



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE  
INTERCAMBIO IÓNICO PARA SER UTILIZADAS EN EL  
DESMINERALIZADOR DE AGUA DE REFINERÍA ESTATAL  
ESMERALDAS”**

**TESIS DE GRADO PREVIA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO  
QUÍMICO**

**PRESENTADO POR:**

**MARTHA ELIZABETH NEVÁREZ RIVADENEIRA**

**RIOBAMBA-ECUADOR**

**2009**

*En primer lugar agradezco a Dios, por haber guiado mi camino en esta etapa tan importante de mi vida. A la familia que con su apoyo incondicional supieron entregarme todo su amor y apoyo. De igual manera al Director de Tesis Ing. Gonzalo Sánchez y al Dr. Fausto Yaulema, miembro del Tribunal, quienes aportaron para la culminación de este trabajo de investigación. No puedo dejar de dar las gracias a mis profesores de toda la carrera por sus conocimientos compartidos, a mis compañeros y amigos, con los que fui avanzando y superando todas las etapas de este proceso educativo. Por último, a todas las personas que de alguna u otra forma han influido para dar este gran paso.*

*Muchas Gracias*

*A mis madre: Lila por su ayuda incondicional, y su amor brindado en todos los momentos de mi vida, sin ella no hubiera sido posible dar este gran paso.*

*A mi hermano Dany, a mi ahijada Briana y a todos mis familiares por sus sabios consejos.*

*A mi eterno amor Byron por su apoyo incondicional los momentos más difíciles.*

*En fin, a mis amigos y aquellas personas que de una u otra manera han hecho posible la culminación de mi carrera*

*Marthy*

<b>NOMBRE</b>	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
Dr. Edmundo Caluña	-----	-----
<b>DECANO FAC. CIENCIAS</b>		
Ing. Mario Villacrés	-----	-----
<b>DIRECTOR ESC. ING. QUÍMICA</b>		
Ing. Gonzalo Sánchez	-----	-----
<b>DIRECTOR DE TESIS</b>		
Dr. Fausto Yaulema	-----	-----
<b>MIEMBRO DEL TRIBUNAL</b>		
Ing. Carlos Rodríguez	-----	-----
<b>DIRECTOR CENTRO DE DOCUMENTACIÓN</b>		
<b>NOTA DE TESIS ESCRITA</b>	-----	

“Yo MARTHA ELIZABETH NEVÁREZ RIVADENEIRA, soy responsable de las ideas, doctrinas y resultados expuestos en esta Tesis de Grado; y el patrimonio intelectual de la Tesis de Grado pertenecen a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO”

## INDICE DE ABREVIATURAS

ppm	Partes por millón
pHs	pH de saturación
mm	Milímetros
m	Metros
m <sup>3</sup>	Metros cúbicos
gpm	Galones por minuto
lb	Libra
mg	Miligramos
gr	Gramos
ml	Mililitros
N	Normalidad
Eq	Equivalentes
l	Litro
kg	Kilogramo
M	Molaridad
k	Constante
%	Porcentaje
V	Volumen
V <sub>f</sub>	Volumen final
Cap	Capacidad
Min	Mínimo

Max	Máximo
CE	Conductividad eléctrica
DT	Dureza total
DCa	Dureza cálcica
DMg	Dureza magnésica
Alc F	Alcalinidad a la fenolftaleína
Alc M	Alcalinidad al indicador mixto
Rz	Matriz insoluble de la resina
R	Grupos hidrógenos alifáticos

## TABLA DE CONTENIDO

### CAPÍTULO I

1. PARTE TEÓRICA .....	25
1.1. AGUAS INDUSTRIALES .....	25
1.1.1. DEFINICIONES .....	25
1.1.2. IMPUREZAS DEL AGUA .....	26
1.1.3. FACTORES DE LA CALIDAD DEL AGUA.....	27
1.1.3.1. pH.....	28
1.1.3.2. COLOR.....	28
1.1.3.3. TURBIDEZ.....	28
1.1.3.4. ALCALINIDAD .....	29
1.1.3.5. DUREZA TOTAL .....	30
1.1.3.6. SÍLICE .....	30
1.1.3.7. HIERRO.....	31
1.1.3.8. CLORO RESIDUAL .....	31
1.1.3.9. SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS .....	32
1.1.3.10. SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN .....	32
1.1.3.11. ÍNDICE DE ESTABILIDAD .....	32
1.1.4. TRATAMIENTO DE AGUAS INDUSTRIALES.....	34
1.1.4. TRATAMIENTO DE AGUAS INDUSTRIALES.....	34

1.1.4.1. CLARIFICACIÓN.....	34
1.1.4.2. COAGULACIÓN .....	37
1.1.4.3. FLOCULACIÓN .....	38
1.1.4.4. FILTRACIÓN.....	40
1.1.4.4.1. FILTROS POR GRAVEDAD .....	40
1.1.4.4.2. FILTROS DE PRESIÓN .....	41
1.1.4.5. DESMINERALIZACIÓN .....	43
1.1.4.5.1. ABLANDAMIENTO QUÍMICO.....	43
1.1.4.5.2. ABLANDAMIENTO Y DESMINERALIZACIÓN POR INTERCAMBIO IÓNICO .....	44
1.2. INTERCAMBIO IÓNICO.....	46
1.2.1. TIPOS DE MATERIALES INTERCAMBIO IÓNICO.....	48
1.2.1.1. CAMBIADORES CATIONICOS DE SODIO.....	48
1.2.2. PROPIEDADES DE LOS CAMBIADORES .....	52
1.2.2.1. PODER DE CAMBIO O CAPACIDAD.....	53
1.2.2.2. PODER DE CAMBIO ÚTIL.....	53
1.2.2.3. PODER DE CAMBIO DISPONIBLE.....	53
1.2.2.4. PODER DE CAMBIO TOTAL.....	53
1.2.2.5. FUGA IÓNICA.....	54
1.2.3. RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	54
1.2.3.1. TIPOS DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO .....	56
1.2.3.1.1. RESINAS CATIONICAS FUERTEMENTE ÁCIDAS.....	56
1.2.3.1.2. RESINAS CATIONICAS DÉBILMENTE ÁCIDAS .....	58
1.2.3.1.3 RESINAS ANIÓNICAS FUERTEMENTE BÁSICAS .....	59
1.2.3.1.4. RESINAS ANIÓNICAS DÉBILMENTE BÁSICAS .....	60

1.2.3.2. SELECTIVIDAD DE LAS RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	61
1.2.3.3. PROPIEDADES DE LAS RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	66
1.2.3.3.1. TAMAÑO DE PARTÍCULA .....	66
1.2.3.3.2. SOLUBILIDAD.....	67
1.2.3.3.3. FORMA .....	67
1.2.3.3.4. DENSIDAD .....	67
1.2.3.3.5. CAÍDA DE PRESIÓN .....	67
1.2.3.3.6. RESISTENCIA A LA FRACTURA .....	68
1.2.3.4. ESTABILIDAD DE LAS RESINAS .....	68
1.2.3.5. ESPECIFICACIONES DE LAS RESINAS EMPLEADAS EN EL DESMINERALIZADOR DE AGUA.....	69
1.2.3.5.1. RESINA CATIONICA LEWATIT MONOPLUS S 100, AMBERLITE IR- 120 .....	69
1.2.3.5.2. ESPECIFICACIONES DE RESINAS MONOPUS M 500(IRA-402).....	71
1.2.3.6. CONDICIONES DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO EN EL DESMINERALIZADOR DE AGUA .....	73
1.2.3.6.1. CONDICIONES DE REGENERACIÓN DE RESINAS CATIONICAS FUERTES EN EL DESMINERALIZADOR DE AGUA .....	73
1.2.3.6.2. CONDICIONES DE REGENERACIÓN DE RESINAS ANIÓNICAS FUERTES EN EL DESMINERALIZADOR DE AGUA .....	75
1.2.3.7. REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO .....	76
1.2.3.7.1. REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO CATIONICO .....	77
1.2.3.7.2. REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO ANIÓNICO .....	78

1.2.3.7.3. PLAN DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO .....	78
2. PARTE EXPERIMENTAL .....	80
2.1. MUESTREO .....	80
2.2. SIMULACIÓN EN EL LABORATORIO .....	80
2.2.1. MATERIALES .....	80
2.2.2. REACTIVOS .....	81
2.2.3. TÉCNICAS .....	81
2.2.3.1 DUREZA .....	81
2.2.3.1.1. Principio del método: SM 2340.....	82
2.2.3.1.2. Procedimiento “dureza total” .....	82
2.2.3.1.2.1. Cálculos .....	82
2.2.3.1.3. Procedimiento “dureza cálcica” .....	83
2.2.3.1.3.1. Cálculos .....	83
2.2.3.1.4. Procedimiento “Dureza Magnésica” .....	83
2.2.3.2 ALCALINIDAD. MÉTODO ASTM D1067 .....	83
2.2.3.2.1. Procedimiento .....	84
2.2.3.2.2. Cálculos .....	84
2.2.3.3 SÍLICE ALTA. MÉTODO ASTM 859-D .....	84
2.2.3.3.1. Procedimiento .....	84
2.2.3.4. SÍLICE BAJA. MÉTODO ASTM 859-B.....	85
2.2.3.4.1. Procedimiento .....	85
2.2.3.5. HIERRO. MÉTODO APHA 124A.....	85
2.2.3.5.1 Procedimiento .....	85

2.2.3.6. FOSFATOS. MÉTODO SM COLORIMÉTRICO ( 11 EDICIÓN ).....	86
2.2.3.6.1. Procedimiento .....	86
2.2.3.7. SULFATOS. MÉTODO ASTM D516 B .....	86
2.2.3.7.1. Procedimiento .....	86
2.2.3.8. CAPACIDAD DE REGENERACIÓN DE RESINAS.....	87
2.2.3.8.1. Resina catiónica .....	87
2.2.3.8.1.1. Procedimiento .....	87
2.2.3.8.2. Resina aniónica .....	87
2.2.3.8.2.1. Procedimiento .....	87
2.3. DATOS EXPERIMENTALES .....	89
2.3.1. DATOS DEL ANÁLISIS DEL AGUA PARA DESMINERALIZACIÓN .....	89
2.4. DATOS ADICIONALES .....	95
2.4.1. EQUIVALENCIAS DE LAS UNIDADES DE CONCENTRACIÓN DE REGENERANTES PARA RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	95
2.4.2. PREPARACIÓN DE DILUCIONES DE ÁCIDO SULFÚRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO EN BASE A LA SOLUCIÓN PATRÓN .....	96
3. LÍNEA DE INVESTIGACIÓN .....	97
3.1. CÁLCULOS .....	97
3.1.1. CÁLCULO DE LA CONCENTRACIÓN DE REGENERANTES PARA RESINAS CATIÓNICAS.....	97
3.1.1.1. CONCENTRACIÓN DE ÁCIDO SULFÚRICO PARA LA REGENERACIÓN DE RESINAS CATIÓNICAS .....	97
3.1.1.2. PREPARACIÓN DE ÁCIDO SULFÚRICO PATRÓN 1,5 N PARA REGENERACIÓN DE RESINAS CATIÓNICAS .....	97
3.1.1.3. PREPARACIÓN DE DILUCIONES DE ÁCIDO SULFÚRICO .....	98

3.1.2. CÁLCULO DE LA CONCENTRACIÓN DE REGENERANTES PARA RESINAS ANIÓNICAS .....	99
3.1.2.1. CONCENTRACIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO PARA RESINAS ANIÓNICAS .....	99
3.1.2.2. PREPARACIÓN DE SOLUCIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO PATRÓN 1,5 N PARA REGENERACIÓN DE RESINAS ANIÓNICAS.....	99
3.1.2.3. PREPARACIÓN DE DILUCIONES DE HIDRÓXIDO DE SODIO.....	100
3.1.3. DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	101
3.1.3.1. CAPACIDAD DE REGENERACIÓN EN RESINAS CATIÓNICAS .....	101
3.1.3.2. CAPACIDAD DE REGENERACIÓN EN RESINAS ANIÓNICAS.....	102
3.2. RESULTADOS .....	105
3.2.1. RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS EN LA REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO .....	105
3.2.2. PROPUESTA DEL PLAN DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO.....	111
3.3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	113
4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	116
4.1. CONCLUSIONES .....	116
BIBLIOGRAFÍA .....	119
BIBLIOGRAFÍA GENERAL.....	119
BIBLIOGRAFIA ESPECÍFICA.....	119
INTERNET .....	120
ANEXOS .....	121

## INDICE DE FIGURAS

FIGURA 1.1.2. IMPUREZAS PRESENTES EN EL AGUA. ....	27
TABLA 1.1.4.3. ESPECIFICACIONES DEL AGUA CLARIFICADA.....	39
FIGURA 1.1.4.4.1. FILTRO POR GRAVEDAD .....	41
FIGURA 1.1.4.4.2. A) FILTRO DE PRESIÓN VERTICAL.....	42
FIGURA 1.1.4.4.2 B) FILTRO DE PRESIÓN HORIZONTAL .....	42
FIGURA 1.1.4.5.2 ESQUEMA DE UN EQUIPO DE DESMINERALIZACIÓN POR INTERCAMBIO IÓNICO. ....	46

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1.3.5. Tendencia del agua a formar incrustaciones.....	30
Tabla 1.1.3.11. Tendencia del agua respecto al índice de ryznar. ....	33
Tabla 1.1.4.1. Sedimentación según el tamaño de las partículas. ....	35
Tabla 1.1.4.3. Especificaciones del agua clarificada .....	39
Tabla 1.2.3.2. Categorías primarias de resinas de intercambio iónico .....	63
Tabla 1.2.3.5.1.1 Descripción general de resinas amberlite ir-120 .....	69
Tabla 1.2.3.5.1.2 Propiedades físicas y químicas amberlite ir-120.....	70
Tabla 1.2.3.5.1.3 Recomendaciones de condiciones de operación de resina amberlite ir-120.....	71
Tabla 1.2.3.5.2.1 Descripción general de resina amberlite ira-402.....	71
Tabla 1.2.3.5.2.2 Propiedades físicas y químicas de resina amberlite ira-402.....	72
Tabla 1.2.3.5.2.3 condiciones recomendadas de operación de resina amberlite .....	73
Tabla 1.2.3.6.1. Condiciones de regeneración para resina amberliteir-120.....	74
Tabla 1.2.3.6.2 condiciones de regeneración para resina amberlite ira-402.....	75
Tabla 2.3.1.1. Análisis del agua desmineralizada a nivel industrial.....	89
Tabla 2.3.1.2. Análisis del agua desmineralizada a nivel industrial.....	90
Tabla 2.3.1.3. Datos experimentales de la regeneración de resinas catiónicas en el laboratorio .....	91

Tabla 2.3.1.4 Datos experimentales de la regeneración de resinas catiónicas en el laboratorio .....	92
Tabla 2.3.1.5 Datos experimentales de la regeneración de resinas aniónicas en el laboratorio .....	93
Tabla 2.3.1.6. Datos experimentales de la regeneración de resinas aniónicas en el laboratorio .....	94
Tabla 2.4.1.1 Equivalencia de la concentración de regenerantes para resinas catiónicas a diferentes unidades .....	95
Tabla 2.4.1.2 Equivalencia de la concentración de regenerantes para resinas aniónicas diferentes unidades .....	95
Tabla 2.4.2.1 Dilución de solución patrón de ácido sulfúrico a diferentes concentraciones .....	96
Tabla 2.4.2.2 Dilución de solución patrón de hidróxido de sodio a diferentes concentraciones .....	96
Tabla 3.2.1.1. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerantes.....	105
Tabla 3.2.1.2. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerantes.....	106
Tabla 3.2.1.3. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerante .....	107
Tabla 3.2.1.4. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerante .....	108
Tabla 3.2.1.5. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerante .....	109
Tabla 3.2.1.6 Reducción en porcentaje de las propiedades de la muestra cruda con respecto al agua tratada con resinas catiónicas. ....	110

Tabla 3.2.1.7. Reducción en porcentaje de las propiedades de la muestra cruda con respecto al agua tratada con resinas aniónicas. ....110

Tabla 3.2.1.8. Capacidad de regeneración de las resinas de intercambio iónico.....111

## ÍNDICE DE ANEXOS

I	SIMULACIÓN DEL DESMINERALIZADOR DE AGUA
II	PLANTA DESMINERALIZADORA
III	TANQUES DE ALMACENAMIENTO DE REGENERANTES
IV	TANQUES DE ALMACENAMIENTO DE AGUA
V	PISCINA DE NEUTRALIZACIÓN DE EFLUENTES
VI	TORRE DE DESGASEADO
VII	CAPACIDADES DE LA INSTALACIÓN
VIII	REACTIVACIÓN DE RESINAS CON SALMUERA
IX	ESTRUCTURA DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO

## **RESUMEN**

El presente trabajo de investigación se realizó con la finalidad de verificar las óptimas condiciones de regeneración de resinas de intercambio iónico, mediante pruebas a nivel de laboratorio que simulen la operación a nivel industrial, para identificar la concentración de los regenerantes.

Esta simulación se logró colocando resinas en buretas y haciendo fluir el regenerante respectivo, para luego de ello pasar el agua cruda por las resinas catiónicas, a la vez que esta agua fluye a continuación por las aniónicas. Posteriormente se hicieron los análisis de dureza, alcalinidad, sílice, hierro, conductividad, tanto del agua tratada en el desmineralizador de agua como aquella tratada en el laboratorio y hacer una comparación de la reducción de las propiedades del agua

Todo esto para optimizar el proceso de regeneración de resinas de intercambio iónico mediante la determinación de las condiciones que nos den un menor consumo de regenerante y una elevada calidad final del agua

## **SUMMARY**

The present investigation work was carried out with the purpose of verifying the good conditions of regeneration of resins of ionic exchange, by means of tests at level of laboratory that you/they simulate the operation at industrial level to identify the regenerants concentration.

This simulation was achieved placing resins in burettes and making flow the respective regenerant, acid for the cationics and flat for the anionics, after it he/she spent you raw water for the resins cationics, dilutes to the entrance in the desminerlizador of water, at the same time that this water that flows next for the resins anionics. Later on the analyses of hardness were made, alkalinity, silica, iron, conductivity, so much of the water tried in desmineralizador of water as that tried in the laboratory and to make a comparison of the reduction of the properties of the water.

All this to optimize the process of regeneration of resins of ionic exchange by means of the determination of the conditions that us of smaller regenerant consumption and a high final quality of the water.

## INTRODUCCIÓN

La instalación de desmineralización del agua comprende dos corrientes de unidades de tratamiento, que funcionan en paralelo. Cada corriente comprende una unidad de cambio catiónico, torre de degaseado atmosférico, unidad de cambio aniónico, cubeta de neutralización, sistemas de regeneración de ácido y sosa caústica, sistema de regeneración de ácido y de sosa caústica; comprende depósitos de ácido, de sosa, dos bombas de dosificación y dos de sosa, un sistemas de dilución de ácido y de sosa calentado por vapor.

En condiciones normales cada corriente para desmineralización produce un caudal bruto de 119,3 m<sup>3</sup>/h de agua desmineralizada, mientras la otra está regenerando o en reserva.

El agua que se utiliza para la regeneración de resina, es agua extraída de los depósitos de agua tratada y enviada a los sistemas de regeneración por medio de bombas.

Durante la operación del desmineralizador de agua se llega a un punto en que las resinas de saturan de iones tales como Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, y es necesario la regeneración para que las resinas cumplan de manera correcta su función, esto se logra mediante la inyección de ácido a las resinas catiónicas, y de sosa caústica a las aniónicas a concentraciones adecuadas para tener finalmente agua libre de minerales.

El efluente producido durante el proceso de regeneración fluye en la cubeta de neutralización, donde dichos fluidos ácidos y alcalinos son mezclados por agitación y recirculación, durante la mezcla se verifica el pH y se dosifica ácido o sosa según la necesidad para neutralizar el pH.

