



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE POLICLORURO DE
ALUMINIO A PARTIR DE ALUMINIO RECICLADO**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

QUÍMICO

AUTOR: CHRISTIAN PAÚL PAUCAR PINTO

DIRECTOR: Ing. CARLOS ALCIBAR MEDINA SERRANO MSc.

Riobamba-Ecuador

2023

©2023, Christian Paúl Paucar Pinto

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, CHRISTIAN PAÚL PAUCAR PINTO, declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 05 de abril de 2023

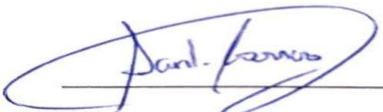


Christian Paúl Paucar Pinto

1850331826

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: el Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Proyecto de Investigación, **SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE POLICLORURO DE ALUMINIO A PARTIR DE ALUMINIO RECICLADO**, realizado por el señor **CHRISTIAN PAÚL PAUCAR PINTO**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Ing. Luis Santiago Carrera Almendariz PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2023-04-05
Ing. Carlos Alcibar Medina Serrano DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2023-04-05
Dr. Jorge Efrén Silva Yumi PhD. ASESOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2023-04-05

DEDICATORIA

A Dios por darme la salud, sabiduría e inteligencia para culminar esta prestigiosa carrera. A la Virgen María por guiarme en el sendero de la humildad y sencillez. A mi madre Ana María Pinto Sanguil, por enseñarme que, con trabajo arduo, dedicación y esperanza se puede llegar muy lejos, a mi padre Onofre Isaac Paucar Ronquillo, por guiarme en la disciplina de la educación hacia un futuro mejor y por enseñarme que Dios y la Virgen María nos protege y nos cuida en todo momento. Mis padres son los pilares fundamentales en este sueño añorado, quienes con sus consejos, valores y principios me guiaron a ser el hombre que soy. A mis hermanos Luis y Cecilia, por su apoyo y paciencia durante mi carrera universitaria. A mis abuelitas, que hoy en día son ángeles en el cielo, por brindarme su bendición y cariño durante mi vida diaria. A todos los docentes de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, por brindarme sus conocimientos académicos durante mi vida universitaria. A mis amigos: Carlos, Carla, Pablo, Ligia, Wilson, Rubén, Mónica, Sandy y a mis compañeros de clase que han estado presente durante este viaje inolvidable.

Christian

AGRADECIMIENTO

A Dios, a la Virgen María, a mis padres y a mis hermanos.

Un mayor agradecimiento a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, por abrirme las puertas y permitirme crecer como persona y profesional.

Al Ing. Carlos Medina Serrano, por ser mi director de Trabajo de Integración Curricular y por brindarme sus conocimientos técnicos y científicos durante la realización de mi trabajo de investigación.

Al Dr. Jorge Silva Yumi, por ser una gran persona y excelente profesional, pues, con su paciencia, tiempo y ayuda me ha permitido llevar a cabo la finalización de este trabajo de investigación. Sinceramente muchas gracias Dr., por brindarme sus conocimientos científicos y académicos.

A la Dra. María José Benítez, quien forma parte del Laboratorio de Materia Condensada del Departamento de Física de la Escuela Politécnica Nacional por su colaboración en la realización de los ensayos de Difracción de Rayos X.

Christian

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ECUACIONES	xii
ÍNDICE DE ANEXOS	xiii
RESUMEN.....	xiv
SUMMARY/ABSTRACT	xv
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	2
1.1. Planteamiento del problema.....	2
1.2. Limitaciones y delimitaciones	2
1.3. Problema general de investigación	3
1.4. Problemas específicos de investigación	3
1.5. Objetivos	3
1.5.1. <i>Objetivo general</i>	3
1.5.2. <i>Objetivos específicos</i>	3
1.6. Justificación	4
1.6.1. <i>Justificación teórica</i>	4
1.6.2. <i>Justificación metodológica</i>	4
1.6.3. <i>Justificación práctica</i>	5
1.7. Hipótesis.....	5

CAPITULO II

2. MARCO TEÓRICO.....	6
2.1. Antecedentes	6
2.2. Bases teóricas.....	7
2.2.1. <i>Policloruro de aluminio</i>	7
2.2.2. <i>Reciclaje de aluminio</i>	10
2.2.2.1. <i>En el mundo</i>	10
2.2.2.2. <i>En el Ecuador</i>	10
2.2.3. <i>Impurezas presentes en la chatarra de aluminio</i>	11

2.2.4.	<i>Envases de aluminio</i>	12
2.2.4.1.	<i>Composición química</i>	12
2.2.5.	<i>Impacto Ambiental</i>	14
2.2.6.	<i>Bioacumulación del aluminio en el agua y suelo</i>	14
2.2.7.	<i>Técnicas de caracterización</i>	15
2.2.7.1.	<i>Espectroscopia infrarroja IR</i>	15
2.2.7.2.	<i>Difracción de rayos X</i>	15
2.2.7.3.	<i>Microscopio electrónico de barrido</i>	16

CAPÍTULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	18
3.1.	Por el método de investigación	18
3.2.	Según el objetivo	18
3.3.	Según el nivel de profundización en el objeto de estudio	18
3.4.	Por la condición de estudio	18
3.5.	Según el periodo temporal	18
3.6.	Según tipo de inferencia	19
3.7.	Diseño de la Investigación	19
3.7.1.	<i>Diseño experimental</i>	19
3.7.2.	<i>Según la manipulación de variables</i>	21
3.8.	Localización del estudio	22
3.9.	Población, tamaño y método de muestreo de estudio	22
3.10.	Técnica de recolección de datos	23

CAPÍTULO IV

4.	MARCO DE ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	
4.1.	Análisis de espectroscopia FT-IR	29
4.2.	Difracción de rayos X (XRD)	31
4.3.	Caracterización por microscopía electrónica de barrido con análisis de energía dispersiva por rayos X (SEM-EDS)	37
4.4.	Análisis y discusión del diseño experimental de la investigación	39
4.4.1.	<i>Variables</i>	39
4.4.1.1.	<i>Variable Independiente</i>	39
4.4.1.2.	<i>Variable dependiente</i>	39
4.4.2.	<i>Planteamiento de la hipótesis</i>	40

4.4.2.1.	<i>Factor A</i>	40
4.4.2.2.	<i>Factor B</i>	40
4.4.3.	<i>Interacción AB</i>	40
4.4.4.	<i>Modelo estadístico</i>	40
4.4.5.	Análisis del estudio estadístico	42
4.4.6.	<i>Discusión</i>	43

CAPÍTULO V

5.	MARCO PROPOSITIVO	45
5.1.	Propuesta	45

	CONCLUSIONES	46
--	---------------------------	----

	RECOMENDACIONES	47
--	------------------------------	----

GLOSARIO

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-2:	Composiciones químicas de aleaciones de aluminio utilizadas en la fabricación de latas de aluminio de acuerdo con ASTM	13
Tabla 2-2:	Composición del fundente en peso (%) para el reciclaje de chatarra de aluminio	13
Tabla 1-3:	Factores y niveles en la síntesis de policloruro de aluminio	19
Tabla 2-3:	ANOVA para el diseño factorial 3^2	21
Tabla 1-4:	Porcentaje de Al_{13} de las 9 muestras analizadas a través de XRD.....	36
Tabla 2-4:	Parámetros cristalográficos de las nueve muestras de policloruro de aluminio ...	36
Tabla 3-4:	Análisis cuantitativo del porcentaje elemental de las 4 muestras de policloruro de aluminio	39
Tabla 4-4:	Resultados obtenidos de la síntesis de policloruro de aluminio (gramos) con relación a la concentración de HCl y a la concentración de NaOH	41
Tabla 5-4:	ANOVA para el diseño factorial 3^2	42

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1-2:	Representación poliédrica del polímero.....	9
Ilustración 2-2:	Representación de difracción de rayos X sobre diferentes planos de un cristal.....	16
Ilustración 3-2:	Esquema básico EDS	17
Ilustración 1-3:	Diagrama de flujo para la respectiva síntesis de cloruro de aluminio hexahidratado	23
Ilustración 2-3:	Diagrama de flujo para la respectiva síntesis y caracterización de policloruro de aluminio.....	25
Ilustración 1-4:	Espectros infrarrojos de la relación de diferentes concentraciones tanto de HCl como de NaOH	30
Ilustración 2-4:	Diagrama de difracción de rayos X con los tres compuestos identificados en la muestra del coagulante pre-polimerizado.....	32
Ilustración 3-4:	Espectros de difracción de rayos X de diferentes concentraciones de HCl y de NaOH a) PAC 1 b) PAC 2 y c) PAC 3.....	33
Ilustración 4-4:	Espectros de difracción de rayos X de diferentes concentraciones de HCl y de NaOH a) PAC 4 b) PAC 5 y c) PAC 6	34
Ilustración 5-4:	Espectros de difracción de rayos X de diferentes concentraciones de HCl y de NaOH a) PAC 7 b) PAC 8 y c) PAC 9.....	35
Ilustración 6-4:	Análisis SEM-EDS de la muestra PAC 1; voltaje de 20.00 kV con una magnificación de x180 a 100 um	38
Ilustración 7-4:	Análisis SEM-EDS de la muestra PAC 3; voltaje de 20.00 kV con una magnificación de x180 a 100 um	38
Ilustración 8-4:	Análisis SEM-EDS de la muestra PAC 7; voltaje de 20.00 kV con una magnificación de x180 a 100 um	38
Ilustración 9-4:	Análisis SEM-EDS de la muestra PAC 9; voltaje de 20.00 kV con una magnificación de x180 a 100 um	39

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1-2:	Fórmula del PAC	8
Ecuación 2-2:	Ley de Bragg.....	15
Ecuación 1-3:	Modelo estadístico	19
Ecuación 2-3:	Suma de cuadrados del factor A	20
Ecuación 3-3:	Suma de cuadrados totales.....	20
Ecuación 4-3:	Error aleatorio.....	20
Ecuación 5-3:	Grados de libertad asociados con cada suma de cuadrados	21

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** CÁLCULOS PARA LA SÍNTESIS DE POLICLORURO DE ALUMINIO
- ANEXO B:** REACTIVOS EMPLEADOS PARA LA SÍNTESIS DE POLICLORURO DE ALUMINIO A PARTIR DE ALUMINIO RECICLADO
- ANEXO C:** SÍNTESIS DE CLORURO DE ALUMINIO HEXAHIDRATADO
- ANEXO D:** SÍNTESIS DE POLICLORURO DE ALUMINIO
- ANEXO E:** APLICACIÓN DE LA MUESTRA 1 DE POLICLORURO DE ALUMINIO EN ESTADO SÓLIDO (PAC 1)
- ANEXO F:** CARACTERIZACIÓN MEDIANTE EL USO MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO CON ANÁLISIS DE ENERGÍA DISPERSIVA POR RAYOS X (SEM-EDS)

RESUMEN

El presente trabajo de investigación tuvo por objetivo sintetizar y caracterizar el policloruro de aluminio a partir de aluminio reciclado, en donde, la disolución ácida/base es el proceso que se utilizó para la obtención de PAC. Se añadió el aluminio reciclado a las diferentes concentraciones de HCl: 2.5, 3.5 y 5.1 M, el cual, se precalentó a la temperatura de 85 °C en constante agitación magnética para la respectiva formación de iones Al^{+3} , posteriormente, se añadió el NaOH: 0.25, 0.75 y 1.0 M a condiciones controladas a la solución de cloruro de aluminio, donde se obtuvo especies poliméricas de elevada carga iónica. La caracterización FT-IR, permitió observar las diferentes vibraciones Al-OH, -OH y Al-O en los espectros de la relación de HCl / NaOH, característicos de los enlaces poliméricos. La caracterización SEM-EDS permitió determinar el análisis cuantitativo del porcentaje elemental de las muestras de PAC, en donde, se corrobora la presencia de aluminio, oxígeno, sodio y algunas impurezas propias de la aleación 3004. La técnica analítica DRX, mediante el software Match y el refinamiento Rietveld, permitió conocer el grado de cristalinidad junto con los parámetros cristalográficos y las distintas fases de compuestos presentes en las muestras en polvo como: NaCl, $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ y un compuesto con trece átomos de aluminio ($Al_{13}Cl_{15}H_{98}O_{61}$). Se concluye que la elevada concentración de HCl permitió disolver adecuadamente el aluminio reciclado, el cual, al añadir una base se formó los correspondientes iones poliméricos, en donde, al realizar las diferentes caracterizaciones se evidenció la obtención de policloruro de aluminio presentando efecto en la técnica analítica FT-IR en las muestras PAC 1, PAC 5 y PAC 7. Para las futuras investigaciones se recomienda separar la especie Al_{13} del policloruro de aluminio por precipitación con sulfato o algún otro método para así disminuir la cantidad de sal presente en las muestras.

Palabras clave: <ALUMINIO>, <POLIMÉRICO>, <ACIDEZ>, <BACISIDAD>, <CRISTALINIDAD>.

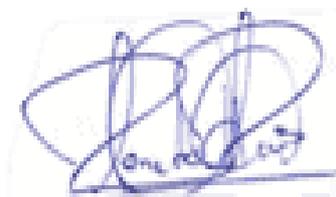
0711-DBRA-UPT-2023



SUMMARY/ABSTRACT

The present research work aimed to synthesize and characterize aluminum polychloride from recycled aluminum, where, the acid/base solution is the process that was used to obtain PAC. The recycled aluminum was added to the different concentrations of HCl: 2.5, 3.5 and 5.1 M, which was preheated to the temperature of 85 °C in constant magnetic agitation for the respective formation of ions Al^{+3} , later, NaOH was added: 0.25, 0.75 and 1.0 M under controlled conditions to the solution of aluminum chloride, where polymeric species of high ionic charge were obtained. The characterization FT-IR allowed us to observe the different vibrations Al-OH, -OH, and Al-O in the spectra of the ratio of HCl / NaOH, characteristic of polymeric bonds. The SEM-EDS characterization allowed us to determine the quantitative analysis of the elemental percentage of the PAC samples, where the presence of aluminum, oxygen, sodium, and some impurities of alloy 3004 is corroborated. The DRX analytical technique, using the Match software and Rietveld refinement, allowed us to know the degree of crystallinity along with the crystallographic parameters and the different phases of compounds present in the powder samples such as NaCl, $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ and a compound with thirteen aluminum atoms ($Al_{13}Cl_{15}H_{98}O_{61}$). It is concluded that the high concentration of HCl allowed to properly dissolve the recycled aluminum, which, by adding a base formed the corresponding polymeric ions. Thus, when performing the different characterizations was evidenced gaining aluminum polychloride presented an effect in the analytical technique FT-IR in samples PAC 1, PAC 5 and PAC 7. For future research, it is recommended to separate the Al_{13} species from aluminum polychloride by precipitation with sulfate or some other method in order to reduce the amount of salt present in the samples.

Key words: <ALUMINUM>, <POLYMERIC>, <ACIDITY>, <BACISITY>, <CRYSTALLINITY>.



Lic. Edison Renato Ruiz López

CI: 0603957044

INTRODUCCIÓN

Los polímeros inorgánicos son macromoléculas de cadena larga, obtenidas por asociación de monómeros simples, poseen cargas eléctricas o grupos ionizables (Bellotti & Irigo, 2018, p. 17). La síntesis de policloruro de aluminio (por sus siglas en inglés PAC = Polyaluminium Chloride) a escala industrial consta de dos pasos, en primer lugar, la materia prima que contiene aluminio (como bauxita, gibbsita, aluminio granular, etc.), se disuelve en una solución de ácido clorhídrico (HCl) en condiciones vigorosas (alta temperatura, alta presión y largo tiempo de reacción), luego, se agrega material alcalino (como hidróxido de sodio, carbonato de sodio, calcio ácido de aluminio, etc.), de este modo, la neutralización parcial de AlCl_3 con una solución alcalina, ayuda a la formación de especies altamente cargadas de aluminio polimérico (Jia, He & Liu, 2011, p. 1794; Zouboulis & Traskas, 2005, p. 1137). El aluminio es la especie predominante en el PAC, pues, al estar presentes moléculas $-\text{OH}$ debido a la neutralización, se estima la presencia de dímeros, trímeros, etc., dando como especie principal al Al_{13} . Este ion de elevada carga positiva está rodeado por cuatro grupos triméricos planos $[\text{Al}_3(\text{OH})_6]$, que están unidos a un sitio central de $\text{Al}(\text{O})_4$, a través de cuatro puentes oxo $-\text{O}-$ (Tzoupanos, Zouboulis & Tsoleridis, 2009, p.35; Tzoupanos & Zouboulis, 2011, p. 3618). El aluminio es la materia prima para la síntesis de polímeros inorgánicos. La producción de aluminio primario desde la bauxita, ha provocado una desventaja hacia el medio ambiente debido a la gran cantidad de gases de efecto invernadero, por tanto, es menester acudir al reciclaje para la obtención de este metal no ferroso, debido a que disminuye los gases tóxicos, ya que solo ocupa el 5 % de energía en la respectiva fundición de la chatarra, comparada con la energía para la obtención de aluminio virgen (17000 kWh/Tm), además, durante esta transformación se recupera los elementos aleados tales como Cu, Fe, Mn, Mg y Zn. Los envases metálicos aleados con número 3004 consiste principalmente de 95.6-98.2 % Al, 1-1.5 % Mn, 0.8-1.3 % Mg, 0.589 % Fe, 0.18 % Si y 0.153 % otros, (Kremser et al., 2021: p. 16; Bin & Binti, 2021, p. 853), por este motivo, son considerados como envases ecológicos.

El reciclaje de aluminio impulsa el desarrollo económico, social y ambiental, ya que la chatarra de aluminio utilizada se desecha de forma incontrolada a los ecosistemas, lo que contribuye a la contaminación de los suelos y las aguas, al deterioro del paisaje natural y de los centros urbanos, afectando la salud pública por la proliferación de vectores transmisores de enfermedades y por efecto de las lluvias ácidas, incrementa la migración del aluminio presente en los sedimentos a los cuerpos de agua (Torrellas, 2012, p. 4). Para ello se investiga un proceso de reutilizar este metal no ferroso, a través de las latas de refresco, para así sintetizar el PAC mediante la disolución ácido/base, debido a que este polímero es muy utilizado en las plantas de tratamientos de agua, pues, contiene especies iónicas, como el Al_{13} de elevada carga para la respectiva coagulación del agua cruda (Liu et al. 2003, p. 139-140).

