Amy et al. (2005) reportaron, que el dióxido de titanio (Metsorb) alcanza el equilibrio en menos de 4 h.

Isotermas de adsorción

Procedimiento.

En recipientes plásticos se colocaron las masas de material especificadas en la Tabla 2. Se usaron 8 recipientes para las isotermas de los tres materiales recibidos, pero, para los materiales una vez sometidos al procedimiento de regeneración no siempre se contó con suficiente material debido a pérdidas en lavado de los mismos, y por tanto, se usaron 7 recipientes. Posteriormente, se agregaron 200 mL de la disolución de arsénico de 200 $\mu\text{g/L}$ o 60 $\mu\text{g/L}$ para el caso del MV y para los materiales agotados respectivamente. Los recipientes se agitaron en un agitador orbital de Hotech Instruments Corp durante 24 h a 25°C y 100 rpm. Transcurrido ese tiempo, las muestras fueron filtradas utilizando una membrana de acetato y celulosa de 0,45 μm y preservadas con ácido nítrico concentrado ($\text{pH} < 2$) para su posterior análisis. Se debe aclarar que el tiempo de contacto establecido en las isotermas se considera suficiente para alcanzar el equilibrio, tal como las 4 horas que reporta Amy et al (2005) para el producto comercial Metsorb a base de óxido de titanio. Además, la velocidad de agitación se estableció en 100 rpm porque a esa velocidad el material permanece esparcido uniformemente en el fondo del recipiente, sin formar acumulaciones, también, no permite la posible pulverización del material por una agitación elevada.

Tabla 2: Masas de adsorbentes utilizadas en los ensayos de isoterma.

Número de recipiente	Masa de adsorbente (g)	Razón S:L
#1	0,1000	1:2000
#2	0,2000	1:1000
#3	0,3000	1:666
#4	0,4000	1:500
#5	0,6000	1:333
#6	0,7000	1:300
#7	0,8000	1:250
#8	1,0000	1:200
#.9 (Blanco, Co)	0,0000	0

Reactivos utilizados

Las disoluciones de arsénico utilizadas fueron preparadas a partir de arsenato de sodio dibásico heptahidratado ($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) marca Sigma Aldrich. Se preparó una disolución madre de 50 ppm de As, de la cuál se tomaron 2.400 mL y se diluyeron a 2 000 mL para la solución de 60 $\mu\text{g/L}$ de As y 8,000 mL para la solución de 200 $\mu\text{g/L}$ de As.

Ácido nítrico concentrado (Fisher Scientific, ACS Plus, 69.4%)

Isotermas utilizadas

Los datos generados fueron evaluados mediante tres tipos de isotermas: líneal, Freundlich y Langmuir.

Los parámetros que se estudian en el proceso son la densidad de adsorción "Q" (masa adsorbato/masa adsorbente), la concentración del adsorbato en el equilibrio "C" (masa adsorbato/volumen total) y el coeficiente de distribución sólido/líquido "K" (C. Sawyer et al., 2003). En la relación líneal tenemos:

$$Q=KC \quad (1)$$

Donde:

Q: cantidad de arsénico adsorbida en adsorbente ($\mu\text{g/g}$)

C: concentración del arsénico en equilibrio disuelta en el agua ($\mu\text{g/L}$)

K: coeficiente de distribución sólido/líquido (L/g)

La isoterma de Langmuir se presenta por medio de la ecuación:

$$Q = Q_m \frac{K_{ads}C}{1 + K_{ads}C} \quad (2)$$

Q: cantidad de arsénico adsorbida en adsorbente ($\mu\text{g/g}$)

Q_m : cantidad máxima de adsorbato requerido para saturar una unidad del masa del adsorbente (masa adsorbato/masa del adsorbente) ($\mu\text{g/g}$)

K_{ads} : constante de Langmuir ($\text{L}/\mu\text{g}$)

La isoterma de Freundlich esta definida por:

$$Q = K_{ads} C^{1/n} \quad (3)$$

Donde:

Q : cantidad de arsénico adsorbida en adsorbente ($\mu\text{g/g}$)

K_{ads} : coeficiente de distribución sólido/líquido o constante de Freundlich ($\mu\text{g/kg}(\mu\text{g/L})^{1/n}$)

n : exponente de Freundlich

Las isotermas de Langmuir y Freundlich se deben linealizar de la siguiente manera:

Isoterma de Langmuir:

$$\frac{1}{Q} = \frac{1}{Q_m} + \frac{1}{Q_m * K} * \frac{1}{C} \quad (4)$$

Isoterma de Freundlich:

$$\text{Log } Q = \text{Log } K_{ads} + \frac{1}{n} \text{Log } C \quad (5)$$

Para todos los casos se calcula Q como:

$$Q = \frac{(C_0 - C) * 0,2}{m_{ads}} \quad (6)$$

donde:

C_0 : es la concentración inicial de arsénico ($\mu\text{g/L}$) en la disolución

C : concentración del arsénico en equilibrio ($\mu\text{g/L}$)

m_{ads} : masa del adsorbente (g)

0,2L es la cantidad de disolución de arsénico utilizada.

Estudios de regeneración del material y su efectividad

Para la regeneración de los dos materiales agotados, MA1 y MA2, se utilizó el estudio de Hu et al (2015) como base. Al igual que en el estudio citado, en un primer ensayo se utilizó NaOH al 8%, posteriormente se trabajó con NaOH al 4% y finalmente al 2%. A continuación se detalla el procedimiento general utilizado por triplicado en ambos materiales.

Ensayos de regeneración

Procedimiento.

En tres recipientes de plástico se colocaron 20 g de cada muestra, MA1 y MA2, para un total de 6 recipientes junto con un recipiente extra sin muestra. A cada recipiente se le agregaron 200 mL de una disolución de hidróxido de sodio de la concentración apropiada (8%, 4% o 2%). Los recipientes se colocaron en un agitador orbital marca Hotech Instruments Corp o Dragonlab, SK-O330-Pro ajustando a 100 rpm. Los ensayos se realizaron a 100 rpm y a 20°C o 25°C ya que ensayos previos demostraron que no hay un efecto significativo en el proceso de regeneración. Coloque en el equipo con las condiciones de 25°C y 100 rpm. Posteriormente, el líquido sobrenadante se descartó, no sin antes analizar su composición conforme se describe en el siguiente párrafo.

Transcurridas 24 h el líquido sobrenadante se filtró por membranas de nitrato de celulosa de 0.45 µm. Posteriormente, se tomó una alícuota de 1,00 mL y se diluyó a 50,00 mL, con agua Ultrapura. Dicha disolución se utilizó para la determinación de titanio y silicio. Para las determinaciones arsénico, se tomó del mismo 10,00 mL en 100,00 mL, y nuevamente se diluyó 1,00 mL en 100,00 mL.

A partir de este momento, el sólido regenerado se lavó por dos métodos diferentes que se detallan a continuación.

Método de lavado 1:

Con abundante agua ultrapura (alrededor de 40L por cada 20g) hasta obtener en el agua de los lavados un pH cercano a 7.

Método de lavado 2:

Con abundante agua ultrapura (alrededor de 45L por cada 20g) hasta obtener en el agua de los lavados un pH cercano a 7. Este lavado realizado con una columna para retener la mayor cantidad de adsorbente el cual se pierde en los lavados. Y acelerar el proceso utilizando una bomba peristáltica.

Método de lavado 3:

Se coloca 20 g de material con 200 mL de HCl 0.5M en el Agitador Orbital por un lapso de 24 horas, posteriormente se realizan lavados con Agua Ultrapura regulando el pH a 7

En ambos métodos de lavado se controló la liberación de arsénico mediante ensayos con el método Test Arsénico marca Merckoquant.

Reactivos utilizados

Se utilizó hidróxido de sodio Sigma-Aldrich, p.a. , Reag. ACS. Las disoluciones de hidróxido de sodio al 8,4 y 2% se prepararon al disolver 80, 40 y 20 g del reactivo en un litro de agua ultrapura. En todos los casos se utilizaron recipientes plásticos para evitar la disolución del sílice al usar vidrio.

Ácido nítrico concentrado (Fisher Scientific, ACS Plus, 69.4%).

Ácido Clorhídrico concentrado (Fisher Scientific, ACS Plus, 37%).

Determinación de la efectividad de los ensayos de regeneración

La efectividad de los diferentes ensayos de regeneración realizados a MA1 y MA2 se determinó mediante comparación entre la cantidad de arsénico determinado en la digestión de cada uno de ellos y la cantidad de arsénico extraído en el procedimiento descrito anteriormente. Además, una vez que al material sólido regenerado se lavó y se secó a 50°C, fue sometido a un ensayo de isoterma similar al efectuado a MV con 200 µgAs/L para determinar su capacidad de adsorción. Igualmente, el material fue sometido a un análisis DRX.

Métodos de análisis de los elementos evaluados

A continuación se describe los métodos usados para la determinación de los analitos de interés.

Determinación de arsénico

Para determinar el contenido de arsénico se utilizó la Espectrofotometría de Absorción Atómica por generación de hidruros con base en lo establecido en el Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water en su sección 3114 b (APHA, AWWA & WPCF 2005). Standard.

Se utilizó un espectrofotómetro marca Perkin Elmer AAnalyst 800. El método consistió en la generación de hidruros y la formación de AsH₃ (arsina) mediante la reacción con borohidruro de sodio y una mezcla reductora (mezcla 1:1 de disoluciones acuosas de yoduro de potasio al 5% m/v y ácido ascórbico al 5% m/v). Posteriormente, el arsénico trivalente total se analizó en el espectrómetro de absorción atómica.

Se elaboró una curva de calibración a 7 diferentes niveles de concentración (5, 40, 80, 100, 120, 160 y 200 µg/L de As) como se puede observar en la Figura A2.1 del Apéndice 2. Los patrones se prepararon con 5 mL de disolución de arsénico (a cada nivel de concentración), 5 mL de la disolución reductora y 5 mL de HCl concentrado. Se agitaron para homogenizar el contenido y se dejaron en reposo durante 45 minutos posteriormente se aforaron a 50 mL con agua ultrapura. Cada día de análisis se realizó una verificación de la curva con al menos 3 patrones a diferentes niveles de concentración, además de medir un estándar de 10 ppb.

El límite de detección fue de 0,01 µg/L y el de cuantificación es de 0,03 µg/L. Estos se calcularon según lo que indican Miller & Miller (2002).

Determinación de titanio

Para determinar el contenido de titanio se utilizó la técnica de Espectrometría de Absorción Atómica con llama de óxido nitroso – acetileno, con base en lo establecido en el Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water en su sección 3111 D (APHA, AWWA & WPCF 2005).

Se utilizó un espectrómetro marca Perkin Elmer AAnalyst 800. El método consistió en la succión directa de los patrones de calibración y las muestras, en una llama de óxido nitroso – acetileno, con flujos regulados de 14 mL/min y 8,2 mL/min, respectivamente.

Se elaboró una curva de calibración a 7 diferentes niveles de concentración (5,10 20, 40, 60, 80 y 100 mg/L de Ti) como se puede observar en la Figura A2.2 del Apéndice 2. Los patrones se prepararon por dilución directa de un estándar líquido certificado Fluka de (1000 ± 4) mg/L de Ti para absorción atómica de llama. Las muestras fueron medidas por nebulización directa en la llama.

El límite de detección fue de 0,004 mg/L y el de cuantificación es de 0,014 mg/L. Estos se calcularon según lo que indican Miller & Miller (2002).

Determinación de silicio

Para determinar el contenido de silicio se utilizó la técnica de Espectrometría de Absorción Atómica con llama de óxido nitroso – acetileno, con base en lo establecido en el Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water en su sección 3111 D (APHA, AWWA & WPCF 2005).

Se utilizó un espectrómetro marca Perkin Elmer AAnalyst 800. El método consistió en la succión directa de los patrones de calibración y las muestras, en una llama de óxido nitroso – acetileno, con flujos regulados de 14 mL/min y 8,8 mL/min, respectivamente.

Se elaboró una curva de calibración a 7 diferentes niveles de concentración (5,15 25, 50, 75, 100 y 150 mg/L de Si) como se puede observar en la Figura A2.3 del Apéndice 2. Los patrones se prepararon por dilución directa de un estándar líquido certificado Fluka de (1000 ± 8) mg/L de Si para absorción atómica de llama. Las muestras fueron medidas por nebulización directa en la llama.

El límite de detección fue de 0,003 mg/L y el de cuantificación es de 0,009 mg/L. Estos se calcularon según lo que indican Miller & Miller (2002).

Resultados y discusión

Caracterización inicial de los materiales entregados por AyA

La capacidad de adsorción de un material adsorbente depende, entre otros, de su granulometría y su composición química. Por tal razón, inicialmente se caracterizaron los materiales en ambos aspectos para comparar el material virgen, los materiales agotados y posteriormente, en esta Fase o una posterior, el material una vez regenerado.

Granulometría

La Tabla 3 presenta los resultados obtenidos en el análisis granulométrico realizado a los materiales proporcionados por el AyA (Ver en Anexo I el informe completo). En dicha Tabla se puede observar una clara degradación de los materiales después de su uso, MA1 y MA2, con respecto al material virgen. Este último, presenta la mayoría del material entre 0,841 mm y 0,149 mm, equivalente a un 94,2% del material en ese rango de tamaño. Contrariamente, MA1 presenta solamente un 26,5% del material entre 2,000 mm y 0,149 mm, con aproximadamente un 50% de material fino por debajo de los 0,074 mm. El deterioro presentado por la muestra de MA2 es aún mayor, con 22,4% en el rango de 0,841 mm a 0,149 mm, y casi un 60% del material fino pasando la abertura de malla de 0,074 mm. Estos resultados muestran que el uso y, probablemente, el retrolavado a que son sometidos los materiales en los filtros generan una seria disminución del tamaño de partícula y debería considerarse si el material se debe tamizar antes de un posible tratamiento de regeneración.

Tabla 3: Análisis Granulométrico de Materiales Adsorbentes

Análisis Granulométrico	Tamaño de abertura (mm)	Tamiz	%Pasando MV	%Pasando MA1	%Pasando MA2
	4,760	No. 4		100,0	
	2,000	No. 10	100	99,5	
	0,841	No. 20	99,9	93,6	100
	0,420	No. 40	56,7	92,8	99,9
	0,149	No. 100	5,3	72,9	77,6
	0,074	No. 200	4,5	49,0	59,3

Difracción de rayos X

La técnica de rayos X permite determinar el tipo de polimorfos (misma composición química pero diferente estructura) que presenta una sustancia. Se debe aclarar que no permite realizar una cuantificación confiable de la cantidad de material presente, por esa razón los materiales también fueron sometidos a un procedimiento de digestión, presentada en la siguiente sub-sección, para determinar su composición química.

Mediante los análisis de DRX realizados en el CIEMTEC se determinó que los materiales efectivamente están formados por dióxido de titanio (Tabla 3). En el caso del material virgen se determinó la presencia de los polimorfos anatase y brookita, además de sulfato de calcio hidratado. En los materiales usados no se determinó brookita que, según Hanoer y Sorrel (2011) es inestable, por tanto, con el uso probablemente se transformó en

anatase. El sulfato de calcio hidratado podría ser algún aditivo que durante el uso pudo disolverse en el agua tratada. En cuanto al MA1 se confirma lo observado en el agua del pozo de Quintas don Miguel donde el Laboratorio Nacional de Aguas (LNA) ha reportado hasta 120 mg/L de silicio. Lo anterior, puede estar interfiriendo en la capacidad de remoción del adsorbente en dicho pozo. En MA2 solamente se detectó anatase, sin silicio, coincidiendo con la calidad de agua del pozo de Santa Cecilia.

Tabla 4: Caracterización por DRX de los materiales adsorbentes

Muestra	Nombre de la sustancia (polimorfos)	Fórmula
Material Virgen: MV	Dióxido de Titanio (Anatase)	TiO ₂
	Dióxido de Titanio (Brookita)	TiO ₂
	Sulfato de Calcio Hidratado	Ca(SO ₄) (H ₂ O) ₂
Material Agotado 1 (MA1) Quintas Don Miguel	Dióxido de Titanio (Anatase)	TiO ₂
	Dióxido de silicio	SiO ₂
Material Agotado 2 (MA2) Santa Cecilia, Los Chiles	Dióxido de Titanio (Anatase)	TiO ₂

Composición química de los materiales (Digestión)

Si bien mediante los análisis de DRX fue posible determinar la presencia de los principales componentes de los adsorbentes, no se determinó la cantidad de cada uno ni la presencia de arsénico. Por lo anterior, fue necesario realizar la caracterización química, previa a la digestión en medio ácido de los tres materiales. Se debe aclarar que el método de digestión, ASTM (2014), es utilizado para la digestión de pigmentos de dióxido de titanio, no de adsorbentes a base de dióxido de titanio, para esto último no se encontraron procedimientos estándar. Por lo anterior, se pudo haber dado algún tipo de interferencia. Además, se asumió que los silicatos en el material MA1 están en forma soluble, como es de esperar para que se adsorban e interfieran en la adsorción de arsénico.

Considerando las aclaraciones anteriores, en la Tabla 5 se presentan los resultados de la digestión realizada (ver en Apéndice 3 los datos completos). Los datos de cantidad de arsénico, titanio y silicio se presentan normalizados con respecto a la masa en gramos del adsorbente en las muestras aportadas por AyA. En este sentido es importante considerar que en las muestras recibidas pueden existir impurezas como materia orgánica u otros materiales provenientes del subsuelo característico del acuífero de cada pozo donde operan los filtros, influenciando los resultados netos. Además, existe la posibilidad que MA2 presentara algún tipo de material a base de silicio amorfo que no fue detectado por el equipo de rayos X que detecta materiales cristalinos. Finalmente, se aclara que estos datos serán utilizados más adelante para tener una aproximación al porcentaje de regeneración del material.

Tabla 5: Composición química de los materiales determinada mediante digestión (ASTM, 2014).

Material	µg As/g adsorbente	mg Ti/g adsorbente	mg Si/g adsorbente
MV	7 ± 1	682 ± 5	20 ± 6
MA1	759 ± 4	542 ± 2	45 ± 8
MA2	381 ± 19	612 ± 24	70 ± 11

Capacidad de adsorción de los materiales recibidos (sin regenerar)

Cada uno de los materiales recibidos fueron sometidos a isothermas de adsorción para poder comparar el MV con el MA1 y el MA2, y así, poder estimar el nivel de agotamiento de los materiales. Estos últimos, también fueron ensayados para posteriormente determinar su grado de recuperación. A continuación se presentan los resultados de las isothermas lineal, Langmuir y Freundlich para cada uno de ellos y posteriormente se realiza la comparación respectiva.