Cuando las resinas una vez regeneradas no cumplen su función se las reactiva mediante el lavado con detergente NALCO 7290 para las catiónicas y NALCO 7291 y una mezcla de sosa-salmuera para el caso de las aniónicas.

## **ANTECEDENTES**

El agua que se utiliza en la Refinería Estatal Esmeraldas proviene del río Esmeraldas con la que genera vapor para las diversas operaciones de refinación de petróleo, por esta razón dicha agua debe ser tratada para cumplir con ciertos requerimientos y evitar problemas en las calderas.

Este tratamiento consiste básicamente en tres etapas: tratamiento primario o clarificación, secundario o filtración, terciario o desmineralización con resinas de intercambio iónico.

Tratamiento primario, la finalidad es remover las impurezas contenidas en el agua, en esta etapa se lleva a cabo la coagulación y floculación.

Tratamiento secundario, separa los sólidos en suspensión que se hayan filtrado en la etapa anterior, mediante el paso del agua por filtros de arena y carbón.

Tratamiento terciario o desmineralización es la etapa final, en la que se utilizan resinas de intercambio iónico, que se encarga de atrapar los iones presentes en el agua y que son los responsables de la dureza que lleva un tiempo promedio de operación del desmineralizador oscila entre 15-18 horas. Dichas resinas tienen una capacidad de intercambio y cuando está se ha agotado es necesario regenerarlas, las condiciones de regeneración es nuestra base de estudio.

En los últimos meses la operación del desmineralizador es corta, entre 5-8 horas, luego de esto las propiedades del agua aumentan, haciendo necesaria la regeneración porque las resinas se saturan rápidamente, teniendo finalmente un mayor consumo de regenerante y una mayor desgaste de las resina.

Anteriormente no se ha efectuado algún otro trabajo de investigación que evidencie la problemática de la regeneración de resinas de intercambio iónico.

## **JUSTIFICACIÓN**

El agua que se utiliza en procesos industriales contiene un sinnúmero de impurezas, como, minerales, sólidos en suspensión que deben ser eliminadas mediante tratamientos, porque causan problemas durante la operación de calderas desde el punto de vista técnico y económico.

El tratamiento final es la desmineralización con resinas de intercambio iónico, cuya operación depende directamente de la regeneración, la cual garantizará la calidad final del agua para alimentación de calderas, por la concentración de regenerantes empleada.

Por esta razón es necesario verificar las condiciones en que se lleva a cabo la regeneración de las resinas, mediante la simulación en el laboratorio del proceso real industrial.

El presente trabajo pretende encontrar los defectos ocurridos en la regeneración de resinas, ya que de ello depende mayormente la desmineralización que nos da finalmente agua altamente pura y libre de minerales que evitan enormemente problemas de corrosión e incrustaciones en los equipos para la generación de vapor.

## **OBJETIVOS**

### **GENERAL**

Optimizar el proceso de regeneración de resinas de intercambio iónico para ser utilizadas en el desmineralizador de agua de Refinería Estatal Esmeraldas.

### **ESPECÍFICOS**

- Caracterizar el agua a la entrada del desmineralizador.
- Determinar la capacidad de regeneración de las resinas de intercambio iónico.
- Caracterizar el agua después del tratamiento con las resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerantes.
- Modificar el plan de regeneración de resinas de intercambio iónico en base a las variables de control.

# 1. PARTE TEÓRICA

## 1.1. AGUAS INDUSTRIALES

### 1.1.1. DEFINICIONES

Se denomina agua de proceso a las que se emplean en la industria. Estas aguas se utilizan como reactivo o intermediario propiamente dicho en el procedimiento de la fabricación ya sea en fase líquida o vapor, como solvente de reactivos o productos, como fluido refrigerante y motriz en la generación de energía eléctrica y como fluido de lavado.

En todos los casos existen normas generales que orientan en cuanto a los parámetros que se deben alcanzar con el empleo final, mientras que cada industria y aún cada diseñador proveen especificaciones más acotadas según las condiciones de trabajo.

Sería ideal disponer de agua pura para las aplicaciones industriales, pero por razones técnicas y económicas, el hombre debe utilizar aguas naturales que contiene siempre impurezas en solución o suspensión.

Las aguas naturales se clasifican en:

a) *Superficiales*, de ríos, lagos, mares, arroyos, lagunas, contienen gran cantidad de impurezas como bicarbonatos de calcio, magnesio, sodio y potasio; sulfatos y cloruros, sólidos en suspensión y gases. Además se puede considerar la siguiente clasificación:

Agua dulce. Si contiene < 1000 ppm de sales.

Agua salada: si contiene > 1000 ppm de sales, en especial NaCl.

b) *Subterráneas*, de manantiales, se caracteriza por un contenido considerable de carbonatos y sulfatos (aguas duras); aguas generalmente libres de sólidos en suspensión e impurezas de tipo orgánico. Las aguas saturadas con NaCl, se utilizan como materia prima para la obtención de NaCl, NaOH, Cl<sub>2</sub>.

c) *Aguas de lluvia o deshielo*, se caracteriza por poseer pocas impurezas; no contienen sales solubles (Ca y Mg), pero si gases disueltos (O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, NO<sub>2</sub>). Inclusive las aguas lluvia o deshielo contiene una cierta cantidad de impurezas que provienen de su contacto con la atmósfera. El proceso de contaminación se agrava cuando dichas aguas fluyen por la superficie de la tierra para formar ríos, lagos, arroyos canales y mares. En esta oportunidad el agua disuelve sales de la tierra y admite en suspensión sólidos finamente divididos y microorganismos.

En el mayor número de los casos, las aguas naturales producen problemas en sus aplicaciones industriales, formando depósitos e incrustaciones que interfieren con la transferencia de calor y ocasionan taponamientos, causando la corrosión de los metales y la degradación de la madera u otros materiales de construcción. Por eso la necesidad de realizar un tratamiento de las aguas naturales para eliminar riesgos de incrustaciones, depósitos o corrosión. Los tratamientos deben ser realizados a un costo justificativo y acorde a las necesidades.

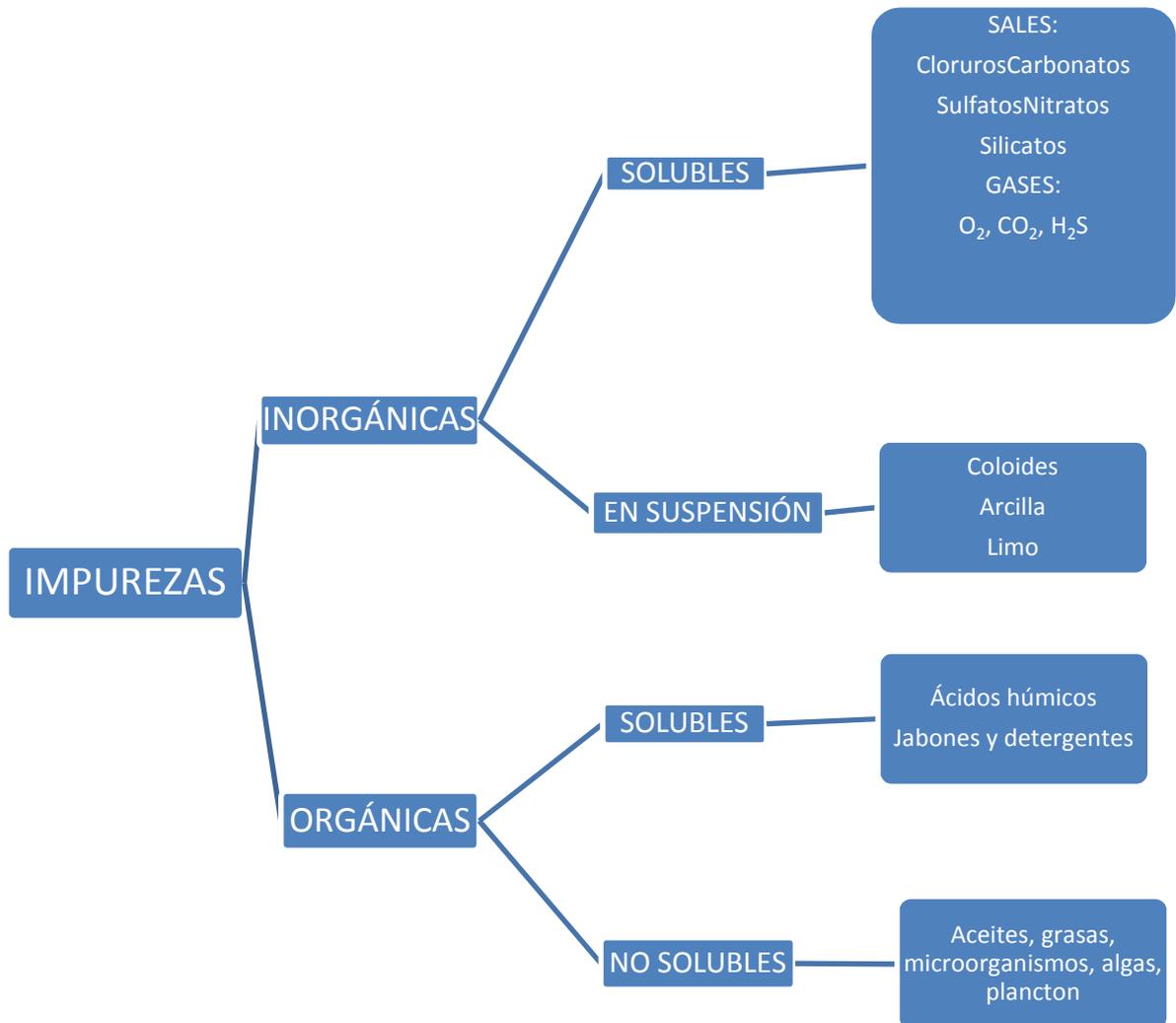
Entre los muchos usos que actualmente se le da a la energía en la industria, en el transporte, en los hogares, la mayor parte es dirigida a la producción de vapor a través de la combustión de combustibles fósiles. Los servicios públicos dan cuenta de la mayor parte de ésta, pero las plantas industriales también producen enormes cantidades de vapor para usos de proceso, y generan con frecuencia energía eléctrica por medio de turbinas como subproducto.

El tratamiento de agua para generación de vapor es una de las ramas más elaboradas para la química del agua. La comprensión de los principios fundamentales de la química del agua de caldera es esencial, puesto que se esfuerza continuamente por aumentar la eficiencia de las calderas y del equipo que usa vapor dentro de su planta.

### **1.1.2. IMPUREZAS DEL AGUA**

Las aguas naturales utilizadas en los diferentes procesos industriales pueden ocasionar tres tipos de problemas: incrustaciones, corrosión y proliferación bacteriológica, lo que indudablemente afecta el desarrollo normal de las actividades industriales.

Las impurezas presentes en el agua pueden simplificarse en la siguiente figura:



*Figura 1.1.2. Impurezas presentes en el agua.*

### 1.1.3. FACTORES DE LA CALIDAD DEL AGUA

La calidad del agua se determina por la cantidad de sólidos suspendidos, la cantidad y el tipo de sales disueltas, el número y el tipo de bacterias presentes y su tendencia corrosiva o incrustante. Para garantizar el control de la calidad del agua debe realizarse pruebas periódicas y sistemáticas en diferentes puntos del sistema. El análisis del agua

cuantifica la cantidad de impurezas disueltas en ella y determina ciertas propiedades físicas químicas (pH, índice de estabilidad, cloruros, dureza, alcalinidad, sulfatos, fosfatos, sílice, dióxido de carbono, etc.)

A continuación se mencionan los principales factores de la calidad del agua:

#### **1.1.3.1. pH**

El carácter ácido o básico del agua está dado por la concentración de los iones hidrógeno  $H^+$  presentes. Se lo determina mediante los métodos: potenciométricos (pHmetro) y colorimétrico (con indicadores). Los valores recomendados dependerán del uso que se dé al agua. Para consumo humano se mantendrá en 6,5-8,5.

#### **1.1.3.2. COLOR**

Ciertos compuestos en solución o en estado coloidal confieren color a las aguas superficiales, el cual se determina por comparación con estándares. La materia orgánica vegetal degradada proporciona generalmente mucho color al agua.

#### **1.1.3.3. TURBIDEZ**

Es debido a la presencia de coloides y materia orgánica e inorgánica en suspensión, que puede ser finamente dividida y por lo tanto de difícil sedimentación (turbidez), o de grano grueso que produce rápidamente sedimento. Los valores de turbidez pueden variara extensamente desde valores de cero en aguas subterráneas hasta 60000 ppm, en aguas turbias de río. En general, la turbidez y sedimento son indeseables en las aplicaciones industriales.

#### 1.1.3.4. ALCALINIDAD

Se cuantifica en el agua por titulación de 50 ml de agua con ácido sulfúrico 0,02 N, anotándose el consumo del mismo en el momento de viraje de los indicadores de fenolftaleína y rojo de metilo. El primer consumo multiplicado por 20 representa la alcalinidad P expresada como  $\text{CaCO}_3$ . El consumo total de ácido hasta viraje del rojo de metilo multiplicado por 20 nos da la alcalinidad M o total expresada como  $\text{CaCO}_3$ .

Estos valores de alcalinidad P y M no representan la concentración de algún ion en particular, sino mas bien el efecto de todos los iones que contribuyen a dar alcalinidad como carbonatos, hidróxidos, bicarbonatos, fosfatos, etc. Sin embargo, como una regla empírica práctica se asume la titulación hasta viraje de la fenolftaleína consume los hidróxidos y la mitad de los carbonatos, y la titulación hasta viraje del rojo de metilo consume todos los álcalis, es decir hidróxidos, carbonatos y bicarbonatos.

De acuerdo a esto, por medio de la siguiente tabla se calcula las alcalinidades debidas a los tres diferentes iones expresados como  $\text{CaCO}_3$ .

*Tabla 1.1.3.4. Alcalinidad de los tres iones como  $\text{CaCO}_3$*

Alcalinidad P y M	Hidróxidos ( OH )	Carbonatos ( $\text{CO}_3$ )	Bicarbonatos ( $\text{HCO}_3$ )
$P = 0$	0	0	M
$P = M$	M	0	0
$P = 1/2 M$	0	M	0
$P < 1/2 M$	0	2 P	$M - 2P$
$P > 1/2 M$	$2P - M$	$2 ( M - P )$	0

### 1.1.3.5. DUREZA TOTAL

La dureza se refiere al contenido de calcio y magnesio, expresados como  $\text{CaCO}_3$ . Se lo determina moderadamente por complexometría, es decir, realizando una titulación con un producto como EDTA. Mediante la utilización de indicadores y valores de pH apropiados se cuantifica la dureza debida al calcio y la dureza total. La diferencia representa la dureza del magnesio.

La dureza del agua indica su tendencia a formar incrustaciones. En general se considera:

*Tabla 1.1.3.5. Tendencia del agua a formar incrustaciones*

Dureza como ppm de $\text{CaCO}_3$	Características
Menor de 50	Agua blanda
Entre 50 y 100	Agua medianamente dura
Entre 100 y 150	Agua dura
Mayor de 150	Agua muy dura

Las aguas duras requieren un proceso de ablandamiento para eliminar carbonatos y sulfatos de Ca y Mg, de esta manera evitar las incrustaciones en los equipos y accesorios.

### 1.1.3.6. SÍLICE

Es indeseable la presencia de sílice en el agua de alimentación de calderas ya que este tipo de impurezas ocasionan incrustaciones duras y arrastre.

La concentración de sílice en el agua de alimentación de un caldero de baja presión debe ser  $< 150$  ppm.

La sílice puede, por sí sola o combinada fundamentalmente con el magnesio, formar incrustaciones muy duras. En un caldero de baja presión la concentración máxima recomendable es de 150 o 200 ppm de sílice por lo que el valor de 175 ppm debe observarse con atención. La sílice puede además ser acarreada fácilmente por el vapor, sobre todo a altas presiones, y producir depósitos en las aletas de turbinas.

#### **1.1.3.7. HIERRO**

El contenido de sales de hierro es importante ya que es el causante del color en el agua.

Se determina por métodos gravimétricos o colorimétrico. El hierro y el manganeso pueden producir las llamadas aguas rojas o negras, debido a la precipitación de los hidróxidos correspondientes por efecto de la oxidación de las sales solubles que originalmente contenía el agua.

La presencia de hierro en el agua también refleja la corrosión del metal de los equipos del metal de los equipos, tuberías, tanques, etc. con los cuales está en contacto dicha agua. Concentraciones de hierro entre 0,5 y 1,00 ppm pueden ser aceptables dependiendo de las condiciones anteriormente citadas.

#### **1.1.3.8. CLORO RESIDUAL**

Es necesario que el agua contenga un residuo de cloro (0,8 ppm) para garantizar la eliminación de bacterias y virus. Para determinar el cloro residual se utiliza el método colorimétrico con la N, N – dietil-p-fenilaldiamina (DPD)

### **1.1.3.9. SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS**

Se determina en forma directa por evaporación del agua y pesada del residuo salino. Se lo determina también por cálculo a partir de la conductividad del agua, medida por un puente de conductividad. Los sólidos totales disueltos nos indican la cantidad de sustancias sólidas disueltas en el agua. Están relacionadas con la tendencia corrosiva o incrustante del agua.

### **1.1.3.10. SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN**

Nos da un criterio sobre la turbiedad y sedimentos del agua y son indeseables en el agua para calderos, espuma y lodos. Este tipo de impurezas se los determina gravimétricamente y se lo expresa en ppm.

### **1.1.3.11. ÍNDICE DE ESTABILIDAD**

Conociendo la dureza, temperatura, pH y la alcalinidad del agua, se puede cuantificar la tendencia del agua a ser incrustante o corrosiva. El índice de Langelier se fundamenta en el grado de saturación del carbonato de calcio que posee el agua. Si en el agua el carbonato cálcico se encuentra saturado, ella no posee la tendencia ni corrosiva ni incrustante y su valor de pH en dicho estado corresponde al pH de saturación ( $pH_s$ ). Si el  $pH > pH_s$ , el agua es incrustante; si el  $pH < pH_s$ , el agua es corrosiva.

El índice de Langelier se lo calcula de la siguiente manera:

$$INDICE DE LANGELIER = pH - pH_s \quad Ec.1.1.3.11.1$$

$$pH_s = I alc. + I dur. cal + I sol. dis. \quad Ec.1.1.3.11.2$$

Donde:

*I alc.*: índice correspondiente a la alcalinidad del agua.

*I sol. dis.*: índice correspondiente a los sólidos disueltos.