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1. Planteamiento del problema

La contaminación ambiental ha sido uno de los temas más importantes a indagar a nivel mundial, en efecto, el consumismo de las personas ha provocado la acumulación de residuos orgánicos e inorgánicos, provocando la contaminación del aire, agua y suelo (Abdelbasir, 2021, p. 25). Muchas personas desechan los residuos sólidos inorgánicos de manera incontrolada, por ejemplo, las latas de aluminio que son usadas en las bebidas refrescantes, provocando la bioacumulación de este metal, ya que, al estar presente en el suelo o agua a un pH ácido, ocasiona una toxicidad para los seres vivos debido a la formación de complejos de aluminio con la materia orgánica (Mulder, Breemen & Eijck, 1989, p. 247).

La chatarra de aluminio presente en los ecosistemas ha generado la liberación del ion Al^{+3} , debido a que la lluvia ácida inducida por los procesos industriales reduce el pH en el suelo y agua, en el que favorece la disolución de las formas antropogénicas y naturales provocando la contaminación en el agua dulce tanto en áreas urbanas como rurales (Salim & Robinson, 2008, p. 702). La presencia del ion Al^{+3} en el suelo y agua ha provocado un efecto tóxico para ciertos seres vivos, por ejemplo, en las plantas, al estar presente este metal no ferroso a altas concentraciones en suelos ácidos, provoca estrés hídrico y deficiencia nutricional, además de los cambios de las actividades enzimáticas de las vías metabólicas en la síntesis de fitohormonas, el aumento del estrés oxidativo y en variaciones en las tasas de asimilación de dióxido de carbono, pues, la disolución del aluminio en el agua ha causado cambios en los iones de los seres vivos acuáticos induciendo a la inhibición enzimática causando así la muerte, provocando un efecto negativo a la cadena alimentaria humana (Oliveira & Dourado, 2022, p. 21).

1.2. Limitaciones y delimitaciones

Un limitante en el presente trabajo de investigación es la adquisición de hidróxido de sodio de grado analítico, debido a que es un reactivo muy controlado y su precio es elevado. Otro limitante es la sensibilidad de difracción de rayos X al cloruro de sodio, de modo que, no se puede evidenciar correctamente los picos de PAC en las muestras.

1.3. Problema general de investigación

¿Es posible sintetizar y caracterizar el policloruro de aluminio a partir de aluminio presente en las latas de bebidas refrescantes?

1.4. Problemas específicos de investigación

¿Es posible sintetizar el policloruro de aluminio a partir de aluminio reciclado, utilizando reactivos adecuados para su correspondiente polimerización?

¿Es posible caracterizar el policloruro de aluminio utilizando técnicas analíticas como difracción de rayos X, microscopio electrónico de barrido con espectroscopia de energía dispersiva y espectroscopia infrarroja para así determinar su estructura cristalina y composición química?

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo general

Sintetizar y caracterizar el policloruro de aluminio a partir de latas de refrescos de aluminio recicladas mediante procesos químicos.

1.5.2. Objetivos específicos

- Sintetizar el policloruro de aluminio a partir de latas de refrescos de aluminio recicladas mediante la disolución ácido/base.
- Caracterizar el policloruro de aluminio mediante técnicas analíticas como difracción de rayos X, espectroscopía infrarroja y microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de energía dispersiva para determinar su estructura cristalina y composición química.

1.6. Justificación

1.6.1. Justificación teórica

De acuerdo a las investigaciones realizadas por Mendoza (2012, pp. 33-35); Romero, et al., (2007, p. 17); Mohan & Harshan (2021, p. 4035); Bellotti & Irigo (2018, pp. 61-63); Garrido (2004, pp. 25-31); Cheng et al. (2017, pp. 897-898) se toma en consideración el uso del aluminio provenientes de la chatarra, para la síntesis de policloruro de aluminio, debido a que este metal no ferroso está presente en nuestra vida cotidiana, por ejemplo: en la industria automotriz, sector de la construcción, equipos electrónicos, perfiles de aluminio para las ventanas, bebidas refrescantes, cables eléctricos, ollas de cocina, empaques farmacéuticos tipo blíster, empaques de alimentos (envases tetrak pack), entre otros. De manera que, es preciso indagar el empleo adecuado de la chatarra a base de aluminio en donde el reciclaje sea una prioridad hacia el medio ambiente y la sociedad. Los materiales a base de aluminio han sido uno de los metales más reciclados, puesto que se puede reutilizar indefinidamente sin que se pierda sus propiedades químicas durante el proceso de fundición (Elizalde, 2021, pp. 8-9). Hay que destacar que el aluminio es muy electropositivo y extremadamente reactivo (Torre, 2018, p. 21; Garrido, 2004, p. 21) pues, al reaccionar con ácidos no oxidantes como el ácido clorhídrico, produce iones aluminio (Al^{3+}) (Chang & Goldsby, 2013, p. 951), lo que permite obtener una sal de cloruro de aluminio, el cual, al añadir una base como el hidróxido de sodio forma el correspondiente polímero en condiciones controladas (Mohamed, 2015, p. 61). Se utiliza técnicas analíticas como difracción de rayos X, espectroscopia infrarroja y microscopio electrónico de barrido con espectroscopia de energía dispersiva para poder determinar su estructura cristalina y composición química del polímero sintetizado.

Mendoza (2012, pp.33-35) “el policloruro de aluminio es importado a un alto precio, lo que lo hace inaccesible para las plantas municipales pequeñas en el Ecuador” de este modo la síntesis de PAC a partir de aluminio reciclado, promueve la investigación hacia la síntesis de productos químicos de primera base a partir de la chatarra.

1.6.2. Justificación metodológica

La síntesis de policloruro de aluminio a partir de aluminio reciclado se enfoca en la disolución ácido/ base. Previo a la obtención del polímero, se requiere de la eliminación de las pinturas presentes en las latas recicladas, el cual, se hace uso de solventes orgánicos, como es el caso de tolueno/diclorometano y acetona. De este modo, al estar presente estos reactivos orgánicos y debido a la composición química de las latas de aluminio, provoca una alteración en el producto final, con la aparición de carbono. La síntesis inicia desde la adición de pequeñas cantidades de

aluminio reciclado al ácido clorhídrico precalentado a una temperatura de 70 °C en constante agitación magnética, lo que provoca una reacción exotérmica y espontánea, dando lugar a la formación de iones aluminio, en donde, al hacer el ataque con hidróxido de sodio, se formó el correspondiente polímero debido a la unión de los enlaces O-O de grupos –OH en los que el oxígeno comparte únicamente ligandos con el Al^{+3} debido a su elevada reactividad.

1.6.3. Justificación práctica

El presente trabajo de investigación, tiene el aval con el grupo de Investigación de Materiales Avanzados (GIMA) de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. De este modo, se utilizó las correspondientes técnicas analíticas: espectroscopia infrarroja (FT-IR), difracción de rayos X (DRX) y microscopio electrónico de barrido con espectroscopia de energía dispersiva (SEM-EDS). La caracterización de difracción de rayos X (DRX) se llevó a cabo en el laboratorio de Materia Condensada del Departamento de Física de la Escuela Politécnica Nacional.

1.7. Hipótesis

El aluminio reciclado permite la síntesis de policloruro de aluminio, debido a que, este metal no ferroso es muy reactivo y forma enlaces con los compuestos hidroxilos presentes en el medio, debido a la reacción con diferentes concentraciones de ácido clorhídrico y de hidróxido de sodio, los mismos que presentan efecto en las respectivas caracterizaciones.

CAPITULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes

Mendoza (2012, pp. 33-35) en su tesis titulada “Obtención de policloruro de aluminio a partir de la chatarra para su uso en potabilización de agua”, presenta el procedimiento para obtener el policloruro de aluminio (Polyaluminium chloride por sus siglas en inglés PAC), con el objetivo de disminuir costos en el tratamiento de aguas y, asimismo, conocer la dosis óptima del PAC mediante la prueba de jarras. Los resultados muestran que, para obtener el PAC, primero se debió obtener el tricloruro de aluminio de concentración al 35 %, partiendo de ácido clorhídrico (37 %), lo cual produjo por cada gramo de chatarra de aluminio 4,9 g de AlCl_3 a una temperatura de trabajo entre 35 y 70 °C, durante cinco horas. Esta sal se neutralizó con hidróxido de calcio durante dos horas para obtener el PAC.

Romero et al. (2007, pp. 17-18) en su artículo titulado “Síntesis de un polímero inorgánico de aluminio y su uso para clarificación de agua”, desarrolló sustitutos de las sales de aluminio más efectivos para la clarificación, ya que una alta concentración de aluminio en el agua proveniente del alumbre parece favorecer ciertos desórdenes neurológicos. Por ello se realizó la síntesis de cuatro polímeros de aluminio tipo $[\text{Al}_{13}\text{O}_4(\text{OH})_{24}(\text{H}_2\text{O})_{12}]^{+7}$ a diferentes pH. Por medio de pruebas de jarras se seleccionó el más eficiente como floculante y posteriormente se comparó contra el sulfato de aluminio convencional en su desempeño como coagulante-floculante y se estableció la dosis apropiada. Según esta metodología, primero se obtuvo el tricloruro de aluminio, se pesó 55 g de aluminio y en un balón de 1 L reaccionó con 0.5 L de HCl al 37 % (p/p) y se obtuvo una solución de AlCl_3 al 55 %.

Mohan & Harshan (2021, pp. 4035-4037) en su artículo titulado “Optimización de policloruro de aluminio producido a partir de latas de bebidas usadas para el tratamiento de aguas residuales de la industria del tinte, aguas residuales domésticas y aguas residuales superficiales”, dio a conocer que las latas de aluminio recolectadas del polígono industrial Mini Velliyamparamb y Kannur son muy eficaces para la obtención del polímero, ya que después de eliminar la pintura presente en las latas, se procedió a pulverizar mediante limado mecánico y se sintetizó como primera fase el cloruro de aluminio y posteriormente en la segunda fase mediante el uso de hidróxido de sodio se obtuvo el polímero inorgánico (PAC). Se analizó en el test de jarras diferentes dosis de PAC en diferentes muestras de agua, dando como resultado una buena remoción de sólidos suspendidos en la dosis de 2000 mg/L de PAC.

Bellotti & Irigo (2018a, p. 61) en su tesis titulada “Producción de policloruro de aluminio a partir de aluminio secundario” detalla el procedimiento para la síntesis de policloruro de aluminio en una planta productiva, argumenta que la materia prima puede ser cualquier compuesto que contenga aluminio, incluido el aluminio metálico (chatarra), hidróxido de aluminio, alúmina y combinaciones de estos. Sin embargo, se debe controlar una serie de variables como la concentración de ácido clorhídrico, temperatura y pH (Bellotti & Irigo 2018b, p. 63).

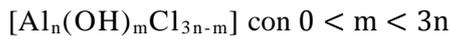
Garrido (2004, pp. 25-31) en su tesis titulada “Obtención de cloruro y sulfato de aluminio a partir de latas de aluminio” da a conocer el procedimiento para la respectiva síntesis. Se retiró la pintura del cuerpo de las latas, empleando una mezcla de tolueno y diclorometano 70:30 respectivamente, para eliminar el resto de barniz de la lámina de aluminio se introduce en acetona, con lo que se eliminó dicho recubrimiento. En el proceso de reacción se usó NaOH al 20 %, agua desionizada caliente y peróxido de hidrógeno, manteniendo una agitación constante, de este modo, para la obtención de cloruro de aluminio se añadió a la muestra anteriormente realizada, 20 ml de HCl al 25 % y se coloca en un matraz Erlenmeyer, el cual se tapa con tapón de corcho. Posteriormente, se mantiene en agitación y se calienta a 70 °C, durante 15 o 20 minutos y finalmente se deja enfriar para así luego filtrar al vacío y después llevarlo al desecador.

Gao et al. (2005, p. 144) en su artículo titulado “Caracterización y coagulación de un coagulante de cloruro de polialuminio (PAC) con alto contenido de Al_{13} ” procede la síntesis del polímero a partir de cloruro de aluminio y Na_2CO_3 en un proceso de agitación constante a temperatura ambiente para así obtener el PAC correspondiente a condiciones controladas. Sin embargo, para Cheng et al. (2017, pp. 897-898), en su artículo titulado “Comparación de componentes de cloruro de polialuminio producido a partir de varios métodos” nos explica que la mejor condición para polimerizar el cloruro de aluminio se lo realiza a una temperatura de 80 °C.

2.2. Bases teóricas

2.2.1. Policloruro de aluminio

Los polímeros inorgánicos son macromoléculas de cadena larga, obtenidas por asociación de monómeros simples, que poseen cargas eléctricas o grupos ionizables. El policloruro de aluminio es un polímero inorgánico, fabricado a partir de materias primas seleccionadas, bajo estrictas condiciones de proceso, se trata de una sal de alta basicidad con base en anión cloruro, que presenta especies polinucleares de aluminio (Bellotti & Irigo, 2018, p. 17). Según Hasan et al. (2010, p. 16) los polímeros inorgánicos posee pequeñas cantidades de otras sustancias como sulfato, sílice y calcio, la siguiente ecuación 1-2 corresponde a un producto cuya fórmula general es:

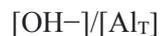


Ecuación 1-2: Fórmula del PAC

Para $n = 2$ y $m = 5$ se tiene la fórmula de PAC en cuestión:



El policloruro de aluminio generalmente se sintetiza mediante la neutralización parcial de $AlCl_3$ con una solución alcalina, pues esta base ayuda a la formación de especies altamente cargadas de aluminio polimérico (Jia, He & Liu, 2011, p. 1794; Zouboulis & Traskas, 2005, p. 1137). El método general de preparación de PAC a escala industrial consta de dos pasos. En primer lugar, la materia prima que contiene aluminio (como bauxita, gibbsita, aluminio granular, etc.), se disuelve en una solución de ácido clorhídrico (HCl) en condiciones vigorosas (alta temperatura, alta presión y largo tiempo de reacción), luego se agrega material alcalino (como hidróxido de sodio, carbonato de sodio, calcio ácido de aluminio, etc.) para ajustar el valor de basicidad (relación molar $[OH^-]/[Al]$), muchas de las cuales son patentadas. Se caracterizan típicamente por su grado de neutralización (r), o basicidad:



Donde $[OH^-]$ representa la base añadida durante la producción: $\text{basicidad} = (r/3) \times 100 \%$.

El valor de r puede variar de cero a tres, correspondiente a una basicidad de 0 a 100%. Los coagulantes comerciales de polialuminio generalmente están disponibles con basicidades entre 15-85%. La basicidad afecta el consumo de alcalinidad del coagulante, así como la prevalencia relativa de especies poliméricas y monoméricas. En general, cuanto mayor es la basicidad mayor es la fracción de especies poliméricas, hasta un r de aproximadamente 2,1 (70% de basicidad) (Pernitsky & Edzwald, 2006, pp. 123-124).

Entre las especies poliméricas formadas, tenemos: los monómeros Al^{+3} , $Al(OH)^{2+}$, $Al(OH)_2^+$, $Al(OH)_3$ y $Al(OH)_4^-$, un dímero $Al_2(OH)_2^{4+}$, un trímero $Al_3(OH)_4^{5+}$ y un tridecamérico Al_{13} (Gao et al. 2005, p.143). Una especie de Al_{13} con la fórmula $Al_{13}O_{14}(OH)_{24}(H_2O)_{12}^{7+}$ (abreviado como Al_{13}^{7+} o a menudo como Al_{13}) se ha demostrado que es la especie polimérica dominante en el PAC (Ng et al., 2012, p. 4615).

Durante la neutralización parcial, al añadir una base a la solución de Al y por envejecimiento, toma lugar algunas reacciones químicas formando especies de aluminio, pues se considera que la reacción importante es la que conduce a la formación de $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Se afirma que esta especie aniónica de aluminio es el precursor de la creación polimérica de Al_{13} (Mohamed, 2015, p. 41).

Se ha demostrado que la especie activa responsable de la coagulación o precipitación en el agua cruda, es la especie de aluminio polimérico altamente cargado $\text{Al}_{13}\text{O}_{14}(\text{OH})_{24}(\text{H}_2\text{O})_{12}^{7+}$. Al_{13} está compuesto por un centro tetraédrico rodeado por 12 unidades octaédricas de Al, como se puede observar en la ilustración 1-2. Además de la característica de mayor carga positiva (+7) y la fuerte capacidad resultante para unirse a las partículas, el polímero Al_{13} posee una estructura bastante estable contra la hidrólisis antes de la adsorción a las superficies de las partículas. Estas propiedades contribuyen a su comportamiento superior en la coagulación (Liu et al., 2003, pp. 139-140).

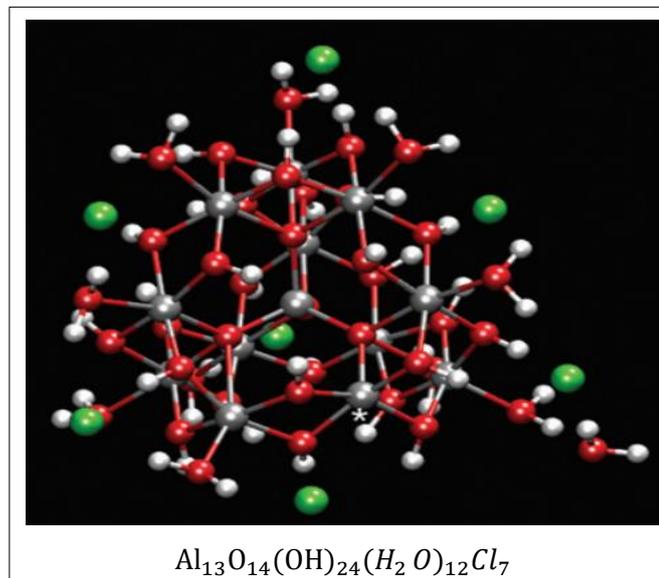


Ilustración 1-2: Representación poliédrica del polímero tridecamérico Al_{13}

Nota: Aluminio: gris oscuro, hidrógeno: gris claro, oxígeno: rojo, cloro: verde,

*: cavidad formada por una molécula de H_2O al abandonar su posición inicial

Fuente: (Pophristic, Balagurusamy & Klein, 2004, p. 920).