Capacidad de adsorción del material virgen

Conforme lo expuesto en la sección de procedimientos el MV fue evaluado con una disolución de 200 µg/L de arsénico, en vez de los 60 µg/L estipulados al momento de la contratación. Lo anterior porque es de esperar que este material posea todos sus sitios activos disponibles y, por tanto, su capacidad de adsorción sea mayor y al ponerlo en contacto con la disolución de 60 µg/L todo el arsénico sería adsorbido, sin poder hacer la isoterma.

En las Figuras 1-3 se puede observar que el comportamiento se puede representar por las tres isothermas escogidas. Sin embargo, la que mejor representa el sistema es la isoterma lineal ($r^2 = 0,977$), lo cual implica que a la concentración de trabajo la partición se da en una superficie homogénea y/o que es una concentración demasiado baja y aún no se ha saturado la superficie (Schwarzenbach et al. 2003). Si este último fuese el caso, lo importante es que aún es una concentración acorde con la problemática en Costa Rica y lo que se busca es comparar antes y después de la regeneración del material. Los datos de esta y las otras isothermas se encuentran en el Apéndice 4.

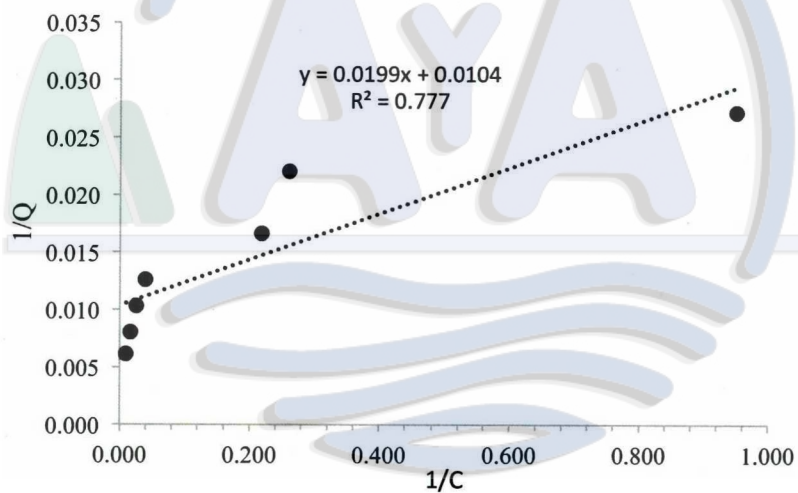
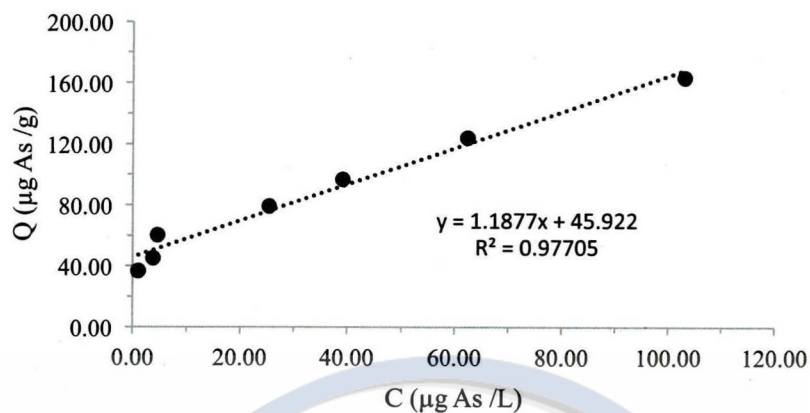
A partir de la pendiente de la ecuación de la recta de la Figura 3 se obtiene el coeficiente de distribución K: 1,188 L/g. Con este valor se puede obtener la capacidad de adsorción en equilibrio con 103 µgAs/L, concentración en equilibrio con la menor cantidad de adsorbente, y también la concentración a 10 µgAs/L, norma nacional, a partir de la ecuación de la recta. Los cálculos se presentan seguidamente:

Capacidad de adsorción experimental máxima:

$$Q = 1,188 \frac{L}{g} * 103 \frac{\mu g As}{L} + 45,92 = 168 \frac{\mu g As}{g}$$

La capacidad de adsorción según la norma nacional:

$$Q = 1,188 \frac{L}{g} * 10 \frac{\mu g As}{L} + 45,92 = 58 \frac{\mu g As}{g}$$



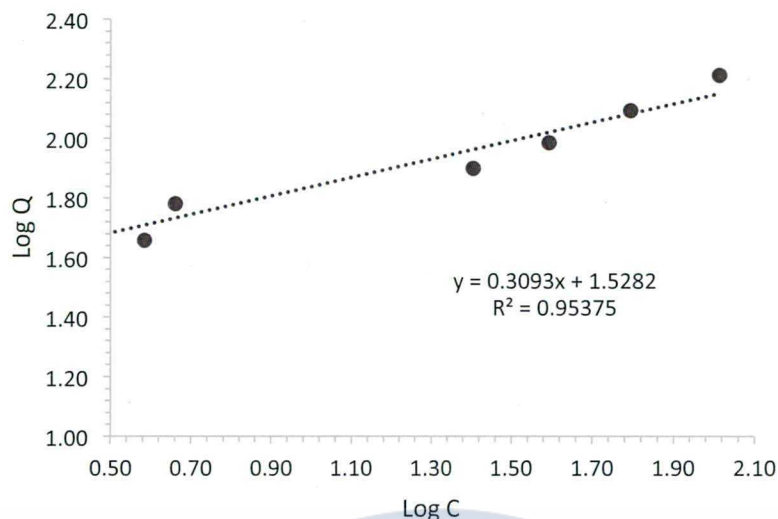


Figura 3: Isoterma de Freundlich del MV. Concentración de As 200 µg/L

Capacidad de adsorción del material agotado de Quintas don Miguel (MA1)

Al evaluar este material fue posible utilizar la concentración estipulada en la contratación de 60 µg/L, pues la gran mayoría de los sitios activos ya se habían agotado. Nuevamente, el fenómeno de adsorción fue descrito de mejor manera por el modelo lineal ($r^2 = 0,985$), evidenciando una buena partición del analito en la superficie del adsorbente y posiblemente la existencia de espacios disponibles (Schwarzenbach et al. 2003).

Similarmente, al caso de MV a partir de la pendiente de la ecuación de la recta de la Figura 5 se determina el coeficiente de distribución K: 9,646 L/g. Con dicho valor se puede obtener la capacidad de adsorción a 12 µg As/L, concentración en equilibrio con la menor cantidad de masa utilizada en el experimento, y también interpolar la concentración a 10 µgAs/L, norma nacional. Los cálculos se presentan seguidamente:

Capacidad de adsorción experimental máxima:

$$Q = 9,646 \frac{L}{g} * 12 \frac{\mu g As}{L} - 20,08 = 96 \frac{\mu g As}{g}$$

La capacidad de adsorción según la norma nacional:

$$Q = 9,646 \frac{L}{g} * 10 \frac{\mu g As}{L} - 20,08 = 76 \frac{\mu g As}{g}$$

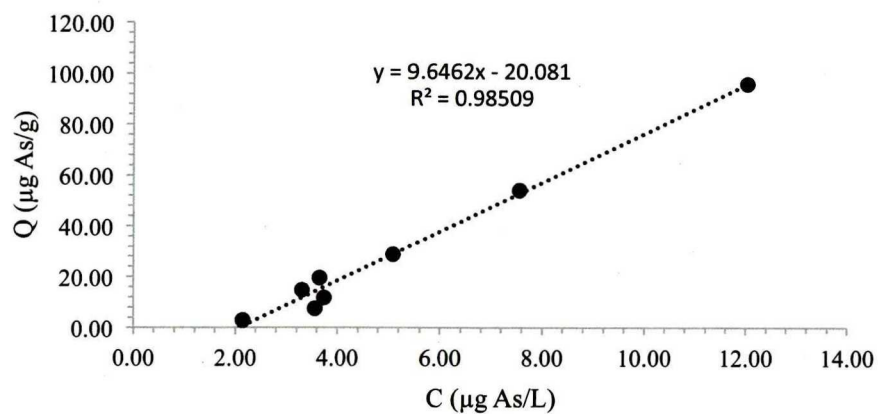


Figura 4: Isotherma lineal del MA1. Concentración de As 60 $\mu\text{g/L}$.

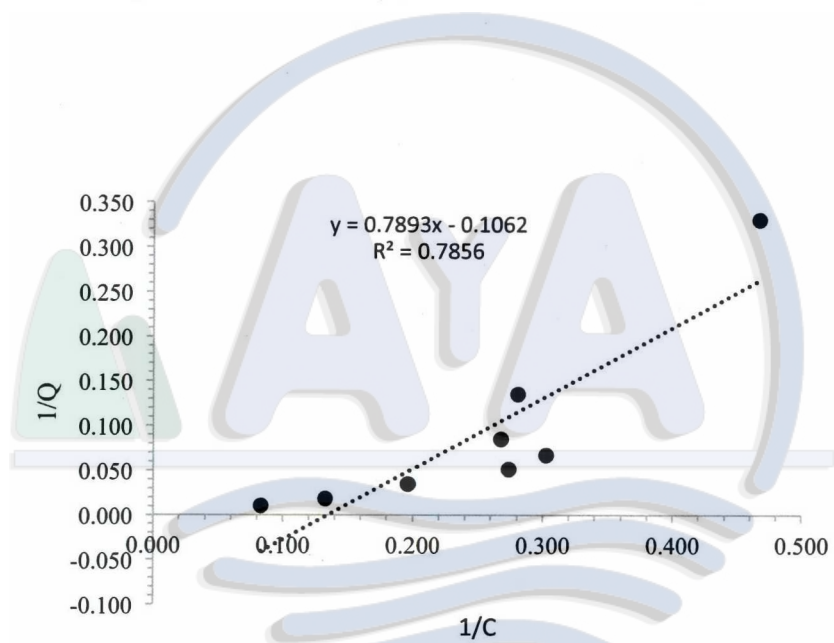


Figura 5: Isotherma Langmuir del MA1. Concentración de As 60 $\mu\text{g/L}$.

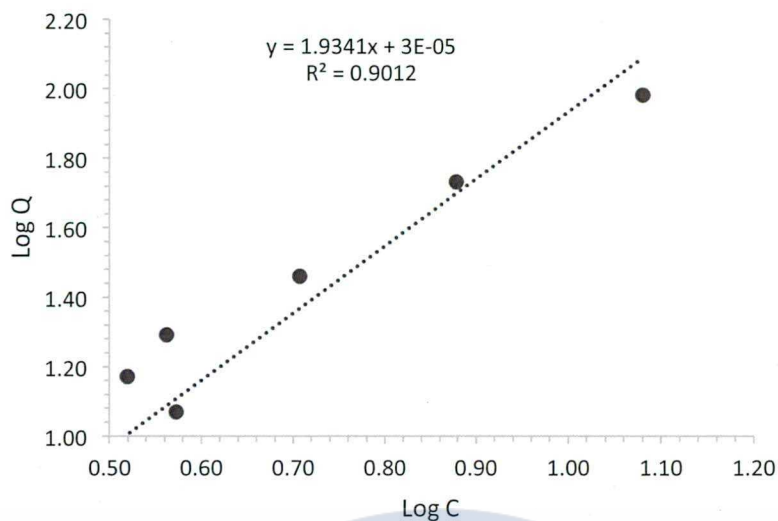


Figura 6: Isoterma Freundlich del MA1. Concentración de As 60 µg/L.

Capacidad de adsorción del material agotado de Santa Cecilia (MA2)

De forma similar al caso anterior el MA2 fue evaluado en contacto con 60 µg/L de arsénico. Igualmente, a los casos anteriores el mejor modelo fue el lineal ($r^2 = 0,983$), mostrando que a esa concentración podrían existir sitios disponibles de adsorción y una distribución homogénea del analito en el material adsorbente (Schwarzenbach et al. 2003). Siguiendo el mismo procedimiento aplicado en los dos casos anteriores a partir de la pendiente de la ecuación de la recta de la Figura 5 se determina el coeficiente de distribución K: 4,171 L/g. Con dicho valor se puede obtener la capacidad de adsorción a 28 µg As/L, concentración en equilibrio con la menor cantidad de masa utilizada en el experimento, y también interpolar la concentración a 10 µgAs/L, norma nacional. Los cálculos se presentan seguidamente:

Capacidad de adsorción experimental máxima:

$$Q = 4,171 \frac{L}{g} * 20 \frac{\mu g As}{L} - 17,69 = 66 \frac{\mu g As}{g}$$

La capacidad de adsorción según la norma nacional:

$$Q = 4,171 \frac{L}{g} * 10 \frac{\mu g As}{L} - 17,69 = 24 \frac{\mu g As}{g}$$

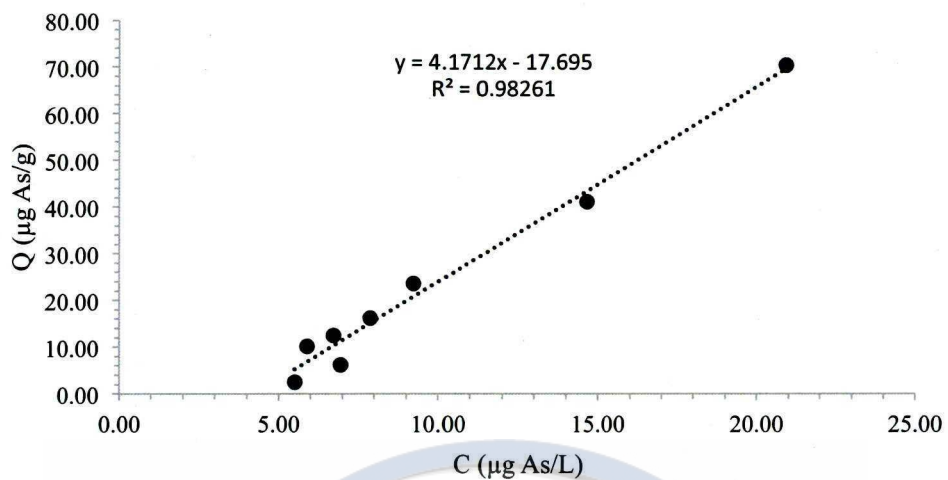


Figura 7: Isoterma lineal del MA2. Concentración de As 60 $\mu\text{g/L}$

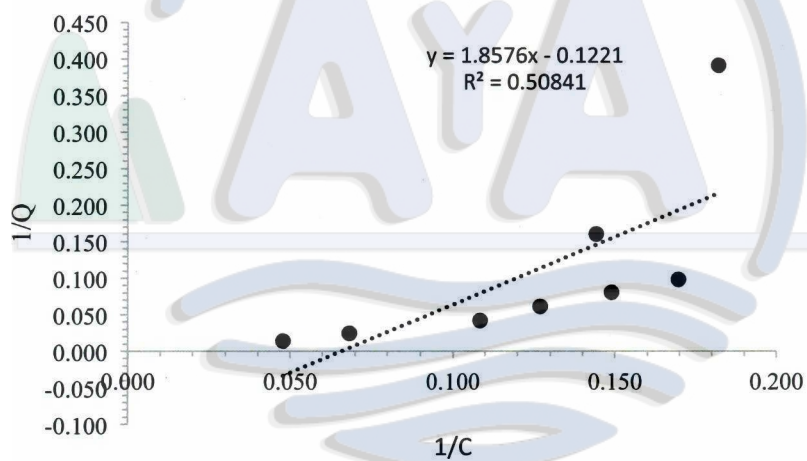


Figura 8: Isoterma de Langmuir del MA2. Concentración de As 60 $\mu\text{g/L}$

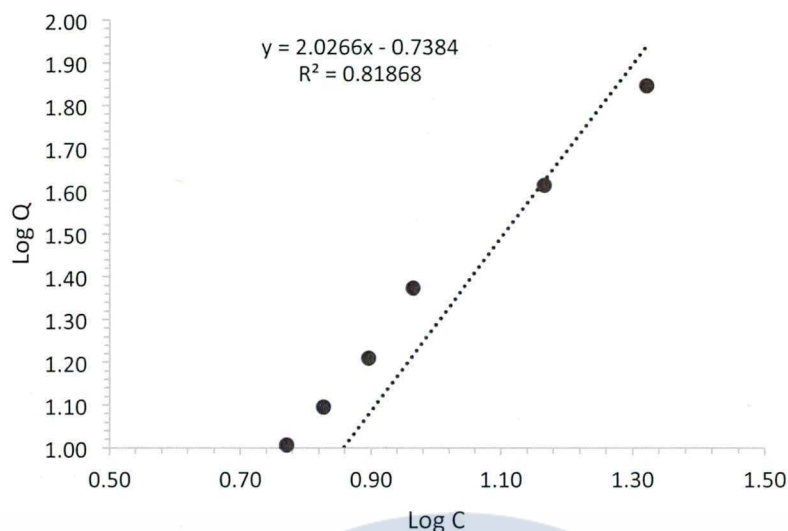


Figura 9: Isoterma Freundlich del MA2. Concentración de As 60 µg/L

Comparación de la capacidad de adsorción de los tres materiales recibidos

Según las isotermas anteriormente presentadas, el modelo que mejor representa la adsorción del arsénico para los tres materiales a las concentraciones utilizadas es el lineal. Por tanto, a partir de estos se debe comparar las características de adsorción de los tres materiales. En la Tabla 6 se puede observar que, como es de esperar, el MV presenta una mayor capacidad de adsorción. Es importante notar que MA1 y MA2 aún presentan capacidad de adsorción, lo cual se puede explicar porque los mismos son descartados en un punto de ruptura de 10 µg/L, no cuando la concentración de entrada y salida del sistema se igualan. Por tanto, los materiales aún tienen capacidad de adsorción. En este sentido se recomienda la operación de los sistemas en serie y no en paralelo como actualmente se hace.

Tabla 6: Capacidad de adsorción de los materiales según la isoterma lineal

Material	Concentración As en equilibrio µg/L	Capacidad de adsorción (µg/g)	Concentración Norma Nacional	Capacidad de adsorción (µg/g)
MV	103	168		58
MA1	12	96	10	76
MA2	21	66		24

Efectividad del método de regeneración

En una primera aproximación la efectividad del método de regeneración se basó en la comparación de la cantidad de arsénico determinada por digestión del material adsorbente con la cantidad extraída y contenida en el hidróxido de sodio. Conforme a los porcentajes de recuperación después de 24 horas de extracción, cercanas al 60%, son similares sin importar la concentración de hidróxido de sodio utilizada (ver todos los datos en el Apéndice 6). Al extender el tiempo a 48 horas el porcentaje aumenta levemente a

alrededor del 70%. Es importante notar que no se extrae titanio, mostrando la integridad del material. Además, la extracción de silicio es baja, lo que puede eventualmente limitar la cantidad de regeneraciones a realizar, ya que el silicato es un conocido interferente en la adsorción de arsénico.