*I dur. cal.*: índice correspondiente a la dureza cálcica

El índice de Langelier es parámetro solamente cuantitativo, ya que no magnifica en que grado el agua es corrosiva o incrustante. Estas propiedades pueden ser cuantificadas con el índice de Ryznar.

$$\text{ÍNDICE DE RYZNAR} = 2 pH_s - pH \quad \text{Ec.1.1.3.11.3}$$

Los valores de este índice nos dan un criterio de la agresividad del agua según el siguiente cuadro

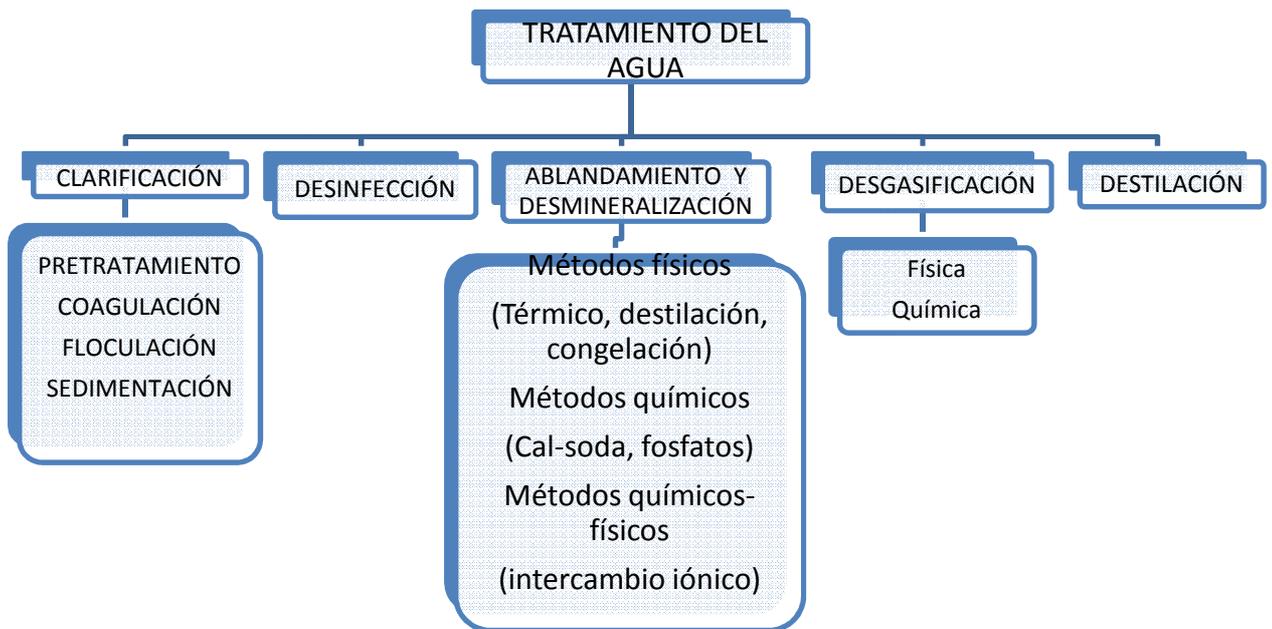
**Tabla 1.1.3.11. Tendencia del agua respecto al índice de Ryznar.**

INDICE DE RYZNAR	TENDENCIA DEL AGUA
4 – 5	Muy incrustante
5 – 6	Ligeramente incrustante
6 – 7	Ni incrustante ni corrosiva
7 – 7,5	Ligeramente corrosiva
7,5 – 9	Muy corrosiva
9	Excesivamente corrosiva

## 1.1.4. TRATAMIENTO DE AGUAS INDUSTRIALES

### 1.1.4. TRATAMIENTO DE AGUAS INDUSTRIALES

La dependencia del tipo de impurezas que contenga el agua y la calidad del agua deseada para determinado fin, el agua es sometida a diferentes procesos los cuales se sintetizan en el siguiente cuadro sinóptico.



*Figura 1.1.4. Procesos en el tratamiento de aguas*

#### 1.1.4.1. CLARIFICACIÓN

Es el proceso por medio del cual se remueven y separan las impurezas contenidas en el agua cruda.

Esta materia no disuelta está constituida por partículas relativamente grandes, las mismas que son arrastradas por el agua y partículas muy finas, representadas por los coloides, los cuales son arrastrados debido a las cargas eléctricas de dichas partículas; la presencia de estas partículas es la responsable de esta turbiedad y del color del agua cruda.

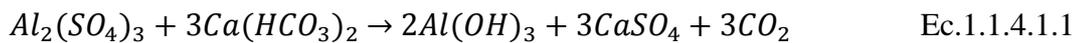
La clarificación empieza con la sedimentación, es el proceso que elimina la materia suspendida sin la ayuda de sustancias químicas, donde los sólidos suspendidos se sedimentan de acuerdo a la diferencia de densidades.

En el siguiente cuadro se observa el tiempo de sedimentación de diferentes partículas a una misma temperatura.

***Tabla 1.1.4.1. Sedimentación según el tamaño de las partículas.***

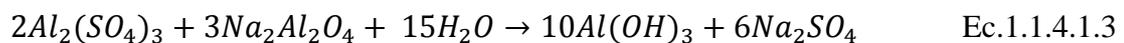
Diámetro de las partículas ( mm )	Orden de magnitud	Tiempo de sedimentación ( segundos )
10	Grava	0,3
1	Arena gruesa	3
0,1	Arena fina	38
0,001	Bacterias	35
0,0001	Partículas coloidales	65

La materia que no puede ser separada por sedimentación debe ser separada por floculación. La operación de floculación del agua con la ayuda de productos químicos es lo que se denomina “clarificación”. Ciertos productos como el sulfato de aluminio, aluminato de sodio, cloruro férrico, al ser añadidos al agua forman flóculos gelatinosos de hidróxido de aluminio o de hierro que engloban a los sólidos en suspensión finamente divididos y a las partículas coloidales, bacterias y materia orgánica, acelerando su precipitación y dejando el agua limpia. Polímeros orgánicos del tipo poliamida, favorecen en dosis muy pequeñas la formación rápida de flóculos estables y pesados. La formación de flóculos se debe en el caso del sulfato de aluminio a la siguiente reacción.



El sulfato de aluminio produce un descenso del pH del agua.

Si el agua no tiene suficiente alcalinidad se debe añadir carbonato de sodio. En el caso de aguas ácidas es preferible usar aluminato de sodio, el cual contribuye a dar alcalinidad:



La clarificación comprende las etapas de sedimentación, coagulación, floculación.

### 1.1.4.2. COAGULACIÓN

Casi todas las aguas superficiales contienen materia en suspensión y son coloreados. Gran parte de la materia suspendida está formada por partículas demasiado pequeñas que no se sedimentan con rapidez. La luz que absorban las sustancias orgánicas y minerales disueltas y suspendidas origina el color. El uso de coagulante químico, por ejemplo alumbre, puede hacer que los materiales suspendidos de tipo coloidal o finamente divididos se reúnan en partículas mayores denominadas coágulos, que se asientan con rapidez. Los coagulantes forman un precipitado floculento que tiene enorme área de superficie por unidad de volumen. En este precipitado la materia suspendida y coloidal del agua se separa gracias a los fenómenos de atracción electrostática, adsorción, absorción y aglutinación física. Por ejemplo, el sulfato de aluminio reacciona con los iones oxidrilo del agua para formar hidróxidos de aluminio complejos que son relativamente insolubles a un pH de 6 a 8, con ayuda de una agitación suave adecuada, las partículas de hidróxido de aluminio precipitadas se aglutinan formando grumos visibles que se sedimentan por gravedad, la simultánea formación, aglomeración, absorción e inclusión del material suspendido dentro del flóculo o grumo, constituyen el proceso físico-químico de la coagulación.

El coagulante agregado actúa de las tres maneras:

- El ion trivalente  $\text{Al}^{3+}$  es extremadamente efectivo para precipitar coloides negativos.
- El ion divalente negativo  $(\text{SO}_4)^{2-}$  es efectivo para precipitar los coloides positivos.
- El precipitado coagulante pesado y formado, extrae grandes cantidades de materias suspendidas o coloides del agua, por absorción.

Este tercer proceso efectuará la aglomeración de las partículas suspendidas, haciendo de este modo que el agua sea rápidamente filtrada a través del colchón de materia coagulada que se sedimenta.

Las reacciones de coagulación pueden ser descritas simplemente mostrando el uso de los precipitados de las sales de aluminio para formar un flóculo de hidróxido de aluminio, aunque estas reacciones son mostradas de la manera más simple, la coagulación es un fenómeno más complejo que el ilustrado. La precipitación de los coagulantes de aluminio produce precipitados finamente divididos de óxido hidratado. Los precipitados están cargados positivamente y por tanto se repelen unos a otros.

La neutralización de las cargas positivas, por los iones tales como sulfatos y cloruros, que están naturalmente presentes en el agua, causan el aglutinamiento de las partículas finas, las cuales forman un precipitado gelatinoso y poroso de gran volumen.

#### **1.1.4.3. FLOCULACIÓN**

Es el proceso de aglomeración de las partículas previamente coaguladas, para formar flóculos de mayor tamaño causados por su reunión, a través de la agitación moderada del agua, un número de partículas precipitadas de óxido hidratado junto a la turbiedad forman una masa mayor de rápida sedimentación.

Cada coagulante posee un óptimo rango de pH para mejor coagulación. Por tanto es necesario controlar el pH de máxima precipitación del coagulante. El pH de precipitación no depende solamente del coagulante sino de las características minerales del agua.

La temperatura del agua también afecta el proceso de coagulación y a temperaturas cercanas al punto de congelación se incrementa el tiempo de mezclado así como también la dosis de coagulante.

En general el éxito de la coagulación depende de tres factores principales:

1. La presencia de una mínima cantidad de iones aluminio para formar flóculo insoluble.
2. La presencia de un ion fuerte, tal como un sulfato o cloruro.
3. El pH del agua debe ser controlado en un rango definido.

**Tabla 1.1.4.3. Especificaciones del agua clarificada**

COMPOSICIÓN	MÍNIMO	TÍPICO	MÁXIMO
Consumo de O <sub>2</sub> (ppm)	0,5	3	10
Turbidez ppm(SiO <sub>2</sub> )	0,3	3	10
Ph	6	7,2	8,5
Dureza total (ppm)	20	40	60
Dureza cálcica(ppm)	12	30	40
Dureza magnésica(ppm)	8	10	20
Alcalinidad total como CaCO <sub>3</sub> (ppm)	15	23	9,6
Alcalinidad P como CaCO <sub>3</sub> (ppm)	0	0	8
Sulfatos como SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (ppm)	6	20	35
Cloruros como Cl <sup>-</sup> (ppm)	3	10	20
Sílice como SiO <sub>2</sub> (ppm)	5	27	40
Sólidos suspendidos(ppm)	3	7	15
Fe <sup>3+</sup> (ppm)	0	0,1	0,3

#### **1.1.4.4. FILTRACIÓN**

Tiene por finalidad separar sólidos en suspensión. Puede ser una operación independiente o asociada a una previa clarificación. El grado de filtración depende de la finura del medio filtrante y del diseño del filtro.

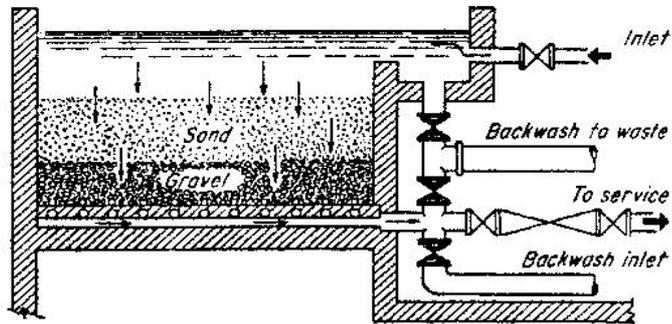
Tanto en los filtros de gravedad como en los de presión, el agua fluye de arriba hacia abajo a través de capas de arena fina, grava, antracita, calcita, etc.

El agua clarificada se colecta en el fondo. Generalmente conviene que el agua que entre al filtro con algún coagulante que forme flóculos pequeños que atrapen las partículas muy finas.

En la operación de los filtros rápidos es muy importante una operación de retrolavado que permita limpiar periódicamente el filtro. Esta operación consiste en hacer fluir agua en sentido contrario del flujo de filtración, es decir, de abajo hacia arriba. A una velocidad de flujo apropiado que produce una expansión del lecho filtrante, con un efecto limpiador favorecido por el roce mutuo entre las partículas. La expansión del lecho debe ser aproximadamente un 50% de su volumen. El flujo y la presión necesaria dependen de la densidad del lecho filtrante.

##### **1.1.4.4.1. FILTROS POR GRAVEDAD**

Son aquellos que están abiertos a la atmósfera. Sobre un fondo de diseño especial, descansa sobre un lecho de grava o antracita gruesa y sobre ella lechos de arena y antracita fina de tamaño de partícula decreciente. La capa de lecho filtrante es de 1,2 a 1,6 m. el flujo de filtración varía entre 0,92 y 4,8 gpm/pie<sup>2</sup>. El retrolavado se realiza cuando la pérdida de presión alcanza los 2 o 3 metros de columna del agua.

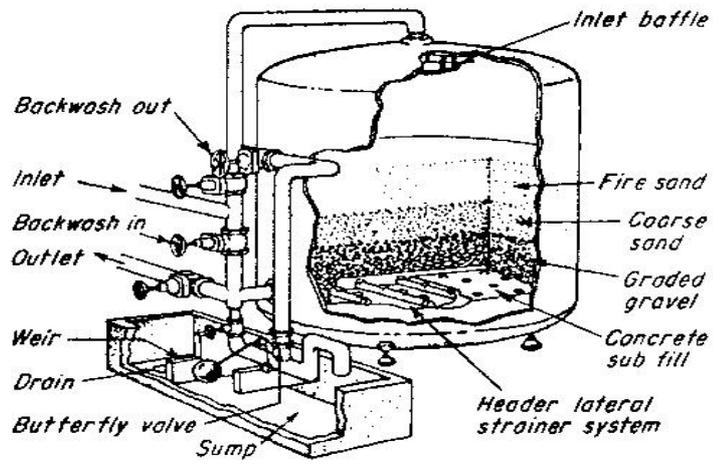


*Figura 1.1.4.4.1. Filtro por gravedad*

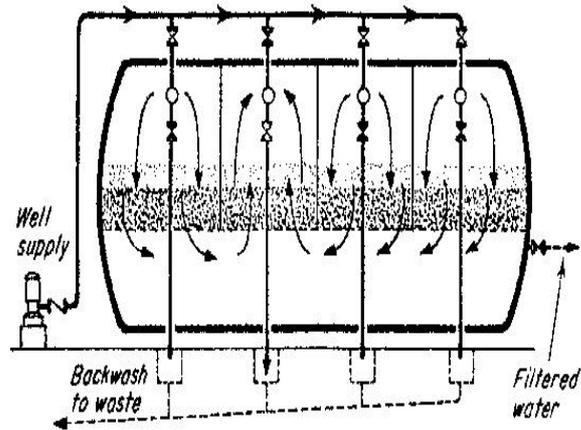
#### **1.1.4.4.2. FILTROS DE PRESIÓN**

Pueden ser verticales u horizontales y están formados por una coraza cilíndrica, que contiene lecho filtrante. Están equipados con los accesorios necesarios para realizar las operaciones de filtración retrolavado y enjuague figura *1.1.4.4.2 a)* representa un filtro vertical de presión. La facilidad de poder operar con presión permite flujos de filtración altos. Además, pueden ser intercalados en sistemas de tubería sin necesidad de rebombeo, y también, pueden permitir operara temperaturas elevadas sin mayores pérdidas de calor.

Los de tipo horizontal son menos usados por problemas de estabilidad de los lechos filtrantes, aunque ofrecen la ventaja de menor flujo y presión de retrolavado, puesto que cada compartimiento puede ser operado individualmente.



*Figura 1.1.4.4.2. a) Filtro de presión vertical*



*Figura 1.1.4.4.2 b) Filtro de presión horizontal*

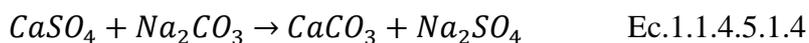
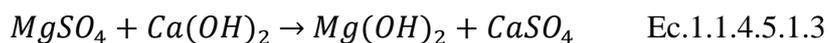
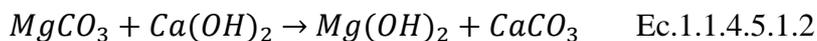
### 1.1.4.5. DESMINERALIZACIÓN

Esta operación se realiza para eliminar la dureza del agua, en el caso del ablandamiento, y para eliminar casi por completo las sales disueltas, en el caso de la desmineralización.

#### 1.1.4.5.1. ABLANDAMIENTO QUÍMICO

Por medio de la adición de ciertos productos, como cal y sosa, se puede precipitar casi completamente al calcio y magnesio en forma de compuestos muy insolubles.

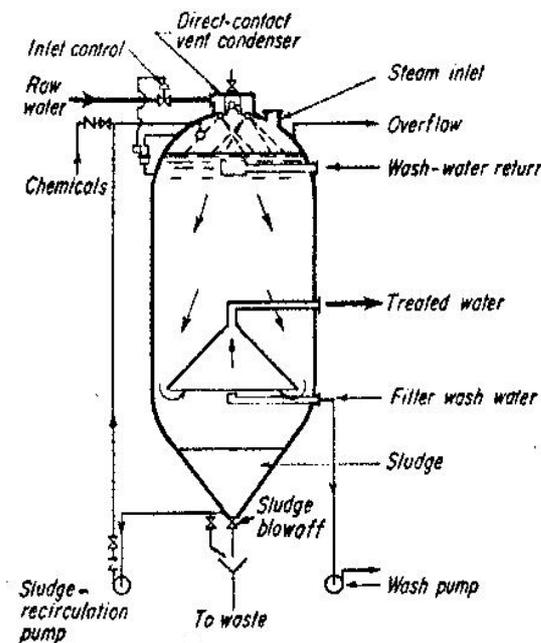
Las principales reacciones que se producen son:



También:



Las operaciones de ablandamiento químico se realizan en frío o en caliente, siendo el último método el más efectivo, pero a la vez el más complicado. La operación en frío se puede realizar en tanques o en reservorios de sedimentación abiertos, así como también en equipos similares a los clarificadores de flujo vertical. La operación en caliente se realiza en equipos cerrados y presurizados, como el que se observa en la figura 1.1.4.5.1



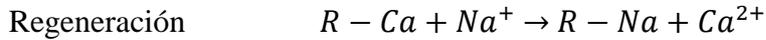
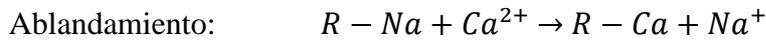
*Figura 1.1.4.5.1 Esquema de una equipo de ablandamiento químico*

#### **1.1.4.5.2. ABLANDAMIENTO Y DESMINERALIZACIÓN POR INTERCAMBIO IÓNICO**

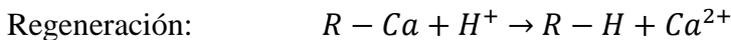
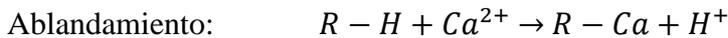
Ciertos productos como las zeolitas y ciertas resinas sintéticas tienen grupos activos en su estructura química, capaces de intercambiar los iones del agua por iones sodio, hidrógeno u oxidrilos, con lo cual se logra eliminar dureza o las sales totales del agua.

Si se representa por R a la estructura básica de la zeolita o de una resina sintética, podemos tener las siguientes reacciones:

Ciclo de sodio:



Ciclo ácido:



Ciclo básico:

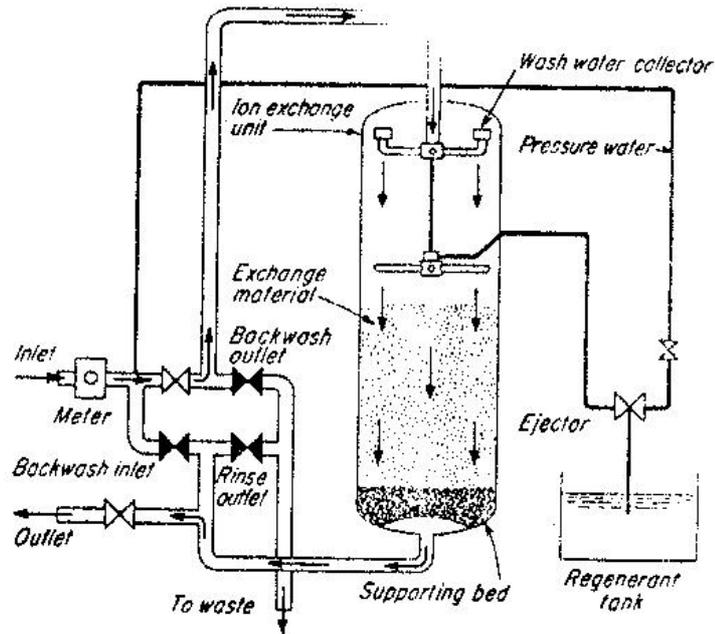


El ciclo de sodio es utilizado para ablandar el agua, pues reemplaza los iones calcio y magnesio del agua por los iones sodio. La regeneración del intercambiador iónico se lo realiza con salmuera. La resina en este caso es del tipo catiónico.