Los coagulantes de policloruro de aluminio en general consumen considerablemente menos alcalinidad que el alumbre. Son eficaces en un rango de pH más amplio en comparación con otros coagulantes, por lo que el PAC funciona satisfactoriamente en un rango de pH de 5,0 a 8,0 para el tratamiento de aguas (Mohamed, 2015, p. 5).

2.2.2. Reciclaje de aluminio

2.2.2.1. En el mundo

La producción de aluminio primario, desde los minerales, ha generado una gran desventaja hacia el medio ambiente, debido al alto consumo de energía (17000 kWh/Tm) (Begum, 2013, p. 1490) y a la producción de millones de toneladas por año de lodo rojo altamente alcalino, liberación de elevadas cantidades de CO₂ y la emisión de perfluorocarbonos, lo que ocasiona gases de efecto invernadero (Kremser et al., 2021, p. 16). Muchos investigadores han promovido el reciclaje de este metal no ferroso, como una alternativa hacia el medio ambiente, debido a que se utiliza el 5 % de energía para la respectiva fundición (Green, 2007, p. 92).

Europa posee un alto índice de reciclaje de aluminio en comparación con Norte América, China, Medio Oriente y América Latina, puesto que se enfoca en una economía circular y sostenible (European Aluminium, 2015, pp. 9-10).

Actualmente, el aluminio es el metal más utilizado en el mundo, estando presente en diferentes sectores como el transporte, el embalaje, la construcción, la electricidad y la medicina. La necesidad de mejores propiedades mecánicas y nuevas aplicaciones ha llevado al desarrollo continuo de nuevos tipos de aleaciones de Al con una composición química específica.

2.2.2.2. En el Ecuador

El aluminio ha sido considerado un metal 100 % reciclable, pues no pierde ningún cambio en sus propiedades físicas o químicas, y su recuperación se ha vuelto un aspecto importante para la industria del aluminio. El reciclaje de este metal no ferroso era desconocido hasta finales de los años sesenta, cuando el uso creciente del aluminio para la fabricación de latas de refrescos, trajo el tema al conocimiento de la opinión pública (Torres & Lesmes, 2018, pp. 34-35).

El proceso de transformación de aluminio secundario en el Ecuador aún no es tecnificado si lo comparamos con países industrializados. En América, la fundición de la chatarra ha empezado desde 1995, se dice que este tipo de empleo es bastante lucrativo, así lo demuestran empresas como Recinter, ya que ha generado ingresos económicos a muchas familias (Medina, 2010a: pp. 14-15).

El reciclaje de este metal no ferroso involucra la recolección de la chatarra y por ende la separación de otros materiales, tales como plásticos u otros metales, para luego fundirla y vaciarla

en una forma que pueda servir como insumo en el proceso de semi elaboración. Las fuentes de chatarra de aluminio vienen generadas de dos sectores inmersos, la chatarra generada por la planta de extrusión y la chatarra reciclada de procesos de recolección (Medina, 2010b: p. 40).

En nuestro país existen microempresas que se dedican a la fundición y recuperación del aluminio de forma artesanal, pues al no existir este tipo de empresas a gran escala lo que hace muchas recicladoras, es exportar el aluminio reciclado e importar a nuestro país como material ya tratado y convertido en materia prima para otros productos, lo que ha provocado un aumento en el precio del producto final. Pues las grandes empresas que se dedican a la fabricación de partes y piezas de aluminio deben comprar la materia prima para el respectivo procesamiento (Alava & Villamar, 2015, pp. 3-4).

Según datos del COMEX (Comité de Comercio Exterior) en el 2021 Ecuador importó \$ 14 377 638 USD y exportó \$ 24 476 220 USD de chatarra de aluminio, e importó \$ 208 720 196 USD y exportó solo \$ 110 172 346 USD de aluminio y sus manufacturas, pues, hay que tomar en consideración la compra y venta de latas de aluminio, depósitos, barriles, tambores, bidones, botes, cajas y recipientes similares de aluminio (incluidos los envases tubulares rígidos o flexibles), para cualquier materia (excepto gas comprimido o licuado) en el que exportó \$ 219 987 USD e importó \$ 21 207 458 USD lo que evidencia un gran desequilibrio en la balanza comercial, promoviendo así el desarrollo de una empresa que se dedique a la recuperación del aluminio secundario (TRADE, 2021, p.1-4). De este modo, las empresas recicladoras y el municipio deben ser partícipes en la recolección de todos los residuos sólidos inorgánicos, especialmente del aluminio que han sido importados, para así poder recuperar este metal no ferroso, dando un enfoque a la industria manufacturera en el Ecuador.

Erazo (2015, p. 56) el reciclaje de empaques farmacéuticos tipo blíster y mediante el proceso de lixiviación, se obtuvo un 99 % de aluminio metálico, dando así un enfoque a la investigación en el Ecuador, en cuanto a la recuperación de los metales no ferrosos provenientes de los residuos sólidos inorgánicos.

2.2.3. Impurezas presentes en la chatarra de aluminio

De acuerdo con Jerina et al. (2018, pp. 455-456) la chatarra usualmente posee aleaciones en su composición, pues, el hierro es el elemento de impureza más penetrante en el aluminio y es muy difícil de eliminar, esta impureza se acumula gradualmente durante el reciclaje, por ende produce fases intermedias que dañan las propiedades mecánicas del producto final debido a que pueden presentar otros elementos de aleación como el manganeso, el cobre, el magnesio y el silicio.

Holzschuh et al. (2020, p. 3), la calidad de la chatarra especialmente del aluminio depende de varios factores que incluye la pureza del material, tipos de revestimiento y tamaño, pues, el control de impurezas tiene una gran influencia en las propiedades mecánicas de las aleaciones recicladas, por tal motivo, el reciclaje causa la adición de impurezas tales como Si, Fe, Cu, Zn, Pb, Sn, Ni y Mn. Otro factor relevante es la oxidación, generalmente en el proceso de fundición de la chatarra de aluminio, ya que el contenido de óxido de grandes piezas de aluminio puede alcanzar el 2 % en masa en el que el 10 % del material se pierde debido a que el aluminio se mezcla con la escoria y otro 10 % del metal se oxida.

Las impurezas que están presentes en el aluminio y sus productos pueden tener su origen en diferentes fuentes debido al cambio en la calidad de la materia prima, para lo cual existen diferentes técnicas de caracterización de materiales para así poder determinar las diferentes impurezas presentes en la chatarra, entre ellos tenemos: Microscopía electrónica de barrido, espectroscopia de emisión óptica de descarga luminiscente, espectroscopia de masas de descarga luminiscente, espectrometría de masas de iones secundarios, espectroscopia de fotoelectrones de rayos X, microscopio de transmisión por electrones, entre otros, cabe mencionar que el uso de estos equipos requiere mucho tiempo y son muy costosos (Furu et al., 2010, p. 285).

2.2.4. Envases de aluminio

Los envases metálicos poseen una gran tendencia mundial debido a sus cualidades y características en materia de seguridad, durabilidad y protección de los productos o por la elevada conciencia ambiental que conlleva a las personas hacia una más rápida adopción y preferencia de estos envases (Castillo, Martínez & Roja 2014, p. 10). Las latas de aluminio son muy utilizadas en las bebidas de cerveza debido a la preservación de este líquido y fácil manipulación del mismo, puesto que el aluminio es un metal blando (Maxwell, 1993, p.111).

2.2.4.1. Composición química

Los envases metálicos son recubiertos con sustancias orgánicas para evitar el contacto directo entre los alimentos y la superficie de aluminio de la lata, entre ellos tenemos recubrimientos reticulados de resina amínica y productos de polimerización de bisfenol A-diglicidil éter (BADGE) o bisfenol F- diglicidil éter (BFDGE) (Kremser et al., 2021, pp. 16-17). Las latas de bebidas, comúnmente son fabricadas por la aleación de aluminio número 3004, consiste principalmente de 95.6-98.2% Al, 1-1.5 % Mn y 0.8-1.3 % Mg (Kremser et al., 2021, p. 16). Según Holzschuh et al. (2020, p.3) la lata de aluminio se compone de cuerpo, sello y tapa, y cada uno tiene diferentes composiciones de aleación. El cuerpo de la lata está hecho de la aleación de aluminio 3004, la

tapa por aleación 5182 y el sello está fabricado de aleación de aluminio 5082, de acuerdo con la Sociedad Americana de Prueba de Materiales (por sus siglas en inglés ASTM = American Society for Testing and Materials) como se puede observar en la tabla 1.2.

Tabla 1-2: Composiciones químicas de aleaciones de aluminio utilizadas en la fabricación de latas de aluminio de acuerdo con ASTM

Componentes	Si (%)	Fe (%)	Cu (%)	Mn (%)	Mg (%)	g	Cr (%)	Ti (%)	Otros (cada uno) (%)	Otros (total) (%)
Cuerpo (ASTM 3004)	0.3	0.70	0,25	1.0-1.5	0.8-1.3	0.25	0.05	0.15
Tapa (ASTM 5182)	0.2	0.35	0.15	0.2-0.5	4.0-5.0	0.25	0.10	0.10	0.05	0.15
Sello (ASTM 5082)	0.2	0.35	0.15	0.25-0.4	3.3-4.0	0.25	0.15	0.10	0.05	0.15

Fuente: (Holzschuh et al., 2020, p. 3).

Tabla 2-2: Composición del fundente en peso (%) para el reciclaje de chatarra de aluminio

		Pureza de las latas de aluminio			Composición de flujo					
Latas de aluminio	Chatarra (g)	Al (%)	Mg ⁺² (%)	Otras impurezas (%)	KCl (%)	NaCl (%)	Na ₂ CO ₃ (%)	Na ₃ AlF ₆ (%)	°T (°C)	Aluminio recuperado (%)
Pepsi Cola	20	95	4	1	30	70	20	20	800	96,37
Coca Cola	28,07	95	4	1	70	30	5	5	450	98,72

Fuente: (Begum. 2013, p. 1491).

Holzschuh et al. (2020, p. 3) las aleaciones de aluminio de la serie 3xxx presentan resistencia a la corrosión, buena adaptabilidad y resistencia mecánica moderada debido a que posee manganeso en sus aleaciones en el aluminio comercial. No obstante, las aleaciones de la serie 5xxx tienen alta resistencia a la corrosión, ya que contienen magnesio que proporciona mayor dureza, resistencia mecánica, así como una mejor maquinabilidad. La masa de una sola lata de aluminio es de 14 g. Muchos investigadores han estudiado la composición química de los envases de aluminio, teniendo en cuenta a Begum (2013, pp. 1490-1491) en su estudio “composición química de las latas de Pepsi Cola y Coca Cola mediante la técnica instrumental Microscopía electrónica de barrido (SEM)” en el que utiliza la composición fundente de sal de alta pureza para el proceso de

recuperación del aluminio en polvo. En la tabla 2-2 se da a conocer los diferentes compuestos presentes en estos materiales con su correspondiente composición del fundente.

2.2.5. *Impacto Ambiental*

La incorrecta gestión de los residuos sólidos, ya sean orgánicos o inorgánicos, generan afectaciones negativas tanto para el ambiente como para los seres humanos. De esta manera, Suárez (2000, p. 41) indica que “El inadecuado manejo de los residuos sólidos contribuye a la contaminación de los suelos y las aguas, al deterioro del paisaje natural y de los centros urbanos, y afecta la salud pública por la proliferación de vectores transmisores de enfermedades”

2.2.6. *Bioacumulación del aluminio en el agua y suelo*

Desde el punto de vista químico, este ion de pequeño radio iónico (0,50 Å) y fuerte carga, produce un intenso campo eléctrico que atrae electrones. Las soluciones acuosas de las sales de aluminio son ácidas debido a la hidrólisis de la especie Al^{3+} (Torrellas, 2012, p. 4).

En cuanto a la disolución del aluminio en los suelos, depende principalmente del pH (la liberación del ion Al^{3+} ocurre a pH menor de 4,5). La toxicidad del aluminio es considerada el factor más importante que limita el crecimiento de las plantas. La presencia de este elemento en suelos ácidos significa la disminución de la producción agraria porque inhibe y afecta las estructuras de las raíces, haciéndolas ineficientes para la absorción del agua y de nutrientes esenciales como el calcio y el magnesio. El 40 % de los suelos cultivables del planeta son ácidos, aquellas actividades humanas que aumentan la acidez de los suelos representan un factor de gran importancia ambiental y económica en el planeta (Torrellas, 2012, p. 4).

La estructura del suelo también influye en la disponibilidad de Al^{3+} . Los agregados arcillosos impiden a los protones H^+ alcanzar los sitios de adsorción, lo que disminuye la tasa de liberación. Pero la mayor parte del Al^{3+} del suelo proviene del intercambio de aluminio unido a superficies específicas del suelo por fuerzas electrostáticas. Otro factor que influye en la disponibilidad del Al^{3+} es la reacción química del aluminio con las sustancias orgánicas solubles e insolubles presentes en el suelo. Actualmente, el contenido de aluminio en los suelos depende en gran medida de la creciente acidificación del ambiente (Torrellas, 2012, p. 4).

Aunque la solubilidad del aluminio en agua es muy baja, la acidificación del suelo, por efecto de las lluvias ácidas, incrementa la migración del aluminio presente en los sedimentos a los cuerpos de agua (Torrellas, 2012, p. 4). Así, se ha determinado que cuando este elemento alcanza aguas

superficiales y subterráneas se observa una disminución de peces y anfibios, debido, entre otros efectos, a que los iones de aluminio pueden reaccionar con los fosfatos, impidiendo su disponibilidad para los organismos acuáticos. Estudios de neurotoxicidad, realizados a partir de la bioacumulación de aluminio en peces, muestran evidencias de significativo estrés oxidativo y neurotoxicidad en varias especies (Torrellas, 2012, p. 4).

2.2.7. Técnicas de caracterización

2.2.7.1. Espectroscopia infrarroja IR

La Espectroscopia Infrarroja IR (por sus siglas en inglés FT-IR, Fourier Transform Infra-Red) es una técnica de caracterización que se utiliza para realizar el análisis químico y determinar los posibles enlaces que pueda presentar una muestra, es decir cada enlace va a absorber cierta cantidad de energía para sus posteriores movimientos denominados vibraciones fundamentales, estos serán movimientos de rotación y vibración discretos, la espectroscopia IR se va a tomar en cuenta a las vibraciones moleculares características de la región infrarroja del espectro electromagnético, la cual abarca el IR cercano (800 nm a 2500 nm), IR medio (2.5 μm a 50 μm) y el IR lejano (50 μm a 1000 μm) (Vera, 2018, p. 32).

2.2.7.2. Difracción de rayos X

Difracción de rayos X (por sus siglas en inglés XRD = X ray diffraction), esta técnica analítica permite realizar el análisis cuantitativo y cualitativo de cualquier material para la identificación de fases cristalinas, con gran exactitud. Se basa en inducir un haz de rayos x sobre una muestra preparada, midiendo los ángulos a los cuales se difracta una longitud de onda λ de rayo x definida. El fenómeno de la difracción puede explicar mediante la Ley de Bragg, que predice la dirección en la que se da interferencia constructiva entre haces de rayos X dispersados coherentemente por un cristal:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot L \cdot \sin \theta$$

Ecuación 2-2: Ley de Bragg

(Sánchez, 2008, p. 67).

Donde:

n = orden de reflexión (número entero)

λ = longitud de onda incidente

L = distancia interplanar

θ = ángulo formado entre el rayo incidente y la muestra

Cada muestra cristalina posee características determinadas, como la distancia entre planos atómicos, por lo tanto, se obtiene un difractograma único para cada muestra (ilustración 2-2), así en la ecuación 2-2 (Ley de Bragg) se varía el ángulo θ para encontrar las distancias L únicas de la muestra, siempre y cuando se conozca (Sánchez, 2008, p. 67).

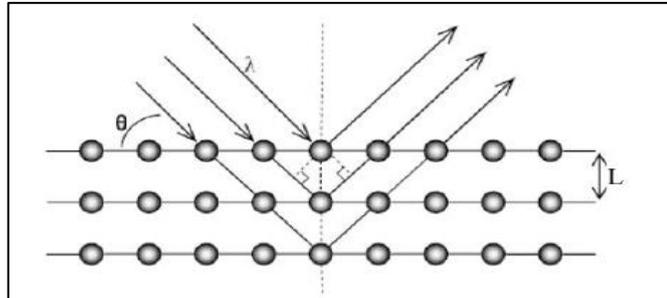


Ilustración 2-2: Representación de difracción de rayos X sobre diferentes planos de un cristal

Fuente: (Sánchez, 2008, p. 68).

Sus aplicaciones son en el campo de la Cristalografía, Metalurgia, Mineralogía, Estratigrafía, Petrología y Geoquímica, Ciencia de Materiales, Ciencias Ambientales, Geotecnia, entre otros.

2.2.7.3. Microscopio electrónico de barrido

El Microscopio Electrónico de Barrido (por sus siglas en inglés SEM = scanning electron microscopy) es una técnica analítica que consiste en la observación y estudio de muestras sólidas, es decir, materiales orgánicos e inorgánicos y conductoras; mediante la interacción de un haz de electrones con la superficie del material objeto de estudio, estas interacciones pueden proporcionar información sobre composición, estructura cristalográfica y topografía (Clavijo, 2013, p. 134). Es una técnica útil que permite observar la estructura microscópica de especímenes en una alta resolución.

El microscopio electrónico de barrido está equipado con diversos detectores como por ejemplo: el detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retro dispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) permite coleccionar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis semicuantitativo y de distribución de elementos en superficies (Maza, 2019, p. 24).

El cañón electrónico es el que produce el haz de electrones, las imágenes construidas son virtuales, obtenidas a partir de las señales emitidas por la muestra, las señales provienen de un volumen debajo de la superficie de la muestra e interactúan con los átomos de la muestra, este volumen se le conoce como volumen de interacción, en donde su profundidad y forma se ve afectado por la composición de la muestra, luego estas señales son procesadas por un ordenador, para luego poder ser visualizadas en la pantalla de un computador (Clavijo, 2013, p. 136).