Tabla 7: Balance de masa de los materiales regenerados en relación a la digestión realizada.

Parámetro	Material Virgen		Material Agotado 1		Material Agotado 2		
	Digestión	Digestión	Extracción con NaOH 2%	% Rec.	Digestión	Extracción con NaOH 2%	% Rec.
As ($\mu\text{g/g}$)	7 $\pm$ 1	759 $\pm$ 5	448 $\pm$ 24	59 $\pm$ 3	381 $\pm$ 19	248 $\pm$ 11	65 $\pm$ 4
			458 $\pm$ 18	60 $\pm$ 2		280 $\pm$ 31	73 $\pm$ 9
Ti (mg/g)	682 $\pm$ 5	542 $\pm$ 2	ND	ND	612 $\pm$ 24	ND	ND
			ND	ND		ND	ND
Si (mg/g)	20 $\pm$ 6	45 $\pm$ 8	3 $\pm$ 0,1	7 $\pm$ 1	70 $\pm$ 11	3 $\pm$ 0,1	4 $\pm$ 1
			4 $\pm$ 0,3	9 $\pm$ 2		4 $\pm$ 0,4	6 $\pm$ 3

Otro aspecto importante a considerar es el posterior lavado del material regenerado una vez que se descarta el NaOH 2% con que estuvo en contacto. En este sentido el mejor método de lavado fue el que incluyó el uso de ácido clorhídrico HCl 0,5M y posterior neutralización con agua en columna. El Apéndice 1 se muestra que con este tipo de lavado la pérdida de material regenerado es menor.

Difracción de rayos X de los materiales regenerados

Nuevamente los materiales, una vez regenerados con NaOH al 2% y secos fueron sometidos al análisis por difracción de rayos, esta vez con el objetivo de determinar si el adsorbente, específicamente el óxido de titanio presentó algún tipo de cambio morfológico. Conforme el informe II del CIEMTEC ambos materiales regenerados continúan presentando óxido de titanio en forma de anatase y en el caso del MA1 aún presenta dióxido de silicio.

Capacidad de adsorción de los materiales sometidos a regeneración

Considerando como parámetro inicial de la efectividad del procedimiento de regeneración los porcentajes de liberación de arsénico discutidos en la sub-sección anterior y la seguridad al usar el producto químico más diluido, se procedió a determinar isotermas de adsorción de los materiales regenerados con hidróxido de sodio al 2%; al realizar las primeras isotermas se determinó que ambos materiales continuaban liberando arsénico (Figura A5. del Apéndice 5). Por tanto, se evaluaron los tres procedimientos de lavado mencionados en el procedimiento, de los cuáles el lavado usando ácido clorhídrico y agua ultrapura resultó ser el más efectivo. A continuación se presentan las isotermas de ambos materiales regenerados y lavados bajo esas condiciones mencionadas.

Capacidad de adsorción de MA1

Las Figuras 10-12 muestran las isothermas de MA1 regenerado. Similarmente, la adsorción se representa mejor por medio de la isoterma lineal, aunque en este caso el coeficiente de correlación no es tan alto como en el caso del material sin regenerar. Siguiendo el mismo procedimiento aplicado a los materiales antes de regenerar partir de la pendiente de la ecuación de la recta de la Figura 10 se determina el coeficiente de distribución K: 2,657 L/g. Con dicho valor se puede obtener la capacidad de adsorción a 67 µg As/L, concentración en equilibrio con la menor cantidad de masa utilizada en el experimento, y también interpolar la concentración a 10 µgAs/L, norma nacional. La Capacidad de adsorción experimental máxima MA1:

$$Q = 2.657 \frac{L}{g} * 67 \frac{\mu g As}{L} - 7.69 = 170 \frac{\mu g As}{g}$$

La capacidad de adsorción según la norma nacional para MA1 es:

$$Q = 2.656 \frac{L}{g} * 10 \frac{\mu g As}{L} - 7.69 = 19 \frac{\mu g As}{g}$$

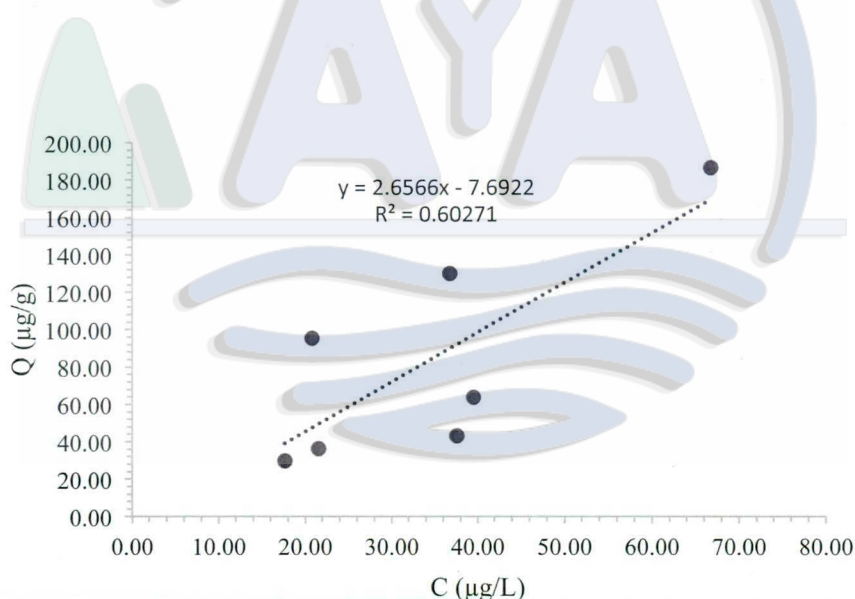


Figura 10: Isotherma lineal del MA1 regenerado con NaOH 2%. Concentración de As 200 µg/L.

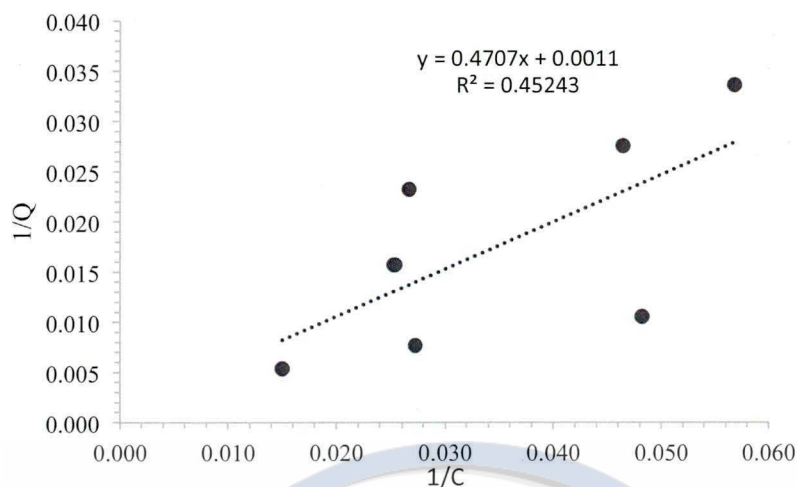


Figura 11: Isoterma Langmuir del MA1 regenerado con NaOH 2%. Concentración de As 200 µg/L.

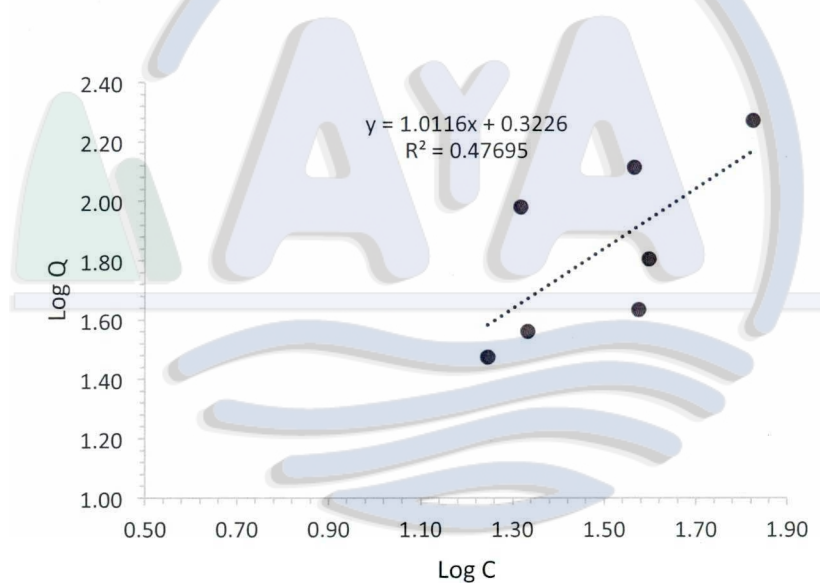


Figura 12: Isoterma Freundlich del MA1 regenerado con NaOH 2%. Concentración de As 200 µg/L.

Capacidad de adsorción de MA2

Las Figuras 13-15 muestran las isotermas de MA2 regenerado. En este caso las tres isotermas representan de forma muy similar el fenómeno de adsorción (r^2 0,905-0,908). Por tanto, para poder comparar de manera de igual forma los resultados nuevamente se utilizará la isoterma lineal para representar los resultados. Aplicando el mismo procedimiento se obtiene de la Figura 13 el coeficiente de distribución K: 4,18 L/g. Con dicho valor se puede obtener la capacidad de adsorción a 51 µg As/L, concentración en equilibrio con la menor cantidad de masa utilizada en el experimento, y también

interpolarse la concentración a 10 µgAs/L, norma nacional. La Capacidad de adsorción experimental máxima MA2:

$$Q = 4.18 \frac{L}{g} * 51 \frac{\mu g As}{L} - 28.80 = 184 \frac{\mu g As}{g}$$

La capacidad de adsorción según la norma nacional para MA2:

$$Q = 4.18 \frac{L}{g} * 10 \frac{\mu g As}{L} - 28.80 = 13 \frac{\mu g As}{g}$$

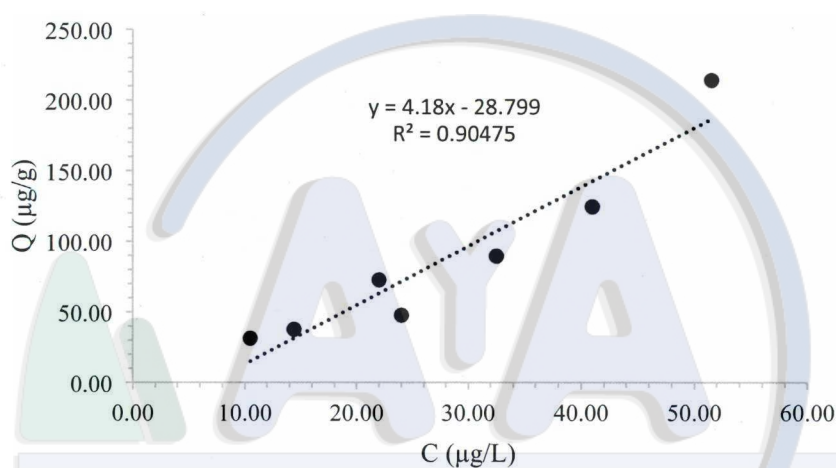


Figura 13: Isoterma lineal del MA2 regenerado con NaOH 2%. Concentración de As 200 µg/L

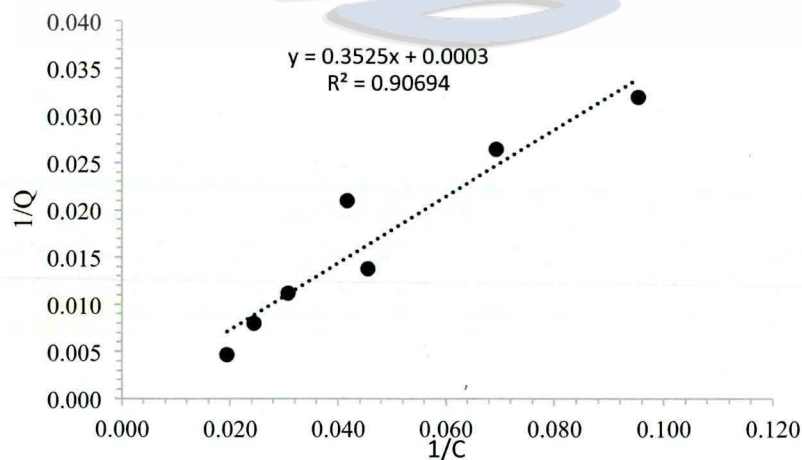


Figura 14: Isoterma Langmuir del MA2 regenerado con NaOH 2%. Concentración de As 200 µg/L

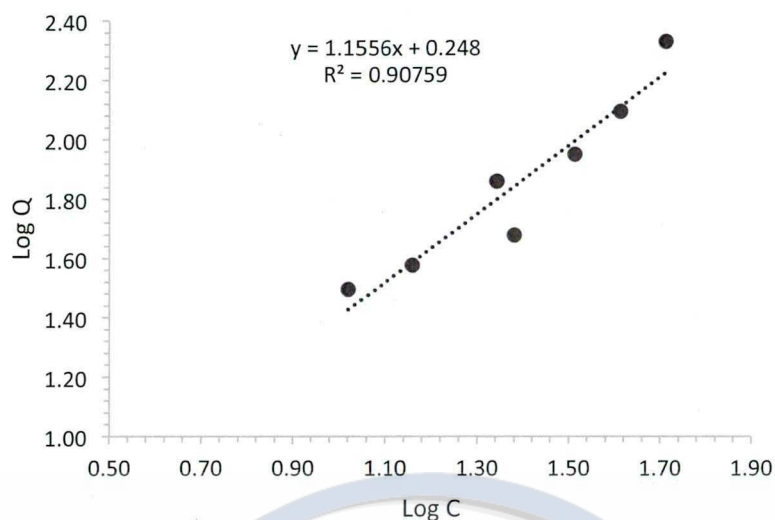


Figura 15: Isoterma Freundlich del MA2 regenerado con NaOH 2%. Concentración de As 200 µg/L

Comparación de la capacidad de adsorción del material virgen con los dos materiales regenerados

En la Tabla X se observa que la capacidad de adsorción máxima en las condiciones experimentales de concentración inicial de arsénico cercanas a 200 µg/L son bastante similares, incluso levemente mayores a MV para ambos materiales regenerados. Para el caso de la norma nacional el MV sigue siendo más efectivo, evidenciando que los materiales regenerados probablemente bajen su efectividad a concentraciones muy bajas de arsénico.

Tabla 8: Capacidad de adsorción del material virgen y los materiales regenerados

Material	Concentración As en equilibrio µg/L	Capacidad de adsorción (µg/g)	Concentración Norma Nacional	Capacidad de adsorción (µg/g)
MV	103	168		58
MA1 reg	67	170	10	19
MA2 reg	51	184		13

Otra forma de comparar la efectividad del tratamiento de regeneración se muestra en la Figura 16 al graficar la concentración de arsénico remanente en disolución en equilibrio a 24h para diferentes masas de adsorbente. Se puede observar un comportamiento muy similar entre los tres materiales, alcanzando una concentración en equilibrio levemente menor para el material virgen. Sin embargo, este y los resultados de la Tabla 8 muestran que en cuanto a capacidad de adsorción el procedimiento de regeneración es bastante efectivo.

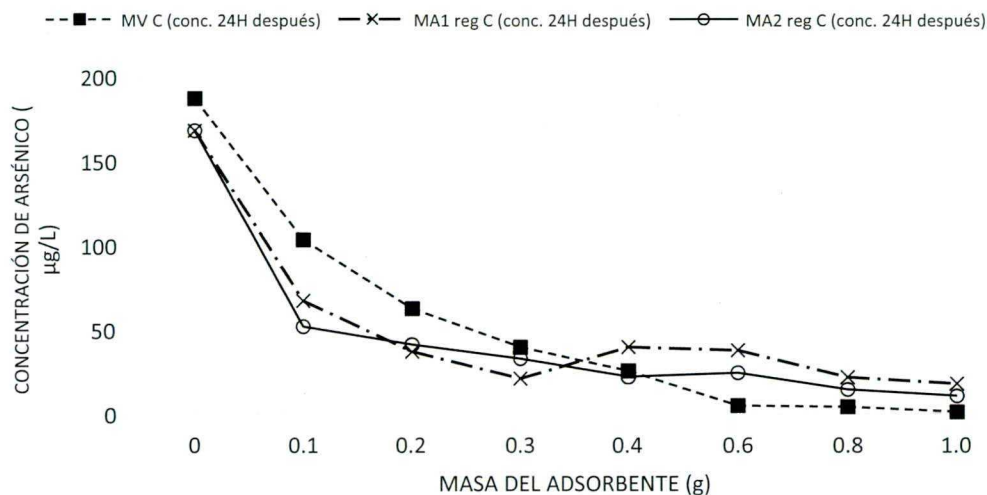


Figura 16: remoción de arsénico por el MV y los materiales regenerados según la masa de adsorbente usado.

Conclusiones y recomendaciones

El ensayo de regeneración es prometedor, con una extracción de arsénico cercano al 65-70%, en relación a la cantidad de arsénico presente en los materiales agotados.

El rango de concentración del hidróxido de sodio de 2-8% es igualmente eficiente, por tanto se recomienda, NaOH 2% (0,5M) por razones de seguridad.

El material regenerado se debe lavar con HCl 1,7% 0,5M en columna, regulando el pH a 7, esto posterior a la extracción con hidróxido de sodio, pues este interfiere al momento de realizar los ensayos de isoterma batch.

Con el fin de evitar la pérdida de material el método de lavado se recomienda en columna pues estas son menores que en tipo batch.

El material regenerado presenta los mismos polimorfos de óxido de titanio (Anatase), no hay cambio estructural, por tanto se espera igual capacidad de adsorción. No se dan pérdidas de titanio.

La capacidad del material regenerado es similar al MV, aproximadamente 170ug/g, aunque las concentraciones de Arsénico en las condiciones en equilibrio son diferentes.

El material agotado presenta una reducción alta del tamaño de partícula. 50-60% pasa el tamiz 200, lo cual sugiere que antes de realizar la regeneración se debe eliminar ese material fino.