Los ciclos ácido y básico, los cuales se realizan con un intercambiador catiónico para el primer paso y aniónico para el segundo, se los utiliza en combinación para desmineralizar el agua, pues, cambian todo tipo de cationes y aniones por iones hidrógeno y oxidrilo (agua). La regeneración en estos casos se realiza en soluciones de ácido sulfúrico (resina catiónica) y sosa caústica (resina aniónica).

Las resinas aniónicas pueden ser débilmente básicas, en cuyo caso remueven solamente los aniones fuertes, y fuertemente básicas que permiten separación inclusive aniones débiles como sílica.

La operación de intercambio iónico se realiza en unidades como indica la figura 1.1.4.5.2.



*Figura 1.1.4.5.2 Esquema de un equipo de desmineralización por intercambio iónico.*

## 1.2. INTERCAMBIO IÓNICO

El intercambio iónico es una operación de separación basada en la transferencia de materia fluido-sólido. Implica la transferencia de uno o más iones de la fase fluida al sólido por intercambio o desplazamiento de iones de la misma carga, que se encuentran unidos por fuerzas electrostáticas a grupos funcionales superficiales. La eficacia del proceso depende del equilibrio sólido-fluido y de la velocidad de transferencia de

materia. Los sólidos suelen ser de tipo polimérico, siendo los más habituales los basados en resinas sintéticas.

Una resina de intercambio iónico puede considerarse como una estructura de cadenas hidrocarbonadas a las que se encuentran unidos de forma rígida grupos iónicos libres. Estas cadenas se encuentran unidas transversalmente formando una matriz tridimensional que proporciona rigidez a la resina y donde el grado de reticulación o entrecruzamiento determina la estructura porosa interna de la misma. Como los iones deben difundirse en el interior de la resina para que ocurra el intercambio, la selección del grado de reticulación puede limitar la movilidad de los iones participantes.

Las cargas de los grupos iónicos inmóviles se equilibran con las de otros iones, de signo opuesto, denominados contra iones, que están libres y que son los que se intercambian realmente con los del electrolito disuelto. Cuando dichos iones son cationes, los cambiadores iónicos se denominan catiónicos y cuando son aniones se denominan aniónicos.

La operación de intercambio iónico comprende el intercambio entre los iones presentes en una disolución (contaminantes) y los iones de un sólido (resina). Estas operaciones son básicamente reacciones químicas de sustitución entre un electrolito insoluble con el cual se pone en contacto la solución, los mecanismos de estas reacciones son tan parecidos a las operaciones de adsorción que se considera como un tipo especial de adsorción.

Conviene tener presente que el empleo de intercambiadores de iones está sujeto a cierto número de condiciones que se desconocen con mucha frecuencia:

- Sólo trabajar en presencia de una fase líquida en concentración limitada.
- Están destinadas a fijar iones y no a filtrar materias en suspensión, coloides o emulsiones grasas. La presencia de estas sustancias acorta la duración de estos productos.
- La presencia en el agua de gases disueltos en gran cantidad pueden dar lugar a fuertes perturbaciones en la actividad de los cambiadores.
- Los oxidantes energéticos ( $\text{Cl}_2$  y  $\text{O}_3$ ) afectan ciertas resinas.

- Por último, y de forma general, la aplicación a escala industrial de los resultados de laboratorio o de la información facilitada por los fabricantes de los intercambiadores iónicos, exige mucha prudencia porque de esto dependerá el éxito o fracaso de la aplicación a nivel industrial.

Desde el punto de vista de su utilidad para purificación del agua, los tres grupos principales de materiales de intercambio iónico son: a) cambiadores catiónicos de sodio, b) cambiadores catiónicos de hidrógeno y c) cambiadores aniónicos. Esencialmente, los cambiadores de iones son transportadores que son insolubles e inertes en alto grado, y a los que se encuentran unidos grupos polares activos que les confiere el poder de intercambiar iones.

## **1.2.1. TIPOS DE MATERIALES INTERCAMBIO IÓNICO**

### **1.2.1.1. CAMBIADORES CATIÓNICOS DE SODIO**

Incluye las zeolitas silicosas de carbón sulfonado y resina de intercambio de sodio.

*Intercambiadores silicosos.*- Su capacidad de intercambio es de 2,8 kg por pie<sup>3</sup> a una eficiencia de regeneración de 0,45 lbs. (0,204kg) por kg de dureza. Pueden obtenerse capacidades hasta de 3,5 a 5,0 kg por pie<sup>3</sup> con tratamientos especiales para aumentar la porosidad, pero a expensas de la durabilidad.

La zeolita arenosa verde, generalmente es áspera, pero resistente solamente sobre un intervalo de pH de 7,2 a 8,0. Las sales ferrosas y manganosas remueven simultáneamente con la dureza. Se removerán 10 partes por millón de hierro soluble por cada 342 ppm dureza.

*Carbón sulfonado*, a continuación del desarrollo y de diversificación del uso de zeolitas silicosas, se descubrió que podía conferirse la capacidad de intercambio de iones a una amplia variedad de materiales orgánicos al sulfonarlos, esto es, por adición de grupos de

ácido sulfónico,  $\text{-HSO}_3$ , al residuo orgánico inerte, mediante tratamiento con ácido sulfúrico, bióxido de azufre y otros reactivos.

El producto comercialmente obtenible, se prepara a partir de una grado seleccionado de carbón butiminoso y es un intercambiador iónico durable, apto para trabajo pesado, que ha probado ser muy satisfactorio. Este tipo de material cambiador no aporta sílice al agua suavizada como lo hacen las zeolitas silicosas, y puede tolerar un pH tan bajo como el de los ácidos minerales diluidos y tan alto como el del agua suavizada con cal. Las llamadas zeolitas carbonosas, removerán el hierro en una forma similar a las arenas verdes. Operando en ciclo de sodio, la capacidad de intercambio de este material es de 7 kg por pie<sup>3</sup>, cuando se regenera con 0,45 lb. (0,204 lbs.) de sal por kilogramo de dureza removida. Las concentraciones altas de sales de sodio, o una dureza elevada, reducen la capacidad unitaria de intercambio del ablandador.

*Resinas de intercambio de sodio*, las primeras de ellas fueron polímeros fenólicos que tuvieron una capacidad mayor que cualquiera de los materiales entonces obtenidos. Estas mismas fueron seguidas por polímeros de estireno, de enlaces cruzados con derivados de vinilo y conteniendo grupos de intercambio nuclear-sulfónico fuertemente ácidos.

Estos tienen aun mayor capacidad, resistencia al cloro libre, libertad de “desprender color”, costo más bajo de materia prima, y otras ventajas

La producción de resinas intercambiadoras fenólicas para tratamiento de agua se redujo grandemente a causa de estos materiales. Subsecuentemente, las necesidad de cambiadores de capacidad intermedia llevó al mejoramiento de cambiadores fenólicos y de resinas de estireno conteniendo un menor número de grupos nuclear-sulfónico por unidad de volumen.

Cambiadores catiónicos de hidrógeno: de los cambiadores catiónicos, cuyas características en el ciclo de sodio ya fueron descritas anteriormente, todos, con excepción de los silicatos, pueden ser regenerados con ácidos y operados en el ciclo de

hidrógeno. El regenerante más comúnmente usado es el ácido sulfúrico. Cuando se aplica ácido sulfúrico en altas concentraciones para regenerar intercambiadores de bases agotadas por el tratamiento de aguas que contienen alto porcentaje de calcio, los iones de calcio removidos pueden precipitar en el lecho como sulfato de calcio. Durante el enjuague, este precipitado se disuelve y gasta parte de la capacidad del material, dejando calcio en el lecho y produciendo aún un efluente con ácidos minerales. Por esta razón, si el calcio excede del 20 por ciento de los cationes totales el ácido sulfúrico se emplea en solución diluida (2 %) y a alto flujo durante la primera parte de la regeneración, y la concentración se aumenta por pasos hasta el nivel óptimo.

La fuga de sodio se debe a los ácidos minerales formados en la parte superior del lecho que se percolan a través de él y reemplazan al sodio que queda en las capas interiores por regeneración incompleta. Por tanto, es importante usar ácido regenerante en la cantidad, concentración y tiempo de contacto que regenerarán completamente el lecho y que reduzcan la fuga hasta el nivel dictado por las especificaciones del agua terminada.

*Carbón sulfonado*, este material, la primera zeolita de hidrógeno disponible, durante largo tiempo se ha aceptado como poseedora de una capacidad del intercambio de 8 kg de cationes por pie<sup>3</sup> a un nivel de regeneración de 2 lb de ácido sulfúrico de 66° Bé por kilogramo, con una eficiencia de 0,25 lb (0,113kg) por kg. Sin embargo, el contenido total de cationes del agua (y, por lo tanto, la capacidad de intercambio y la eficiencia) se compensan usando factores que varían de 0,88 a 2,5 para diferentes combinaciones de alcalinidad y acidez mineral.

El calcio y el magnesio en el efluente son insignificantes y el 12 por ciento de fuga, de acuerdo a esta estimación, es prácticamente sodio en su totalidad. En la práctica, sin embargo, se ha encontrado que la fuga de sodio es considerablemente menor. Los grupos débilmente ácidos carboxílico e hidroxifenólico que suplementan a los grupos de ácido sulfónico como cambiadores activos de carbón sulfonado, favorecen una regeneración completa con ácido sulfúrico a una dilución tan baja como del 2 por ciento, por lo tanto, la fuga de sodio es baja, las dificultades con el sulfato de calcio se eliminan y la eficiencia de regeneración es alta.

### 1.2.1.2. CAMBIADORES DE HIDRÓGENO

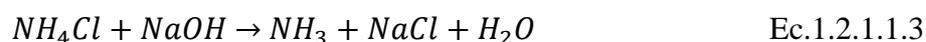
Las capacidades de intercambio varían dentro de un amplio margen, dependiendo del análisis del influente y del nivel de regeneración.

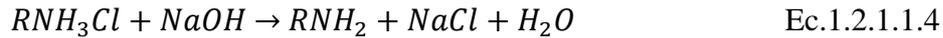
La capacidad de una resina cambiadora de cationes en el ciclo de hidrógeno aumenta y disminuye la fuga, con la existencia de un alto porcentaje de bicarbonatos en los aniones del influente. También la capacidad es mayor para aguas altas en sodio, pero la fuga aumenta rápidamente conforme el sodio asciende sobre el 50 por ciento.

Las resinas de alta capacidad nuclear-sulfónicas de polivinilo-estireno, pueden requerir un aumento progresivo o en etapas en la concentración del ácido hasta 8 por ciento, para dar regeneración más completa y eficiente. También para aguas altas en sodio, el nivel de regeneración comúnmente de 2 a 4 lb. (0,908 a 1,816) de ácido sulfúrico de 66° Bé por pie<sup>3</sup> puede necesitar ser varias veces mayor si las especificaciones para el efluente requieren sólidos totales bajos.

### 1.2.1.3. CAMBIADORES ANIÓNICOS

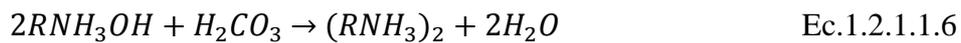
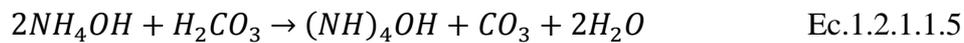
Estos son compuestos poliméricos esencialmente inertes que contiene grupos activos de nitrógeno, los que reaccionan como el amoníaco y el hidróxido de amonio. El amoníaco, NH<sub>3</sub> y la amina primaria, RNH<sub>2</sub> ( en la cual R es un radical orgánico), absorberán ambos, ácidos inorgánicos tales como el clorhídrico por reacciones de adición.



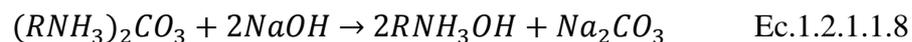
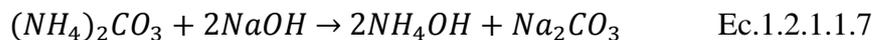


Estas ecuaciones tipifican las reacciones y regeneración de algunos cambiadores de aniones débilmente básicos, los que absorberán solamente ácidos fuertes. El carbonato de sodio, amoníaco u otras bases débiles sirven tan bien como los caústicos para la regeneración.

El hidróxido de amonio y cambiadores aniónicos fuertemente básicos son compuestos cuaternarios de nitrógeno, capaces de unir iones hidróxido que neutralizan tanto a los ácidos fuertes como a los débiles para formar las sales correspondientes.



La regeneración, en este caso, requiere una base fuerte tal como la sosa caústica:



Los cambiadores fuertemente básicos han sido llamados con propiedad “caústicos sólidos insolubles”.

## 1.2.2. PROPIEDADES DE LOS CAMBIADORES

Las propiedades de los cambiadores que hay que considerar en el diseño de instalaciones de intercambio iónico son las que se describen a continuación.

### **1.2.2.1. PODER DE CAMBIO O CAPACIDAD**

Se llama cambio a la cantidad de iones (cationes o aniones, según el caso) contenidos en un litro de resina y capaces de ser cambiados por otros iones.

Para facilitar los cálculos, se expresa este poder de cambio en equivalentes por litro de resina.

### **1.2.2.2. PODER DE CAMBIO ÚTIL**

Se refiere al funcionamiento de una resina hasta un límite de utilización fijado, de acuerdo con el rendimiento que se debe obtener. El poder de cambio útil será por tanto inferior a la capacidad.

### **1.2.2.3. PODER DE CAMBIO DISPONIBLE**

Representa la capacidad de un cambiador medida hasta que el contenido de iones del líquido entrante sea igual al de líquido que sale.

### **1.2.2.4. PODER DE CAMBIO TOTAL**

Representa la cantidad total de iones capaces de ser cambiados cuando el producto ha sido regenerado con un exceso de reactivos.

### **1.2.2.5. FUGA IÓNICA**

Representa la cantidad de iones que escapa a la permutación. Se expresa en porcentaje total de iones contenidos en el líquido a tratar. Esa fuga iónica, para los cambiadores de cationes, se explica como sigue. En la práctica, y principalmente por razones económicas, no se regenera nunca por completo un cambiador de iones. Subsiste por tanto siempre en el agua desmineralizada una pequeña cantidad de iones que se desean eliminar en la solución a tratar. Por ello, y debido al equilibrio químico que se establece entre una resina cambiadora de iones y la solución a depurar, nunca pueden eliminarse por completo los iones indeseables.

### **1.2.3. RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

Son poli electrolitos o macromoléculas insolubles en agua, compuestos por una alta concentración de grupos polares, ácidos o básicos, incorporados a una matriz de un polímero sintético.

Estas resinas de intercambio iónico reaccionan como ácidos, bases o sales, pero tienen la peculiaridad de tener sólo cationes o aniones con la habilidad de tomar parte de la reacción química, por su capacidad de migración.

Como la concentración de grupos polares en la resina es un número finito, éstas tienen una capacidad definida del intercambio. La ventaja de las resinas de intercambio iónico es que tienen habilidad para recuperar la capacidad original, mediante el tratamiento con una solución que puede ser ácido, una base o una sal, según la resina y el uso, que desplace los iones retenidos por la resina y los remplace por iones deseados.

Este procedimiento se llama regeneración y es el que permite utilizar la resina una y otra vez. Simplemente cuando la resina agota su capacidad de intercambio, se regenera.

La mayor parte de los materiales de esferas de intercambio iónico se fabrican usando un proceso de polimerización de suspensión, que utiliza estireno y divinilbenzeno (DVB). El estireno y DVB, ambos líquidos en un principio, se colocan en un reactor químico con más o menos la misma cantidad de agua. Asimismo está presente un agente flotador para mantener todo disperso. El reactor químico tiene un agitador que comienza a mezclar la solución de agua/sustancia química orgánica. El estireno/ DVB comienza a formar grandes glóbulos de material, y al aumentarse la velocidad de agitación, los glóbulos se dividen en gotitas más pequeñas hasta alcanzar un tamaño de más o menos un milímetro. En ese momento inicia la reacción de polimerización a través de la adición de peróxido de benzoilo, el cual hace que las moléculas de estireno/DVB formen las esferas pequeñas de plástico que resultan. El divinilbenzeno es un agente entre-cruzante que le proporciona a las esferas su fortaleza física, y sin el cual el estireno sería soluble en el agua.

La esfera de poliestireno-DVB necesita ser químicamente activada para funcionar como material de intercambio iónico. Los grupos activados son ligados para proporcionarle funcionalidad química a la esfera. Cada grupo activo posee una carga eléctrica fija, la cual es balanceada por un número equivalente de iones de carga opuesta, los cuales tienen la libertad de intercambiarse con otros iones de la misma carga. Las resinas catiónicas fuertes se forman tratando a las esferas con ácido sulfúrico concentrado (un proceso conocido como sulfonación) para formar grupos sulfónicoácidos permanentes, de carga negativa, a través de las esferas. Aquí es importante el hecho de que los sitios de intercambio formados de tal manera se encuentran ubicados a través de la esfera. El proceso de intercambio iónico no es un fenómeno de superficie; más del 99% de la capacidad de un material de intercambio iónico se encuentra en el interior de la esfera.

Las resinas aniónicas fuertes se activan en un proceso de dos pasos que consiste en la clorometilación seguida de la aminación. Este proceso de dos pasos comienza con el mismo material de estireno/DVB que se usa para las resinas catiónicas. La única diferencia es que la cantidad de DVB que se utiliza es menor para permitir una esfera más porosa. El primer paso de la reacción es la ligación de un grupo diclorometilo a cada uno de los anillos de benceno en la estructura de la esfera. Este material plástico intermedio clorometilizado debe reaccionar con una amina en un proceso conocido como aminación. El tipo de amina utilizada determina la funcionalidad de la resina. Una amina comúnmente utilizada es la trimetilamina (TMA), que crea un intercambiador aniónico fuertemente básico.

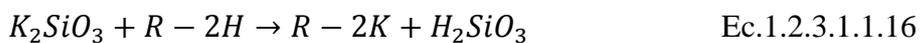
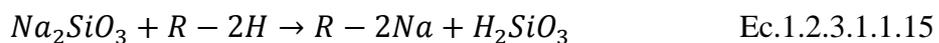
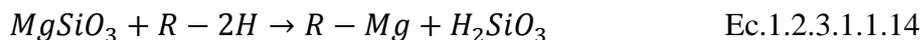
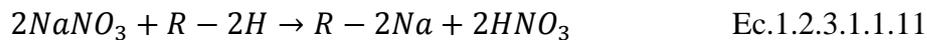
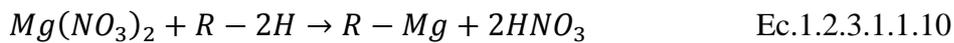
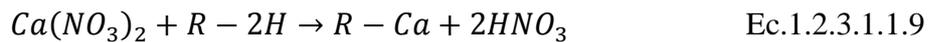
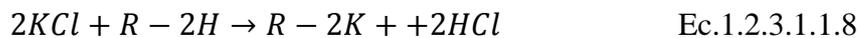
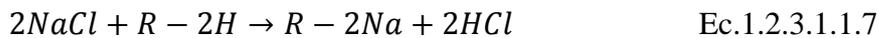
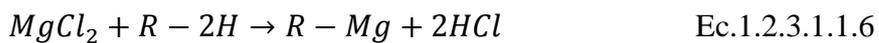
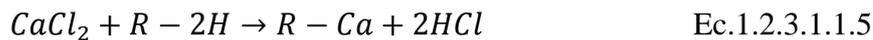
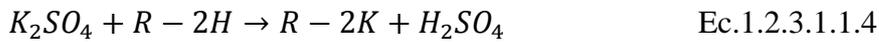
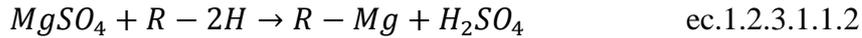
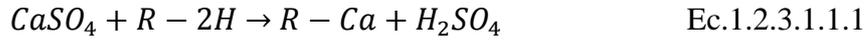
La mayor parte de los intercambiadores iónicos comerciales son de materiales plásticos sintéticos, como copolímeros de estireno y divinil benceno. Hay un balance fino entre la producción de un polímero poco entrecruzado que permite la entrada libre del agua para que la reacción sea rápida, pero que sólo es ligeramente soluble, y una resina muy entrecruzada, que sería insoluble, pero de uso más difícil a causa de las velocidades restringidas de intercambio tanto en el agotamiento como en la regeneración. Los intercambiadores iónicos para tratamiento de agua son, en esencia, insolubles.