Espectroscopia de Energía Dispersiva (por sus siglas en inglés EDS = energy dispersive X ray Spectrometer)

Esta técnica analítica permite la caracterización química del sólido, mediante la interacción de los rayos X provenientes de la muestra, para lo cual se bombardea con un haz de rayos X o electrones excitando así los átomos cercanos al núcleo de la muestra, creando un espacio electrónico, un electrón del nivel energético superior cubre ese espacio, la diferencia de energía entre el nivel alto y bajo se emite en forma de rayos X, esta energía es registrada por un espectrómetro de energía dispersivo, generando un espectro de rayos X con picos únicos debido a que cada muestra posee una estructura atómica diferente, el esquema se puede observar en la ilustración 3-3 (López & Rodríguez, 2012, p.34).

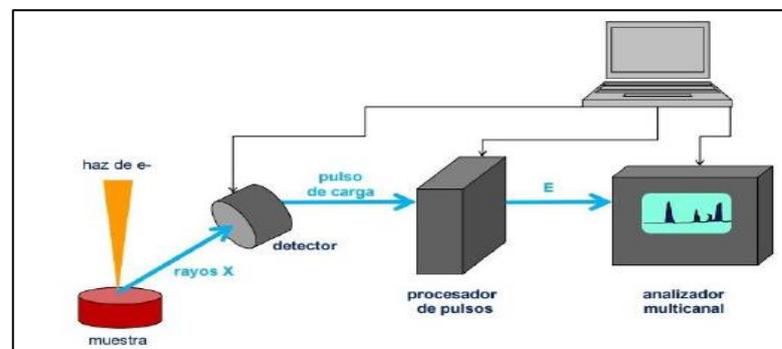


Ilustración 3-2: Esquema básico EDS

Fuente: (Maza, 2019, p. 26).

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1. Por el método de investigación

La presente investigación es de tipo cuantitativo debido a que se obtiene datos estadísticos en virtud a la variable independiente, ya que son medibles, para así sintetizar y caracterizar el policloruro de aluminio.

3.2. Según el objetivo

La investigación es de tipo aplicada porque resuelve un problema concreto, enfocándose en la recolección de residuos sólidos inorgánicos a base de aluminio para la respectiva síntesis de policloruro de aluminio. Toda esta investigación se lleva a cabo mediante los conocimientos adquiridos durante la etapa de estudio y los antecedentes de la investigación.

3.3. Según el nivel de profundización en el objeto de estudio

La investigación es de tipo explicativa, ya que busca analizar el rendimiento de la síntesis del policloruro de aluminio a partir de aluminio reciclado mediante la manipulación de las variables en estudio.

3.4. Por la condición de estudio

La investigación es de laboratorio debido a que se puede manipular las condiciones ambientales para la correspondiente síntesis del policloruro de aluminio, en virtud de las variables planteadas.

3.5. Según el periodo temporal

La presente investigación es de tipo transversal, debido a que la síntesis y caracterización de policloruro de aluminio a partir de aluminio reciclado, se establecerá en un tiempo determinado de acuerdo a las variables en estudio, en el que se mostrará los resultados fiables para así corroborar con la hipótesis planteada de acuerdo al problema establecido.

3.6. Según tipo de inferencia

La investigación es de tipo hipotética-deductiva porque se plantea hipótesis para la correspondiente síntesis de policloruro de aluminio a partir de aluminio reciclado, en el que se controla las variables propuestas en el diseño experimental, para así dar una verificación real a la hipótesis nula o hipótesis alternativa mediante la experimentación.

3.7. Diseño de la Investigación

El diseño de la investigación es experimental debido a que se analiza y se manipula las variables independientes.

3.7.1. Diseño experimental

De acuerdo a Gutiérrez & Salazar (2008, p. 5) el diseño de experimentos es elaborar un conjunto de pruebas a ser analizados estadísticamente para así responder al problema que se planteó al inicio de la investigación.

Así pues, en el presente trabajo se aplica el diseño factorial A x B o 3², dado que se estudia dos factores como la concentración de ácido clorhídrico y la concentración de hidróxido de sodio, cada uno con tres niveles y tres repeticiones, como se puede observar en la Tabla 3. No obstante, al evaluar el estadístico valor-p se prueba la hipótesis planteada.

Tabla 1-3: Factores y niveles en la síntesis del policloruro de aluminio

Factores				
Factor A: concentración de ácido clorhídrico (M)	Niveles	Factor B: Concentración de Hidróxido de sodio (M)		
		b ₀ = 0,25	b ₁ = 0,75	b ₂ = 1,0
	a ₀ = 2,5	3 réplicas	3 réplicas	3 réplicas
	a ₁ = 3,5	3 réplicas	3 réplicas	3 réplicas
	a ₂ = 5,1	3 réplicas	3 réplicas	3 réplicas

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

Análisis del diseño factorial 3² se define como:

Ecuación 1-3: Modelo estadístico

$$Y_{ijk} = \mu + \gamma_i + \delta_j + (\gamma\delta)_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

Con $i = 1,2,3$; $j = 1,2,3$; $k = 1, \dots, n$

Donde:

- μ es el efecto medio global.
- γ_i = es el efecto del factor A en su nivel i ,
- δ_j = representa el efecto del factor B en su nivel j
- $(\gamma\delta)_{ij}$ = es el efecto de interacción de ambos en los niveles ij
- ε_{ijk} = el término de error
- n es el número de repeticiones de cada tratamiento

Hipótesis:

$H_0 : \gamma_i = 0$ (no hay efecto significativo del factor A sobre la variable de respuesta)

$H_0 : \delta_j = 0$ (no hay efecto del factor B sobre la variable de respuesta)

$H_0 : (\gamma\delta)_{ij} = 0$ (no hay efecto de interacción de los factores A y B sobre la variable de respuesta)

Las hipótesis se probarán con el ANOVA descrita en la tabla 4; para ello, es necesario las siguientes ecuaciones:

- Suma de cuadrados

Ecuación 2-3: Suma de cuadrados del factor A

$$SC_A = \sum_{i=1}^3 \frac{Y_{i..}^2}{3n} - \frac{Y_{...}^2}{n3^2}$$

$$SC_B = \sum_{j=1}^3 \frac{Y_{.j.}^2}{3n} - \frac{Y_{...}^2}{n3^2}$$

$$SC_{AB} = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 \frac{Y_{ij.}^2}{n} - \frac{Y_{...}^2}{n3^2} - SC_A - SC_B$$

- La suma de cuadrados totales se obtiene con:

Ecuación 3-3: Suma de cuadrados totales

$$SC_T = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 \sum_{k=1}^n Y_{ijk}^2 - \frac{Y_{...}^2}{n3^2}$$

- El error aleatorio se calcula:

Ecuación 4-3: Error aleatorio

$$SC_E = SC_T - SC_{AB} - SC_A - SC_B$$

Los grados de libertad asociados con cada suma de cuadrados de esta última relación son, respectivamente:

Ecuación 5-3: Grados de libertad asociados con cada suma de cuadrados

$$3^2(n - 1) = (n3^2 - 1) - (3 - 1)(3 - 1) - (3 - 1) - (3 - 1)$$

Tabla 2-3: ANOVA para el diseño factorial 3²

FV	SC	GL	CM	F ₀	Valor-p
A	SC _A	2	CM _A	CM _A / CM _E	P(F > F ₀)
B	SC _B	2	CM _B	CM _B / CM _E	P(F > F ₀)
AB	SC _{AB}	2	CM _{AB}	CM _{AB} / CM _E	P(F > F ₀)
Error	SC _E	3 ² (n-1)	CM _E		
Total	SC _T	n3 ^k -1			

Nota: FV: Fuente de variabilidad; SC: Suma de cuadrados; GL: Grados de libertad; CM: Cuadrados medios; F₀: Estadístico de prueba; Valor-p: Significancia observada; A y B: Factores; K: número de tratamientos; n: Niveles.

Fuente: (Gutiérrez & Salazar, 2008, p. 5).

Realizado por: Paucar, Christian, 2022.

3.7.2. Según la manipulación de variables

La investigación es tipo experimental: cuasi-experimental debido a que no se va a manipular todas las variables, únicamente se va a controlar las variables del diseño experimental.

Variable independiente

- Concentración de ácido clorhídrico
- Concentración de hidróxido de sodio

Variable dependiente

- Masa de policloruro de aluminio

Planteamiento de la hipótesis

Factor A

H₀: Las diferentes concentraciones de ácido clorhídrico sí influye en la síntesis de policloruro de aluminio.

H₁: Las diferentes concentraciones de ácido clorhídrico no influye en la síntesis de policloruro de aluminio.

Factor B

H₀: Las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio sí influye en la síntesis de policloruro de aluminio.

H₁: Las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio no influye en la síntesis del policloruro de aluminio.

Interacción AB

H₀: Las diferentes concentraciones de ácido clorhídrico y las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio si influye en la síntesis de policloruro de aluminio.

H₁: Las diferentes concentraciones de ácido clorhídrico y las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio no influye en la síntesis de policloruro de aluminio.

3.8. Localización del estudio

La presente investigación se realiza en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, ubicado en la Panamericana Sur km 1 1/2, Riobamba – Ecuador, 1°39'29"S 78°40'35"O en los siguientes laboratorios: Análisis Instrumental, Química General, calidad del agua y laboratorio de investigación de la Facultad de Ciencias, laboratorio de Materiales de la Facultad de Mecánica y finalmente en el Laboratorio de Materia Condensada del Departamento de Física de la Escuela Politécnica Nacional.

3.9. Población, tamaño y método de muestreo de estudio

La población de estudio de esta investigación son las latas de bebidas alcohólicas como materia prima para la síntesis del policloruro de aluminio, el cual fueron recolectadas en distintos lugares donde las personas desechan estos residuos inorgánicos de manera incontrolada, como en las avenidas, parques, etc. Se trabajó con 20 latas de bebidas alcohólicas, el cual son tratadas con una mezcla de tolueno y cloro metano 70: 30 respectivamente para así extraer la pintura. Además, se utilizó acetona para la eliminación de los restos de barniz.

Para la síntesis de policloruro de aluminio, el tamaño de la muestra es finito, usando 90 g de aluminio reciclado que fueron tratadas con ácido clorhídrico para la respectiva disolución y una base como el hidróxido de sodio para la correspondiente polimerización. La recolección de datos será mediante la observación y análisis de las técnicas analíticas como FT-IR, SEM-EDS y XDR para la respectiva investigación.

La muestra que se estudió fue no probabilística, ya que se obtendrá una cantidad que se desconoce de cloruro de aluminio y policloruro de aluminio a partir de las latas de bebidas alcohólicas, por ende, la selección de la muestra depende del analista, teniendo en consideración que la muestra de cada uno de los experimentos planteados en el diseño experimental debe ser representativa para poder realizar los respectivos análisis en el laboratorio.

3.10. Técnica de recolección de datos

En el presente trabajo de investigación los datos son obtenidos de manera experimental mediante el uso de reactivos, materiales y equipos de laboratorio. Cabe recalcar que, para la respectiva síntesis del policloruro de aluminio, se indagó la información necesaria para realizar los posteriores análisis y comparaciones con investigaciones realizadas previamente.

El presente Trabajo de Investigación se desarrolló en tres etapas:

- a) Disolución de ácido clorhídrico a diferentes concentraciones junto con las latas de aluminio para la obtención de cloruro de aluminio hexahidratado.

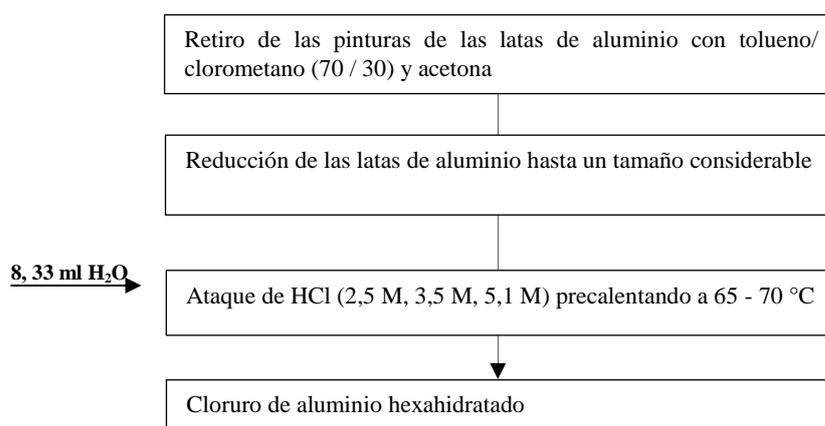
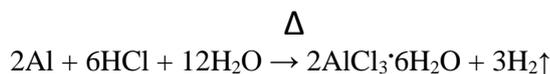


Ilustración 1-3: Diagrama de flujo para la respectiva síntesis de cloruro de aluminio hexahidratado.

Realizado por: Paucar, Christian, 2022.

Etapa 1: Síntesis de cloruro de aluminio hexahidratado (Proceso mediante gráficos, anexo C)

Para la síntesis de cloruro de aluminio hexahidratado, se toma en consideración las latas de aluminio, previamente eliminadas las pinturas con tolueno/diclorometano (70 / 30) y acetona, por tanto, se realiza el ataque con ácido clorhídrico precalentado a diferentes concentraciones (descrito los cálculos en el anexo A) en constante agitación magnética.



- Disolver 500 ml de tolueno y diclorometano en una relación de (70 / 30) y atacar a las latas de aluminio previamente recortadas hasta un tamaño de 10 cm x 3 cm y dejar reposar por 24 horas, posteriormente empezar a retirar las pinturas con la ayuda de una espátula. Inmediatamente en 100 ml de acetona se retira el barniz presente en el interior de las latas, y finalmente empezar a recortar hasta un tamaño considerable de 3 mm x 3 mm.

Nota: Estos reactivos no es necesario que posean un alto grado de pureza debido a su toxicidad.

- Preparación de soluciones de ácido clorhídrico de 500 ml a 2.5, 3.5 y 5.1 M. Cada preparación se debe dividir para 3 dando una solución para cada muestra de 166.67 HCl (véase el Anexo A1).
- Pesar 10 g de aluminio y disolver en 166.67 ml HCl 2.5, 3.5 y 5.1 M precalentada a 65-70 °C en constante agitación magnética. Esta disolución debe realizarse en una campana de extracción de vapores, permitiendo que los gases se desprendan hasta que se disuelva todo el aluminio.

Nota: Se agregan aproximadamente 5 % (p/p), para el caso de esta investigación se añadió 8.33 ml de agua destilada, para así mantener el equilibrio térmico durante la adición del ácido.

- Filtrar las muestras de tricloruro de aluminio hexahidratado.
 - Medir en una probeta el tricloruro de aluminio hexahidratado y anotar su volumen.
- b)** Disolución de tricloruro de aluminio hexahidratado con hidróxido de sodio a diferentes concentraciones para la respectiva polimerización.

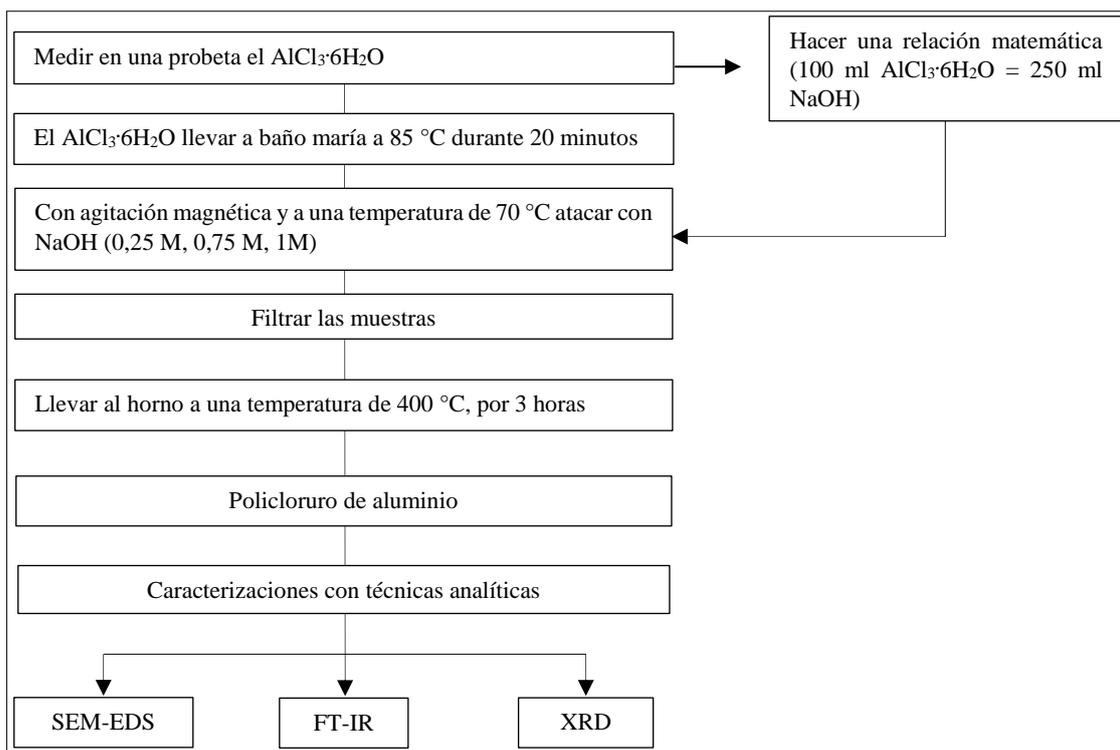
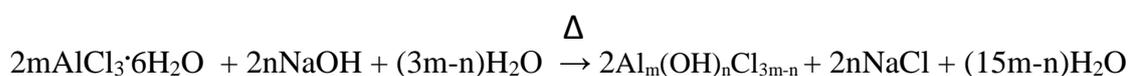


Ilustración 2-3: Diagrama de flujo para la respectiva síntesis y caracterización de policloruro de aluminio

Realizado por: Paucar, Christian, 2022.