El material es regenerable, por tanto, se recomienda continuar con la fase 2 para optimizar el proceso de regeneración y lavado.

Lista de referencias

- APHA, AWWA & WPCF. (2005). Standard methods for the examination of water and wastewater. 21 ed. Washington D.C.: American Public Health Association.
- Amy, G., Chen, H.C., Drizo, A., von Gunten, U., Brandhuber, P., Hund, R. et al. (2005). Adsorbent treatment technologies for arsenic removal. Awwa Research Foundation y American Water Works Association Denver. pp164
- ASTM [2014]. ASTM D1394-76 Standard test method for Chemical Analysis of White Titanium Pigments. West Conshohocken, PA: ASTM [www.astm.org]
- ASTM [2010]. ASTM D7035-10, Standard test method for the determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. West Conshohocken, PA: ASTM [www.astm.org]
- ASTM (2006). ASTM C136 "Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates."
- Crittenden, J., Trussell, R., Hand, D., Howe, K., & Tchobanoglous, G. (2012). Adsorption. In MWH's water treatment (3rd ed.). New Jersey: John Wiley & Sons.
- Edzwald, J. K., & Tobiasson, J. E. (2011). Water Quality & Treatment. (J. K. Edzwald, Ed.) (Sixth Edit). Mc Graw Hill.
- Hu S, Shi Q, Jing C. Groundwater Arsenic Adsorption on Granular TiO₂: Integrating Atomic Structure, Filtration, and Health Impact. No Title. Environ Sci Technol. 2015;49:9707-9713. doi:10.1021/acs.est.5b01520.
- Miller, J.N. & Miller, J. (2002). Métodos de calibración en análisis instrumental: regresión y correlación. En Estadística y Quimiometría para Química Analítica. 4 ed. Madrid: Pearson Educación, S.A. pp. 111-155.
- Schwarzenbach, R., Gschwend, P., & Imboden, D. (2003). Environmental Organic Chemistry. 2nd ed., New Jersey: John Wiley & Sons. pp. 1313.
- Sawyer, C. N., McCarty, P. L., & Parkin, G. F. (2003). Chemistry for Environmental Engineering and Science New York: The McGraw-Hill Companies. pp 752.

APÉNDICES

Apéndice 1: Balance de masas iniciales y al finalizar la extracción

Tabla A.1.1 Peso en gramos del material usado antes y después de la extracción.

ID	masa (g) para NaOH 2%		masa (g) para NaOH 4%		masa (g) para NaOH 8%	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
MA1	20,0405	18,7900	20,0471	13,7821	20	14,0156
MA2	20,0161	18,3917	20,0985	14,3302	20,0191	18,3612



Manual Analysis Control

Step: Idle

Analyze: ☐ Blank ☐ Standard ☐ Conc... PATRON_1

Analyze No: 1 Info. File: Sin titulo Open

Sample ID: Sample001 Details...

Results Data Set Name: AyA Open

Calibration Display

As 193.7

0.534

0.000 0.0 200.0

Conc (ug/L)

Calib Eq'n: Lin, Bracketing

Corr Coeff: 0.999360

As 193.7 Peaks Display - PATRON_7

0.600

0.000

0.0 1.20

Time [sec]

Pk Ht - AA: 0.5433 A BG:

Pk Area - AA: 1.9286 A-s BG:

Results

Calibration data for As 193.7

Equation: Linear, Bracketing

ID	Mean Signal (Rhs)	Entered Conc. ug/L	Calculated Conc. ug/L	Standard Deviation	%RSD
BLANCO	0.0000	0	-1.648	0.00	94.1
PATRON_1	0.0125	5.0	2.985	0.00	6.1
PATRON_2	0.1114	40.0	39.756	0.00	2.4
PATRON_3	0.2210	80.0	80.483	0.00	0.7
PATRON_4	0.2836	100.0	103.782	0.01	2.7
PATRON_5	0.3241	120.0	118.820	0.01	2.1
PATRON_6	0.4409	160.0	162.255	0.01	1.2
PATRON_7	0.5342	200.0	196.919	0.00	0.8

Correlation Coef.: 0.999360 Slope: 0.00269 Intercept: 0.00443

FIAS Control

Status

Step: Idle Valve: Inject

Time [s]: Pump 1: 120

Temperature [C]: 900

Operate

FIAS On/Off

Maintenance

Valve Fill/Inject

Pump 1: 120

WinLab32 AA Flame - Mangot Analysis Control

File Edit Tools Analysis Options Window Help

Vikipe MethEd Sameio Lamp Cont Results Calb Manual Auto Repeat Flame

Method: TIT240
Sample Info: Sin título

Spectrometer: Ti Idle
Flame: Flame Operating Normally

Flame Control

Gas Flows
C2H2 10.0 N2O 42.0
8.2 14.0

Flow L/min 8.2 14.0
Divident: Air N2O

Apply

Safety Interlocks ☒ Blend Gases
Align Burner...
Off On

In an emergency: Turn off flame using main power switch or red emergency button on spectrometer.

Manual Analysis Control

Sample Progress

Step: Idle

Analyze Blank: BLANCO Analyze Standard: PATRON_1

Analyze Sample: No. 80 Info. File: Sin título Open...
ID: [Sample080] Details...

Results Data Set Name: AyaA_TITANIO_T2_T2_16 Open...

During Analysis: ☒ Save Data ☐ Print log

Go to A/S Loc. >> Read Delay (sec) 0
Go to W/Wth Loc. Override Method

Calibration Display

Ti 364.3
0.117

Absorbance

0.000

conc(mg/L)

0.0 100.0

Calib Eq'n: Lin, Bracketing
Corr Coeff: 0.999530

Results

ID	(Abs)	mg/L	mg/L	Deviation	%RSD
BLANCO	0.0000	0	-5.818	0.00	115.4
PATRON_1	0.0104	5.0	3.642	0.00	2.8
PATRON_2	0.0179	10.0	10.480	0.00	3.1
PATRON_3	0.0305	20.0	21.961	0.00	0.3
PATRON_4	0.0497	40.0	39.391	0.00	0.2
PATRON_5	0.0717	60.0	59.450	0.00	1.1
PATRON_6	0.0936	80.0	79.374	0.00	0.2
PATRON_7	0.1171	100.0	100.702	0.00	1.1

Correlation Coef.: 0.999530 Slope: 0.00110 Intercept: 0.00639

30

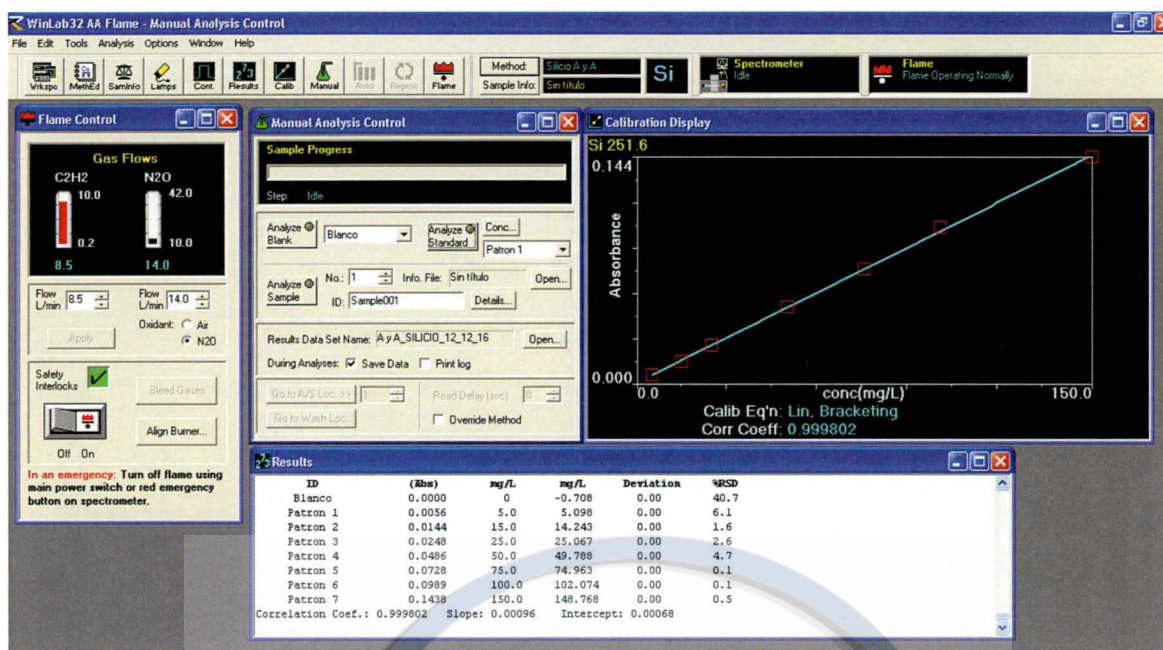


Figura A2.3: Curva de calibración para Si, datos provenientes del paquete de adquisición de datos del AA 800 de Perkin Elmer



CE DO AyA

5009



F: 6911

Apéndice 3: Datos completos de la digestión de los materiales

Tabla A 3.1: Resultados de las digestiones realizadas siguiendo la norma ASTM D1394-76

Método: Digestión										
Digestión de Adsorbente determinación de As										
ID	[As] (µg/L) FIAS	Factor Dilución	[As] corregida (µg/L)	Volumen (L)	masa de As (mg)	Masa TiO ₂ (g)	ug As/g TiO ₂	X	DS	% desvio
Digestión Blanco	0,61	50	30,40	0,1	0,003	0	0	-	-	-
Digestión MV_1	0,84	50	41,75	0,1	0,004	0,5002	8	-	-	-
Digestión MV_2	0,69	50	34,55	0,1	0,003	0,5017	7	7	1	11
Digestión MV_3	0,72	50	35,95	0,1	0,004	0,5081	7	-	-	-
Digestión MA1_1,1	76,49	50	3824,50	0,1	0,382	0,5057	756	-	-	-
Digestión MA1_1,2	79,47	50	3973,50	0,1	0,397	0,5208	763	759	4	0
Digestión MA1_1,3	76,79	50	3839,50	0,1	0,384	0,5074	757	-	-	-
Digestión MA2_1,1	37,65	50	1882,50	0,1	0,188	0,5171	364	-	-	-
Digestión MA2_1,2	38,10	50	1905,00	0,1	0,191	0,5021	379	381	19	5
Digestión MA2_1,3	40,44	50	2022,00	0,1	0,202	0,5042	401	-	-	-

Método: Digestión para material Regenerado										
Digestión de Adsorbente determinación de As en Materiales Regenerados										
ID	[As] (µg/L) FIAS	Factor Dilución	[As] corregida (µg/L)	Volumen (L)	masa de As (mg)	Masa TiO ₂ (g)	ug As/g TiO ₂	X	DS	% desvio
Digestión Blanco	0,00	50	0,00	0,1	0,000	0	0	-	-	-
Digestión MA1_1,1	14,87	50	743,50	0,1	0,074	0,5035	148	-	-	-
Digestión MA1_1,2	15,14	50	757,00	0,1	0,076	0,5035	150	142	13	9
Digestión MA1_1,3	12,81	50	640,50	0,1	0,064	0,5042	127	-	-	-
Digestión MA2_1,1	2,02	50	101,00	0,1	0,010	0,5018	20	-	-	-
Digestión MA2_1,2	1,38	50	69,20	0,1	0,007	0,501	14	14	7	48
Digestión MA2_1,3	0,70	50	35,20	0,1	0,004	0,5034	7	-	-	-

Muestra de cálculo

Muestra de cálculo para Digestión MA1_1,2

$$[As] (\mu g/L) FIAS * \frac{100 mL}{2 mL} * \frac{0,1 L}{Wmt TiO_2} = ug As/g TiO_2$$

$$79,47 * \frac{100 mL}{2 mL} * \frac{0,1 L}{0,5208} = 763 ug As/g TiO_2$$

[As] (µg/L) FIAS: lectura proporcionada
Wmt TiO₂ : Peso de la muestra de Dióxido de Titanio

ID	µg As/g TiO ₂	Promedio	% Ds
Digestión Blanco	0	0	
Digestión MV_1	8		
Digestión MV_2	7	7	11
Digestión MV_3	7		
Digestión MA1_1,1	756		
Digestión MA1_1,2	763	759±4	0
Digestión MA1_1,3	757		
Digestión MA2_1,1	364		
Digestión MA2_1,2	379	381±19	5
Digestión MA2_1,3	401		

$$[Ti] (mg/L) FIAS * \frac{100 mL}{1 mL} * \frac{0,1 L}{Wmt TiO_2} = mg Ti/g adsorbente$$

Digestión de Adsorbente determinación de Ti

ID	[Ti] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Ti] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa deTi (mg)	Masa TiO ₂ (g)	mg Ti/g adsorbente	X	DS	% desvío
Digestión Blanco	0,00	100	0,00	0,1	0,000	0	0	-	-	-
Digestión MV_1	34,29	100	3429,00	0,1	342,900	0,5002	686	682	5	1
Digestión MV_2	34,30	100	3430,00	0,1	343,000	0,5017	684			
Digestión MV_3	34,39	100	3439,00	0,1	343,900	0,5081	677			
Digestión MA1_1,1	27,36	100	2736,00	0,1	273,600	0,5057	541	542	2	0
Digestión MA1_1,2	28,13	100	2813,00	0,1	281,300	0,5208	540			
Digestión MA1_1,3	27,58	100	2758,00	0,1	275,800	0,5074	544			
Digestión MA2_1,1	30,28	100	3028,00	0,1	302,800	0,5171	586	612	24	4
Digestión MA2_1,2	31,02	100	3102,00	0,1	310,200	0,5021	618			
Digestión MA2_1,3	31,93	100	3193,00	0,1	319,300	0,5042	633			

ID	mg Ti/g adsorbente	Promedio	% Ds
Digestión Blanco	0	0	
Digestión MV_1	686	682±5	1
Digestión MV_2	684		
Digestión MV_3	677		
Digestión MA1_1,1	541	542±2	0
Digestión MA1_1,2	540		
Digestión MA1_1,3	544		
Digestión MA2_1,1	586	612±24	4
Digestión MA2_1,2	618		
Digestión MA2_1,3	633		

Digestión de Adsorbente determinación de Ti en Materiales Regenerados

ID	[Ti] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Ti] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa deTi (mg)	Masa TiO ₂ (g)	mg Ti/g adsorbente	X	DS	% desvío
Digestión Blanco	0,00	100	0,00	0,1	0,000	0	0	-	-	-
Digestión MA1_1,1	24,30	100	2430,00	0,1	243,000	0,5035	483	496	14	3
Digestión MA1_1,2	25,69	100	2569,00	0,1	256,900	0,5035	510			
Digestión MA1_1,3	24,92	100	2492,00	0,1	249,200	0,5042	494			
Digestión MA2_1,1	28,17	100	2817,00	0,1	281,700	0,5018	561	558	4	1
Digestión MA2_1,2	27,74	100	2774,00	0,1	277,400	0,501	554			
Digestión MA2_1,3	28,16	100	2816,00	0,1	281,600	0,5034	559			

ID	mg Ti/g adsorbente	Promedio
Digestión Blanco	0	0
Digestión MA1_1,1 reg	483	496±14
Digestión MA1_1,2 reg	510	
Digestión MA1_1,3 reg	494	
Digestión MA2_1,1 reg	561	588±4
Digestión MA2_1,2 reg	554	
Digestión MA2_1,3 reg	559	

$$[Si] \text{ (mg/L) FIAS} * \frac{100 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} * \frac{0,1 \text{ L}}{W_{mt} \text{ TiO}_2} = \text{mg Si/g adsorbente}$$

Digestión de Adsorbente determinación de Si

ID	[Si] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Si] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Si (mg)	Masa TiO2 (g)	mg Si/g adsorbente	X	DS	% desvío
Digestión Blanco	7,004	100	700,40	0,1	0,070	0	0	-	-	-
Digestión MV_1	7,668	100	66,40	0,1	6,640	0,5002	13			
Digestión MV_2	8,097	100	109,30	0,1	10,930	0,5017	22	20	6	29
Digestión MV_3	8,232	100	122,80	0,1	12,280	0,5081	24			
Digestión MA1_1,1	8,831	100	182,70	0,1	18,270	0,5057	36			
Digestión MA1_1,2	9,692	100	268,80	0,1	26,880	0,5208	52	45	8	18
Digestión MA1_1,3	9,335	100	233,10	0,1	23,310	0,5074	46			
Digestión MA2_1,1	10,004	100	300,00	0,1	30,000	0,5171	58			
Digestión MA2_1,2	10,8	100	379,60	0,1	37,960	0,5021	76	70	11	15
Digestión MA2_1,3	10,93	100	392,60	0,1	39,260	0,5042	78			

ID	mg Si/g adsorbente	Promedio
Digestión Blanco	0	0
Digestión MV_1	13	
Digestión MV_2	22	20±6
Digestión MV_3	24	
Digestión MA1_1,1	36	45±8
Digestión MA1_1,2	52	
Digestión MA1_1,3	46	
Digestión MA2_1,1	58	70±11
Digestión MA2_1,2	76	
Digestión MA2_1,3	78	

Digestión de Adsorbente determinación de Si en Materiales Regenerados

ID	[Si] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Si] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Si (mg)	Masa TiO2 (g)	mg Si/g adsorbente	X	DS	% desvío
Digestión Blanco	ND	100	ND	0,1	ND	0	0	-	-	-
Digestión MA1_1,1	ND	100	ND	0,1	ND	0,5035	#iVALOR!			
Digestión MA1_1,2	ND	100	ND	0,1	ND	0,5035	#iVALOR!	0	0	0
Digestión MA1_1,3	ND	100	ND	0,1	ND	0,5042	#iVALOR!			
Digestión MA2_1,1	ND	100	ND	0,1	ND	0,5018	#iVALOR!			
Digestión MA2_1,2	ND	100	ND	0,1	ND	0,501	#iVALOR!	0	0	0
Digestión MA2_1,3	ND	100	ND	0,1	ND	0,5034	#iVALOR!			

$$[Si] \text{ (mg/L) FIAS} * \frac{100 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} * \frac{0,1 \text{ L}}{W_{mt} \text{ TiO}_2} = \text{mg Si/g TiO}_2$$

Apéndice 4: Resultados completos de las isotermas de los adsorbentes MV, MA1 y MA2