### **1.2.3.1. TIPOS DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

#### **1.2.3.1.1. RESINAS CATIONICAS FUERTEMENTE ACIDAS**

- Intercambian iones positivos (cationes).
- Funcionan a cualquier pH.
- Es la destinada a aplicaciones de suavizado de agua, como primera columna de desionización en los desmineralizadores o para lechos mixtos. Elimina los cationes del agua y necesitan una gran cantidad de regenerante.
- Las resinas catiónicas fuertemente acídicas derivan su funcionalidad de los grupos ácidos sulfónicos.

Estas resinas fijan los cationes que están unidos a los iones cloruros, nitratos, sulfatos y silicatos, quedando en el agua los ácidos de las sales inicialmente presentes en el agua, de acuerdo al siguiente detalle:

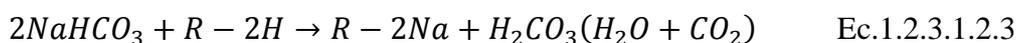
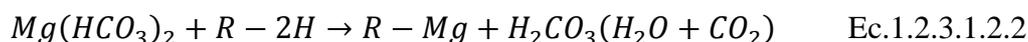
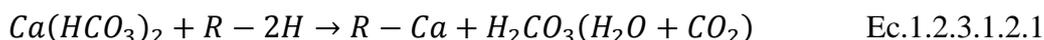


### 1.2.3.1.2. RESINAS CATIONICAS DÉBILMENTE ÁCIDAS

- Tienen menor capacidad de intercambio.
- No son funcionales a pH bajos.
- Elevado hinchamiento y contracción lo que hace aumentar las perdidas de carga o provocar roturas en las botellas cuando no cuentan con suficiente espacio en su interior.
- Se trata de una resina muy eficiente, requiere menos ácido para su regeneración, aunque trabajan a flujos menores que las de ácido fuerte. Es habitual regenerarlas con el ácido de desecho procedente de las de ácido fuerte.
- Las resinas cationicas débiles están sujetas a una menor capacidad por un aumento en la velocidad de flujo.

Estas resinas fijan los cationes de calcio, magnesio, sodio y potasio de los bicarbonatos, y liberan ácido carbónico; los cationes unidos a los aniones sulfatos, cloruros y nitratos no son intercambiados. Si consideramos a las resinas de intercambio cationico como R-2H, con R como radical fijo y H como ión de sustitución, tendremos las siguientes reacciones (de acuerdo a los cationes presentes)

Estas resinas fijan los cationes de calcio, magnesio, sodio y potasio de los bicarbonatos, y liberan ácido carbónico; los cationes unidos a los aniones sulfatos, cloruros y nitratos no son intercambiados. Si consideramos a las resinas de intercambio cationico como R-2H, con R como radical fijo y H como ión de sustitución, tendremos las siguientes reacciones (de acuerdo a los cationes presentes).



### 1.2.3.1.3 RESINAS ANIÓNICAS FUERTEMENTE BÁSICAS

- Intercambian iones negativos (aniones).
- Es la destinada a aplicaciones de suavizado de agua, como segunda columna de desionización en los desmineralizadores o para lechos mixtos. Elimina los aniones del agua y necesitan una gran cantidad de regenerante, normalmente sosa.
- Estas resinas derivan su funcionalidad de amonios cuaternarios que cambian de sitio. Todas las resinas fuertemente básicas usadas para la desmineralización pertenecen a dos grupos: tipo 1 y 2. Químicamente los dos tipos difieren de las especies de amonio cuaternario intercambiado.

*Tipo 1:* Tienen tres grupos metil, estas resinas son adecuadas para remoción total de aniones en todas las aguas, estas son más difíciles de regenerar y se hinchan más desde la forma clorinada a la forma hidróxido. Es más resistente a altas temperaturas y pueden ser usadas en aguas alcalinas y altas en sílice.

*Tipo 2:* Tiene un grupo etanol y dos metil, estas remueven todo tipo de aniones, pero pueden ser menos efectivas en la remoción de sílice, dan buenos resultados en aguas que contienen predominantemente minerales ácidos libres, cloruros y sulfatos como en el influente de una unidad descarbonatadora.

El cambiador de tipo 1 es de mayor grado básico, pero tiene menor capacidad de intercambio que el tipo 2, cuando se opera al mismo nivel de regeneración y es, por lo tanto, menos eficiente para absorber ácidos fuertes. Los tipos 1 y 2 difieren en selectividad, siendo el tipo 1, el mejor para remover sílice y ácidos débiles. El tipo 2 pierde basicidad más rápido bajo ciclos repetidos que el tipo 1 y posee menor estabilidad a altas temperaturas.

Asimismo, existen en disponibilidad estructuras de resinas basadas en otras materias primas, pero también contenido grupos cuaternarios de nitrógeno. Estas resinas poseen diferentes selectividades, capacidades, eficiencias y estabilidad específicas, paralelas,

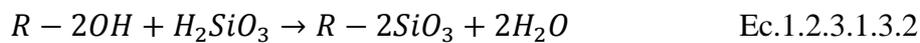
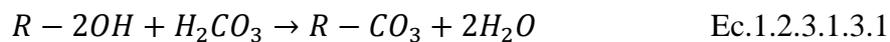
hasta cierto grado, a los de tipo 1 y 2, anteriormente descritos, pero sobreponiéndose lo suficiente para hacer sumamente difícil la clasificación.

La sílice, que es muy débilmente básica, se desplazará a través de un lecho del cambiador aniónico antes de que los iones de ácidos fuertes, ya que éstos desalojan a la sílice hacia la parte inferior conforme progresa el ciclo.

Por lo tanto, la capacidad de las resinas, basada sobre el punto de escape de sílice, dependerá obviamente de la relación de sílice a aniones totales.

Los cambiadores fuertemente básicos deberán ser regenerados con sosa caústica al 4 por ciento a una temperatura entre 35 a 37,8 con un tiempo de contacto entre 60 a 90 minutos.

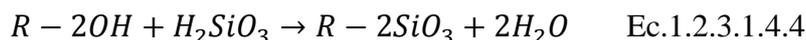
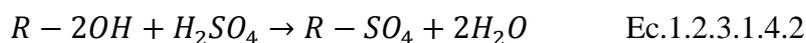
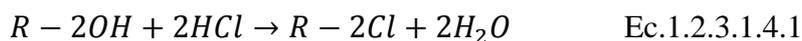
Este intercambiador fija los aniones de los ácidos débiles tales como el ácido carbónico y el ácido silícico. Las reacciones serían:



#### **1.2.3.1.4. RESINAS ANIÓNICAS DÉBILMENTE BÁSICAS**

- Se trata de una resina muy eficiente, requiere menos sosa para su regeneración.
- No se puede utilizar a pH altos. pueden sufrir problemas de oxidación o ensuciamiento.
- Deben ser usadas en aguas con niveles elevados de sulfatos o cloruros, o donde no se requiera la eliminación de la alcalinidad y del silicio.
- Secuencia de selectividad para resinas aniónicas:
- $OH^- < F^- < Cl^- < Br^- < NO_3^- < HSO_4^- < I^-$

Fijan los aniones de los ácidos fuertes como sulfatos, cloruros y nitratos, pero no los aniones débiles del ácido carbónico ( $H_2CO_3$ ), ni del ácido silícico ( $H_2SiO_3$ ). Si consideramos a las resinas de intercambio aniónico como R-2OH, compuestas de un radical fijo R y de un ión móvil constituido por el grupo OH, de acuerdo a los aniones presente, tendremos las siguientes reacciones:



### **1.2.3.2. SELECTIVIDAD DE LAS RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

Es influenciada por las propiedades de la esfera, los iones intercambiadores, y la solución en la cual están presentes los iones. El agua es un componente esencial en las resinas de intercambio iónico. Por ejemplo, las resinas catiónicas de ácido fuerte contienen mas o menos 50% de humedad. La cantidad de entrecruzamiento de la esfera tiene un impacto sobre el contenido de la humedad de la esfera, y por su parte, el contenido de humedad tiene un impacto sobre la selectividad.

Una esfera con alto contenido de humedad tiene alta porosidad y los grupos activos se encuentran más separados uno del otro. Las resinas de intercambio iónico por lo general tienen mayor selectividad a los iones de mayor valencia o carga. Entre los iones con una

misma carga se encuentran mayores afinidades hacia los iones con un número atómico más alto.

Los fabricantes de las resinas son muy conscientes de la naturaleza del material de intercambio iónico, y en especial del grupo funcional.

Por esta razón, algunos fabricantes no sólo han desarrollado resinas de intercambio iónico tipo fuerte, sino que han puesto especial énfasis en las resinas de tipo débil e inclusive con distintos grados de enlaces cruzados y también tamaño, con el objeto de optimizar la eficiencia de operación de un proceso de intercambio iónico.

Por ejemplo, las resinas Amberlite IR-120, catiónica fuerte y, Amberlite DD-1, catiónica débil, tienen habilidad para neutralizar NaOH. Sin embargo, para este uso es recomendable la Amberlite DP-1, aun siendo más costoso, porque su eficiencia es notable.

Podemos representar la eficiencia de la Amberlite IR-120 como:

$$Ef_{120} = \frac{2-3 \text{ equivalentes regenerante}}{1 \text{ equivalente catión removido}} \quad \text{Ec.1.2.3.2.1}$$

Mientras que la eficiencia de la Amberlite DP-1 es:

$$Ef_{DP-1} = \frac{1,1 \text{ equivalentes regenerante}}{1 \text{ equivalente catión removido}} \quad \text{Ec.1.2.3.2.2}$$

**Tabla 1.2.3.2. Categorías primarias de resinas de intercambio iónico**

Categoría	Ácido o base inorgánico análogo	Resina intercambio	Ejemplos Amberlite
Catiónica fuerte	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Rz-SO <sub>3</sub> H	IR120-IR200 252
Catiónica débil	CH <sub>3</sub> COOH	Rz-COOH	IRC-84-IRC-50 DP1 IRA 400-IRA 410
Aniónica fuerte	NaOH	Rz-NROH	IRA-402 IRA-900 IRA-910 IRA-458
Aniónica débil	NH <sub>3</sub>	RzNR <sub>2</sub> ó RzN	IRA-47 IRA-93 IRA-68

Salvo algunas aplicaciones especiales como catalizadores o usos farmacéuticos, en general, las resinas de intercambio iónico, se operan en columna por favor del proceso.

Podemos representar el proceso dentro de una columna de intercambio iónico, como un sistema compuesto por series de equilibrios químicos; para hacerlo más gráfico, lo podemos asimilar a la idealización de la teoría de destilación en “bandejas”. Como la solución fluye hacia abajo en la columna, la reacción de intercambio se desplaza en el lecho a niveles inferiores de acuerdo a las condiciones de cada nueva bandeja encontrada.

Cuando se diseña una columna de intercambio iónico, se establece a priori la concentración máxima admisible de iones indeseables en el efluente producido. Cuando se llega esa concentración, es decir que el equilibrio en ese punto se ha conseguido en la última bandeja, se debe proceder a regenerar la resina, para poder utilizarla en un nuevo ciclo.

Obviamente todo esto es posible gracias a las diferentes selectividades de la resina hacia los iones.

Tanto en la resina aniónica débil como la Amberlite IRA-93, como la Amberlite IRA-402, aniónica fuerte, tienen habilidad para trabajar, pero evidentemente siempre la elección debe recaer sobre la Amberlite IRA-93 porque, como en el caso anterior:

$$Ef_{93} = \frac{1,1 \text{ equivalentes regenerante}}{1 \text{ equivalente anión removido}} \quad \text{Ec.1.2.3.2.3}$$

$$Ef_{402} = \frac{2-3 \text{ equivalentes regenerante}}{1 \text{ equivalente anión removido}} \quad \text{Ec.1.2.3.2.4}$$

Por otra parte, si debemos remover trazas de sílice, la resina indicada es la Amberlite IRA-402. Aunque normalmente, la selección de una resina adecuada a la función, es una tarea simple, en algunos casos ofrece diferentes grados de dificultad. Por ejemplo, cuando debemos elegir entre Amberlite IR-120 y Amberlite IRC-50, catiónica débil, para la recuperación y purificación de estreptomicina, juegan otros factores, además de la funcionalidad, como la facilidad de extraer antibiótico de la resina durante la regeneración y su porosidad.

En caso de Amberlite IRC-50 cumple los propósitos, es decir, que tiene la porosidad tal que permite una rápida entrada del ion en la estructura de la resina y además su grupo

funcional permite una eficiente elución o recuperación del material absorbido en la regeneración.

Es dificultosa la selección de la resina adecuada, cuando se trabaja en soluciones en que no se sabe con certeza la naturaleza del carácter iónico de la sustancia, entonces no se sabe si utilizar resinas catiónicas o aniónicas.

Un caso típico es la remoción de hierro de ácido clorhídrico. Si el hierro es ferroso y HCl es diluido, se debe usar una resina catiónica, mientras que si el ácido es más concentrado 2 M o más el hierro férrico, se debe utilizar una resina aniónica porque el hierro está como complejo aniónico.

Estos factores, como los mencionados anteriormente, cinética, estabilidad o vida efectiva, deben ser considerados antes de seleccionar la resina adecuada.

Tan importantes son estos factores, que muchas veces se deben adoptar soluciones de compromiso, por ejemplo, la elección de la Amberlite IRA-900 sobre la Amberlite IRA-402, es hecha en base a su extraordinaria resistencia al envenenamiento orgánico, sacrificando algo de capacidad. Es bien cierto que esa diferencia de capacidad, rápidamente desaparece en la práctica, debido al mejor funcionamiento, en esas condiciones, de la Amberlite IRA-900, en comparación con la Amberlite IRA-402, que si bien teóricamente tiene una capacidad de intercambio superior, su degradación es mucho más rápida.

Después de una serie de ciclos de intercambio iónico las resinas de intercambio iónico sufren la pérdida de sitios de intercambio activo o sufren la rotura de los enlaces transversales de la resina, disminuyendo su capacidad de intercambio.

Las resinas catiónicas fuertes primero pierden su capacidad de intercambio para captar cationes asociados a los ácidos fuertes y las resinas aniónicas fuertes disminuyen su

capacidad de captar aniones débiles a baja concentración, tales como los carbonatos y silicatos.

La mayoría de autores de la especialidad asignan una vida útil esperada de las resinas de intercambio iónico entre los 5 y los 10 años. Según la Empresa RHOM AND HASS (fabricante de resinas de intercambio iónico) las resinas aniónicas tienen una vida útil teórica de 70 a 300 m<sup>3</sup> de agua tratada por litro de resina y las resinas catiónicas de 200 a 1500 m<sup>3</sup> de agua tratada por litro de resinas; en ambos casos dependerá de la calidad del agua a tratar.

Existen métodos de laboratorio que permiten determinar la capacidad de intercambio iónico de una resina dada, la mayoría de los cuales han sido desarrollados por las empresas fabricantes. La utilidad de poder determinar la capacidad de intercambio iónico reside en poder comparar las capacidades de varias resinas cuando se necesita escoger una resina adecuada a las necesidades de operación; así mismo sirve para saber el estado de la vida útil de una resina que está en uso y determinar en que momento necesita ser cambiada.

### **1.2.3.3. PROPIEDADES DE LAS RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

#### **1.2.3.3.1. Tamaño de partícula**

Para uso industrial el tamaño de partícula de las esferas de resina resulta de la relación entre la velocidad de intercambio (la cual es mayor con partículas pequeñas) y la rata de flujo (la cual requiere partículas grandes para tener menores perdidas de presión). El tamaño estándar varía entre partículas con un diámetro entre 0,3 y 1,2 mm, pero se pueden conseguir tamaños menores o mayores según la necesidad del uso.

#### **1.2.3.3.2. Solubilidad**

El intercambio iónico de sustancias pueden ser solubles bajo operación normal. Todas las resinas intercambiadoras usadas actualmente son poliácidas o polibases de alto peso molecular que son virtualmente insolubles pero después de ciertas temperaturas se solubilizan.

#### **1.2.3.3.3. Forma**

La forma de los gránulos esféricos deben tener máxima homogeneidad y dimensión uniformes, tal que las pérdidas en la cabeza del fluido en la percolación permanezcan aceptables. Normalmente, los rangos de tamaño son de 16-50 U.S. mesh.

#### **1.2.3.3.4. Densidad**

Esta es una propiedad muy importante en las resinas, existen varios tipos de densidad. La más representativa es la densidad húmeda de una partícula individual. Las densidades húmedas de los diferentes tipos de resinas está entre los siguientes rangos:

Resinas catiónicas fuertes 1.18 - 1.38

Resinas catiónicas débiles 1.13 - 1.20

Resinas aniónicas fuertes 1.07 - 1.12

Resinas aniónicas débiles 1.02 - 1.10

#### **1.2.3.3.5. Caída de presión**

Es muy importante en el diseño de equipos, la caída de presión relaciona el tamaño, la forma, la uniformidad y la compresibilidad de las partículas, la viscosidad de la solución, la temperatura y rata de flujo utilizada.

#### **1.2.3.3.6. Resistencia a la fractura**

La expansión y contracción de la resina durante el agotamiento y la regeneración no debe ser causa para que se revienten los gránulos. El diseño de aparatos de intercambio iónico debe también estar dirigido a la expansión, a evitar excesiva tensión o abrasión mecánica de la resina. El agua a ser ionizada por resinas de intercambio iónico debe estar libre de material suspendido y coloidal. El material no disuelto colectado puede obstruir la cama, causando canales y pobre distribución en la cama de resinas, reduciendo la capacidad y disminución de su vida. Se podrían remover estas sustancias antes de entrar al lecho.

#### **1.2.3.4. ESTABILIDAD DE LAS RESINAS**

Cuando hablamos del deterioro de una resina de intercambio iónico, se debe considerar el hecho de que el deterioro se manifiesta en diferentes formas, cada una de ellas es independiente o relacionada con otros factores.

Las formas de deterioro las podemos enumerar:

- a) Ruptura de las partículas de la resina.
- b) Despolimerización de la resina y consecuentemente hinchamiento.
- c) Disminución de la capacidad total.
- d) Envenenamiento de los grupos funcionales.

e) Ensuciamiento debido a la precipitación de elementos extraños en o sobre la partícula del intercambiador.

Normalmente las resinas aniónicas son las menos estables que todas las resinas de intercambio iónico y su vida útil varía entre 70 y 300 m<sup>3</sup> de agua tratada por cada litro. Bajo condiciones normales, la degradación es de naturaleza química, y se manifiesta en una pérdida gradual de su capacidad de intercambio.