Etapa 2: Síntesis de policloruro de aluminio (Proceso mediante gráficos en el anexo D)

Para la síntesis de policloruro de aluminio, se toma en consideración el volumen de cloruro de aluminio hexahidratado, previamente obtenido en la etapa 1 y disolver con hidróxido de sodio a diferentes concentraciones (cálculos en el anexo A2) manteniendo la agitación magnética a una temperatura 70 °C, esto permite la formación de cadenas poliméricas entre las especies iónicas mononucleares a través de grupos –OH debido a la neutralización, en los que el oxígeno comparte únicamente ligandos con el Al⁺³ dando como resultado la presencia de dímeros, trímeros, etc.,



- Medir en una probeta el triclorigenato de aluminio hexahidratado y anotar su volumen. Posteriormente, hacer una relación matemática (100 ml AlCl₃·6H₂O = 250 ml NaOH) para así determinar el volumen de hidróxido de sodio para la respectiva síntesis (Cálculo Anexo 2).
- Colocar en un vaso de precipitación el volumen de AlCl₃·6H₂O obtenido en la etapa 1 y llevar a baño maría a una temperatura de 75-80 °C durante 20 minutos.

- Atacar lentamente el NaOH 0.25, 0.75 y 1.0 M de acuerdo al volumen obtenido en el paso 1, a la solución de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ manteniendo la temperatura de 70 °C en constante agitación magnética.
- El policloruro de aluminio líquido se recolecta y se lleva al horno a una temperatura de 400 °C durante 3 horas.

Nota: En el Anexo E se puede observar la aplicación en el agua cruda de la muestra PAC 1

Etapa 3. Caracterización mediante técnicas analíticas como: espectroscopia Infrarroja FT-IR, microscopía electrónica de barrido con espectroscopia de energía dispersiva SEM-EDS y difracción de rayos X a las 9 muestras de policloruro de aluminio, cabe mencionar que se analizaron la primera réplica.

- **Espectroscopia Infrarroja FT-IR**

Esta caracterización se realizó en un espectrofotómetro infrarrojo de marca JASCO modelo FT/IR-100, en donde se colocó una pequeña porción de policloruro de aluminio en polvo, sobre la porta muestra; un haz de luz infrarroja incidió sobre la muestra, dando como resultado un barrido a una longitud de onda de $4000\text{-}550\text{ cm}^{-1}$, para así pasar por un detector y finalmente a una CPU, en donde se ilustra el espectro IR.

- **Microscopía electrónica de barrido con espectroscopia de energía dispersa SEM-EDS**

El análisis se llevó a cabo en un microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM-IT 100; en la porta muestra se colocó una cinta de carbono previamente impregnada con polvo fino de las 4 muestras sintetizadas (PAC 1, PAC 3, PAC 7 y PAC 9) seleccionadas por el investigador, luego se colocó el porta muestra en la zona del objetivo debajo del caño de electrones, puesto que este hace incidir un haz de electrones sobre el objeto produciendo imágenes de alta resolución, para obtenerlas es necesario enfocar con los lentes del equipo y en la CPU se obtendrán las imágenes, para ello se seleccionó un rango en específico de muestra a analizar a 100 μm y 20 μm , además se efectuó el EDS de las dos muestras con la finalidad de obtener datos semicuantitativos de las cantidades de metales presentes en los catalizadores, con sus respectivas gráficas.

- **Difracción de rayos X XRD**

Esta caracterización se basa en la identificación de fases y los parámetros cristalográficos presentes en las 9 muestras. Por ende, las muestras se analizaron en polvo, el cual se utilizó un difractómetro Bruker D2 Phaser con detector LYNXEYE XE-T (1D-mode) con una fuente de rayos X, con radiación Cu K α (30 kV y 10 mA) equipado con un porta muestras estándar Bruker (C79298A3244D82/D84). El sistema óptico está compuesto por un sistema de rendijas, seguido de una rendija de divergencia de 1 mm, situadas delante de la muestra, y un sistema de pantalla de dispersión de aire de 1.00 mm. Las muestras sólidas se analizaron en el rango de $2\theta = 5^\circ - 60^\circ$, con incremento 0.02° , con un tiempo por paso 0.25 s/paso y la apertura del detector (PSD Opening) 2.5° , cabe mencionar que no se hizo rotación de la muestra durante la adquisición del difractograma.

El software utilizado para los respectivos análisis es Match, pues, compara el patrón de difracción de muestras en polvo con una base de datos que contiene patrones de referencia para identificar las fases que están presentes. Además de este análisis cualitativo, también se puede realizar un análisis cuantitativo (empleando el refinamiento de Rietveld). Puede configurar y ejecutar fácilmente los refinamientos de Rietveld desde Match!, y los cálculos reales se realizan automáticamente, utilizando el conocido programa Full Prof. (de J. Rodríguez Carvajal) en segundo plano.

Equipos

Los equipos utilizados en la síntesis de policloruro de aluminio son; mufla, balanza analítica RADWAG modelo A3 220.R2, agitador magnético con imán, centrífuga, baño maría, termómetro digital. Para la caracterización de PAC se empleó un espectrofotómetro infrarrojo JASCO modelo FT/IR-100, un microscopio de barrio electrónico de marca JEOL modelo JSM-IT100 y un difractómetro de rayos X modelo Bruker D2 Phaser con detector LYNXEYE XE-T (1D-mode).

Materiales

Espátula, crisoles, varilla de agitación, vasos de precipitación de 250, 500 y 1000 ml, Erlenmeyer de 500 y 1000 ml, pipeta de 1 y 10 ml, vidrio reloj, probeta de 100 y 250 ml, balón de aforo de 100, 250 y 500 ml.

Reactivos

Hidróxido de sodio (NaOH), ácido clorhídrico (HCl), tolueno (C₆H₅CH₃), diclorometano (CH₂Cl₂) y acetona (CH₃COCH₃).

CAPÍTULO IV

4. MARCO DE ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presenta los resultados obtenidos de policloruro de aluminio de diferentes caracterizaciones como: FT-IR, SEM-EDS y XRD.

Se toma en consideración las diferentes concentraciones tanto de HCl como de NaOH, la razón de HCl 2.5 M con diferentes concentraciones de NaOH: 0.25, 0.75 y 1 M, en donde se analizan las muestras PAC 1, PAC 2 y PAC 3. Por otro lado, la razón de HCl 3.5 M con concentraciones de NaOH: 0.25, 0.75 y 1 M, el cual se analiza las muestras PAC 4, PAC 5 y PAC 6. Finalmente, la razón de HCl 5.1 M con concentraciones de NaOH: 0.25, 0.75 y 1 M, se analizan las muestras PAC 7, PAC 8 y PAC 9.

4.1. Análisis de espectroscopia FT-IR

El aluminio es la especie predominante en el PAC, pues, al estar presentes moléculas -OH debido a la neutralización, se estima la presencia de dímeros, trímeros, etc., dando como especie principal al Al_{13} . Este ion de elevada carga positiva está rodeado por cuatro grupos triméricos planos $[Al_3(OH)_6]$, que están unidos a un sitio central de $Al(O)_4$, a través de cuatro puentes oxo -O-. Así pues, los puentes oxo e hidroxilo están presente en la mayoría de las especies poliméricas de aluminio, por tanto, en los espectros FT-IR de PAC aparecen bandas asociadas con las vibraciones de OH del agua o los puentes de hidroxilo junto con las vibraciones del enlace Al-O (Tzoupanos, Zouboulis & Tsoleridis, 2009, p.35; Tzoupanos & Zouboulis, 2011, p. 3618). La muestra PAC 5 (ilustración 6-4 b) posee una longitud de onda de, 3471.24 cm^{-1} perteneciente al rango de $3500\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$, característico a las frecuencias del grupo -OH de la complejación Al-OH (Wang et al., 2011, p.706). Los picos de 3378.67 cm^{-1} (PAC 3) y 3359.39 cm^{-1} (PAC 5) (ilustración 6-4 a y 6-4 b) son asociaciones a las vibraciones de estiramiento -OH con la vibración de flexión del agua absorbida, pues, según Chen et al. (2015, p. 4) los números de onda entre $3450\text{ y }3350\text{ cm}^{-1}$ posee agua absorbida, polimerizada y cristalizada. Simultáneamente, en el rango de $3369\text{-}3334\text{ cm}^{-1}$ existe una vibración de estiramiento del grupo -OH a una longitud de onda de, 3343.96 cm^{-1} (PAC 1) (ilustración 6 - 4 a) (Yang et al. 2019, p.7). Por otro lado, la banda de absorción de, 3286.11 cm^{-1} (PAC 4, ilustración 6-4 b), 3255.25 cm^{-1} (PAC 9, ilustración 6-4 c) corresponde al estiramiento de O-H (Guo, et al., 2021, p. 9) sin embargo, para Nandiyanto, Oktiani, & Ragadhita (2019, p. 104) estas longitudes de onda afirma la existencia de H_2O y -OH. El pico con número de onda de 1639.2 cm^{-1} (PAC 2, PAC 3 y PAC 9, ilustración 6-4 a y 6-4 c) y 1635.34 cm^{-1} (PAC 1, PAC 5 y PAC 7, ilustración 6-4 a, 6-4 b y 6-4 c) son las vibraciones de las moléculas de agua atribuidas en la estructura Al_{13} (Kloprogge

& Frost, 1999, p. 1365; Klopogge, Ruan & Frost, 2001, p. 605). Según Chen et al. (2015, p. 4) en el rango entre 1099–1137 cm^{-1} con números de onda de 1133.94 cm^{-1} (PAC 8), 1126.22 cm^{-1} (PAC 3 y PAC 4) y 1122.39 cm^{-1} (PAC 2), como se puede observar en la ilustración 6-4 a, 6-4 b y 6-4 c, son atribuidos a vibraciones asimétricas de enlaces Fe-OH-Fe y Al-OH-Al, y el pico de número de onda de 1003.08 cm^{-1} (PAC 9) corresponde a un enlace vibratorio Al-OH (Leetmaa, et al., 2014, p. 212). El pico 625.79 cm^{-1} (PAC 6) posee un estiramiento simétrico del compuesto aluminato (AlO_4^-) (Teagarden, et al., 1981, p.760), 617.109 cm^{-1} (PAC 2) es atribuido a la estructura pseudoboehmite AlOOH (Liu, et al., 2012, p. 728). El pico de absorción 597.897 cm^{-1} (PAC 7) es característico del cloruro hidratado (Kong et al. 2022, p. 11) y el número de onda de 574.683 cm^{-1} (PAC 8) y 582.397 cm^{-1} (PAC 5) podría asignarse a la vibración de estiramiento de enlaces Al-O (Chen, et al., 2015, p. 4).

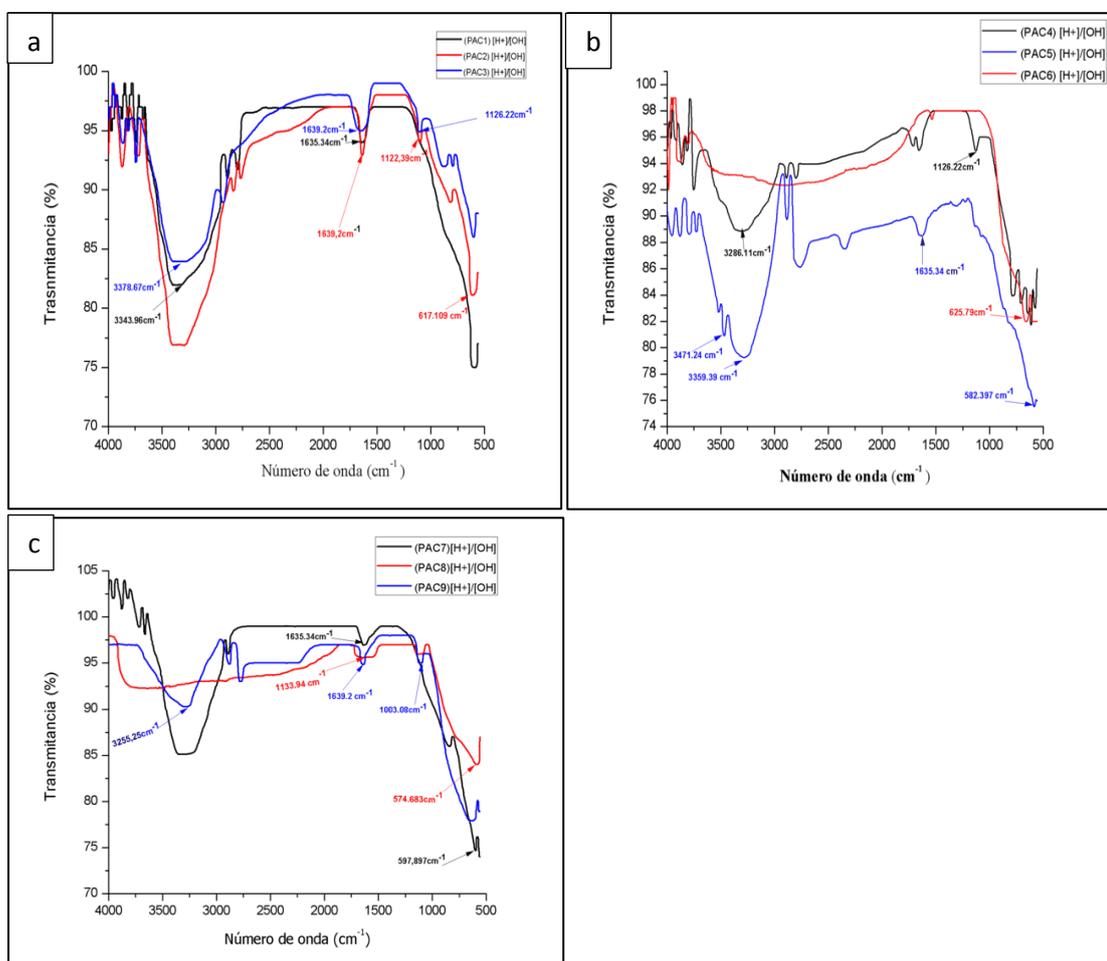


Ilustración 1-4: Espectros infrarrojos de la relación de diferentes concentraciones tanto de HCl como de NaOH. a) PAC 1, PAC 2 y PAC 3, b) PAC 4, PAC 5 y PAC 6, c) PAC 7, PAC 8 y PAC 9.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

La ilustración 6-4 b y 6-4 c se puede apreciar que en la muestra PAC 6 y PAC 8 no posee una banda de estiramiento en el rango de absorción de 3500 cm^{-1} y 3200 cm^{-1} debido a que no se ha formado un complejo Al-OH de la especie polimérica (Gu, et al., 2018, p. 2; Wang, et al., 2011, p.706).

Se tomó en consideración las vibraciones presentes en el policloruro de aluminio, por tal motivo, algunos picos no fueron considerados en los respectivos análisis, debido a que, pertenecen a otras moléculas que no son característicos a las frecuencias de onda de PAC. Por tal motivo, las muestras PAC 1, PAC 5 y PAC 7 (ilustración 6-4 a, 6-4 b, 6-4 c) poseen frecuencias de onda pertenecientes al policloruro de aluminio, en otras palabras, la vibración de 3471.24 cm^{-1} (PAC 5) es el estiramiento de hidroxilo -OH de la especie polimérica y 1635.34 cm^{-1} (PAC 1, PAC 5 y PAC 7) son característicos a las vibraciones OH del agua o los hidroxilos junto con las vibraciones del enlace Al-O (Tzoupanos & Zoouboulis, 2010, p.344; Zhou, et al., 2014, p. 7).

4.2. Difracción de rayos X (XRD)

Para poder identificar la composición cristalina de policloruro de aluminio y los diferentes compuestos presentes en las 9 muestras, se presenta a continuación las caracterizaciones de difracción de rayos X.

El policloruro de aluminio posee un alto contenido de Al_{13} (Gao et al., 2005a, p. 143) pequeñas cantidades de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y cloruro de sodio debido a la neutralización durante la síntesis (Tzoupanos, Zouboulis & Tsoleridis, 2009, p. 34). En particular, los picos representativos en los 9 difractogramas, poseen ángulos de alta intensidad muy cercanos a 27° , 31° y 45° respectivamente, característicos a los ángulos investigados por Yang, et al. (2021, p. 3), pues, son picos representativos de la halita. Según Gao et al. (2005b, p. 145) redacta que el cloruro de sodio es sensible a la caracterización de difracción de rayos X e incluso un contenido muy bajo de NaCl puede dar señales bastante fuertes, por lo que los picos aparecen para todas las muestras analizadas en el rango de $2\theta > 25^\circ$.

En las 9 muestras de policloruro de aluminio se analiza el porcentaje de cada compuesto y el grado de cristalinidad, pues, según Tolkou & Zouboulis (2020, p. 10) identificaron tres compuestos específicos en el coagulante pre-polimerizado, como es el caso de cloruro de sodio (NaCl), cloruro de aluminio hexahidratado ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) y un compuesto con trece átomos de aluminio ($\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}(\text{OH})_{24} \cdot 37.5\text{H}_2\text{O}$), como se puede observar en la ilustración 7-4.

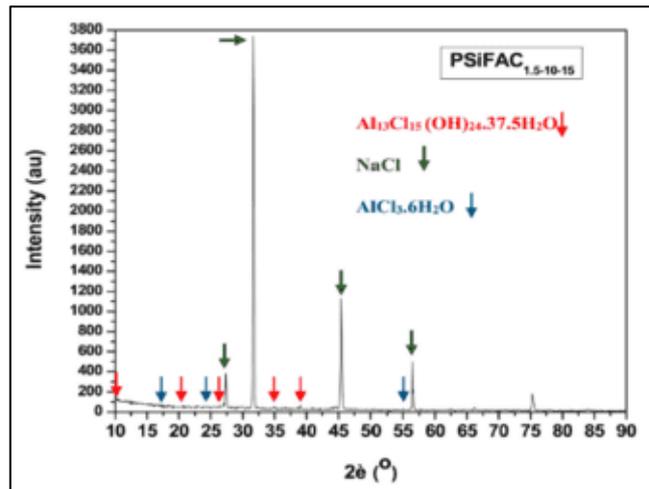


Ilustración 2-4: Diagrama de difracción de rayos X con los tres compuestos identificados en la muestra del coagulante pre-polimerizado.

Fuente: (Tolkou & Zouboulis, 2020, p. 10).

El análisis realizado en el software Match nos proporciona el porcentaje de cada compuesto presente en las 9 muestras con sus respectivos parámetros cristalográficos, sin embargo, según Vizcaíno (2014, p. 36) el análisis Rietveld permite dar un ajuste de intensidades acorde al difractograma de las muestras analizadas en polvo, no obstante, para Putz (2013, p. 64) el refinamiento Rietveld reduce al mínimo la diferencia entre el patrón de difracción experimental y el calculado.