Isoterma a las 24H				MV: Material Virgen		200ppb				
				Co: concentración del blanco						
ID	masa (g)	Dosis (g/L)	Co	C (conc. 24H despues)	Q (µg/g)	1/C	1/Q	log C	log Q	% Remoción
MV 1,1	0,1024	0,5	186,6	103,00	163,28	0,010	0,006	2,01	2,21	44,8017
MV 1,2	0,2003	1,0	186,6	62,40	124,01	0,016	0,008	1,80	2,09	66,5595
MV 1,3	0,3042	1,5	186,6	39,20	96,91	0,026	0,010	1,59	1,99	78,9925
MV 1,4	0,4065	2,0	186,6	25,44	79,29	0,039	0,013	1,41	1,90	86,3666
MV 1,5	0,6043	3,0	186,6	4,58	60,24	0,218	0,017	0,66	1,78	97,5450
MV 1,6	0,8054	4,0	186,6	3,84	45,38	0,261	0,022	0,58	1,66	97,9443
MV 1,7	1,0085	5,0	186,6	1,05	36,80	0,951	0,027	0,02	1,57	99,4362

Isoterma a las 24H				MA1: Material Agotado 1			60ppb			
				Co: concentración del blanco						
ID	masa (g)	Dosis (g/L)	Co	C (conc. 24H despues)	Q (µg/g)	1/C	1/Q	log C	log Q	% Remoción
MA1_1,1	0,106	0,5	62,87	12,03	95,92	0,083	0,010	1,08	1,98	80,8653
MA1_1,2	0,2046	1,0	62,87	7,55	54,07	0,132	0,018	0,88	1,73	87,9863
MA1_1,3	0,4005	2,0	62,87	5,09	28,85	0,196	0,035	0,71	1,46	91,9023
MA1_1,4	0,6038	3,0	62,87	3,65	19,62	0,274	0,051	0,56	1,29	94,1944
MA1_1,5	0,8025	4,0	62,87	3,31	14,84	0,303	0,067	0,52	1,17	94,7431
MA1_1,6	1,0053	5,0	62,87	3,74	11,76	0,268	0,085	0,57	1,07	94,0560
MA1_1,7	1,6033	8,0	62,87	3,56	7,40	0,281	0,135	0,55	0,87	94,3375
MA1_1,8	4,01	20,05	62,87	2,142	3,03	0,467	0,330	0,33	0,48	96,5930

Isoterma a las 24H				MA2: Material Agotado 2			60ppb			
				Co: concentración inicial de arsénico						
ID	masa (g)	Dosis (g/L)	Co	C (conc. 24H despues)	Q (µg/g)	1/C	1/Q	log C	log Q	% Remoción
MV 1	0,102	0,5	56,81	20,93	70,35	0,048	0,014	1,32	1,85	63,1579
MV 2	0,2049	1,0	56,81	14,66	41,14	0,068	0,024	1,17	1,61	74,1947
MV 3	0,4033	2,0	56,81	9,22	23,60	0,108	0,042	0,96	1,37	83,7652
MV 4	0,6035	3,0	56,81	7,88	16,21	0,127	0,062	0,90	1,21	86,1239
MV 5	0,8039	4,0	56,81	6,72	12,46	0,149	0,080	0,83	1,10	88,1799
MV 6	1,0019	5,0	56,81	5,90	10,16	0,170	0,098	0,77	1,01	89,6198
MV7	1,6044	8,0	56,81	6,93	6,22	0,144	0,161	0,84	0,79	87,7944
MV8	4,0142	20,071	56,81	5,498	2,56	0,182	0,391	0,74	0,41	90,3221

Apéndice 5: Datos de isotermas con diferentes lavados

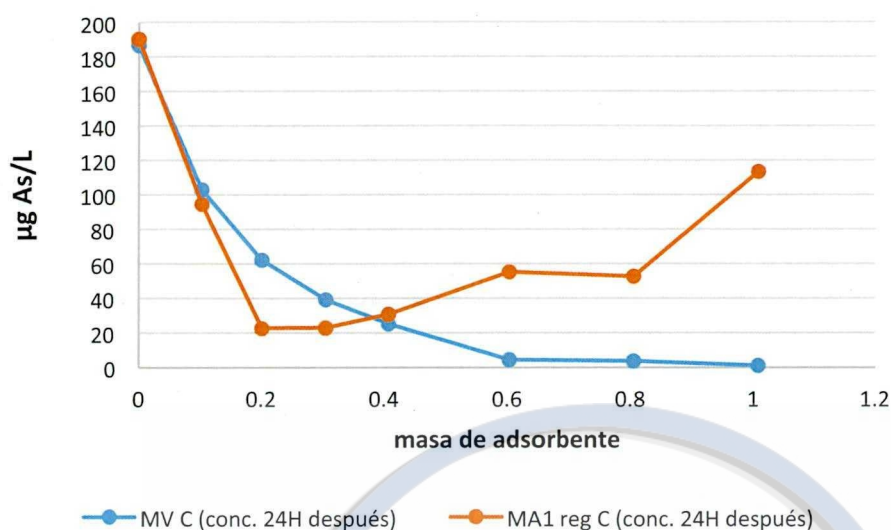


Figura A5: Reducción de la concentración de arsénico durante las isotermas para MV y el MA1 después de regenerar.

Isoterma a 24 horas				
MV: Material Virgen MV(186,6 ppb)			MA1:Material Agotado 1 (0,5M NaOH) MA1 (190,3ppb)	
masa (g)	MV C (conc. 24H después)	% Remoción MV	MA1 reg C (conc. 24H después)	% Remoción MA1 reg
0,1	103,00	44,8017	94,45	50,3678
0,2	62,40	66,5595	22,85	87,9926
0,3	39,20	78,9925	23,14	87,8403
0,4	25,44	86,3666	30,93	83,7467
0,6	4,58	97,5450	55,22	70,9827
0,8	3,84	97,9443	52,80	72,2543
1,0	1,05	99,4362	113,30	40,4624

Isoterma a las 24H				MA1: Material Agotado 1 (0,5M NaOH)			200ppb			Lavado 1	
				Co: concentración inicial de arsénico							
ID	masa (g)	Dosis (g/L)	Co	C (conc. 24H despues)	Q (µg/g)	1/C	1/Q	log C	log Q	% Remoción	
MA1_1,1	0,1045	0,5	190,3	94,45	183,44	0,011	0,005	1,98	2,26	50,3678	
MA1_1,2	0,2015	1,0	190,3	22,85	166,20	0,044	0,006	1,36	2,22	87,9926	
MA1_1,3	0,3067	1,5	190,3	23,14	109,01	0,043	0,009	1,36	2,04	87,8403	
MA1_1,4	0,4047	2,0	190,3	30,93	78,76	0,032	0,013	1,49	1,90	83,7467	
MA1_1,5	0,6035	3,0	190,3	55,22	44,77	0,018	0,022	1,74	1,65	70,9827	
MA1_1,6	0,7031	3,5	190,3	52,80	39,11	0,019	0,026	1,72	1,59	72,2543	
MA1_1,7	0,8074	4,0	190,3	75,87	28,35	0,013	0,035	1,88	1,45	60,1314	
MA1_1,8	1,0465	5,2325	190,3	113,3	14,72	0,009	0,068	2,05	1,17	40,4624	

Isoterma a las 24H				MA1: MaterialAgotado 1 (0,5M NaOH)				200ppb			Lavado 2
				Co: concentración del blanco							
ID	masa (g)	Dosis (g/L)	Co	C (conc. 24H despues)	Q (µg/g)	1/C	1/Q	log C	log Q	% Remoción	
MA1_1,1	0,1013	0,5	208,7	62,43	288,79	0,016	0,003	1,80	2,46	70,0862	
MA1_1,2	0,2011	1,0	208,7	26,86	180,85	0,037	0,006	1,43	2,26	87,1299	
MA1_1,3	0,3	1,5	208,7	23,52	123,45	0,043	0,008	1,37	2,09	88,7302	
MA1_1,4	0,4004	2,0	208,7	35,52	86,50	0,028	0,012	1,55	1,94	82,9804	
MA1_1,5	0,6014	3,0	208,7	23,55	61,57	0,042	0,016	1,37	1,79	88,7159	
MA1_1,6	0,8018	4,0	208,7	14,13	48,53	0,071	0,021	1,15	1,69	93,2295	
MA1_1,7	1,0052	5,0	208,7	16,78	38,19	0,060	0,026	1,22	1,58	91,9598	

Isoterma a las 24H				MA2: MaterialAgotado 2 (0,5M NaOH)				200ppb		Lavado 2
				Co: concentración del blanco						
ID	masa (g)	Dosis (g/L)	Co	C (conc. 24H despues)	Q (µg/g)	1/C	1/Q	log C	log Q	% Remoción
MA2_1,1	0,1021	0,5	208,7	86,18	240,00	0,012	0,004	1,94	2,38	58,7063
MA2_1,2	0,2046	1,0	208,7	28,16	176,48	0,036	0,006	1,45	2,25	86,5069
MA2_1,3	0,3053	1,5	208,7	14,89	126,96	0,067	0,008	1,17	2,10	92,8654
MA2_1,4	0,4015	2,0	208,7	26,87	90,58	0,037	0,011	1,43	1,96	87,1251
MA2_1,5	0,6021	3,0	208,7	28,13	59,98	0,036	0,017	1,45	1,78	86,5213
MA2_1,6	0,8026	4,0	208,7	24,24	45,97	0,041	0,022	1,38	1,66	88,3852
MA2_1,7	1,0029	5,0	208,7	14,47	38,73	0,069	0,026	1,16	1,59	93,0666

Isoterma a las 24H				MA1: MaterialAgotado 1 (0,5M NaOH)			200ppb			Lavado 3	
				Co: concentración del blanco							
ID	masa (g)	Dosis (g/L)	Co	C (conc. 24H despues)	Q (µg/g)	1/C	1/Q	log C	log Q	% Remoción	
MA1_1,1	0,1079	0,5	167,5	66,70	186,84	0,015	0,005	1,82	2,27	60,1791	
MA1_1,2	0,201	1,0	167,5	36,76	130,09	0,027	0,008	1,57	2,11	78,0537	
MA1_1,3	0,3083	1,5	167,5	20,74	95,21	0,048	0,011	1,32	1,98	87,6179	
MA1_1,4	0,402	2,0	167,5	39,53	63,67	0,025	0,016	1,60	1,80	76,4000	
MA1_1,5	0,6036	3,0	167,5	37,57	43,05	0,027	0,023	1,57	1,63	77,5701	
MA1_1,6	0,8043	4,0	167,5	21,54	36,29	0,046	0,028	1,33	1,56	87,1403	
MA1_1,7	1,0065	5,0	167,5	17,61	29,78	0,057	0,034	1,25	1,47	89,4866	

Isoterma a las 24H				MA2: MaterialAgotado 2 (0,5M NaOH)				200ppb			Lavado 3
Co: concentración del blanco											
ID	masa (g)	Dosis (g/L)	Co	C (conc. 24H despues)	Q (µg/g)	1/C	1/Q	log C	log Q	% Remoción	
MA2_1,1	0,1084	0,5	167,5	51,51	214,00	0,019	0,005	1,71	2,33	69,2478	
MA2_1,2	0,203	1,0	167,5	40,98	124,65	0,024	0,008	1,61	2,10	75,5343	
MA2_1,3	0,3022	1,5	167,5	32,53	89,32	0,031	0,011	1,51	1,95	80,5791	
MA2_1,4	0,401	2,0	167,5	21,98	72,58	0,045	0,014	1,34	1,86	86,8776	
MA2_1,5	0,6018	3,0	167,5	24,03	47,68	0,042	0,021	1,38	1,68	85,6537	
MA2_1,6	0,8084	4,0	167,5	14,42	37,87	0,069	0,026	1,16	1,58	91,3910	
MA2_1,7	1,0026	5,0	167,5	10,49	31,32	0,095	0,032	1,02	1,50	93,7373	

Isoterma a 24 horas			Lavado 3		
MV: Material Virgen			MA1: Material Agotado 1 (0,5M NaOH)		
MV			MA1		
masa (g)	MV C (conc. 24H después)	% Remoción MV	MA1 reg C (conc. 24H después)	% Remoción MA1 reg	
0	186,6	-	167,5	-	
0,1	103,00	44,8017	66,70	60,1791	
0,2	62,40	66,5595	36,76	78,0537	
0,3	39,20	78,9925	20,74	87,6179	
0,4	25,44	86,3666	39,53	76,4000	
0,6	4,58	97,5450	37,57	77,5701	
0,8	3,84	97,9443	21,54	87,1403	
1,0	1,05	99,4362	17,61	89,4866	

Isoterma a 24 horas			Lavado 3		
MV: Material Virgen			MA2: Material Agotado 2 (0,5M NaOH)		
MV			MA2		
masa (g)	MV C (conc. 24H después)	% Remoción MV	MA2 reg C (conc. 24H después)	% Remoción MA2 reg	
0	186,6	-	167,5	-	
0,1	103,00	44,8017	51,51	69,2478	
0,2	62,40	66,5595	40,98	75,5343	
0,3	39,20	78,9925	32,53	80,5791	
0,4	25,44	86,3666	21,98	86,8776	
0,6	4,58	97,5450	24,03	85,6537	
0,8	3,84	97,9443	14,42	91,3910	
1,0	1,05	99,4362	10,49	93,7373	

Isotherma a 24 horas		Lavado 3	
MV: Material Virgen			
MV		MA1 0,5M	MA2 0,5M
masa (g)	% Remoción MV	% Remoción MA1 reg	% Remoción MA2 reg
0,1	44,8017	60,1791	69,2478
0,2	66,5595	78,0537	75,5343
0,3	78,9925	87,6179	80,5791
0,4	86,3666	76,4000	86,8776
0,6	97,5450	77,5701	85,6537
0,8	97,9443	87,1403	91,3910
1,0	99,4362	89,4866	93,7373



Apéndice 6: Datos de ensayos tipo Batch

Ensayos tipo Batch 2M NaOH (Lectura y promedio)						
Material	Tiempo	Réplica	$\mu\text{g As/g}$	Promedio ($\mu\text{g As/g}$)	DS	% Ds
Agotado 1	24 h	1	464,84	461,39	5,919	1,2829
		2	454,56			
		3	464,78			
Agotado 1	48 h	1	528,37	494,15	29,781	6,0267
		2	479,91			
		3	474,16			
Agotado 2	24 h	1	246,92	246,85	1,06	0,4295
		2	245,75			
		3	247,87			
Agotado 2	48 h	1	272,45	287,41	13,425	4,6711
		2	291,36			
		3	298,41			

Ensayos tipo Batch 1M NaOH (Lectura y promedio)						
Material	Tiempo	Réplica	$\mu\text{g As/g}$	Promedio ($\mu\text{g As/g}$)	DS	% Ds
Agotado 1	24 h	1	422,05	465,21	67,862	14,5874
		2	543,43			
		3	430,15			
Agotado 1	48 h	1	519,83	544,94	24,998	4,5874
		2	569,83			
		3	545,14			
Agotado 2	24 h	1	319,27	308,25	10,282	3,3356
		2	306,59			
		3	298,9			
Agotado 2	48 h	1	369,14	360,37	8,274	2,2961
		2	359,26			
		3	352,7			

Ensayos tipo Batch 0,5M NaOH (Lectura y promedio)						
Material	Tiempo	Réplica	$\mu\text{g As/g}$	Promedio ($\mu\text{g As/g}$)	DS	% Ds
Agotado 1	24 h	1	420,61	447,5	24,555	5,4872
		2	468,74			
		3	453,14			
Agotado 1	48 h	1	471,37	458,11	17,671	3,8574
		2	464,91			
		3	438,05			
Agotado 2	24 h	1	252,82	248,58	11,527	4,6371
		2	235,53			
		3	257,39			
Agotado 2	48 h	1	301,9	280,01	31,382	11,2076
		2	294,07			
		3	244,05			

Ensayo NaOH 2M: Material Agotado 1							
ID	[As] ($\mu\text{g/L}$) FIAS	Factor Dilución	[AS] corregida ($\mu\text{g/L}$)	Volumen (L)	masa de As (μg)	Masa TiO_2 (g)	$\mu\text{g As/g TiO}_2$
Blanco	0	1	0	0,2	0	0	0
MA1-1,1	46,61	1000	46610	0,2	9322	20,054	464,84
MA1-1,2	45,46	1000	45460	0,2	9092	20,0018	454,56
MA1-1,3	46,59	1000	46590	0,2	9318	20,0483	464,78
Blanco	0	1	0	0,2	0	0	0
MA1-1,4	52,84	1000	52840	0,2	10568	20,001	528,37
MA1-1,5	48,1	1000	48100	0,2	9620	20,0456	479,91
MA1-1,6	47,46	1000	47460	0,2	9492	20,0186	474,16

Ensayo NaOH 2M: Material Agotado 2							
ID	[As] (µg/L) FIAS	Factor Dilución	[AS] corregida (µg/L)	Volumen (L)	masa de As (µg)	Masa TiO2 (g)	µg As/g TiO2
Blanco	0	1	0	0,2	0	0	0
MA2-1,1	24,75	1000	24750	0,2	4950	20,0468	246,92
MA2-1,2	24,59	1000	24590	0,2	4918	20,0119	245,75
MA2-1,3	24,79	1000	24790	0,2	4958	20,0024	247,87
Blanco	0	1	0	0,2	0	0	0
MA2-1,4	27,26	1000	27260	0,2	5452	20,0109	272,45
MA2-1,5	29,19	1000	29190	0,2	5838	20,037	291,36
MA2-1,6	29,85	1000	29850	0,2	5970	20,0057	298,41

Ensayo NaOH 1M: Material Agotado 1							
ID	[As] (µg/L) FIAS	Factor Dilución	[AS] corregida (µg/L)	Volumen (L)	masa de As (µg)	Masa TiO2 (g)	µg As/g TiO2
Blanco	1,585	1000	1585	0,2	317	0	0
MA1-1,1	42,41	1000	42410	0,2	8482	20,0972	422,05
MA1-1,2	54,53	1000	54530	0,2	10906	20,0688	543,43
MA1-1,3	43,09	1000	43090	0,2	8618	20,0349	430,15
Blanco	1,432	1000	1432	0,2	286,4	0	0
MA1-1,4	52,01	1000	52010	0,2	10402	20,0102	519,83
MA1-1,5	57,15	1000	57150	0,2	11430	20,0585	569,83
MA1-1,6	54,55	1000	54550	0,2	10910	20,0131	545,14