### **1.2.3.5. ESPECIFICACIONES DE LAS RESINAS EMPLEADAS EN EL DESMINERALIZADOR DE AGUA**

#### **1.2.3.5.1. RESINA CATIÓNICA LEWATIT MONOPLUS S 100, AMBERLITE IR-120**

*Tabla 1.2.3.5.1.1 Descripción general de resinas AMBERLITE IR-120*

Formado como iónico	Na <sup>+</sup>
Grupo funcional	Ácido sulfónico
Matriz	Anillos entrecruzados de poliestireno
Estructura	Tipo gel
Apariencia	Café, traslúcido

**Tabla 1.2.3.5.1.2 Propiedades físicas y químicas AMBERLITE IR-120**

Propiedad	Unidad	Rango
Coefficiente de uniformidad	Max	1,1
Tamaño medio	mm	0,6 ( +/-0,05 )
Punto medio (+/-0,05 mm)	Vol. %	>90
Volumen densidad (+/-5%)	g/l	830
Densidad	g/ml	1,28
Retención de agua	%	42-48
Capacidad total	Min. Eq/l	2,0
Volumen de cambio $Na^+ \rightarrow H^+$	Max. Vol.%	8
Rango de pH		0-14
Duración del producto	Max. Años	2
Rango de temperatura	°C	20-40

**Tabla 1.2.3.5.1.3 Recomendaciones de condiciones de Operación de resina AMBERLITE IR-120**

Condición	Unidad	Rango
Temperatura de operación	Max. °C	120
Rango de pH de operación		0-14
Altura del lecho	Min.mm	800
Pérdida de presión específica	Aprox. kPa/m <sup>2</sup>	1,0
Pérdida de presión	Max. kPa	200
Velocidad de la línea de operación	Max. m/h	60
Velocidad de la línea de lavado(20°C)	Aprox. m/h	15
Expansión del lecho	Vol. %	4
Espacio libre para lavado	Vol. %	60-80

**1.2.3.5.2. ESPECIFICACIONES DE RESINAS MONOPUS M 500(IRA-402)**

**Tabla 1.2.3.5.2.1 Descripción general de resina AMBERLITE IRA-402**

Formado como iónico	Cl <sup>-</sup>
Grupo funcional	Amina cuaternaria tipo I

Matriz	Anillos entrecruzados de poliestireno
Estructura	Tipo gel
Apariencia	Amarilla traslúcido

**Tabla 1.2.3.5.2.2 Propiedades físicas y químicas de resina AMBERLITE IRA-402**

Propiedad	Unidad	Rango
Coefficiente de uniformidad	Max	1,1
Tamaño medio	mm	0,62 ( +/-0,05 )
Punto medio (+/-0,05 mm)	Vol. %	>90
Volumen densidad (+/-5%)	g/l	700
Densidad	g/ml	1,08
Retención de agua	%	48 – 55
Capacidad total	Min. Eq/l	1,3
Volumen de cambio $Cl^- \rightarrow OH^-$	Max. Vol. %	22
Rango de pH		0-14
Duración del producto	Max. Años	2
Rango de temperatura	°C	20-40

**Tabla 1.2.3.5.2.3 Condiciones recomendadas de operación de resina AMBERLITE**

**IRA-402.**

Condición	Unidad	Rango
Temperatura de operación	Max. °C	70
Rango de pH de operación		0-12
Altura del lecho	Min.mm	800
Pérdida de presión específica (15°C)	Aprox. kPa/m <sup>2</sup>	1,0
Pérdida de presión	Max. kPa	200
Velocidad de la línea de operación	Max. m/h	60
Velocidad de la línea de lavado(20°C)	Aprox. m/h	7
Expansión del lecho	Vol. %	11
Espacio libre para lavado	Vol. %	80-100

**1.2.3.6. CONDICIONES DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO EN EL DESMINERALIZADOR DE AGUA**

**1.2.3.6.1. CONDICIONES DE REGENERACIÓN DE RESINAS CATIONICAS FUERTES EN EL DESMINERALIZADOR DE AGUA**

**Tabla 1.2.3.6.1. Condiciones de regeneración para resina AMBERLITEIR-120**

Regenerante	HCl H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
	Unidad	Rango
Contador de corriente de nivel de regeneración	Aprox. g/l	HCl 50 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 80
Contador de concentración para regeneración	%	HCl 4 – 6 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1,5 – 3
Velocidad de línea de regeneración	m/h	HCl 5 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 10 – 20
Velocidad de la línea de enjuague	m/h	HCl 5 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5
Agua para enjuague	BV	HCl 2 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2
Nivel de co-corriente de regeneración	g/l	HCl 100 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 150
Co-corriente de concentración para regeneración	%	HCl 6 – 10 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1,5 – 3

Agua requerida para enjuague	BV	HCl 6 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 6
Mezcla del lecho de operación	Unidad	Rango
Altura del lecho	Mm	HCl 500 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 500
Nivel de regenerante	g/l	HCl 100 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 150
Concentración de regenerante	%	HCl 4 – 6 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 2 – 8

**1.2.3.6.2. CONDICIONES DE REGENERACIÓN DE RESINAS ANIÓNICAS FUERTES EN EL DESMINERALIZADOR DE AGUA**

***Tabla 1.2.3.6.2 Condiciones de regeneración para resina AMBERLITE IRA-402.***

Regenerante	NaOH	
	Unidad	Rango
Contador de corriente de nivel de regeneración	Aprox. g/l	50

Concentración para regeneración	%	2-4
Velocidad de línea de regeneración	m/h	5
Velocidad de la línea de enjuague	m/h	5
Agua requerida para enjuague	BV	10
Nivel de co-corriente de regeneración	g/l	100
Co-corriente de concentración para regeneración	%	3 – 5

### 1.2.3.7. REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO

La regeneración de las resinas de intercambio iónico es el proceso inverso del proceso de intercambio iónico y tiene por finalidad devolverle a la resina de intercambio iónico su capacidad inicial de intercambio. Esto se realiza haciendo pasar soluciones que contengan el ión móvil original, el cual se deposita en la resina y desaloja los iones captados durante el agotamiento.

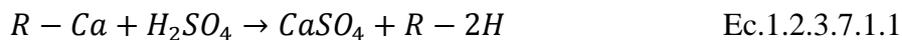
- Ácido clorhídrico o ácido sulfúrico (depende del [costo](#) y de la eficiencia): para regenerar resinas catiónicas de ácidos fuertes y resinas catiónicas de ácidos débiles.

- Hidróxido de sodio o hidróxido de amonio: para regenerar resinas aniónicas de bases fuertes y resinas aniónicas de bases débiles.

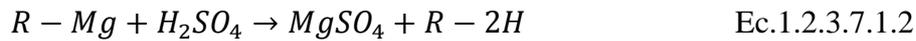
Una vez regenerada la resina está lista para un nuevo ciclo de intercambio iónico.

### 1.2.3.7.1. REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO CATIONICO

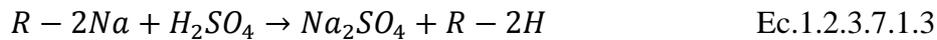
Cuando cualquiera de las resinas de intercambio catiónico débiles o fuertes ya no tienen iones hidrógeno para intercambiar, a estas resinas se les regenera haciendo pasar una solución de ácido (normalmente ácido sulfúrico), produciéndose las siguientes reacciones:



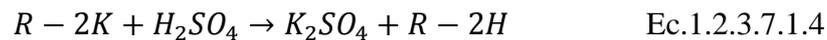
(Resina regenerada)



(Resina regenerada)



(Resina regenerada)

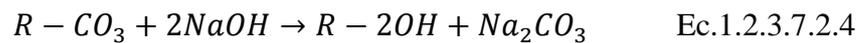
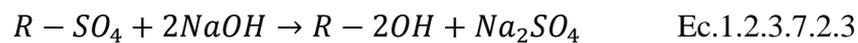


(Resina regenerada)

La regeneración se realiza normalmente en serie y la solución de ácido sulfúrico atraviesa sucesivamente la resina fuertemente ácida y la resina débilmente ácida. El exceso de ácido proveniente de la regeneración de la resina fuertemente ácida es suficiente para regenerar completamente la resina débilmente ácida.

#### **1.2.3.7.2. REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO ANIÓNICO**

Una vez que las resinas de intercambio aniónico débilmente y fuertemente básicas no tienen más iones OH<sup>-</sup> que intercambiar con los aniones del agua, estas deben ser regeneradas. Su capacidad de intercambio le es devuelta haciendo pasar una solución de base fuerte (generalmente se emplea hidróxido de sodio), la cual atraviesa primero el intercambiador de las resinas aniónicas de base fuerte y luego el intercambiador de las resinas aniónicas de base débil. Se producirán las siguientes reacciones:



#### **1.2.3.7.3. PLAN DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

- a) Retrolavado, empleando agua de los tanques de almacenamiento, por 10 minutos.
- b) Descanso del lecho, durante 5 minutos.

- c) Introducción de ácido sulfúrico al 98% a una concentración hasta una concentración del 2% equivalente a 0,41 N usando agua tratada, por un período de 30 minutos.
- d) Introducción de hidróxido de sodio al 15% hasta una concentración de 3% equivalente a 0,75 N usando agua tratada, durante 60 minutos.
- e) Enjuague de la unidad catiónico con agua tratada durante 35 minutos.
- f) Enjuague de las unidades catiónicas/aniónicas durante 20 minutos.
- g) Vaciado de los lechos, 20 minutos.
- h) Elevación de los lechos, 1 minuto.
- i) Inyección de aire-agua, 1 minuto.
- j) Agitación por aire, 10 minutos.
- k) Aire vaciado, 6 minutos.
- l) Llenado lento, 10 minutos.
- m) Llenado rápido, 2 minutos.
- n) Enjuague, 15 minutos.

## **2. PARTE EXPERIMENTAL**

### **2.1. MUESTREO**

Las muestras de agua, denominada cruda fueron tomadas a la entrada del desmineralizador, y a la salida de cada una de las unidades que comprende. Por esta razón se hizo análisis del agua tratada en la planta y poder compararla con el agua tratada por resinas en el laboratorio.

El muestreo se realizó una vez concluidas todas las regeneraciones, de modo que en todos los casos, excepto uno, el agua cruda era la misma.

### **2.2. SIMULACIÓN EN EL LABORATORIO**

La simulación del proceso consiste en regenerar las resinas catiónicas y aniónicas con sus respectivos ácidos y bases fuertes en buretas, luego de ello se pasaba por la resina catiónica el agua cruda tomada a la entrada del desmineralizador, a la vez esta agua recogida en balones, mediante el empleo de una bomba portátil se la desgasificó, y luego se la hizo fluir por la resina aniónica, imitando de esta manera el proceso real que ocurre a nivel industrial.

#### **2.2.1. MATERIALES**

- 12 matraces de 250 ml.
- 4 soportes universales.
- 2 pinzas para bureta.
- 4 buretas de 100 ml.
- 8 probetas de 100 ml.
- 4 balones aforados de 1 l.
- 4 pipetas de 10 ml.

- 12 vasos de precipitación de 250 ml.
- Medidor de pH.
- Conductímetro.
- Espectrofotómetro.

### **2.2.2. REACTIVOS**

- Solución buffer.
- Indicadores ( murexide, eriocromo, mixto)
- EDTA 0,01 M
- Ácido clorhídrico concentrado, de concentración 1-49 y 1-1.
- Hidróxido de sodio 1 N.
- Ácido sulfúrico 0,02 N.
- Solución de hidroxilamina.
- Acetato de amonio.
- Fenontralina.
- Molibdato de amonio.
- Sulfito de sodio.
- Ácido oxálico.
- Ácido 1-amino-2-naftol-41sulfónico.

### **2.2.3. TÉCNICAS**

#### **2.2.3.1 DUREZA**

Se define la dureza como la característica del agua que representa la concentración total de calcio y magnesio expresada como su equivalente en carbonato de calcio. Cuando haya presente otros iones metálicos polivalentes en cantidades significativas, también se determinan y se registran como dureza.

La dureza del agua se definió originalmente como su capacidad para precipitar jabón, y se mide de acuerdo con la cantidad de una solución valorada de jabón que se necesitaba para producir una espuma estable; embargo los iones calcio y magnesio son las causas principales de la dureza del agua.

#### **2.2.3.1.1. Principio del método: SM 2340**

Esta prueba está basada en la determinación del contenido total de Ca y Mg de una muestra por titulación con un agente orgánico secuestrante (EDTA) cuyo pH se ha amortiguado (Buffer) formando un quelato complejo soluble (complexometría) en la presencia de un colorante orgánico (Eriocromo Negro) que siendo como indicador, sensitivo a los iones Ca y Mg. El punto final ocurre cuando el calcio y el magnesio han sido secuestrados y se produce un cambio de color del rojo vino al azul.

Titulando una segunda alícuota de la muestra en presencia de otro indicador (Murexide) y otro amortiguador PH (NaOH) se determina por separado la Dureza cálcica. La diferencia entre la Dureza Total y la dureza debida al Calcio representa la dureza magnésica.

#### **2.2.3.1.2. Procedimiento “dureza total”**

- Tomar 50 ml de muestra
- Adicionar 2-3 ml de solución buffer.
- Adicionar 0,2-0,3 gr de indicador sólido de “ericrocromo negro T”
- Titular con EDTA.

##### **2.2.3.1.2.1. Cálculos**

$$DT \text{ ppm } CaCO_3 = V \times 20 \qquad \text{Ec.2.2.3.1.2.1}$$

Donde:

V= volumen de EDTA usado.

#### 2.2.3.1.3. Procedimiento “dureza cálcica”

- Tomar 50 ml de muestra
- Adicionar 2 ml de (NaOH) 1 N
- Adicionar 0,2 - 0,3 gr polvo de indicador “Murexide”
- Titular con EDTA hasta color púrpura (1 ml=1 mg CaCO<sub>3</sub>)

##### 2.2.3.1.3.1. Cálculos

$$DCa \text{ ppm } CaCO_3 = V \times 20 \quad \text{Ec.2.2.3.1.3.1}$$

Donde:

V= volumen de EDTA usado

#### 2.2.3.1.4. Procedimiento “Dureza Magnésica”

Esta se determina restando la dureza cálcica de la dureza total

$$DMg \text{ ppm } CaCO_3 = DT - DCa \quad \text{Ec.2.2.3.1.4}$$

#### 2.2.3.2 ALCALINIDAD. MÉTODO ASTM D1067

Es la capacidad para neutralizar H<sup>+</sup>, la presencia de carbonatos, CO<sup>2-</sup>, bicarbonatos HCO<sub>3</sub><sup>2-</sup> es la causa más común de alcalinidad. Los niveles de alcalinidad indican la presencia de un residuo industrial fuertemente alcalino.

### 2.2.3.2.1. Procedimiento

- Tomar 50 ml de muestra
- Añadir 2-3 gotas de fenolftaleína( hay un cambio de color púrpura: si es transparente es cero)
- Titular con ácido sulfúrico 0.02 N hasta obtener punto final incoloro. Anotar el volumen consumido del titulante ( $V_f$ ).
- Adicionar indicador mixto o naranja de metilo de 2-3 gotas.
- Titular nuevamente con ácido sulfúrico 0.02 N hasta color canela o rojizo respectivamente y anotar el volumen  $V_t$ .

### 2.2.3.2.2. Cálculos

$$Alc F, ppm CaCO_3 = V_f \times 20 \times k \quad Ec.2.2.3.2.2.1$$

$$Alc M, ppm CaCO_3 = V_t \times 20 \times k \quad Ec.2.2.3.2.2.2$$

Donde:

Alc F: alcalinidad a la fenolftaleína. Donde se neutraliza todo el  $OH^-$  y la mitad del carbonato

Alc M: Alcalinidad al indicador mixto. Se titula todo el  $HCO_3^{2-}$ .

K: constante del  $H_2SO_4$  0.02 N

### 2.2.3.3 SÍLICE ALTA. MÉTODO ASTM 859-D

#### 2.2.3.3.1. Procedimiento

- Tomar 10 ml de muestra y de blanco (agua destilada).

- Adicionar con agitación 5 ml de HCl (1-49), reposar.
- Adicionar 5 ml de molibdato de amonio.
- Dejar reposar 1 minuto.
- Adicionar 10 ml de sulfito de sodio y agitar.
- Dejar reposar 5 minutos antes de leer en el espectrofotómetro.

#### **2.2.3.4. SÍLICE BAJA. MÉTODO ASTM 859-B**

##### **2.2.3.4.1. Procedimiento**

- Tomar 25 ml de muestra y de blanco
- Adicionar 0,5 ml de solución molibdato de amonio, agitar y reposar 5 minutos.
- Adicionar 0,75 ml de solución ácido oxálico, mezclar bien y reposar un minuto.
- Adicionar 1 ml de solución ácido 1-amino-2 naftol-4 sulfónico.
- Agitar y dejar reposar antes de leer en el espectrofotómetro.

#### **2.2.3.5. HIERRO. MÉTODO APHA 124A**

##### **2.2.3.5.1 Procedimiento**

- En un matraz colocar 50 ml de muestra.
- Adicionar 2 ml de HCl concentrado.
- Adicionar 1 ml de hidroxilamina.
- Evaporar hasta un volumen de 25 ml. Dejar enfriar.
- Adicionar 10 ml de acetato de amonio.
- Verter 2 ml de fenolftaleína y enrazamos con agua destilada hasta 100 ml.
- Tomar un blanco de agua destilada.
- Leer en el espectrofotómetro.

## 2.2.3.6. FOSFATOS. MÉTODO SM COLORIMÉTRICO ( 11 EDICIÓN )

### 2.2.3.6.1. Procedimiento

- Tomar 25 ml de muestra.
- Diluir a 100 ml con agua destilada.
- Tomar 25 ml de esta disolución.
- Adicionar 1,5 ml de molibdato de amonio
- Adicionar 1 ml de solución 1-amino-2 naftol-4 sulfónico. Agitar y dejar reposar 10 minutos.
- Luego diluir con agua destilada a 50 ml.
- Leer en el espectrofotómetro la lectura.

$$ppm PO_4^{3-} = ppm \text{ observados} \times 4 \quad \text{Ec.2.2.3.6.1}$$

## 2.2.3.7. SULFATOS. MÉTODO ASTM D516 B

### 2.2.3.7.1. Procedimiento

- A la 25 ml de muestra y blanco añadir:
- 10 ml de solución ácida de NaCl.
- Añadir una cucharadita de BaCl<sub>2</sub>.
- Adicionar 10 ml de glicerina (1+1).
- Aforar a 50 ml con agua destilada y agitar.
- Leer en el espectrofotómetro.

## 2.2.3.8. CAPACIDAD DE REGENERACIÓN DE RESINAS

### 2.2.3.8.1. Resina catiónica

#### 2.2.3.8.1.1. Procedimiento

- Tomar 12 – 20 ml de resina.
- Colocar en una bureta.
- Colocar en un embudo de separación 250 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- Regenerar con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N la resina durante 30 minutos.
- Lavar con agua con agua destilada hasta pH 7.
- Pasar 500 ml de NaCl al 10% durante 30 minutos.
- Lavar con agua destilada hasta pH 7. Recoger el agua de lavado en un envase.
- Titular con ácido sulfúrico 1 N con indicador rojo metilo. Tomar una alícuota de 100 ml previa determinación del volumen total. El cambio de color es de amarillo a rojo.

$$capacidad\left(\frac{eq}{lt}\right) = \frac{volumen\ H_2SO_4}{volumen\ de\ resina} > 3.2 \quad Ec.2.2.3.8.1.1$$

### 2.2.3.8.2. Resina aniónica

#### 2.2.3.8.2.1. Procedimiento

- Tomar 12 – 20 ml de resina.
- Colocar en una bureta.
- Colocar en un embudo de separación 250 ml NaOH
- Regenerar con NaOH 1 N la resina durante 30 minutos.