Las ilustraciones 8-4, 9-4 y 10-4 proporciona los resultados de la relación de la acidez y la basicidad $[H^+]/[OH^-]$ en las muestras de policloruro de aluminio sintetizadas. En efecto, el difractograma experimental se encuentra representado de color azul, mientras que las distintas fases varían de colores (NaCl = rojo, $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ = verde, $Al_{13}Cl_{15}H_{98}O_{61}$ = café). La diferencia entre el patrón de difracción experimental y el calculado está representado de color celeste. Finalmente, el refinamiento Rietveld R-Bragg (verde limón) indica el ajuste del modelo de fase a los datos experimentales del policloruro de aluminio sintetizado.

La ilustración 8-4 a (PAC 1) contiene 45 % NaCl, 3.0 % $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ y 52 % $Al_{13}Cl_{15}H_{98}O_{61}$. El refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 47.2 % a las fases cristalinas con la muestra experimental debido a la presencia de ruido. La ilustración 7-4 b (PAC 2) contiene 57.8 % NaCl, 3.2 % $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ y 39 % $Al_{13}Cl_{15}H_{98}O_{61}$ el refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 66.5 % a las fases cristalinas con la muestra experimental debido a la presencia de ruido. Además, la ilustración 8-4 c (PAC 3) contiene 48.3 % NaCl, 3.3 % $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ y 48.4 % $Al_{13}Cl_{15}H_{98}O_{61}$ el refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 69.2 % a las fases cristalinas con la muestra

experimental debido a la presencia de ruido. Así pues, la muestra PAC 1 posee una mayor cantidad del compuesto $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ con un porcentaje de 52 %.

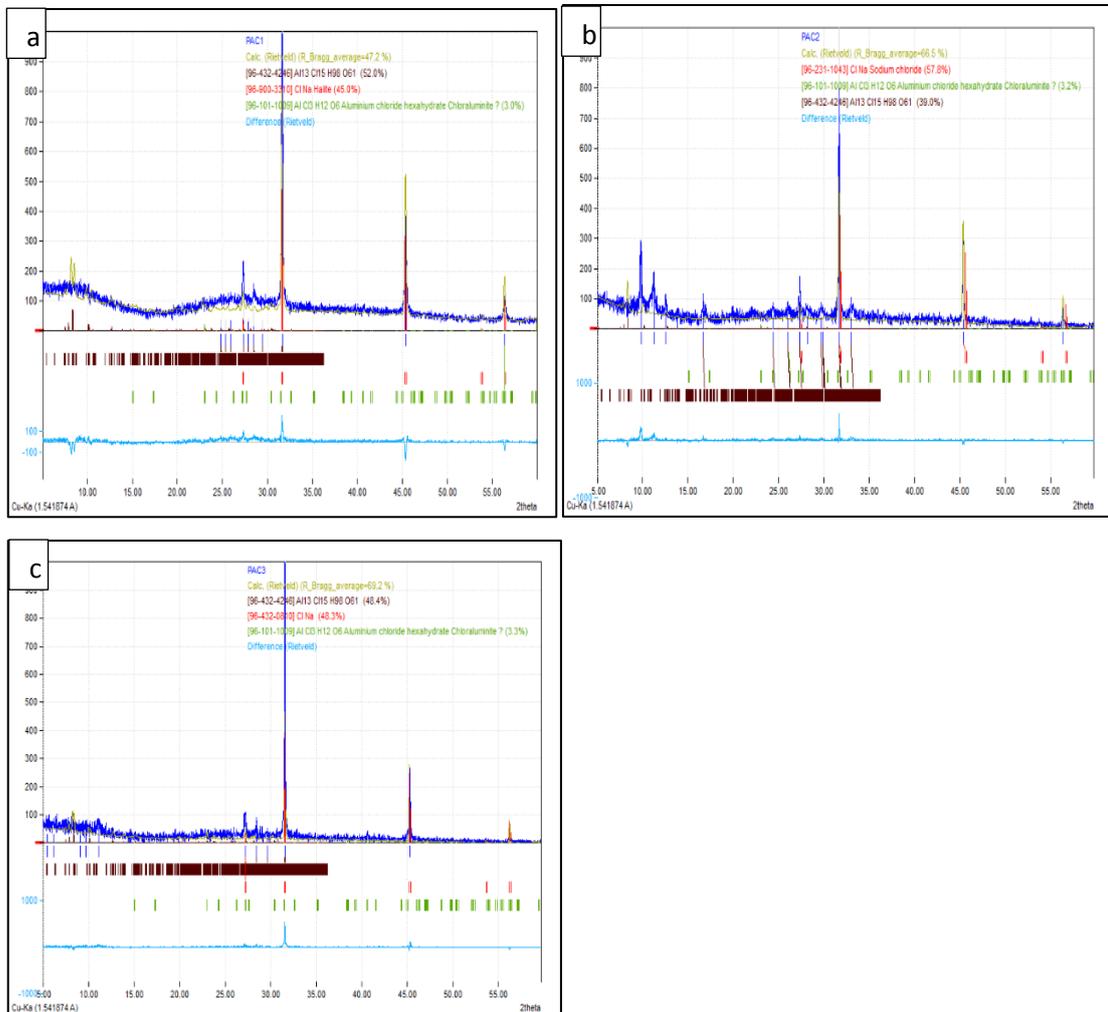


Ilustración 3-4: Espectros de difracción de rayos X de diferentes concentraciones de HCl y de NaOH a) PAC 1 b) PAC 2 y c) PAC 3.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

La ilustración 9-4 a (PAC 4) contiene 52.7 % NaCl, 4.3 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y 43 % $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ el refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 68.3 % a las fases cristalinas con la muestra experimental debido a la presencia de ruido. La ilustración 9-4 b (muestra PAC 5) contiene 83.4 % NaCl, 2.0 % $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y 14.7 % $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ el refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 59.1 % a las fases cristalinas con la muestra experimental debido a la presencia de ruido. Además, la ilustración 9-4 c (muestra PAC 6) contiene 58 % NaCl, 3.9 % $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y 38.2 % $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ el refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 62.1 % a las fases cristalinas con la muestra experimental debido a la presencia de ruido. Así pues, la muestra PAC 1 posee una mayor cantidad del compuesto $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ con un porcentaje de 43 %.

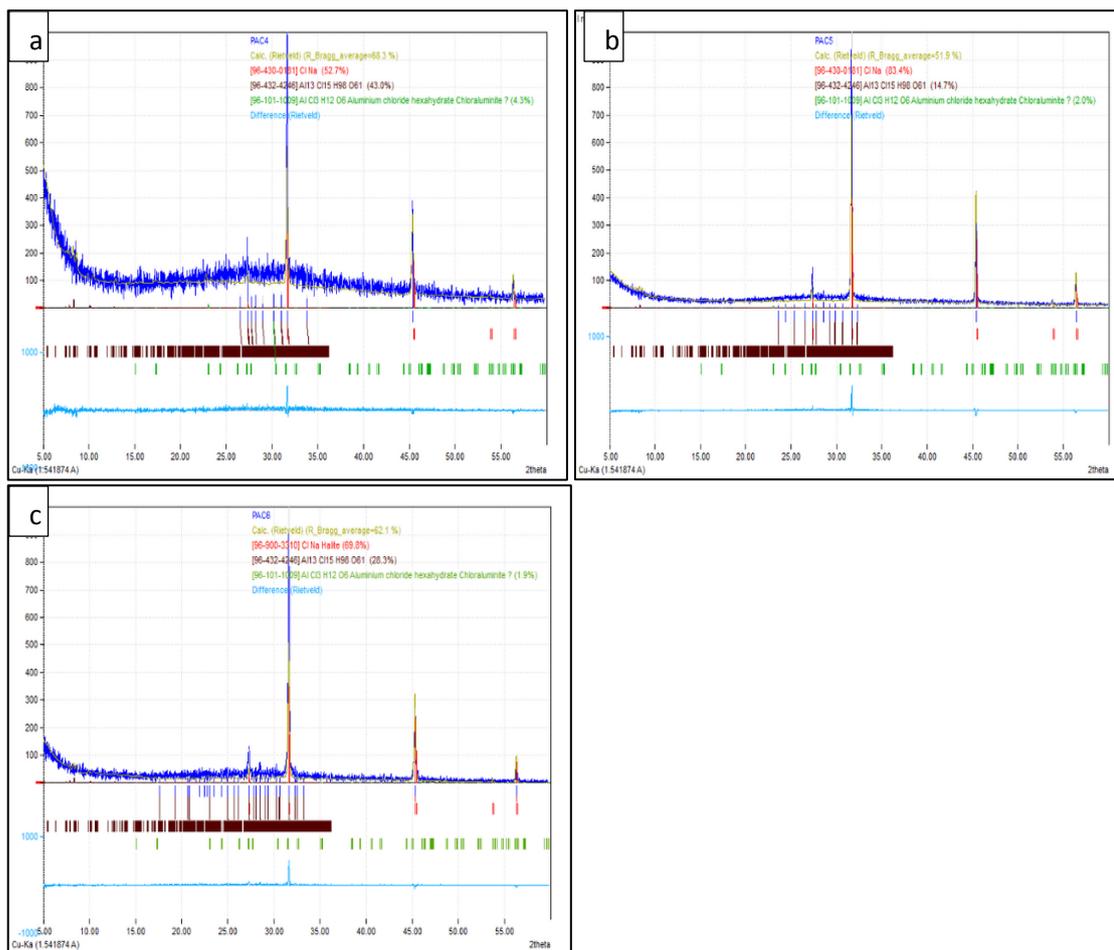


Ilustración 4-4: Espectros de difracción de rayos X de diferentes concentraciones de HCl y de NaOH a) PAC 4 b) PAC 5 y c) PAC 6.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

La ilustración 10-4 a (muestra PAC 7) posee 23.9 % NaCl, 10.4 % $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y 65.7 % $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ el refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 77.2 % a las fases cristalinas con la muestra experimental debido a la presencia de ruido. En consecuencia, la ilustración 10-4 b (muestra PAC 8) posee 78.6 % NaCl, 2.0 % $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y 19.4 % $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ el refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 63.0 % a las fases cristalinas con la muestra experimental debido a la presencia de ruido. Además, la ilustración 10-4 c (muestra PAC 9) posee 69.8 % NaCl, 1.9 % $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y 28.3 % $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ el refinamiento Rietveld R-Bragg se ajusta en un 68.7 % a las fases cristalinas con la muestra experimental debido a la presencia de ruido. Así pues, la muestra PAC 7 posee una mayor cantidad del compuesto $\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$ con un porcentaje de 65.7 %.

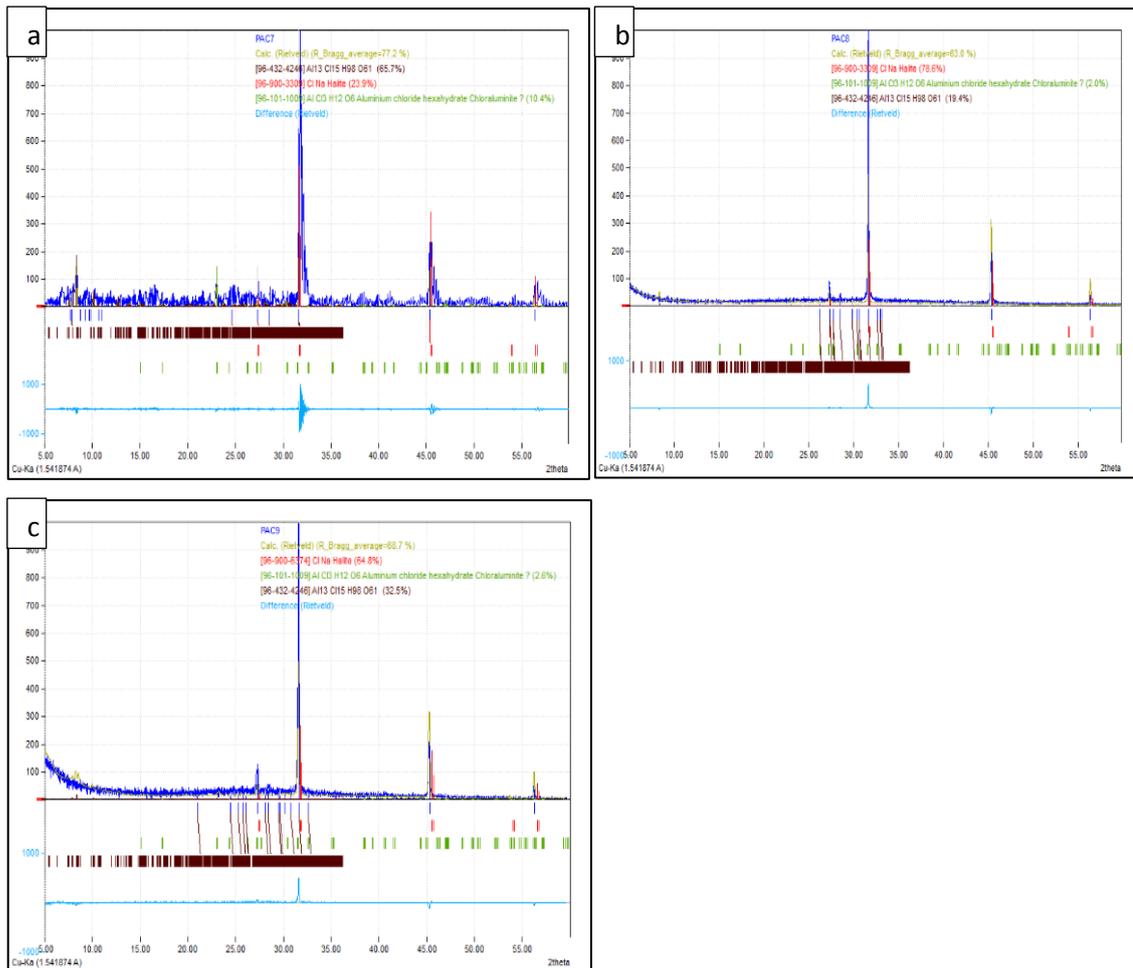


Ilustración 5-4: Espectros de difracción de rayos X de diferentes concentraciones de HCl y de NaOH a) PAC7 b) PAC8 y c) PAC9.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

En la tabla 5 - 4 se puede observar los resultados de la relación de la acidez y la basicidad $[H^+]$ / $[OH^-]$ con respecto a la obtención de Al_{13} . De este modo, se puede observar que el mejor rendimiento de Al_{13} es la relación de 5.1 M HCl y 0.25 M NaOH (PAC 7) con un resultado de 65.7 % $Al_{13}Cl_{15}H_{98}O_{61}$, según Romero et al.(2007, pp. 18-19) la cantidad de pH permite la configuración tetraédrica del aluminio, a octaédrica, ocasionando una mejor formación del polímero.

Tabla 1-4: Porcentaje de Al₁₃ de las 9 muestras analizadas a través de difracción de rayos X, con base en la relación de la basicidad y la acidez.

		Concentración de HCl [M]		
		2.5	4	5.1
Concentración de NaOH [M]	0.25	52	43	65.7
	0.75	39	14.7	19.4
	1.0	48.4	38.2	28.3

Realizado por: Paucar Christian, 2022

Tabla 2-4: Parámetros cristalográficos de las nueve muestras de policloruro de aluminio

Muestra	Grupo espacial	Parámetros de celda unitaria	Sistema cristalino	Análisis de cristalinidad
PAC 1	P mmm	a= 21.9056 (Å), b= 7.25611 (Å), c= 3.70871 (Å) $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Ortorrómico	Grado de cristalinidad: 38.30 % Contenido amorfo: 61.70 %
PAC 2	P-1	a= 9.28682 (Å), b= 13.6602 (Å), c= 10.3068 (Å) $\alpha = 87.866^\circ$ $\beta = 48.522^\circ$ $\gamma = 84.394^\circ$	Triclínico	Grado de cristalinidad: 38.17 % Contenido amorfo: 61.83 %
PAC 3	P1 2/m1	a= 15.4948 (Å), b= 7.21256 (Å), c= 9.56388 (Å) $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 101.666^\circ$	Monoclínico	Grado de cristalinidad: 52.81 % Contenido amorfo: 47.19 %
PAC4	P1 2/m1	a= 7.44452 (Å), b= 16.248 (Å), c= 6.9645 (Å) $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 94.0981^\circ$	Monoclínico	Grado de cristalinidad: 21.99 % Contenido amorfo: 78.01 %
PAC 5	P -1	a= 3.93664 (Å), b= 4.03509 (Å), c= 11.4584 (Å) $\alpha = 88.545^\circ$, $\beta = 96.387^\circ$ $\gamma = 68.841^\circ$	Triclínico	Grado de cristalinidad: 27.70 % Contenido amorfo: 72.30 %
PAC 6	No definido	No definido	No definido	Grado de cristalinidad: 44.36 % Contenido amorfo: 55.64 %
PAC 7	No definido	No definido	No definido	Grado de cristalinidad: 35.25 % Contenido amorfo: 64.75 %
PAC 8	P1 2/m1	a=17.4684(Å), b=3.43479(Å), c=6.48905 (Å) $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 93.8731^\circ$	monoclínico	Grado de cristalinidad: 35.42 % Contenido amorfo: 68.58 %
PAC9	P mmm	a= 17.3496 (Å), b= 13.9075 (Å), c= 5.9922(Å) $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Ortorrómico	Grado de cristalinidad: 40.70 % Contenido amorfo: 59.30 %

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

Fuente: Software match, 2013.

En la tabla 6-4 se puede analizar los siguientes parámetros cristalográficos de las 9 muestras de PAC. En particular, citando a Seichter et al. (1998, p. 797) los parámetros cristalográficos de $[Al_{13}(OH)_{24}(H_2O)_{24}]Cl_{15} \cdot 13H_2O$ son: grupo espacial $P21/c$, sistema cristalino monoclinico, celda unitaria $a = 13.901 \text{ \AA}$, $b = 23.483 \text{ \AA}$, $c = 22.345 \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$ y $\beta = 90.36^\circ$. Cabe mencionar que, el ion $Al_{13}O_{14}(OH)_{24}(H_2O)_{12}^{7+}$ es la principal especie en el policloruro de aluminio, sin embargo, al no existir esta molécula en la base de datos en el software Match, se tomó en consideración el compuesto $[Al_{13}(OH)_{24}(H_2O)_{24}]Cl_{15} \cdot 13H_2O$ para los respectivos análisis.