Ensayo NaOH 1M: Material Agotado 2							
ID	[As] (µg/L) FIAS	Factor Dilución	[AS] corregida (µg/L)	Volumen (L)	masa de As (µg)	Masa TiO2 (g)	µg As/g TiO2
Blanco	1,585	1000	1585	0,2	317	0	0
MA2-1,1	32,06	1000	32060	0,2	6412	20,0836	319,27
MA2-1,2	31,17	1000	31170	0,2	6234	20,3332	306,59
MA2-1,3	29,96	1000	29960	0,2	5992	20,0466	298,9
Blanco	1,432	1000	1432	0,2	286,4	0	0
MA2-1,4	36,96	1000	36960	0,2	7392	20,025	369,14
MA2-1,5	36,06	1000	36060	0,2	7212	20,0745	359,26
MA2-1,6	35,32	1000	35320	0,2	7064	20,0283	352,7

Ensayo NaOH 0,5M: Material Agotado 1							
ID	[As] (µg/L) FIAS	Factor Dilución	[AS] corregida (µg/L)	Volumen (L)	masa de As (µg)	Masa TiO2 (g)	µg As/g TiO2
Blanco	0	1000	0	0,2	0	0	0
MA1-1,1	42,17	1000	42170	0,2	8434	20,0516	420,61
MA1-1,2	46,99	1000	46990	0,2	9398	20,0493	468,74
MA1-1,3	45,36	1000	45360	0,2	9072	20,0205	453,14
Blanco	0	1000	0	0,2	0	0	0
MA1-1,4	47,25	1000	47250	0,2	9450	20,0478	471,37
MA1-1,5	46,5	1000	46500	0,2	9300	20,0037	464,91
MA1-1,6	43,81	1000	43810	0,2	8762	20,0022	438,05

Ensayo NaOH 0,5M: Material Agotado 2							
ID	[As] (µg/L) FIAS	Factor Dilución	[AS] corregida (µg/L)	Volumen (L)	masa de As (µg)	Masa TiO2 (g)	µg As/g TiO2
Blanco	0	1000	0	0,2	0	0	0
MA2-1,1	25,29	1000	25290	0,2	5058	20,0063	252,82
MA2-1,2	23,57	1000	23570	0,2	4714	20,0141	235,53
MA2-1,3	25,75	1000	25750	0,2	5150	20,0088	257,39
Blanco	0	1000	0	0,2	0	0	0
MA2-1,4	30,26	1000	30260	0,2	6052	20,0463	301,9
MA2-1,5	29,42	1000	29420	0,2	5884	20,0091	294,07
MA2-1,6	24,42	1000	24420	0,2	4884	20,012	244,05

$$[Ti] \text{ (mg/L) FIAS} * \frac{50 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} * \frac{0,2 \text{ L}}{W_{\text{mt TiO}_2}} = \text{mg Ti/g adsorbente}$$

Ensayo NaOH 2M: Material Agotado 1							
ID	[Ti] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Ti] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Ti (mg)	Masa TiO ₂ (g)	mg Ti/g TiO ₂
Blanco	4,372	50	218,6	0,2	0,044	0	0,00
MA1-1,1	6,039	50	301,95	0,2	60,390	20,0540	3,01
MA1-1,2	7,437	50	371,85	0,2	74,370	20,0018	3,72
MA1-1,3	8,219	50	410,95	0,2	82,190	20,0483	4,10
Blanco	9,019	50	450,95	0,2	90,190	0	0,00
MA1-1,4	9,62	50	481	0,2	96,200	20,0010	4,81
MA1-1,5	10,08	50	504	0,2	100,800	20,0456	5,03
MA1-1,6	10,7	50	535	0,2	107,000	20,0186	5,35

Ensayo NaOH 2M: Material Agotado 2							
ID	[Ti] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Ti] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Ti (mg)	Masa TiO ₂ (g)	mg Ti/g TiO ₂
Blanco	12,19	50	609,5	0,2	0,122	0	0,61
MA2-1,1	11,75	50	587,5	0,2	117,500	20,0468	5,86
MA2-1,2	12,57	50	628,5	0,2	125,700	20,0119	6,28
MA2-1,3	13,24	50	662	0,2	132,400	20,0024	6,62
Blanco	ND	50	-	0,2	-	0	ND
MA2-1,4	ND	50	-	0,2	-	20,0109	ND
MA2-1,5	ND	50	-	0,2	-	20,0370	ND
MA2-1,6	ND	50	-	0,2	-	20,0057	ND

Ensayo NaOH 1M: Material Agotado 1							
ID	[Ti] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Ti] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Ti (mg)	Masa TiO ₂ (g)	mg Ti/g TiO ₂
Blanco	1,239	50	61,95	0,2	12,390	0	0,00
MA1-1,1	1,223	50	61,15	0,2	12,230	20,0972	0,61
MA1-1,2	1,333	50	66,65	0,2	13,330	20,0688	0,66
MA1-1,3	0,883	50	44,15	0,2	8,830	20,0349	0,44
Blanco	1,49	50	74,5	0,2	14,900	0	0,00
MA1-1,4	1,188	50	59,4	0,2	11,880	20,0102	0,59
MA1-1,5	1,903	50	95,15	0,2	19,030	20,0585	0,95
MA1-1,6	1,881	50	94,05	0,2	18,810	20,0131	0,94

Ensayo NaOH 1M: Material Agotado 2							
ID	[Ti] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Ti] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Ti (mg)	Masa TiO ₂ (g)	mg Ti/g TiO ₂
Blanco	1,239	50	61,95	0,2	12,390	0	0,00
MA2-1,1	1,302	50	65,1	0,2	13,020	20,0836	0,65
MA2-1,2	1,84	50	92	0,2	18,400	20,3332	0,90
MA2-1,3	1,512	50	75,6	0,2	15,120	20,0466	0,75
Blanco	1,49	50	74,5	0,2	14,900	0	0,00
MA2-1,4	1,632	50	81,6	0,2	16,320	20,0250	0,81
MA2-1,5	1,886	50	94,3	0,2	18,860	20,0745	0,94
MA2-1,6	1,884	50	94,2	0,2	18,840	20,0283	0,94

Ensayo NaOH 0,5M: Material Agotado 1							
ID	[Ti] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Ti] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Ti (mg)	Masa TiO ₂ (g)	mg Ti/g adsorbente
Blanco		1	0	0,2	0,000	0	0,00
MA1-1,1		1	0	0,2	0,000	20,0516	0,00
MA1-1,2		1	0	0,2	0,000	20,0493	0,00
MA1-1,3	ND	1	0	0,2	0,000	20,0205	0,00
Blanco		1	0	0,2	0,000	0	0,00
MA1-1,4		1	0	0,2	0,000	20,0478	0,00
MA1-1,5		1	0	0,2	0,000	20,0037	0,00
MA1-1,6		1	0	0,2	0,000	20,0022	0,00

Ensayo NaOH 0,5M: Material Agotado 2							
ID	[Ti] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Ti] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Ti (mg)	Masa TiO ₂ (g)	mg Ti/g adsorbente
Blanco	ND	1	0	0,2	0,000	0	0
MA2-1,1		1	0	0,2	0,000	20,0063	0,00
MA2-1,2		1	0	0,2	0,000	20,0141	0,00
MA2-1,3		1	0	0,2	0,000	20,0088	0,00
Blanco		1	0	0,2	0,000	0	0,00
MA2-1,4		1	0	0,2	0,000	20,0463	0,00
MA2-1,5		1	0	0,2	0,000	20,0091	0,00
MA2-1,6		1	0	0,2	0,000	20,0120	0,00

$$[Si] \text{ (mg/L) FIAS} * \frac{50 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} * \frac{0,2 \text{ L}}{W_{mt} \text{ TiO}_2} = \text{mg Si/g adsorbente}$$

Ensayo NaOH 2M: Material Agotado 1							
ID	[Si] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Si] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Si (mg)	Masa TiO2 (g)	mg Si/g TiO2
Blanco	63,52	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA1-1,1	76,57	50	652,5	0,2	130,500	20,0540	6,51
MA1-1,2	73,18	50	483	0,2	96,600	20,0018	4,83
MA1-1,3	85,77	50	1112,5	0,2	222,500	20,0483	11,10
Blanco	57,48	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA1-1,4	81,23	50	1187,5	0,2	237,500	20,0010	11,87
MA1-1,5	81,43	50	1197,5	0,2	239,500	20,0456	11,95
MA1-1,6	77,94	50	1023	0,2	204,600	20,0186	10,22

Ensayo NaOH 2M: Material Agotado 2							
ID	[Si] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Si] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Si (mg)	Masa TiO2 (g)	mg Si/g TiO2
Blanco	44,48	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA2-1,1	60,59	50	805,5	0,2	161,100	20,0468	8,04
MA2-1,2	62,42	50	897	0,2	179,400	20,0119	8,96
MA2-1,3	65,68	50	1060	0,2	212,000	20,0024	10,60
Blanco	51,6	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA2-1,4	25,54	50	-1303	0,2	-260,600	20,0109	-13,02
MA2-1,5	25,8	50	-1290	0,2	-258,000	20,0370	-12,88
MA2-1,6	25,79	50	-1290,5	0,2	-258,100	20,0057	-12,90

Ensayo NaOH 1M: Material Agotado 1							
ID	[Si] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Si] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Si (mg)	Masa TiO2 (g)	mg Si/g TiO2
Blanco	25,51	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA1-1,1	32,35	50	342	0,2	68,400	20,0972	3,40
MA1-1,2	33,21	50	385	0,2	77,000	20,0688	3,84
MA1-1,3	30,04	50	226,5	0,2	45,300	20,0349	2,26
Blanco	26,7	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA1-1,4	36,53	50	491,5	0,2	98,300	20,0102	4,91
MA1-1,5	36,48	50	489	0,2	97,800	20,0585	4,88
MA1-1,6	35,41	50	435,5	0,2	87,100	20,0131	4,35

Ensayo NaOH 1M: Material Agotado 2							
ID	[Si] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Si] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Si (mg)	Masa TiO2 (g)	mg Si/g TiO2
Blanco	25,51	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA2-1,1	32,52	50	350,5	0,2	70,100	20,0836	3,49
MA2-1,2	33,14	50	381,5	0,2	76,300	20,3332	3,75
MA2-1,3	32,56	50	352,5	0,2	70,500	20,0466	3,52
Blanco	26,7	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA2-1,4	34,41	50	385,5	0,2	77,100	20,0250	3,85
MA2-1,5	33,9	50	360	0,2	72,000	20,0745	3,59
MA2-1,6	35,07	50	418,5	0,2	83,700	20,0283	4,18

Ensayo NaOH 0,5M: Material Agotado 1							
ID	[Si] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Si] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Si (mg)	Masa TiO2 (g)	mg Si/g TiO2
Blanco	21,32	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA1-1,1	28,1	50	339	0,2	67,800	20,0516	3,38
MA1-1,2	27,99	50	333,5	0,2	66,700	20,0493	3,33
MA1-1,3	27,87	50	327,5	0,2	65,500	20,0205	3,27
Blanco	21,32	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA1-1,4	30,62	50	465	0,2	93,000	20,0478	4,64
MA1-1,5	29,57	50	412,5	0,2	82,500	20,0037	4,12
MA1-1,6	30,6	50	464	0,2	92,800	20,0022	4,64

Ensayo NaOH 0,5M: Material Agotado 2							
ID	[Si] (mg/L) FIAS	Factor Dilución	[Si] corregida (mg/L)	Volumen (L)	masa de Si (mg)	Masa TiO2 (g)	mg Si/g TiO2
Blanco	21,32	50	0	0,2	0,000	0	0
MA2-1,1	26,37	50	252,5	0,2	50,500	20,0063	2,52
MA2-1,2	26,55	50	261,5	0,2	52,300	20,0141	2,61
MA2-1,3	26,61	50	264,5	0,2	52,900	20,0088	2,64
Blanco	21,32	50	0	0,2	0,000	0	0,00
MA2-1,4	28,88	50	378	0,2	75,600	20,0463	3,77
MA2-1,5	28,67	50	367,5	0,2	73,500	20,0091	3,67
MA2-1,6	27,5	50	309	0,2	61,800	20,0120	3,09

Tabla A6.1: Resultados de las digestiones y extracciones con NaOH a diferentes molaridades

Muestra	Digestión µg As/g	horas	(NaOH 2%) µg As/g adsorbente	% Rec.	(NaOH 4%) µg As/g adsorbente	% Rec.	(NaOH 8%) µg As/g adsorbente	% Rec.
MV	7±1	-	-	-	-	-	-	-
MA1	759±5	24	448±24	59±3	465±68	61±9	461±6	61±1
		48	458±18	60±2	545±25	72±3	494±30	65±4
MA2	381±19	24	248±11	65±4	308±10	81±5	247±1	65±3
		48	280±31	73±9	360±8	95±5	287±13	75±5

Muestra	Digestión mg Ti/g	horas	(NaOH 2%) mg Ti/g adsorbente	% Rec.	(NaOH 4%) mg Ti/g adsorbente	% Rec.	(NaOH 8%) mg Ti/g adsorbente	% Rec.
MV	682 ± 5	-	-	-	-	-	-	-
MA1	542 ± 2	24	ND	ND	1±0,1	0	4±0,6	1±1
		48	ND	ND	1±0,2	0	5±0,3	1±1
MA2	612 ± 24	24	ND	ND	1±0,1	0	6±0,4	1±1
		48	ND	ND	1±0,1	0	ND	ND

Muestra	Digestión mg Si/g	horas	(NaOH 2%) mg Si/g adsorbente	% Rec.	(NaOH 4%) mg Si/g adsorbente	% Rec.	(NaOH 8%) mg Si/g adsorbente	% Rec.
MV	20 ± 6	-	-	-	-	-	-	-
MA1	45 ± 8	24	3±0,1	7±1	3±1	7±1	7±3	16±7
		48	4±0,3	9±2	5±0,3	11±2	11±1	24±5
MA2	70 ± 11	24	3±0,1	4±1	4±0,1	6±1	9±1	13±3
		48	4±0,4	6±3	4±0,3	6±1	N/A	N/A

Anexos

Anexo I: Informe de los ensayos granulométricos realizados a los materiales por el CIVCO. Informe CIVCO-PS-093-2016.



<u>Informe para servicios repetitivos no acreditados</u>	Código N: CIVCO-FG-29	Páginas: 1 de 3
	Fecha emisión: 04/abr/2016	Versión: 01
	Fecha de entrada en vigencia: 12/abr/2016	

INFORME DE ENSAYO

Laboratorio: Centro de Investigaciones en Vivienda y Construcción, Sede Central.

Dirección: Instituto Tecnológico de Costa Rica, Cartago

Fecha: 05/Dic/2016

Código del informe: CIVCO-IPS-093-2016

INFORMACIÓN DEL CLIENTE

Cliente: Luis Guillermo Romero Esquivel **Correo electrónico:** lromero@itcr.ac.cr

Dirección: Cartago **Teléfono:** 8867-2467

Contrato: CIVCO-PS-093-2016

INFORMACIÓN DE ESPECÍMENES DE ENSAYO

Proyecto: Análisis granulométrico de materiales adsorbentes a base de óxido de titanio

Lugar de muestreo: Desconocido. **Fecha de muestreo:** Desconocido.

Código de muestra: CIVCO-PS-SAR-093-2016

Fecha de ingreso al laboratorio: 21/Nov/2016

Descripción del objeto de ensayo: Determinar la distribución granulométrica de materiales adsorbentes.

Período de realización de ensayos: 24/Nov/2016 al 02/Dic/2016

MÉTODOS DE ENSAYO APLICADOS

Nombre del ensayo	Instructivo técnico	Designación
Análisis granulométrico de agregado grueso, agregado fino y mezclas de agregado	CIVCO-IT-08*	ASTM C-136 ASTM C-117

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:	Fecha de entrada en vigencia:
Alonso Poveda M.	Rommel Cuevas K.	Sonia Vargas C.	12/abr/2016

Este informe de resultados tiene validez únicamente en su forma íntegra y original y no se permiten reproducciones parciales del documento sin la autorización previa del *LabCIVCO*.

Informe para servicios repetitivos no acreditados	Código N: CIVCO-FG-29	Páginas: 2 de 3
	Fecha emisión: 04/abr/2016	Versión: 01
	Fecha de entrada en vigencia: 12/abr/2016	

RESULTADOS DE ENSAYO ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE SUELOS

- Muestra 1: Material Agotado 1**

Tamaño de abertura (mm)	Tamiz	%Pasando
4,760	No. 4	100,0
2,000	No. 10	99,5
0,841	No. 20	93,6
0,420	No. 40	92,8
0,149	No. 100	72,9
0,074	No. 200	49,0

- Muestra 2: Material Agotado 2**

Tamaño de abertura (mm)	Tamiz	%Pasando
0,841	No. 20	100,0
0,420	No. 40	99,9
0,149	No. 100	77,6
0,074	No. 200	59,3

- Muestra 3: Material Virgen**

Tamaño de abertura (mm)	Tamiz	%Pasando
2,000	No. 10	100
0,841	No. 20	92,2
0,420	No. 40	56,7
0,149	No. 100	5,3
0,074	No. 200	4,5

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:	Fecha de entrada en vigencia:
Alonso Poveda M.	Rommel Cuevas K.	Sonia Vargas C.	12/abr/2016

Este informe de resultados tiene validez únicamente en su forma íntegra y original y no se permiten reproducciones parciales del documento sin la autorización previa del LabCIVCO.

<u>Informe para servicios repetitivos no acreditados</u>	Código N: CIVCO-FG-29	Páginas: 3 de 3
	Fecha emisión: 04/abr/2016	Versión: 01
	Fecha de entrada en vigencia: 12/abr/2016	

OBSERVACIONES

- Se realizaron algunos cambios en el procedimiento del ensayo por solicitud del cliente, debido a las características del material a ensayar.
- Para el análisis de los materiales se utilizaron los tamices estándar para este tipo de ensayo.
- El material Virgen se clasifica como un material mal graduado, ya que su coeficiente de uniformidad es menor a 6.
- El material Agotado-1 está compuesto en su mayoría por partículas que pasan el tamiz No.10, con un 49% de partículas finas que pasan el tamiz No.200.
- El material Agotado-2 está compuesto en su mayoría por partículas que pasan el tamiz No.40, con un 59,3% de partículas finas pasan el tamiz No.200.
- Para estos últimos materiales no se pudieron determinar los coeficientes de uniformidad y curvatura ya que no se puede calcular el D10 y el D30.

FIRMAS DE AUTORIZACIÓN

Ing. Giannina Ortiz Quesada MSc.
Coordinación CIVCO

Ing. Alonso Poveda Montoya.
Gestoría Técnica

Elaborado por:	Revisado por:	Aprobado por:	Fecha de entrada en vigencia:
Alonso Poveda M.	Rommel Cuevas K.	Sonia Vargas C.	12/abr/2016

Este informe de resultados tiene validez únicamente en su forma íntegra y original y no se permiten reproducciones parciales del documento sin la autorización previa del *LabCIVCO*.