- Lavar con agua con agua destilada hasta pH 7.
- Pasar 500 ml de NaCl al 10% durante 30 minutos.
- Lavar con agua destilada hasta pH 7. Recoger el agua de lavado en un envase.
- Titular con NaOH 1 N con indicador rojo metilo. Tomar una alícuota de 100 ml. previa determinación del volumen total. El cambio de color es de amarillo a rojo.

$$capacidad \left( \frac{eq}{lt} \right) = \frac{Volumen NaOH}{Volumen de resina} > 0.6 \quad \text{Ec.2.2.3.8.2.1}$$

## 2.3. DATOS EXPERIMENTALES

### 2.3.1. DATOS DEL ANÁLISIS DEL AGUA PARA DESMINERALIZACIÓN

*Tabla 2.3.1.1. Análisis del agua desmineralizada a nivel industrial*

Prueba	Unidad	Muestreo	Agua cruda	Salida de unidad catiónica	Agua final tratada
DT	ppm	1 <sup>ero</sup>	77,8	8,4	8,0
DCa	ppm		0,0	5,0	3,8
DMg	ppm		77,8	3,4	4,2
Alc F	ppm		0,0	0,0	0,0
Alc M	ppm		30,0	0,0	9,0
Sílice alta	ppm		31,65	31,89	-
Sílice baja	ppm		-	-	0,08
Hierro	ppm		0,03	0,07	0,00
pH	-		6,68	3,16	7,29
CE	μs/cm		152	325	4,7

Fuente: Análisis de laboratorio de aguas.

**Tabla 2.3.1.2. Análisis del agua desmineralizada a nivel industrial**

Prueba	Unidad	Muestreo	Agua cruda	Salida de unidad catiónica	Agua final tratada
DT	ppm	2 <sup>do</sup>	65,2	7,0	4,8
DCa	ppm		35,4	3,8	4,8
DMg	ppm		29,8	3,2	0,0
Alc.F	ppm		0,0	0,0	0,0
Alc.M	ppm		35,2	0,0	5,6
Sílice alta	ppm		32,01	34,57	-
Sílice baja	ppm		-	-	0,00
Hierro	ppm		0,20	0,03	0,02
pH	-		7,04	3,29	7,14
CE	µs/cm		174,4	374	1,51

Fuente: Análisis de laboratorio de aguas.

**Tabla 2.3.1.3. Datos experimentales de la regeneración de resinas catiónicas en el laboratorio**

Prueba	Unidad	Volumen de resina	Concentración de regenerante H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Agua cruda	Agua tratada
DT	ppm	12 ml	0,3 N	65,2	30,6
DCa	ppm			35,4	18,8
DMg	ppm			29,8	11,8
Alc F	ppm			0,0	0,0
Alc M	ppm			35,2	21,3
Sílice alta	ppm			32,01	57,92
Sílice baja	ppm			-	-
Hierro	ppm			0,20	0,02
pH	-			7,04	8,99
CE	µs/cm			174,7	219,8
DT	ppm	12 ml	0,41 N	65,2	4,2
DCa	ppm			35,4	0,0
DMg	ppm			29,8	4,2
Alc F	ppm			0,0	0,0
Alc M	ppm			35,2	13,6
Sílice alta	ppm			32,01	32,87
Sílice baja	ppm			-	-
Hierro	ppm			0,20	0,00
pH	-			7,04	7,36
CE	µs/cm			174,7	223,1

Fuente: Datos obtenidos en laboratorio de aguas.

**Tabla 2.3.1.4 Datos experimentales de la regeneración de resinas catiónicas en el laboratorio**

Prueba	Unidad	Volumen de resina	Concentración de regenerante H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Agua cruda	Agua tratada
DT	ppm	12 ml	0,5 N	65,2	8,2
DCa	ppm			35,4	0,0
DMg	ppm			29,8	8,2
Alc F	ppm			0,0	0,0
Alc M	ppm			35,2	31,0
Sílice alta	ppm			32,01	32,02
Sílice baja	ppm			-	-
Hierro	ppm			0,20	0,15
pH	-			7,04	7,90
CE	µs/cm			174,7	242,3
DT	ppm			12 ml	1 N
DCa	ppm	24,6	0,0		
DMg	ppm	14,6	8,0		
Alc F	ppm	0,0	0,0		
Alc M	ppm	7,7	6,1		
Sílice alta	ppm	23,66	23,17		
Sílice baja	ppm	-	-		
Hierro	ppm	0,02	0,03		
pH	-	6,80	7,18		
CE	µs/cm	140	273		

Fuente: Datos obtenidos en laboratorio de aguas.

**Tabla 2.3.1.5 Datos experimentales de la regeneración de resinas aniónicas en el laboratorio**

Prueba	Unidad	Volumen de resina	Concentración de regenerante NaOH	Agua tratada
DT	ppm	12 ml	0,5 N	8,8
DCa	ppm			3,8
DMg	ppm			5,0
Alc F	ppm			0,0
Alc M	ppm			7,6
Sílice alta	ppm			-
Sílice baja	ppm			0,07
Hierro	ppm			0,0
pH	-			7,09
CE	μs/cm			1,4
DT	ppm			12 ml
DCa	ppm	0,0		
DMg	ppm	1,2		
Alc F	ppm	0,0		
Alc M	ppm	5,9		
Sílice alta	ppm	-		
Sílice baja	ppm	0,05		
Hierro	ppm	0,00		
pH	-	7,21		
CE	μs/cm	1,6		

Fuente: Datos obtenidos en laboratorio de aguas.

**Tabla 2.3.1.6. Datos experimentales de la regeneración de resinas aniónicas en el laboratorio**

Prueba	Unidad	Volumen de resina	Concentración de regenerante NaOH	Agua tratada
DT	ppm	12 ml	0,75 N	9,0
DCa	ppm			3,8
DMg	ppm			5,2
Alc F	ppm			0,0
Alc M	ppm			6,5
Sílice alta	ppm			-
Sílice baja	ppm			0,08
Hierro	ppm			0,00
pH	-			7,14
CE	μs/cm			1,72
DT	ppm			12 ml
DCa	ppm	0,0		
DMg	ppm	6,6		
Alc F	ppm	0,0		
Alc M	ppm	3,2		
Sílice alta	ppm	-		
Sílice baja	ppm	0,92		
Hierro	ppm	0,03		
pH	-	7,48		
CE	μs/cm	2,23		

Fuente: Datos obtenidos en laboratorio de aguas.

## 2.4. DATOS ADICIONALES

### 2.4.1. EQUIVALENCIAS DE LAS UNIDADES DE CONCENTRACIÓN DE REGENERANTES PARA RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO

*Tabla 2.4.1.1 Equivalencia de la concentración de regenerantes para resinas catiónicas a diferentes unidades*

Volumen de resina	Regenerante	Gravedad específica	Concentración H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
			Normalidad	Baumé
12 ml	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1,0083	0,3	1,19
		1,0118	0,41	1,7
		1,0143	0,5	2,04
		1,0404	1,0	5,6

*Tabla 2.4.1.2 Equivalencia de la concentración de regenerantes para resinas aniónicas diferentes unidades*

Volumen de resina	Regenerantes		Gravedad específica	Concentración (NaOH)	
	NaOH	NaCl		Normalidad	Baumé
12 ml	NaOH	NaCl 10%	1,015	0,5	2,14
			1,0184	0,63	2,62
			1,022	0,75	3,12
			1,0298	1,00	4,2

## 2.4.2. PREPARACIÓN DE DILUCIONES DE ÁCIDO SULFÚRICO E HIDRÓXIDO DE SODIO EN BASE A LA SOLUCIÓN PATRÓN

*Tabla 2.4.2.1 Dilución de solución patrón de ácido sulfúrico a diferentes concentraciones*

Concentración de solución patrón	Volumen de solución patrón	Normalidad	Volumen de la dilución
1,5 N	50 ml	0,3 N	250 ml
	68 ml	0,41 N	
	83 ml	0,5 N	
	167 ml	1 N	

*Tabla 2.4.2.2 Dilución de solución patrón de hidróxido de sodio a diferentes concentraciones*

Concentración de solución patrón	Volumen de solución patrón	Normalidad	Volumen de dilución
1,5 N	83 ml	0,5 N	250 ml
	103 ml	0,63 N	
	125 ml	0,75 N	
	167 ml	1 N	

### 3. LÍNEA DE INVESTIGACIÓN

#### 3.1. CÁLCULOS

##### 3.1.1. CÁLCULO DE LA CONCENTRACIÓN DE REGENERANTES PARA RESINAS CATIONICAS

###### 3.1.1.1. CONCENTRACIÓN DE ÁCIDO SULFÚRICO PARA LA REGENERACIÓN DE RESINAS CATIONICAS

La concentración que se emplea en la planta es de  $H_2SO_4$  al 2%, y la recomendada por el fabricante oscila entre 1,5 y 3%. Entonces:

$$20000 \frac{mg H^+}{lt . sol.} \left( \frac{1g H_2SO_4}{10^3 mg H_2SO_4} \right) \times \left( \frac{1mol H_2SO_4}{98g . H_2SO_4} \right) \times \left( \frac{2eq - g . H_2SO_4}{1mol H_2SO_4} \right) \cong 0,41 N$$

Entonces la regeneración se dará a concentraciones mayores y menores a las empleadas en planta para determinar la capacidad de regeneración

###### 3.1.1.2. PREPARACIÓN DE ÁCIDO SULFÚRICO PATRÒN 1,5 N PARA REGENERACIÓN DE RESINAS CATIONICAS

$$V_{ac} = \frac{N \times 100 \times 49}{\% \times \rho}$$

$$V_{ac} = \frac{1,5 N \times 100 \times 49}{96 \times 1,84}$$

$$V_{ac} = 41,5 ml$$

### 3.1.1.3. PREPARACIÓN DE DILUCIONES DE ÁCIDO SULFÚRICO

Para normalidad de 0,3 N tenemos:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$0,3 N \times 250 ml = 1,5 N \times V_2$$

$$V_2 = 50 ml$$

A normalidad de 0,41 tenemos:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$0,41 N \times 250 ml = 1,5 N \times V_2$$

$$V_2 = 68 ml$$

A normalidad de 0,5 N tenemos:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$0,5 N \times 250 ml = 1,5 N \times V_2$$

$$V_2 = 83 ml$$

A normalidad de 1,00 tenemos:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$1 N \times 250 ml = 1,5 N \times V_2$$

$$V_2 = 167 \text{ ml}$$

En todas las diluciones tomamos el valor calculado de la solución patrón y llevamos a 250 ml.

### **3.1.2. CÁLCULO DE LA CONCENTRACIÓN DE REGENERANTES PARA RESINAS ANIÓNICAS**

#### **3.1.2.1. CONCENTRACIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO PARA RESINAS ANIÓNICAS**

La concentración que se emplea en la planta es de NaOH al 3%, y la recomendada por el fabricante oscila entre 2 y 4 %. Entonces:

$$30000 \frac{\text{mg NaOH}}{\text{lt. sol.}} \left( \frac{1 \text{g NaOH}}{10^3 \text{NaOH}} \right) \times \left( \frac{1 \text{mol NaOH}}{40 \text{g NaOH}} \right) \times \left( \frac{1 \text{eq - g NaOH}}{1 \text{mol NaOH}} \right) \cong 0,75 \text{ N}$$

#### **3.1.2.2. PREPARACIÓN DE SOLUCIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO PATRÓN 1,5 N PARA REGENERACIÓN DE RESINAS ANIÓNICAS.**

$$g_{sol} = V \times N \times eq - gr$$

$$g_{sol} = 1 \text{ l} \times 1,5 \text{ N} \times 40$$

$$g_{sol} = 60$$

Pesamos 60 g de hidróxido de sodio y lo preparamos en 1 l de agua.

### 3.1.2.3. PREPARACIÓN DE DILUCIONES DE HIDRÓXIDO DE SODIO

Para concentración de 0,5 N tenemos:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$0,5 N \times 250 ml = 1,5 N \times V_2$$

$$V_2 = 83 ml$$

Para concentración de 0,62 N tenemos:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$0,62 N \times 250 ml = 1,5 N \times V_2$$

$$V_2 = 103 ml$$

A concentración de 0,75 N tenemos:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$0,75 N \times 250 ml = 1,5 N \times V_2$$

$$V_2 = 125 ml$$

A concentración de 1 N tenemos:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$1 N \times 250 ml = 1,5 N \times V_2$$

$$V_2 = 167 ml$$

### **3.1.3. DETERMINACIÓN DE LA CAPACIDAD DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

#### **3.1.3.1. CAPACIDAD DE REGENERACIÓN EN RESINAS CATIONICAS**

- Para concentración de 0,3 N de ácido sulfúrico tenemos:

$$cap = \frac{\text{volumen de hidróxido de sodio}}{\text{volumen de resina}}$$

$$cap = \frac{40,2 ml}{12 ml}$$

$$cap = 3,4$$

- Para concentración de 0,41 N de ácido sulfúrico tenemos:

$$cap = \frac{\text{volumen de hidróxido de sodio}}{\text{volumen de resina}}$$

$$cap = \frac{42,6 \text{ ml}}{12 \text{ ml}}$$

$$cap = 3,6$$

- Para concentración de 0,5 N de ácido sulfúrico tenemos:

$$cap = \frac{\text{volumen de hidróxido de sodio}}{\text{volumen de resina}}$$

$$cap = \frac{43,1 \text{ ml}}{12 \text{ ml}}$$

$$cap = 3,6$$

- Para concentración de 1 N de ácido sulfúrico tenemos:

$$cap = \frac{\text{volumen de hidróxido de sodio}}{\text{volumen de resina}}$$

$$cap = \frac{41,2 \text{ ml}}{12 \text{ ml}}$$

$$cap = 3,4$$

### 3.1.3.2. CAPACIDAD DE REGENERACIÓN EN RESINAS ANIÓNICAS

- Para concentración de 0,5 N de hidróxido de sodio se tiene:

$$cap = \frac{\text{volumen de ácido sulfúrico}}{\text{volumen de resina}}$$

$$cap = \frac{7,8 \text{ ml}}{12 \text{ ml}}$$

$$cap = 0,65$$

- Para concentración de 0,62 N de hidróxido de sodio se tiene:

$$cap = \frac{\text{volumen de ácido sulfúrico}}{\text{volumen de resina}}$$

$$cap = \frac{8,4 \text{ ml}}{12 \text{ ml}}$$

$$cap = 0,70$$

- Para concentración de 0,75 N de hidróxido de sodio se tiene:

$$cap = \frac{\text{volumen de ácido sulfúrico}}{\text{volumen de resina}}$$

$$cap = \frac{8,6 \text{ ml}}{12 \text{ ml}}$$

$$cap = 0,72$$

- Para concentración de 1 N de hidróxido de sodio se tiene:

$$cap = \frac{\text{volumen de ácido sulfúrico}}{\text{volumen de resina}}$$

$$cap = \frac{8,8 \text{ ml}}{12 \text{ ml}}$$

$$cap = 0,73$$

## 3.2. RESULTADOS

### 3.2.1. RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS EN LA REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO

*Tabla 3.2.1.1. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerantes*

Prueba	Unidad	Agua cruda	Catiónica H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,3 N	Aniónica NaOH 0,5 N
DT	ppm	65,2	30,6	8,8
DCa	ppm	35,4	18,8	3,8
DMg	ppm	29,8	11,8	5,0
Alc F	ppm	0,0	0,0	0,0
Alc M	ppm	35,2	21,3	7,6
Sílice alta	ppm	32,01	57,92	-
Sílice baja	ppm	-	-	0,07
Hierro	ppm	0,20	0,02	0,00
pH	-	7,04	8,99	7,09
CE	µs/cm	174,7	219,8	1,4

**Tabla 3.2.1.2. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerantes**

Prueba	Unidad	Agua cruda	Catiónica H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,41	Aniónica NaOH 0,63 N
DT	ppm	65,2	4,2	1,2
DCa	ppm	35,4	0,0	0,0
DMg	ppm	29,8	4,2	1,2
Alc F	ppm	0,0	0,0	0,0
Alc M	ppm	35,2	13,6	5,9
Sílice alta	ppm	32,01	32,87	-
Sílice baja	ppm	-	-	0,05
Hierro	ppm	0,20	0,00	0,00
pH	-	7,04	7,36	7,21
CE	µs/cm	174,7	223,1	1,6

**Tabla 3.2.1.3. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerante**

Prueba	Unidad	Agua cruda	Catiónica H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5 N	Aniónica NaOH 0,75 N
DT	ppm	65,2	8,2	9,0
DCa	ppm	35,4	0,0	3,8
DMg	ppm	29,8	8,2	5,2
Alc F	ppm	0,0	0,0	0,0
Alc M	ppm	35,2	31,0	6,5
Sílice alta	ppm	32,01	32,02	-
Sílice baja	ppm	-	-	0,08
Hierro	ppm	0,20	0,15	0,00
pH	-	7,04	7,90	7,14
CE	µs/cm	174,7	242,3	1,72

**Tabla 3.2.1.4. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerante**

Prueba	Unidad	Agua cruda	Catiónica H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5 N	Aniónica NaOH 1 N
DT	Ppm	65,2	8,2	6,6
DCa	Ppm	35,4	0,0	0,0
DMg	Ppm	29,8	8,2	6,6
Alc F	Ppm	0,0	0,0	0,0
Alc M	Ppm	35,2	35,2	3,2
Sílice alta	Ppm	32,01	32,01	-
Sílice baja	Ppm	-	-	0,92
Hierro	Ppm	0,20	0,15	0,03
pH	-	7,04	7,90	7,48
CE	µs/cm	174,7	242,3	2,23

**Tabla 3.2.1.5. Análisis de aguas tratadas con resinas de intercambio iónico a diferentes concentraciones de regenerante**

Prueba	Unidad	Agua cruda	Catiónica H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 1 N	Aniónica NaOH 1 N
DT	Ppm	39,2	8,0	6,6
DCa	Ppm	24,6	0,0	0,0
DMg	Ppm	14,6	8,0	6,6
Alc F	Ppm	0,0	0,0	0,0
Alc M	Ppm	7,7	6,1	3,2
Sílice alta	Ppm	23,66	23,17	-
Sílice baja	Ppm	-	-	0,92
Hierro	Ppm	0,02	0,03	0,03
pH	-	6,80	7,18	7,48
CE	µs/cm	140	273	2,23

**Tabla 3.2.1.6 Reducción en porcentaje de las propiedades de la muestra cruda con respecto al agua tratada con resinas catiónicas.**

Prueba	0,3 N	0,41 N	0,5 N	1 N
	%			
DT	53	94	87	80
DCa	47	100	100	100
DMg	60	86	72	45
Alc F	-	-	-	-
Alc M	39	61	12	21
Hierro	100	100	25	-
Promedio	60	88	60	62

**Tabla 3.2.1.7. Reducción en porcentaje de las propiedades de la muestra cruda con respecto al agua tratada con resinas aniónicas.**

Prueba	0,5 N	0,63 N	0,75 N	1 N
	%			
DT	86	98	86	83
DCa	89	100	89	100
DMg	83	96	83	55
Alc F	-	-	-	-
Alc M	78	83	82	58
Hierro	100	100	100	-
Sílice alta a baja	100	100	100	96
Promedio	89	96	90	78

**Tabla 3.2.1.8. Capacidad de regeneración de las resinas de intercambio iónico.**

Resina	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ( N)	Eq/l	Resina	NaOH ( N)	Eq/l
Catiónica	0,3	3,4	Aniónica	0,5	0,65
	0,41	3,6		0,63	0,7
	0,5	3,6		0,75	0,72
	1,0	3,4		1,0	0,73

### **3.2.2. PROPUESTA DEL PLAN DE REGENERACIÓN DE RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO**

- a) Retrolavado, empleando agua de los tanques de almacenamiento, por diez minutos.
- b) Descanso del lecho, durante 5 minutos.
- c) Introducción de ácido sulfúrico al 98% a una concentración hasta una concentración del 2% equivalente a 0,41 N usando agua tratada, por un período de 30 minutos.
- d) Introducción de hidróxido de sodio al 15%, reajustarlo desde una concentración del 3% equivalente a 0,75 N a 2,5% que corresponde a 0,63 N.
- e) Enjuague de la unidad catiónico con agua tratada durante 35 minutos.
- f) Enjuague de las unidades catiónicas/aniónicas durante 20 minutos.
- g) Vaciado de los lechos, 20 minutos.
- h) Elevación de los lechos, 1 minuto.
- i) Inyección de aire-agua, 1 minuto.
- j) Agitación por aire, 10 minutos.