4.3. Caracterización por microscopía electrónica de barrido con análisis de energía dispersiva por rayos X (SEM-EDS)

La Microscopía Electrónica de Barrido con Análisis de Energía Dispersiva por Rayos X proporciona el análisis morfológico de la muestra junto con la identificación y cuantificación de químicos presentes en concentraciones detectables (Nasrazadani & Hassani, 2016, p. 43). Se analiza la cuantificación elemental en el policloruro de aluminio con su respectiva micrografía, pues, se toma en consideración la relación de la acidez y basicidad de 4 muestras

La ilustración 11-4 se puede apreciar el resultado del análisis elemental de la muestra PAC 1 en la relación de HCl 2.5 M / NaOH 0.25 M. La ilustración 12-4 se puede apreciar el resultado del análisis elemental de la muestra PAC 3 en la relación de HCl 2.5 M / NaOH 1.0 M. La ilustración 13-4 se puede apreciar el resultado del análisis elemental de la muestra PAC 7 en la relación de HCl 5.1 M / NaOH 0.25 M. Finalmente, en la gráfica 14-4 se puede apreciar el resultado del análisis elemental de la muestra PAC 9 en la relación de HCl 5.1 M / NaOH 1.0 M. Las gráficas anteriormente mencionadas muestran el espectro de la caracterización SEM-EDS, en el que se visualiza la presencia de elementos característicos de policloruro de aluminio como Al, Cl, Na, O y algunas impurezas en donde el cloro y el sodio hace evidencia a la presencia de la sal (cloruro de sodio) debido a la neutralización (Sna, et al., 2020, p. 11). En la tabla 7-4 se puede observar la composición química en porcentaje atómico de cada elemento presente en las 4 muestras.

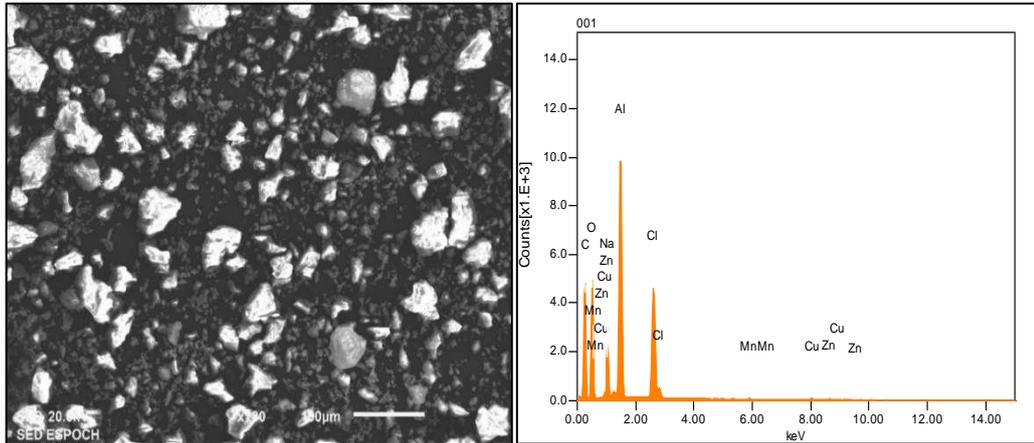


Ilustración 6-4: Análisis SEM-EDS de la muestra PAC 1; voltaje de 20.00 kV con una magnificación de x180 a 100 μm.

Fuente: ESPOCH, 2022.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

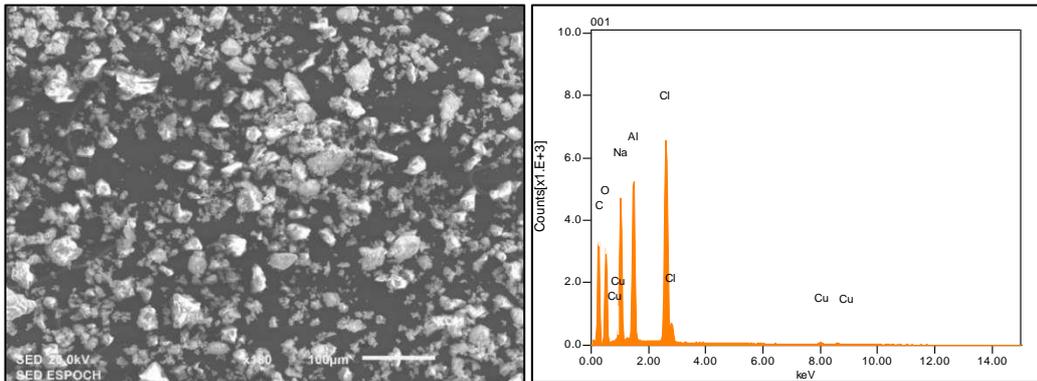


Ilustración 7-4: Análisis SEM-EDS de la muestra PAC 3; voltaje de 20.00 kV con una magnificación de x180 a 100 μm.

Fuente: ESPOCH, 2022.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

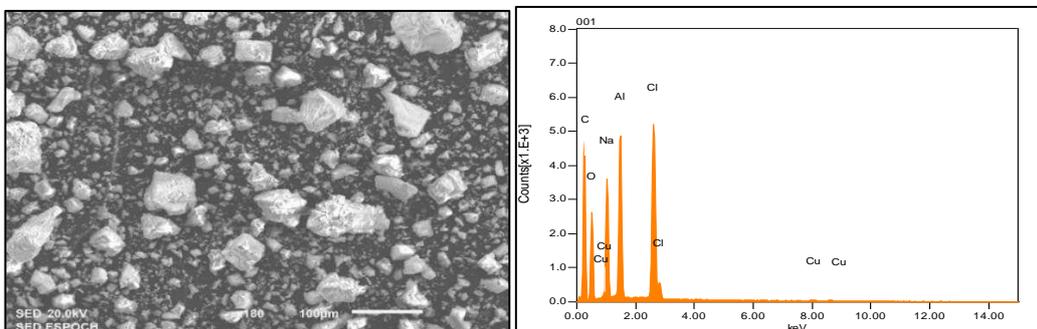


Ilustración 8-4: Análisis SEM-EDS de la muestra PAC 7; voltaje de 20.00 kV con una magnificación de x180 a 100 μm.

Fuente: ESPOCH, 2022.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

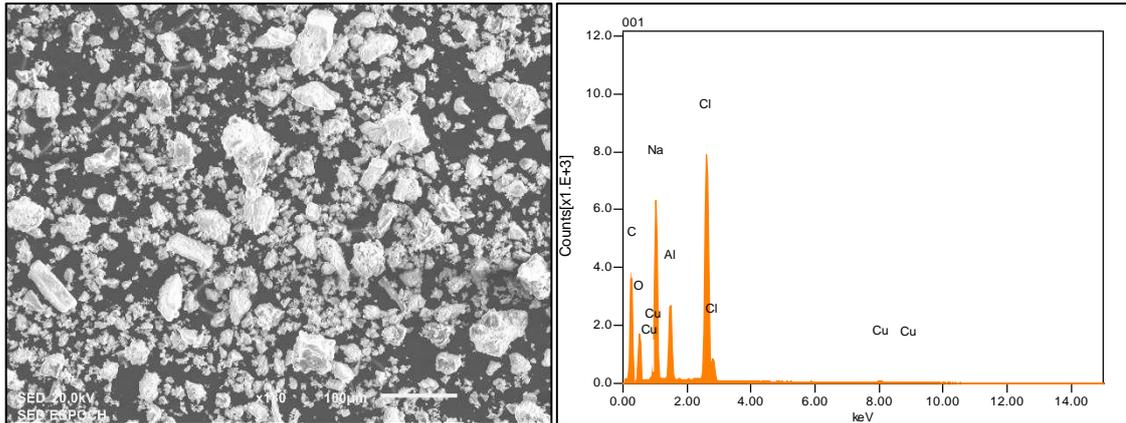


Ilustración 9-4: Análisis SEM-EDS de la muestra PAC 9; voltaje de 20.00 kV con una magnificación de x180 a 100 μ m.

Fuente: ESPOCH, 2022.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

Tabla 3-4: Análisis cuantitativo del porcentaje elemental de las 4 muestras de policloruro de aluminio

Muestra	%O	%Na	%Al	%Cl	%Mn	%Cu	%Zn
PAC1	31.37	2.81	6.18	2.83	0.04	0.15	0.13
PAC3	23.17	5.17	3.51	3.62	-----	0.12	-----
PAC7	25.56	6.90	4.02	4.81	-----	0.14	-----
PAC9	16.54	8.6	2.01	5.68	-----	0.16	-----

Fuente: ESPOCH, 2022.

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

4.4. Análisis y discusión del diseño experimental de la investigación.

4.4.1. Variables

4.4.1.1. Variable Independiente

- Concentración de ácido clorhídrico
- Concentración de hidróxido de sodio

4.4.1.2. Variable dependiente

- Masa de policloruro de aluminio

4.4.2. Planteamiento de la hipótesis

4.4.2.1. Factor A

- **H₀:** Las diferentes concentraciones de ácido clorhídrico si influye en la síntesis de policloruro de aluminio.
- **H₁:** Las diferentes concentraciones de ácido clorhídrico no influye en la síntesis de policloruro de aluminio.

4.4.2.2. Factor B

- **H₀:** Las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio si influye en la síntesis de policloruro de aluminio.
- **H₁:** Las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio no influye en la síntesis del policloruro de aluminio.

4.4.3. Interacción AB

- **H₀:** Las diferentes concentraciones de ácido clorhídrico y las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio si influye en la síntesis de policloruro de aluminio.
- **H₁:** Las diferentes concentraciones de ácido clorhídrico y las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio no influye en la síntesis de policloruro de aluminio.

4.4.4. Modelo estadístico

$$Y_{ijk} = \mu + \gamma_i + \delta_j + (\gamma\delta)_{ij} + \varepsilon_{ijk}$$

Con $i = 1,2,3; j = 1,2,3; k = 1, \dots, n$

Donde:

- Y_{ijk} es la respuesta para la k-ésima del nivel i de la concentración de ácido clorhídrico y j de la concentración de hidróxido de sodio
- μ es el efecto medio global de policloruro de aluminio
- γ_i es el efecto del factor de la concentración de ácido clorhídrico en su nivel i
- δ_j representa el efecto del factor de la concentración de hidróxido de sodio en su nivel j
- $(\gamma\delta)_{ij}$ es el efecto de interacción de ambos factores en los niveles ij
- ε_{ijk} = el término de error
- n es el número de repeticiones de cada tratamiento

Tabla 4-4: Resultados obtenidos de la síntesis de policloruro de aluminio (gramos) con relación a la concentración de HCl y a la concentración de NaOH

Factores					
	Niveles	Factor B: Concentración de hidróxido de sodio (M)			Total Yi..
		b ₀ = 0,25	b ₁ = 0,75	b ₂ = 1	
Factor A: concentración de ácido clorhídrico (M)	a ₀ = 2,5	21.32	21.106	20.95	91.896
		0	0	0	
		8	10.2	10.32	
	a ₁ = 3,5	15.51	19.41	27.86	96.41
		8.23	0	0	
		8.37	7.8	9.23	
	a ₂ = 5.1	35.42	11.56	21.475	109.635
		12	0	0	
		9.23	9.45	10.5	
	Total Y_{.j}	118.08	79.526	100.335	Total = 297.941

Realizado por: Paucar Christian, 2022

- **Suma cuadrados**

Efecto A

$$SC_A = \sum_{i=1}^a \frac{Y_{i..}^2}{bn} - \frac{Y_{...}^2}{N} = \sum_{i=1}^2 \frac{(91.896)^2 + (96.41)^2 + (109.635)^2}{3 \times 3} - \frac{(297.941)^2}{3 \times 3 \times 3} = 18.88$$

Efecto B

$$SC_B = \sum_{j=1}^b \frac{Y_{.j}^2}{an} - \frac{Y_{...}^2}{N} = \sum_{j=1}^2 \frac{(118.08)^2 + (79.526)^2 + (100.335)^2}{3 \times 3} - \frac{(297.941)^2}{3 \times 3 \times 3} = 82.75$$

Efecto AB

$$SC_{AB} = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \frac{Y_{ij}^2}{n} - \frac{Y_{...}^2}{N} - SC_A - SC_B =$$

$$SC_{AB} = \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^2 \frac{(29.32)^2 + (31.306)^2 + (31.27)^2 + (32.11)^2 + (27.21)^2 + (37.09)^2 + (56.65)^2 + (21.01)^2 + (31.975)^2}{3} - \frac{(297.941)^2}{3 \times 3 \times 3} - 18.88 - 82.75$$

$$SC_{AB} = 156.53$$

- **Suma de cuadrados totales**

$$SC_T = \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n Y_{ijk}^2 - \frac{Y_{\dots}^2}{N} =$$

$$SC_T = \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^2 \sum_{k=1}^3 5568.892 - \frac{(297.941)^2}{3 \times 3 \times 3} = 2281.16$$

- **Error aleatorio**

$$SC_E = SC_T - SC_A - SC_B - SC_{AB}$$

$$SC_E = 2281.16 - 18.88 - 82.75 - 156.53$$

$$SC_E = 2023$$

Tabla 5-4: ANOVA para el diseño factorial 3²

FV	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F ₀	Valor-p
A	18,88	2	9,44	0,084	0,92
B	82,75	2	41,375	0,37	0,697
AB	156,53	4	39,133	0,35	0,842
Error	2023	18	112,39		
Total	2581,16	26			

Nota: F₀: Estadístico de prueba; Valor-p: Significancia observada; A: concentración de ácido clorhídrico; B: concentración de hidróxido de sodio

Realizado por: Paucar Christian, 2022.

4.4.5. Análisis del estudio estadístico

La Tabla 9-4, muestra el análisis de varianza ANOVA donde indica lo siguiente: con un nivel de significancia del 5 % se concluye que las diferentes concentraciones del ácido clorhídrico si influye en la síntesis del policloruro de aluminio debido a que el valor $p = 0,92 > \alpha = 0,05$. También se concluye que las diferentes concentraciones de hidróxido de sodio si influye en la síntesis de policloruro de aluminio debido a que el valor $p = 0,697 > \alpha = 0,05$. Por último, para la interacción AB; como el valor de $p = 0,842 > \alpha = 0,05$ se acepta la Ho y se concluye que las diferentes concentraciones del ácido clorhídrico y las diferentes concentraciones del hidróxido de sodio si influye en la síntesis de policloruro de aluminio.

4.4.6. *Discusión*

La síntesis de policloruro de aluminio ha sido de gran interés para muchos investigadores, debido a la formación de especies de aluminio de alta valencia (Cheng et al., 2017, p. 896). El PAC se puede obtener de muchas formas, tales como descomposición térmica, electrólisis, reactor de membrana y disolución ácido/base (Li et al., 2010, p. 64). La disolución ácido/base es el foco de esta investigación, de modo que, la síntesis de cloruro de aluminio ha sido corroborado con los análisis realizados por Romero et al. (2007, p. 18) en donde la reacción de aluminio reciclado y ácido clorhídrico, mediante agitación magnética, genera un proceso exotérmico y espontáneo el cual la temperatura de reacción es controlada a 70-80 °C. Para la formación del respectivo polímero, es menester agregar una base a la solución de cloruro de aluminio, pues, en esta investigación se utiliza NaOH en un baño maría hasta alcanzar la temperatura de 80°C. Cabe recalcar, que las concentraciones de NaOH y HCl fueron controladas por el investigador. En cambio, Cheng et al. (2017, p. 897-898) enfatiza que la producción de PAC es añadir lentamente la base (NaOH) a la solución de cloruro de aluminio a una velocidad de 0.2 ml / min, manteniendo la temperatura de 30 °C, tomando en consideración el valor de $B = 2.5$ que es la relación de hidróxido de sodio y la concentración de aluminio total.

El policloruro de aluminio, al ser un polímero inorgánico, contiene compuestos catiónicos, siendo el principal compuesto el $Al_{13}O_{14}(OH)_{24}(H_2O)_{12}^{7+}$ (abreviado Al_{13}) (Hu et al, 2006, p. 325). Como expresa Johansson (1960, p. 771-772) al agregar álcali, como el hidróxido de sodio a la solución de cloruro de aluminio, se forma complejos polinucleares, es decir, grupos de oxígeno de aluminio discretos, cada uno de los cuales contiene $12AlO_6$ octaedros que comparten bordes de O_1-O_1 y O_2-O_2 y con un átomo de aluminio adicional en el centro de un tetraedro de átomos de oxígeno, comúnmente denominado Al_{13} . En el espectro FT-IR de PAC se puede observar bandas de vibraciones del enlace Al-O, debido a la presencia de enlaces oxo (O-O) y grupos hidroxilo que están junto con la especie de aluminio (Tzoupanos, Zouboulis & Tsoleridis, 2009, p.35).

De acuerdo con Tzoupanos, Zouboulis & Tsoleridis (2009, p.34) la caracterización XRD a través de data base se ha evidenciado la presencia de tres compuestos como: NaCl, $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ y un compuesto con 13 átomos de aluminio ($Al_{13}Cl_{15}H_{98}O_{61}$), en particular, durante la neutralización en la síntesis de PAC se forma cloruro de sodio, pues, esta sal al ser muy sensible a la caracterización de difracción de rayos X, se evidencia cristales en todas las muestras en los ángulos de 27°, 32°, 46° y 57°. Así, pues, en las 9 muestras de policloruro de aluminio se caracteriza los parámetros cristalográficos y se evidencia los tres compuestos anteriormente mencionados, con sus respectivos porcentajes. Finalmente, se corrobora el porcentaje elemental de las 4 muestras de PAC mediante la caracterización de SEM-EDS, como lo plantea Sna, et al. (2020, p. 11) se evidencia

Al, Cl, Na y O característicos de policloruro de aluminio en donde el cloro y el sodio hace notar la presencia de la sal (cloruro de sodio) debido a la neutralización.