INFORME DE SERVICIO

Información general

páginas: 7

Fecha: 11 de Octubre de 2016

Código de informe: CIEM-085-10-16

Tipo de servicio(s): Análisis por difracción de rayos-X de muestras varias

Cliente

Empresa: Centro de Investigación en Protección Ambiental (CIPA)

Representante: Dr. Luis Guillermo Romero Esquivel

Dirección: Cartago, Costa Rica

Muestra

Características: Se entregaron cuatro muestras de varios minerales tomados de diferentes posiciones:

Muestras
- MV: Material Virgen
- MA1: Quintas don Miguel
- MA2: Santa Cecilia, Los Chiles

No. Muestras: 3

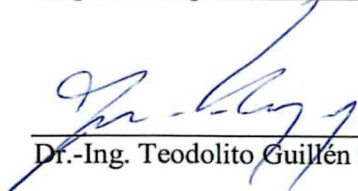
Código recepción de muestra: N/A

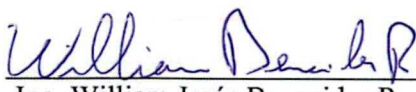
Los materiales analizados fueron tres recipientes de materiales en polvo. Se obtuvo una probeta de cada recipiente y se analizó por medio de difracción de rayos-X (DRX).

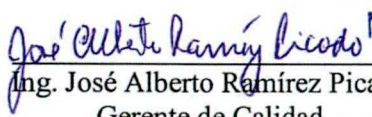
Método

Método utilizado	Equipo	Patrones de verificación	Norma aplicable
Difracción de rayos-X	PANalytical, Empyrean	Silicio	

Responsable por CIEMTEC


Dr.-Ing. Teodolito Guillén Girón


Ing. William Jesús Benavides Ramírez
Coordinador CIEMTEC
Colegiado CIQPA N°2555

TEC | Tecnológico
de Costa Rica
Centro de Investigación en
Materiales (CIEMTEC)

Ing. José Alberto Ramírez Picado
Gerente de Calidad
Colegiado CIQPA N°891
sello



Para este análisis se utilizó un difractómetro de rayos-X PANalytical modelo Empyrean de la Escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales del Instituto Tecnológico de Costa Rica (ITCR) (ver figura 1)



Figura 1: Difractómetro de rayos-X PANalytical, modelo: Empyrean

Previo al análisis de difracción se realizó una tritución fina de las muestras entregadas por el cliente para optimizar la granulometría de los polvos para el ensayo de DRX. En la figura 2, se observa un espécimen de una sección recogida al azar, la cual fue posteriormente analizada por DRX. El mismo procedimiento fue realizado al resto de las muestras.



Figura 2: Probeta para el análisis de difracción (el área dentro del círculo fue analizada con DRX)

La probeta fue introducida dentro de una cuna tipo reflexión - transmisión la cual se muestra en la figura 3.

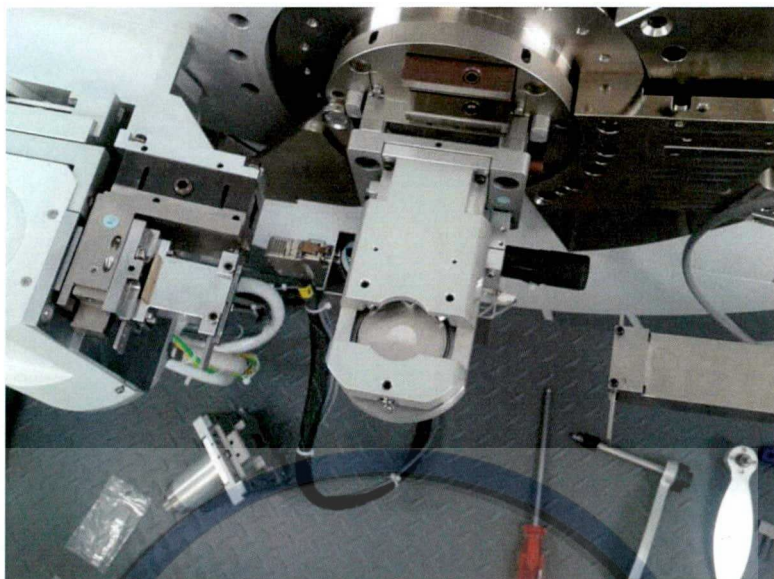


Figura 3: montaje de la probeta dentro de cuna reflexión-transmisión.

El análisis de Difractometría se realizó con un tubo de Cobre ($\lambda=1.54 \text{ \AA}$) a una potencia de 45 kV y 40 mA, con un barrido de 15 a 90°. En este análisis se utilizó un Soler de 0.04 radianes en el extremo del tubo de rayos-X y un Soler large de 0.04 radianes en el extremo del detector, un slit de divergencia de 1/4° y un slit antiscatter de 1/2°. Para el filtrado de radiación $K\beta$ se utilizó un filtro de Niquel. Para la adquisición de datos se utilizó el Software Data Collector y para el análisis de los difractogramas (resultados obtenidos con el DRX) se utilizó el software HighScore Plus.

Con base a la solicitud del cliente, se presentan a continuación los resultados obtenidos de los análisis de difractometría de rayos-X, efectuados en la escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales a las muestras entregadas por el cliente.



MV: Material Virgen

Del análisis de la muestra MV se obtuvo como resultado que la composición química es el mencionado en la tabla 1:

Tabla 1: tabla de resultados mostrado luego de un análisis XRD para la probeta MV.

Ref.Code	Compound Name	Chem. Formula
01-075-2547	Titanium Oxide	Ti O ₂
98-007-7693	Brookite	O ₂ Ti ₁
01-074-1905	Calcium Sulfate Hydrate	Ca (SO ₄) (H ₂ O) ₂

Del análisis de la muestra MV se obtuvo como resultado el siguiente difractograma (Fig. 4):

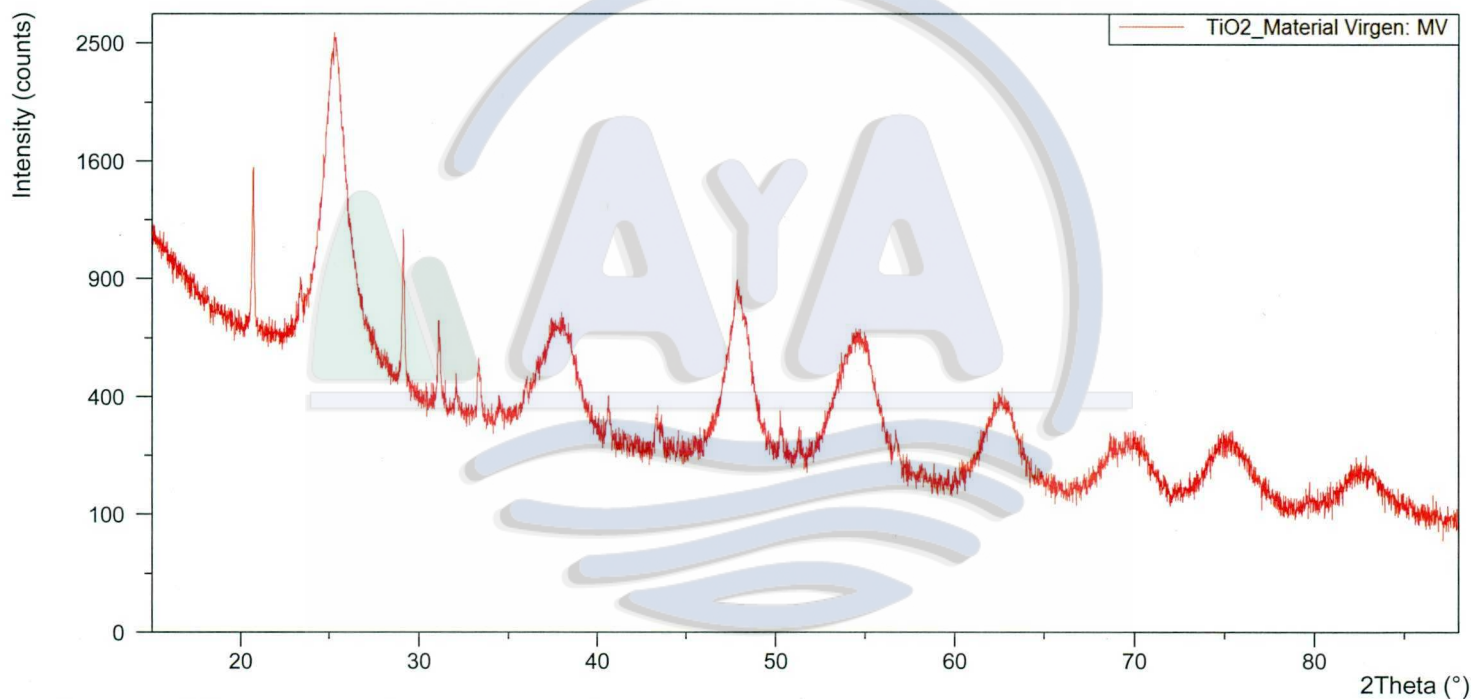


Figura 4: Difractograma de la muestra: MV



MA1: Quintas don Miguel

Del análisis de la muestra MA1 se obtuvo como resultado que la composición química es el mencionado en la tabla 2:

Tabla 2: tabla de resultados mostrado luego de un análisis XRD para la probeta MA1.

Ref.Code	Compound Name	Chem. Formula
01-075-2547	Titanium Oxide	Ti O ₂
01-085-0798	Silicon Oxide	Si O ₂

Del análisis de la muestra MA1 se obtuvo como resultado el siguiente difractograma (Fig. 5):

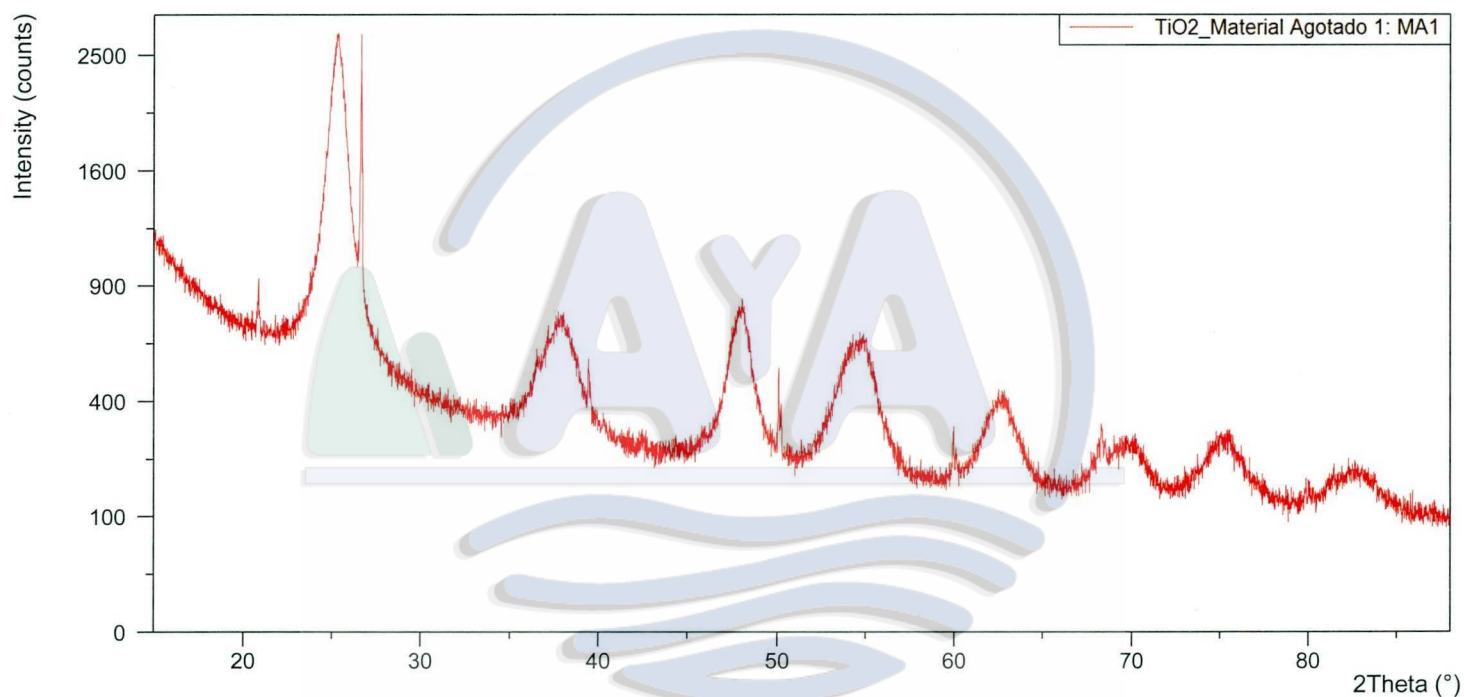


Figura 5: Difractograma de la muestra: MA1



MA2: Santa Cecilia, Los Chiles

Del análisis de la muestra MA2 se obtuvo como resultado que la composición química es el mencionado en la tabla 3:

Tabla 3: tabla de resultados mostrado luego de un análisis XRD para la probeta MA2.

Ref.Code	Compound Name	Chem. Formula
01-075-2547	Titanium Oxide	Ti O ₂

Del análisis de la muestra MA2 se obtuvo como resultado el siguiente difractograma (Fig. 6):

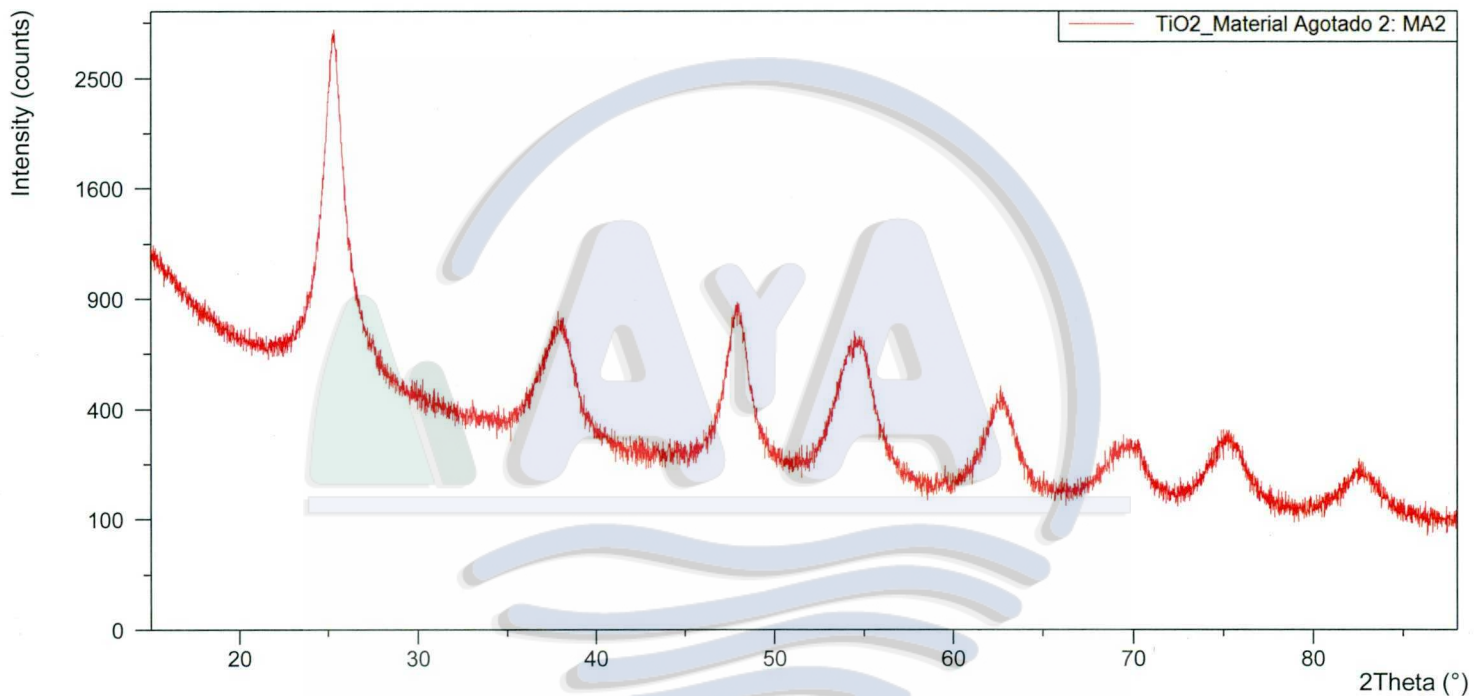


Figura 6: Difractograma de la muestra: MA2



Difractogramas combinados

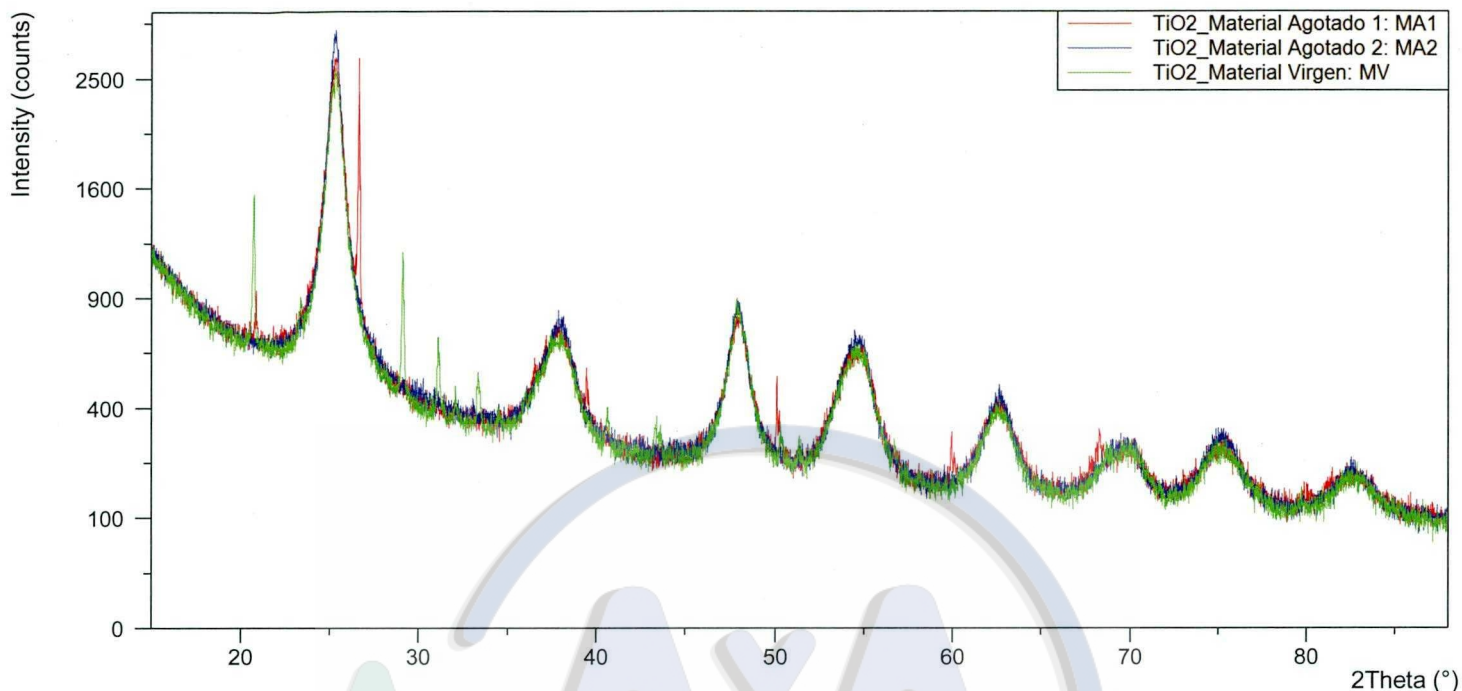


Figura 8: Difractogramas combinados de las muestras analizadas

Observaciones generales:

El análisis realizado a las muestras entregadas por el cliente revela heterogeneidad entre los compuestos cristalográficos que tienen las muestras. Resalta la muestra MA2: Santa Cecilia, Los Chiles ya que presenta la presencia de solo TiO_2 . Las otras dos muestras tienen otros compuestos cristalográficos acompañando a este compuesto. La técnica DRX desarrollada solo permite el análisis cualitativo de los compuestos cristalográficos presentes en una muestra en polvo.