- k) Aire vaciado, 6 minutos.
- l) Llenado lento, 10 minutos.
- m) Llenado rápido, 2 minutos.
- n) Enjuague, 15 minutos.

### 3.3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.3.1. Las combinaciones de concentraciones para regenerantes ilustradas en las tablas 3.2.1.1. a 3.2.1.5 se realizaron teniendo como base los valores recomendados por los fabricantes de resinas, de modo que no tendría sentido alejarse demasiado de estos, para tener finalmente una elevada capacidad de regeneración de resinas.

3.3.2. Observando las tablas 3.2.1.3 se puede apreciar que la dureza total disminuye desde el agua cruda hasta el agua que fluye por las resinas catiónicas y luego de pasar por las resinas aniónicas esta propiedad sufre un incremento, que puede deberse a que estas últimas resinas se encuentren contaminadas o saturadas porque ya estaban fuera de servicio del desmineralizador. Algo similar sucede en las mismas tablas con la dureza cálcica, ya que las resinas catiónicas atrapan los cationes metálicos como  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ , y lo que puede suceder es que estas resinas tengan cationes y lo que hacían era expulsarlos.

3.3.3. En las cinco primeras tablas donde se ilustran los resultados obtenidos de las combinaciones de regenerantes para las resinas se nota que los valores de la alcalinidad F, debida a la fenolftaleína, son cero, lo cual indica la ausencia de hidróxidos y carbonatos, a diferencia de la alcalinidad M, debida al indicador mixto en todos los casos disminuye paulatinamente durante el tratamiento, lo que nos indica que se consumieron los carbonatos en gran magnitud.

3.3.4. En las cinco primeras tablas es evidente la determinación de sílice alta en el agua cruda y la tratada por resinas catiónicas, y de sílice baja en el agua tratada por las resinas aniónicas, esto se debe a que en la primera etapa del tratamiento con resinas se encarga básicamente de atrapar cationes responsables de la dureza y por ende el contenido de sílice alta será elevado, pero después del tratamiento con las resinas aniónicas se determinará sílice baja, porque en esta etapa final se atrapa todos los

aniones como carbonatos, y silicatos, y la concentración de dicha propiedad disminuye en gran proporción. Así mismo se puede distinguir en la tabla 3.2.1.1, donde la concentración de ácido sulfúrico es baja, existe un incremento de la concentración de sílice alta desde el agua cruda al agua que fluye por las resinas catiónicas, la razón de este incremento es que en todos los casos de regenerantes se tenía un patrón del cual se obtenía ácido y/o base a diferentes concentraciones mediante la dilución, y el agua que se destila para uso exclusivo de los laboratorios proviene del agua tratada en la planta, y al realizar el análisis de sílice alta se determinó que el ácido patrón tuvo 0,0549 ppm, mientras que su dilución a 0,3 N fue 0,183 ppm , evidenciando de esta manera que a concentraciones bajas de ácido sulfúrico el incremento de sílice alta es más notorio.

3.3.5. Según los resultados de las tablas 3.2.1.1 a 3.2.1.4 se puede observar que la concentración de hierro disminuye desde el agua cruda al agua tratada por resinas catiónicas, donde la concentración de regenerante es relativamente baja, algo que no sucede en la tabla 3.2.1.5, donde la misma propiedad aumenta, y la concentración de regenerante corresponde a 1 N, esto es porque el ácido sulfúrico empleado para la regeneración tiene en su composición trazas de hierro que provocan la contaminación de la resina.

3.3.6. En las tablas 3.2.1.1 a 3.2.1.5 es evidente la variación de pH del agua tratada en el laboratorio, que aumenta del agua cruda al agua que fluye por resinas catiónicas y en su etapa final con resinas aniónicas disminuye. A nivel industrial sucede todo lo contrario, es decir, el pH primero disminuye y luego aumenta al final del tratamiento, porque entre las dos unidades se encuentra el desgasificador que se encarga de descomponer el ácido carbónico formado en la unidad catiónica.

3.3.7. Observando las tablas 3.2.1.1 a 3.2.1.5 se puede notar que la conductividad eléctrica aumenta del agua cruda al agua tratada por resinas catiónicas y al final del tratamiento dicha propiedad disminuye, en la planta este fenómeno se debe a la

descomposición del ácido carbónico en anhídrido carbónico y agua, lo que provoca esta reducción drástica.

3.3.8. Observando la tabla 3.2.1.6 podemos apreciar que la concentración a la que se tiene una mayor reducción de las propiedades del agua cruda respecto al agua tratada por resinas catiónicas es aquella cuya concentración de ácido sulfúrico es 0,41 N.

3.3.9. Observando los valores de la tabla 3.2.1.7 podemos identificar que la concentración a la que se tiene una mayor reducción del agua cruda respecto al agua tratada con resinas aniónicas corresponde a una concentración de hidróxido de sodio 0,63 N.

3.3.10. En la tabla 3.2.1.8 se ilustra los resultados obtenidos de las capacidades de regeneración de las resinas, indicándonos que se encuentran dentro los valores permitidos para una buena regeneración siendo los valores aceptados, en resinas catiónicas mayor a 3,2 y para aniónicas mayor a 0,6.

## 4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 4.1. CONCLUSIONES

Una vez terminado el presente trabajo de investigación ha sido posible establecer las siguientes conclusiones:

4.1.1. Al caracterizar el agua a la entrada del desmineralizador o agua cruda, las propiedades como dureza, alcalinidad, sílice, hierro, son relativamente altas, pero luego de ser tratadas con resinas de intercambio iónico estas disminuyen hasta obtener un agua que cumple las especificaciones técnicas.

4.1.2. La capacidad de regeneración de las resinas de intercambio iónico es alta porque en el caso de las catiónicas es mayor a 3,2 y en las aniónicas mayor a 0,6, lo que nos indica que una vez regeneradas las resinas cumplen a cabalidad la función de atrapar iones porque su capacidad es superior al 80%.

4.1.3. En la caracterización del agua luego de la regeneración con ácido sulfúrico en el caso de las catiónicas a bajas concentraciones, el tiempo de regeneración es corto, las propiedades del agua no disminuyen mayormente en el caso de la concentración de dureza total se redujo de 65,2 a 30,6 ppm, a la vez que las resinas se saturan más rápido, lo que conlleva que su tiempo de vida útil sea mucho menor.

4.1.4. Una forma de concluir del por qué el valor del pH aumenta luego de pasar por el proceso catiónico, se debe al proceso de hidrólisis que se genera. Como todos sabemos, el agua es un ácido, pues suministra un protón, y la resina está actuando en este caso como una base, pues acepta el protón. El ión  $\text{OH}^-$  constituye una base conjugada originando un incremento en el valor del pH, debido al exceso de iones oxidrilo presentes.

4.1.5. Cuando se emplea ácido sulfúrico a elevada concentración como por ejemplo 1 N para la regeneración de las resinas catiónicas se evidencia el aumento de la

concentración de hierro; esto se debe a que se produce fouling por hierro, el cual contamina a las resinas, este fenómeno se detectó luego de analizar la calidad del ácido

empleado en planta que tiene trazas de hierro a concentración de 0,10 ppm y lo máximo permitido es 0,05 ppm. Entonces este fouling se atribuye directamente al hierro y se hace más notorio a concentraciones mayores.

4.1.6. El plan de regeneración de resinas de intercambio iónico debe ser modificado en la concentración de hidróxido de sodio para resinas aniónicas, cambiando la concentración empleada actualmente 0,75 N a 0,63 N porque con esta modificación la concentración de sílice se reduce desde 32,01 hasta 0,05 ppm, cumpliendo así cumple las especificaciones de la calidad final del agua tratada, y evitando de esta manera problemas en los equipos de generación de vapor.

## 4.2. RECOMENDACIONES

4.2.1. Para evitar la dosificación de regenerantes del modo que se viene haciendo actualmente se recomienda implementar un equipo para medir el flujo como es el medidor de Venturi.

4.2.2. Para lograr alcanzar un mayor rendimiento de la planta es recomendable usar resinas de alta calidad o en su defecto resinas que se estén empleando actualmente en la planta para evitar el entrecruzamiento por diferentes fabricantes o marcas de resinas.

4.2.3. Para alcanzar una óptima calidad del agua tratada, la dosificación de regenerantes, en el caso de ácido sulfúrico debe ser relativamente bajas, porque al aumentarse el período para regeneración será extenso y la concentración de hierro aumentará y provocará problemas durante la operación de la planta.

4.2.4. Para mantener el estado físico de las resinas de intercambio iónico, deben mantenerse en el empaque original y de ser posible en el interior de la planta, donde las bolsas o canecas no estén expuestas directamente a la luz del sol y deberán mantenerse a una temperatura menor a 40°C, todo esto con el fin de que dichas perlas mantengan su humedad y su forma esférica.

4.2.5. Se recomienda que para que la planta opere con mayor eficiencia mantener los equipos, bombas, específicamente en buen estado, de modo que si la una se encuentra dañada, la otra operará con normalidad.

4.2.6. Determinar en una posterior investigación el efecto que tiene el material del que se encuentra constituidas los sistemas de tuberías del desmineralizador, como, cobre, níquel, sobre la calidad final del agua. De igual manera indagar las condiciones finales en el desmineralizador de agua, el sulfato de aluminio y cloro agregados en la etapa de clarificación, ya que los mismos pueden causar serios problemas durante su operación.

## **BIBLIOGRAFÍA**

### **BIBLIOGRAFÍA GENERAL**

- KOHAN A, Manual de calderas, 1<sup>era</sup> edición, McGraw-Hill, España 2000, pág. 510-531.
- American Society For Testing and Materials, Manual de aguas, 3<sup>era</sup> edición, Limusa, México 1987. pág. 73-78.
- SHEPPARD T, Manual de aguas para usos industriales, 1<sup>era</sup> edición, Limusa, México 1987. pág 17-19.
- DE LORO, Federico-MIRÓ Juan, Técnicas de Defensa del Medio Ambiente, 1<sup>era</sup> edición, Labor Editorial, España 1978. pág. 161-163
- KEMMER, Manual de aguas, naturaleza tratamiento y aplicaciones, 3<sup>era</sup> edición, Limusa Editorial, México 1990.pág. 67-78
- SRANK, Manual de aguas en su naturaleza tratamiento y aplicaciones, 4<sup>ta</sup> edición, McGraw Hill, España 1991.pág. 45-57.

### **BIBLIOGRAFIA ESPECÍFICA**

- Seminario sobre tratamiento de aguas industriales, PETROECUADOR 1990.
- Seminario sobre resinas de intercambio iónico AMBERLITE ROHM &, HASS PETROECUADOR.
- Seminario de tratamiento de aguas por desmineralización, Dr. Saúl Velarde 1989.

## INTERNET

- Aguas industriales

<http://wikipedia.com/tratamiento/intercambioionico/.html>

2009 - 04 - 23

- Desmineralizador de agua

<http://filtrosyequipos.com/softanano.htm>

2009 – 04 – 30

- Tipos de resinas de intercambio iónico

<http://monografias.com/resinas/intercambioionico/.html>

2009 – 05 – 07

- Resinas de intercambio iónico

<http://www.triwan.com/resinascationicas.htm>

## ANEXO I

### SIMULACIÓN EN LABORATORIO DEL DESMINERALIZADOR DE AGUA



## ANEXO II

### PLANTA DESMINERALIZADORA



## ANEXO III

### TANQUES DE ALMACENAMIENTO DE REGENERANTES



## ANEXO IV

### TANQUES DE ALMACENAMIENTO DE AGUA TRATADA



## ANEXO V

### PISCINA DE NEUTRALIZACIÓN DE EFLUENTES



## ANEXO VI

### TORRE DE DESGASEADO



## ANEXO VII

### CAPACIDADES DE LA INSTALACIÓN

Producción de la instalación bruta	119,34 m <sup>3</sup> /h (1 corriente servicio 1 reserva)
Producción de la instalación neta	113,64 m <sup>3</sup> /h (1 corriente servicio 1 reserva)
Producción de la instalación de emergencia bruta	238,68 m <sup>3</sup> /h ( 2 corrientes en servicio)

### UNIDADES CATIONICAS (Y-ME-7007-V1A/VIB)

Presión de trabajo	12,4 kg/cm <sup>2</sup>
Temperatura de trabajo	66 <sup>0</sup> C
Ácido sulfúrico por regeneración	217 litros de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> al 98%

### COLECTOR DE AGUA DESGASEADA

Capacidad de trabajo	18 m <sup>3</sup> / colector
----------------------	------------------------------

### BOMBAS DE AGUA DESGASEADA (Y-ME-7007-PIA/PID)

Caudal de la bomba	120m <sup>3</sup> /h a 6,5 kg/cm <sup>2</sup>
Velocidad	3600 r.p.m.

### UNIDAD ANIÓNICA (Y-ME-7007-V3A/V3B)

Presión de trabajo	12,4 kg/cm <sup>2</sup>
Temperatura de trabajo	66 <sup>0</sup> C
Sosa cáustica por regeneración	2,47 m <sup>3</sup> de NaOH al 15%.

**DEPÓSITO DE REGENERACIÓN DE SOSA CAÚSTICA (Y-ME-7007-T1)**

Temperatura de trabajo	35 °C
Capacidad de trabajo	9,9 m <sup>3</sup> de NaOH al 15%

**DEPÓSITO DE REGENERACIÓN DE ÁCIDO SULFÚRICO (Y-ME-7007-T2)**

Temperatura de trabajo	35 °C
Capacidad de trabajo	868 litros

**DEPÓSITO DE MEZCLA SALMUERA/ALCALINA (Y-ME-7010-T)**

Temperatura de trabajo	35 °C
Capacidad de trabajo	9,9m <sup>3</sup>

**BOMBAS DE REGENERACIÓN DE ÁCIDO (Y-ME-7007-P4A/P4B)**

Caudal de la bomba	0 a 744 l/h a 4,5 kg/cm <sup>2</sup>
--------------------	--------------------------------------

**BOMBAS DE REGENERACIÓN DE SOSA CAÚSTICA (Y-ME-7007-P3A/P3B)**

Caudal de la bomba	1,2 a 6,5 m <sup>3</sup> /h a 4,5 kg/cm <sup>2</sup>
--------------------	--

**CUBETA DE NEUTRALIZACIÓN DEL EFLUENTE**

Capacidad de trabajo	85 m <sup>3</sup>
----------------------	-------------------

**BOMBAS DE EFLUENTES (Y-ME-7007-P2A/P2B)**

Caudal de la bomba	40 m <sup>3</sup> /h a 1,5 kg/cm
--------------------	----------------------------------

## ANEXO VIII

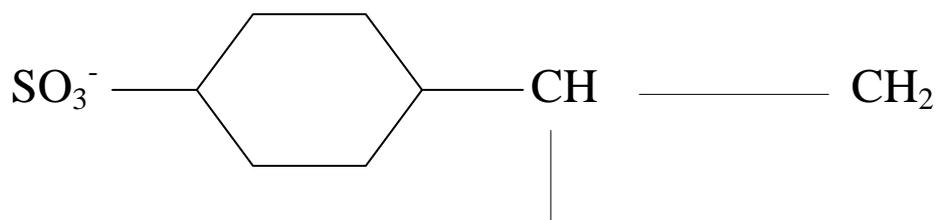
### REACTIVACIÓN DE RESINAS CON SALMUERA ALCALINA

- Preparación de solución sosa- salmuera en Y-ME-7010T.  
Transferir 1980 l de NaOH al 15% o 20<sup>o</sup> Bé del tanque Y-ME7007T1 equivalente al 14% del nivel o 32 cm de altura.  
Diluir 1500 kg de sal industrial NaCl.  
Completar con agua tratada hasta alcanzar 2 m de altura del tanque des solución.  
Calentar la solución con vapor T 55<sup>o</sup>C.
- Cuando el tren se agote, ponerlo fuera de servicio.
- Retrolavar resinas catiónicas y aniónicas por 5 minutos.
- Aislar eléctricamente las válvulas selenoides del equipo de regeneración.
- Abrir los manways de catiónicas y aniónicas e inspeccionar internos.
- Drenara catiónicas y aniónicas hasta tener 15 cm de nivel de agua sobre el de la resina.
- Dosificar por los manways del catión 15 galones de NALCO 7290( detergente) y NALCO 7291 del anión.
- Inyectar aire para tener agitación lenta por dos horas, regulando que no haya arrastre de resina.
- Suspender inyección de aire y drenar parcialmente 30%.
- Retrolavar y rebosar los manways regulando el flujo para evitar arrastre de resina hasta desalojar todo el detergente y los finos de resinas catiónicas y aniónicas.
- Inyectar aire para tener agitación lenta por dos horas, sumergida la resina en la solución de ácido, regulando que no haya arrastre de resina.
- Suspender inyección de aire y drenar catiónicas.
- Cerrar manways del catión y realizar el enjuague del catión hasta tener agua limpia con flujo normal.

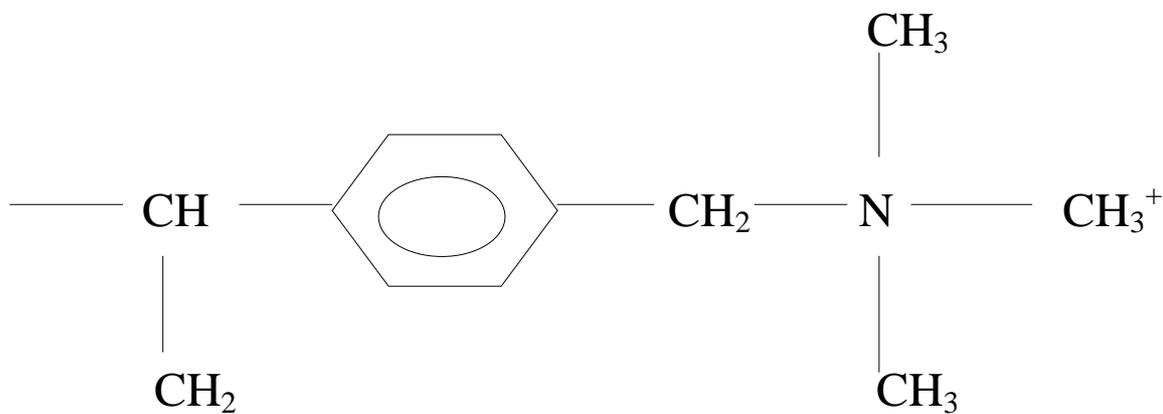
- Transferir 3,41 m<sup>3</sup>(65% o 130cm) de solución sosa-salmuera de Y\_ME-7010T al recipiente aniónico Y-ME7007V3A con Y-ME7007P3 A o B.
- Inyectar aire con agitación lenta por dos horas.
- Suspender inyección de aire y drenar por completo.
- Transferir 2,33 m<sup>3</sup>(35% o 70 cm) de solución sosa-salmuera Y.ME-7010al recipiente aniónico Y-ME-7007V3 con Y-ME-7007 P3 A o B.
- Inyectar aire por agitación lenta por dos horas.
- Realizar un retrolavado por 15 minutos ( flujo mínimo).
- Cerrar manways del anión y realizar enjuague lento en frío por 15 minutos ( flujo normal) hasta tener agua limpia.
- Habilitar selenoides.
- Realizar doble regeneración independiente: primero catiónica y luego aniónica.

## ANEXO IX

### ESTRUCTURA DE LAS RESINAS DE INTERCAMBIO IÓNICO



*ÁCIDO BENCENO-SULFÓNICO*



*AMONIO CUATERNARIO*