INFORME DE SERVICIO

Información general

páginas: 6

Fecha: 5 de Diciembre 2016

Código de informe: CIEM- 105-12-2016

Tipo de servicio(s): Análisis por difracción de rayos-X de muestras varias

Cliente

Empresa: Centro de Investigación en Protección Ambiental (CIPA)

Representante: Dr. Luis Guillermo Romero Esquivel

Dirección: Cartago, Costa Rica

Muestra

Características: Se entregaron cuatro muestras de varios minerales tomados de diferentes posiciones:

Muestras
- MA1 Regenerado
- MA2 Regenerado

No. Muestras: 2

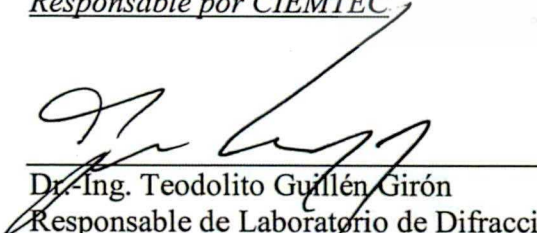
Código recepción de muestra: N/A

Los materiales analizados fueron tres recipientes de materiales en polvo. Se obtuvo una probeta de cada recipiente y se analizó por medio de difracción de rayos-X (DRX).

Método

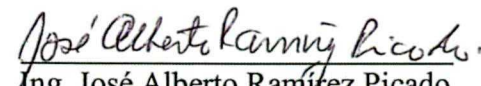
Método utilizado	Equipo	Patrones de verificación	Norma aplicable
Difracción de rayos-X	PANalytical, Empyrean	Silicio	

Responsable por CIEMTEC


Dr.-Ing. Teodolito Guillén Girón
Responsable de Laboratorio de Difracción de rayos-X y Afines
Colegiado CIQPA N°1922

TEC | Tecnológico
de Costa Rica
**Centro de Investigación en
Materiales (CIEMTEC)**


Ing. William Jesús Benavides Ramírez
Coordinador CIEMTEC
Colegiado CIQPA N°2555


Ing. José Alberto Ramírez Picado
Gerente de Calidad, CIEMTEC
Colegiado CIQPA N°891

sello



Para este análisis se utilizó un difractómetro de rayos-X PANalytical modelo Empyrean de la Escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales del Instituto Tecnológico de Costa Rica (ITCR) (ver figura 1)



Figura 1: Difractómetro de rayos-X PANalytical, modelo: Empyrean

Previo al análisis de difracción se realizó una trituration fina de las muestras entregadas por el cliente para optimizar la granulometría de los polvos para el ensayo de DRX. En la figura 2, se observa un espécimen de una sección recogida al azar, la cual fue posteriormente analizada por DRX. El mismo procedimiento fue realizado al resto de las muestras.



Figura 2: Probeta para el análisis de difracción (el área dentro del círculo fue analizada con DRX)

La probeta fue introducida dentro de una cuna tipo reflexión - transmisión la cual se muestra en la figura 3.

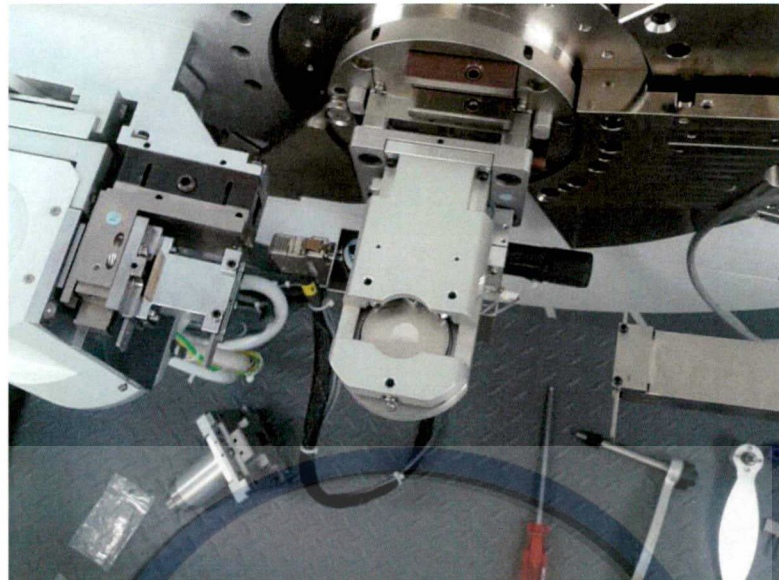


Figura 3: montaje de la probeta dentro de cuna reflexión-transmisión.

El análisis de Difractometría se realizó con un tubo de Cobre ($\lambda=1.54 \text{ \AA}$) a una potencia de 45 kV y 40 mA, con un barrido de 15 a 90°. En este análisis se utilizó un Soler de 0.04 radianes en el extremo del tubo de rayos-X y un Soler large de 0.04 radianes en el extremo del detector, un slit de divergencia de 1/4° y un slit antiscatter de 1/2°. Para el filtrado de radiación $K\beta$ se utilizó un filtro de Niquel. Para la adquisición de datos se utilizó el Software Data Collector y para el análisis de los difractogramas (resultados obtenidos con el DRX) se utilizó el software HighScore Plus.

Con base a la solicitud del cliente, se presentan a continuación los resultados obtenidos de los análisis de difractometría de rayos-X, efectuados en la escuela de Ciencia e Ingeniería de los Materiales a las muestras entregadas por el cliente.



MA1 regenerado

Del análisis de la muestra MA1 regenerado se obtuvo como resultado que la composición química es el mencionado en la tabla 1:

Tabla 1: tabla de resultados mostrado luego de un análisis XRD para la probeta MA1 regenerado.

Ref.Code	Compound Name	Chem. Formula
01-071-1167	Titanium Oxide	Ti O ₂
01-085-0865	Silicon Oxide	Si O ₂

Del análisis de la muestra MA1 regenerado se obtuvo como resultado el siguiente difractograma (Fig. 4):

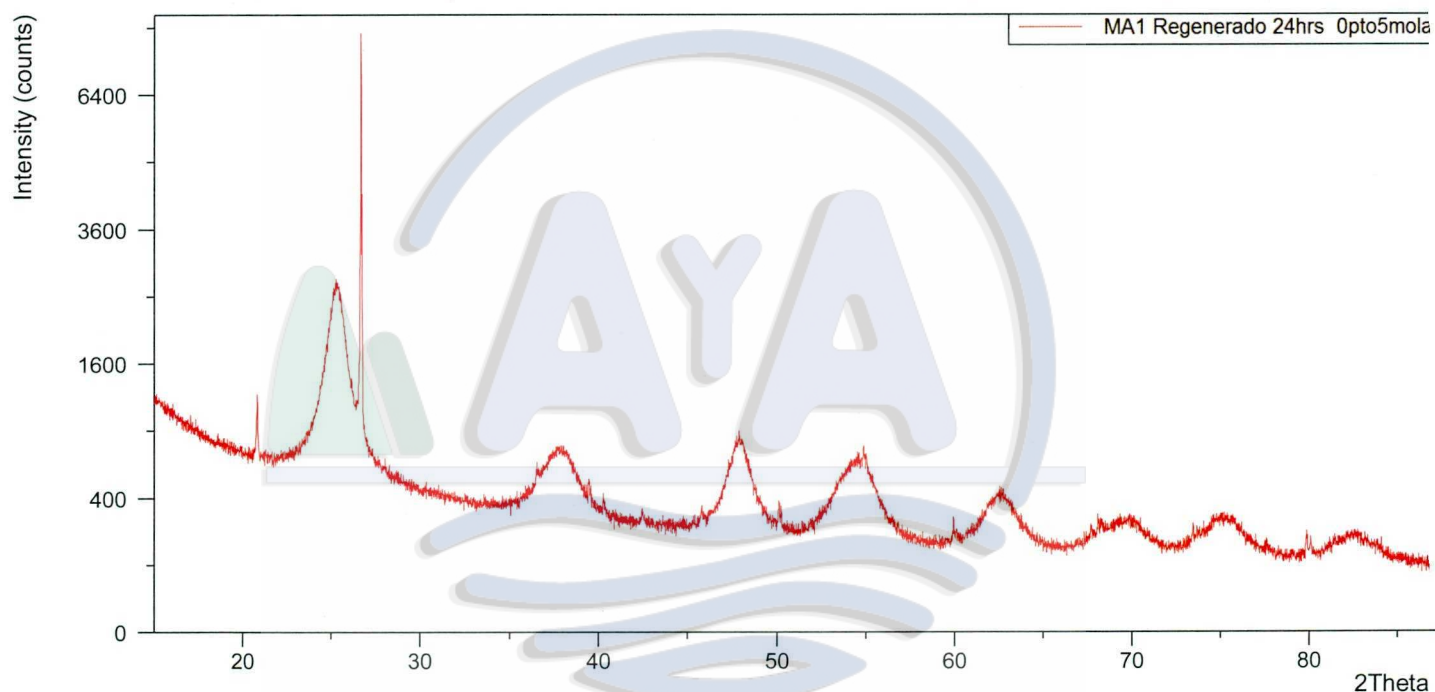


Figura 4: Difractograma de la muestra: MA1 regenerado



MA2 Regenerado

Del análisis de la muestra MA2 regenerado se obtuvo como resultado que la composición química es el mencionado en la tabla 2:

Tabla 2: tabla de resultados mostrado luego de un análisis XRD para la probeta MA2 regenerado.

Ref.Code	Compound Name	Chem. Formula
01-075-2544	Titanium Oxide	Ti O ₂

Del análisis de la muestra MA2 regenerado se obtuvo como resultado el siguiente difractograma (Fig. 5):

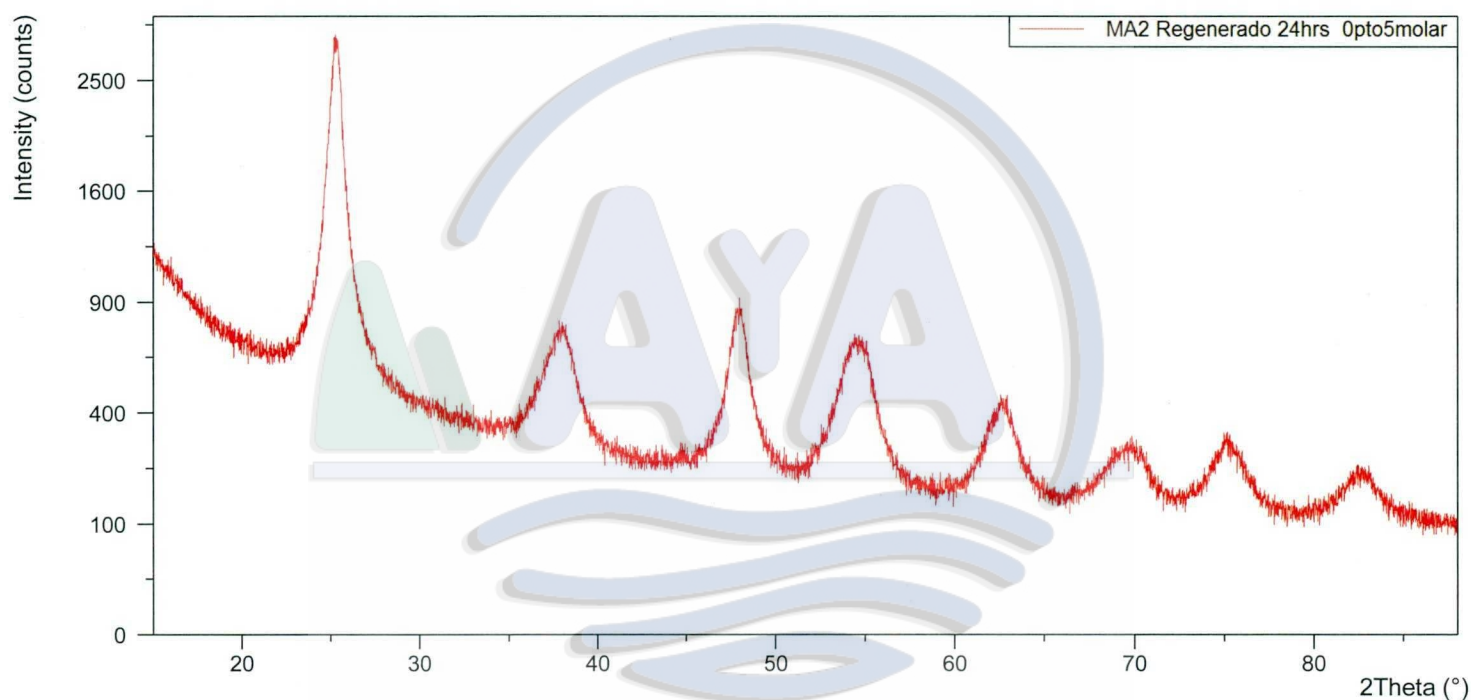


Figura 5: Difractograma de la muestra: MA2 regenerado





Difractogramas combinados

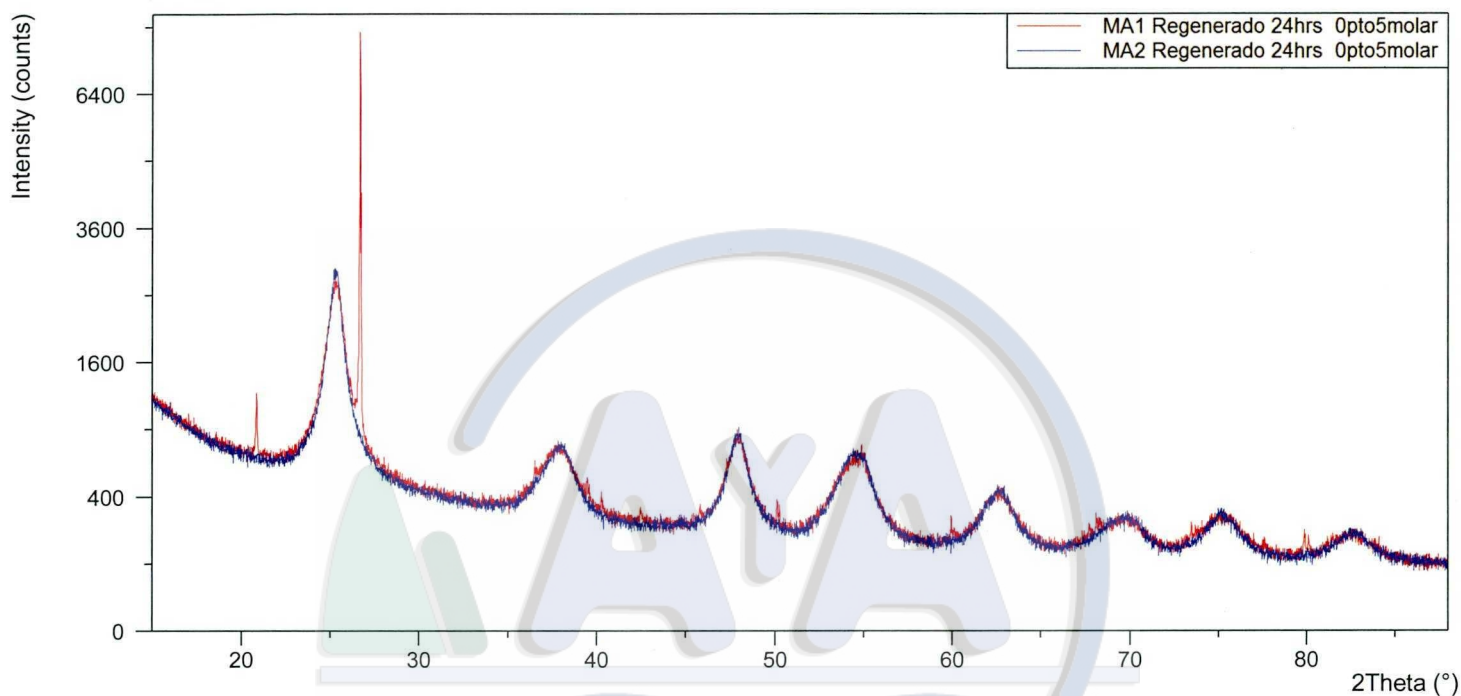


Figura 6: Difractogramas combinados de las muestras analizadas

Observaciones generales:

El análisis realizado a las muestras entregadas por el cliente revela diferencias. La muestra MA1 posee TiO_2 en su forma de Anatasa más óxido de silicio. La muestra MA2 posee únicamente TiO_2 en su forma de Anatasa. La técnica DRX desarrollada solo permite el análisis cualitativo de los compuestos cristalográficos presentes en una muestra en polvo.