El análisis estadístico ANOVA mediante el diseño factorial 3^2 demuestra que las distintas concentraciones de ácido clorhídrico y las distintas concentraciones de hidróxido de sodio si influye en las síntesis de policloruro de aluminio, pues, las concentraciones de HCl influye en la disolución de aluminio reciclado, por consiguiente, la concentración de hidróxido de sodio si influye en la formación de las respectivas especies iónicas para la respectiva polimerización, según Romero, et al.(2007, p. 18-19) la cantidad de pH permite la configuración tetraédrica del aluminio, a octaédrica, ocasionando una mejor formación del polímero.

CAPÍTULO V

5. MARCO PROPOSITIVO

5.1. Propuesta

El uso de aluminio secundario provee beneficios ambientales, económicos y sociales, por tal motivo, las latas de refrescos son considerados como envases ecológicos debido a la elevada cantidad de aluminio que existe en estos materiales. Para la recuperación de este metal no ferroso mediante la respectiva fundición de la chatarra, únicamente se utiliza el 5% de energía, pues, durante esta transformación, el aluminio no pierde sus propiedades químicas, sin embargo, debido al poco valor que se le da a la chatarra a base de aluminio, estos residuos sólidos inorgánicos se encuentran presente en los ecosistemas de manera incontrolada. Por esta razón, en esta investigación se empleó las latas de aluminio, como fuente de materia prima para la síntesis de PAC, considerando la hipótesis planteada, en cuanto a la influencia de las diferentes concentraciones durante la disolución ácido/base. Para la síntesis se hace uso de un reactivo no oxidante como el ácido clorhídrico (HCl) junto con el aluminio reciclado, el cual, genera iones aluminio Al^{+3} , de modo que, al usar el hidróxido de sodio (NaOH) se obtiene el correspondiente polímero a condiciones controladas. Al realizar las caracterizaciones con distintas técnicas analíticas, se comprueba la existencia del polímero sintetizado, pues, mediante SEM-EDS se detalla el análisis cuantitativo del porcentaje atómico, en donde se evidenció los elementos característicos de policloruro de aluminio, finalmente al realizar la técnica de difracción de rayos X se analizó las distintas fases de compuestos químicos presentes en las muestras.

Por tal motivo, este trabajo de investigación se enfoca en la síntesis de un polímero inorgánico a partir de las latas de aluminio, promoviendo así la investigación de productos básicos a partir del reciclaje. Cabe recalcar que, el policloruro de aluminio es muy escaso y utilizado como coagulante en las plantas de tratamientos de agua potable, pues, ayuda a la remoción de impurezas coloidales y sólidos suspendidos en el agua cruda, debido a su elevada carga iónica por la naturaleza polimérica en comparación con otros coagulantes inorgánicos.

CONCLUSIONES

- El policloruro de aluminio es sintetizado mediante la disolución ácido/base, de manera que, se analizó la disolución de las latas de aluminio reciclado con HCl a diferentes concentraciones, por ende, se comprobó que la mejor concentración para la respectiva disolución es de 5.1 M a condiciones controladas, en donde, la temperatura se mantuvo a 85 °C en constante agitación magnética, permitiendo así, la observación de una reacción exotérmica y espontánea, dando lugar a la formación de cloruro de aluminio hexahidratado, pues, para la respectiva polimerización se empleó NaOH manteniendo la temperatura a 70 °C en constante agitación magnética, el cual, se realizó una relación matemática 100 ml $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 250$ ml NaOH, en donde la cantidad de la base va a depender del cloruro de aluminio hexahidratado sintetizado en la primera fase, dando lugar a la formación de cadenas poliméricas entre las especies iónicas mononucleares a través de grupos -OH en los que el oxígeno comparte únicamente ligandos con el Al^{+3} .
- Las diferentes caracterizaciones se empleó con el fin de corroborar los análisis realizados en otras investigaciones, de este modo, al realizar la razón ácido/base y mediante el uso de FT-IR se comprueba la existencia de vibraciones de puentes oxo e hidroxilo característico de PAC, por ende, las muestras PAC 1, PAC 5 y PAC 7 se evidenció la formación de un complejo Al-OH de la especie polimérica, pues, el número de onda de 3471.24 cm^{-1} se observó picos característicos al grupo hidroxilo -OH y la banda de 1635.34 cm^{-1} presentó vibraciones -OH del agua o de los hidroxilos junto con las vibraciones del enlace Al-O, simultáneamente, los picos de 609.396 cm^{-1} , 597.897 cm^{-1} y 582.397 cm^{-1} están relacionados con la vibración Al-O y el estiramiento Al-OH-Al. La técnica analítica de difracción de rayos X, a través del refinamiento Rietveld, se redujo al mínimo la diferencia entre el patrón de difracción experimental y el calculado, permitiendo así, demostrar los parámetros cristalográficos en las 9 muestras sintetizadas junto con las distintas fases de compuestos con sus respectivos porcentajes, como: cloruro de sodio, cloruro de aluminio hexahidratado y un compuesto con trece átomos de aluminio ($\text{Al}_{13}\text{Cl}_{15}\text{H}_{98}\text{O}_{61}$).
- Finalmente, a través del análisis SEM-EDS se evidenció la composición química en porcentaje elemental, presente en las 4 muestras característico de PAC, como aluminio, cloro, sodio, oxígeno y algunas impurezas, en donde el cloro y el sodio hace evidencia a la presencia de la sal (cloruro de sodio) debido a la neutralización.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda agregar el hidróxido de sodio a la solución de cloruro de aluminio, a una velocidad de 0.2 mlmin^{-1} a la temperatura ambiente y en constante agitación magnética, pues, cuando la hidrólisis es lenta, el Al_{13} es la especie predominante y puede descomponerse en monómero con estructura octaédrica.
- Se recomienda utilizar la técnica de resonancia magnética nuclear para así poder caracterizar las especies poliméricas de aluminio presentes en el PAC.
- Se recomienda separar la especie Al_{13} de policloruro de aluminio por precipitación con sulfato o algún otro método para así disminuir la cantidad de cloruro de sodio presente en las muestras debido a que es muy sensible a la técnica analítica de difracción de rayos X.
- En esta investigación se hizo uso de compuestos orgánicos como el tolueno, diclorometano y acetona para la eliminación de las pinturas de las latas de aluminio, pues, son sustancias cancerígenas y tóxicas, además, de que no fueron tan eficaces para el retiro de las pinturas de las latas metálicas, por tanto, se recomienda hacer uso de la biotecnología en cuanto al cultivo de microorganismos acidófilos tales como *Acidithiobacillus ferrooxidans*, *Acidithiobacillus thiooxidans* y *Acidithiobacillus caldus* para un mejor aprovechamiento de este metal no ferroso mediante la biolixiviación.

GLOSARIO

Centrifugación: proceso en el cual las partículas se separan de un fluido por la acción de la fuerza centrífuga (Martinez y Pariona, 2021, p. 33).

Evaporación: operación unitaria que consiste en la adición de calor a una solución para evaporar el disolvente que por lo general es el agua (Martinez y Pariona, 2021, p. 33).

Hidrolisis de sales: cuando las sales se disuelven se establece un equilibrio entre los iones de la sal y los del agua, y la solución que resulta puede ser neutra, alcalina o acida, según al grupo que pertenece la sal (Martinez y Pariona, 2021, p. 33).

Precipitación: en la precipitación se da la adición de productos químicos con el objetivo de alterar el estado físico de los sólidos disueltos y en suspensión, y de facilitar su sedimentación (Martinez y Pariona, 2021, p. 33).

Coagulación: Proceso de desestabilización química de las partículas coloidales, dicha desestabilización ocurre cuando se neutralizan las fuerzas que las mantiene separadas (Martinez y Pariona, 2021, p. 33).

BIBLIOGRAFÍA

ALAVA BARCO, Edgar Alberto; & VILLAMAR PÉREZ, Patricio Andrés. Diseño y estudio de factibilidad para la creación de una planta fundidora de aluminio reciclado en la Provincia del Guayas [en línea] (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Escuela Superior Politécnica del Litoral, Guayaquil, Ecuador. 2015, pp. 3-4 [Consulta: 05 Septiembre 2022] Disponible en: <https://dspace.espol.edu.ec/retrieve/91653/D-CD88233.pdf>.

GAO, Bao-Yu; CHU, Yong-Bao; YUE, Qin-Yan; WANG, Bing-Jian; & WANG, Shu Guang. Characterization and coagulation of a polyaluminum chloride (PAC) coagulant with high Al_{13} content. *Journal of Environmental Management* [en línea], 2005, (China) 76(2), p. 143. [Consulta: 12 Noviembre 2022] ISSN 03014797. Disponible en: <https://scihub.st/10.1016/j.jenvman.2004.12.006>.

GAO, Bao-Yu; CHU, Yong-Bao; YUE, Qin-Yan; WANG, Bing-Jian; & WANG, Shu-Guang. Characterization and coagulation of a polyaluminum chloride (PAC) coagulant with high Al_{13} content. *Journal of Environmental Management* [en línea], 2005, (China) 76(2), p. 144. [Consulta: 12 Noviembre 2022] ISSN 03014797. Disponible en: <https://scihub.st/10.1016/j.jenvman.2004.12.006>.

GAO, Bao-Yu; CHU, Yong-Bao; YUE, Qin-Yan; WANG, Bing-Jian; & WANG, Shu-Guang. Characterization and coagulation of a polyaluminum chloride (PAC) coagulant with high Al_{13} content. *Journal of Environmental Management* [en línea], 2005, (China) 76(2), p. 145. [Consulta: 12 Noviembre 2022] ISSN 03014797. Disponible en: <https://scihub.st/10.1016/j.jenvman.2004.12.006>.

BEGUM, Shakila. Recycling of aluminum from aluminum cans. *Journal of the Chemical Society of Pakistan* [en línea], 2013, (Pakistan), 35(6), pp. 1490-1491. [Consulta: 30 Junio 2022] ISSN 02535106. Disponible en: https://www.researchgate.net/profile/Shakila-Begum/publication/281908624_Recycling_Of_Aluminum_from_Aluminum_Cans/links/57c0017608aed246b0f7dfbf/Recycling-Of-Aluminum-from-Aluminum-Cans.pdf.

BELLOTTI, Camila; & IRIGO, Ornella Belén. Producción de policloruro de aluminio a partir de aluminio secundario [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel) Universidad Tecnológica Nacional. Facultad regional Villa María, Córdoba, Argentina 2018, p. 17 [Consulta: 30 Junio 2022]. Disponible en: [https://ria.utn.edu.ar/xmlui/bitstream/handle/20.500.12272/3367/Producción de policloruro de](https://ria.utn.edu.ar/xmlui/bitstream/handle/20.500.12272/3367/Producción%20de%20policloruro%20de%20aluminio%20a%20partir%20de%20aluminio%20secundario.pdf)

aluminio a partir de aluminio secundario_Bellotti Irigo Simo.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

BELLOTTI, Camila; & IRIGO, Ornella Belén. Producción de policloruro de aluminio a partir de aluminio secundario [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Universidad Tecnológica Nacional. Facultad regional Villa María, Córdoba, Argentina. 2018, pp. 61-63. [Consulta: 30 Junio 2022]. Disponible en: [https://ria.utn.edu.ar/xmlui/bitstream/handle/20.500.12272/3367/Producción de policloruro de aluminio a partir de aluminio secundario_Bellotti Irigo Simo.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://ria.utn.edu.ar/xmlui/bitstream/handle/20.500.12272/3367/Producción%20de%20policloruro%20de%20aluminio%20a%20partir%20de%20aluminio%20secundario_Bellotti%20Irigo%20Simo.pdf?sequence=1&isAllowed=y).

BIN MOKAIZH, Aiman Awadh ;& BINTI HAJI Jun Haslinda. Waste recycling technologies for nanomaterials manufacturing: Manufacturing of nanoalumina by recycling of Aluminium Cans Waste Aiman. *Springer Nature Switzerland* [en línea]. 2021. p. 853. [Consulta: 30 Octubre 2022]. Disponible en: https://sci-hub.se/10.1007/978-3-030-68031-2_2.

CASTILLO ESTEVEZ, Jesica Leticia ; MARTINEZ MARTINEZ, Maritza; & ROJA PEREZ Juan. Factibilidad Técnico Económica de una Planta Recicladora para la producción de aluminio secundario [en línea] (Trabajo de titulación). (Tercer Nivel). Instituto Politécnico Nacional. Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas. Ciudad de México, México. 2014. p. 10. [Consulta: 30 Octubre 2022] Disponible en: <https://tesis.ipn.mx/bitstream/handle/123456789/17211/25-1-16704.pdf?sequence=1&isAllowed=y>.

CHANG, Raymond; & GOLDSBY, Ken. *Química* [en línea]. Undecima edición. China: McGrawHill ediciones. 2013. [Consulta: 30 Octubre 2022]. Disponible en: https://www.academia.edu/37843971/Quimica_11va_Edicion_Raymond_Chang_FREEL.

CHEN, W.; ZHENG, H.; ZHAI, J.; WANG, Y.; XUE, W.; TANG, X.; ZHANG, Z.; & SUN, Y. Characterization and coagulation–flocculation performance of a composite coagulant: poly-ferric-aluminum-silicate-sulfate. *Desalination and Water Treatment* [en línea], 2015, (China), 56(7), p. 4. [Consulta: 30 Octubre 2022] ISSN 19443986. Disponible en: <https://sci-hub.se/http://doi.org/10.1080/19443994.2014.958109>.

CHENG, W.P.; CHUNG, C.Y.; YU, R.F.; & CHEN, C.F. Component Comparison of Polyaluminum Chloride Produced from Various Methods. *World Academic of Science, Engineering and Technology* [en línea], 2017, (China), 11(7), p. 896. [Consulta: 30 Mayo 2022]. ISNI: 0000000091950263. Disponible en: https://www.academia.edu/78739995/Component_Comparison_Of_Polyaluminum_Chloride

_Produced_From_Various_Methods.

CHENG, W.P.; CHUNG, C.Y.; YU, R.F.; & CHEN, C.F. Component Comparison of Polyaluminum Chloride Produced from Various Methods. *World Academic of Science, Engineering and Technology* [en línea], 2017, (China), 11(7), pp. 897-898 [Consulta: 30 Mayo 2022]. ISSN: 0000000091950263. Disponible en:https://www.academia.edu/78739995/Component_Comparison_Of_Polyaluminum_Chloride_Produced_From_Various_Methods.

CLAVIJO, Josué. Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Elementos* [en línea], (2013), (Colombia) 3(3), p. 134. [Consulta: 30 Agosto 2022]. ISSN 2027-923X. Disponible en: <https://journal.poligran.edu.co/index.php/elementos/article/view/420/397>.

CLAVIJO, Josué. Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Elementos* [en línea], (2013), (Colombia) 3(3), p. 136. [Consulta: 30 Agosto 2022]. ISSN 2027-923X. Disponible en: <https://journal.poligran.edu.co/index.php/elementos/article/view/420/397>.

ELIZALDE PIN , Stalin Omar. Diseño de un cuadro de mando integral mediante Microsoft Excel para optimizar el rendimiento del proceso en el área de fundición de la Corporación Ecuatoriana de Aluminio Cedral S.A. [en línea] (Trabajo de titulación). (Tercer Nivel). Universidad Técnica de Cotopaxi. Latacunga, Cotopaxi, 2021, pp. 8-9. [Consulta: 30 Octubre 2022]. Disponible en: <http://repositorio.utc.edu.ec/bitstream/27000/8303/1/PI-001839.pdf>.

ERAZO SORIA, Clara Alejandra. Diseño de una Planta de recuperación de aluminio de los empaques tipo Blister usados por la industria farmacéutica [en línea] (Trabajo de titulación). (Tercer Nivel). Escuela Politécnica Nacional. Quito, Ecuador, 2015, p. 56. [Consulta: 30 Octubre 2022] Disponible en: <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/10956>

EUROPEAN ALUMINIUM. *Recycling aluminium: A pathway to a sustainable economy.* [blog] [Consulta: 13 Mayo 2022]. Disponible en: https://european-aluminium.eu/media/3421/ea_recycling-brochure-2016.pdf

FURU Trond, TELIOUI Nadia , BEHRENS Carl , HASENCLEVER Jochen and SCHAFFER Paul. Trace elements in aluminium alloys: their origin and impact on processability and product properties. *Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys*

[en línea], 2010, (Japón) p. 285 Disponible en: <https://aluminium-guide.com/wp-content/uploads/2019/09/KL-10.pdf>

GARRIDO MORENO, María del Carmen Campo. Obtención de cloruro y sulfato de aluminio a partir de las latas de aluminio [en línea] (Trabajo de titulación). (Tercer Nivel). Universidad Nacional Autónoma de México. Cuautitlan Izcalli, México. 2004. p. 21. [Consulta: 12 Julio 2022]. Disponible en: https://ru.dgb.unam.mx/handle/DGB_UNAM/TES01000330334

GARRIDO MORENO, María del Carmen Campo. Obtención de cloruro y sulfato de aluminio a partir de las latas de aluminio [en línea] (Trabajo de titulación). (Tercer Nivel). Universidad Nacional Autónoma de México. Cuautitlan Izcalli, México. 2004. pp. 25-31. [Consulta: 12 Julio 2022]. Disponible en: https://ru.dgb.unam.mx/handle/DGB_UNAM/TES01000330334

GREEN, Jhon. *Aluminum Recycling and Processing* [en línea]. Ellicott City, United States of America: ASM International ediciones. 2007. [Consulta: 12 Julio 2022]. Disponible en: <https://vdocuments.mx/aluminum-recycling-and-processing-for-energy-conservation-and-sustainability-55cb768ff046f.html?page=1>.

GUO, Jiaming; et al. 2022. Recovering precipitates from dechlorination process of saline wastewater as poly aluminum chloride. *Chemical Engineering Journal* [en línea], vol. 427, no. May 2021, pp. 131612. ISSN 1385-8947. Disponible en: <https://sci-hub.st/https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.131612>

GU, Bin; et al. Synthesis, characterization and properties of a glycol-coordinated ϵ -Keggin-type Al_{13} chloride. *The Royal Society of Chemistry* [en línea], 2018, 54(33), p. 2. [Consulta: 30 Junio 2022]. ISSN 1364548X. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.1039/c8cc01363b>.

HASAN FERHOOD, Makki; et al. Using aluminum refuse as a coagulant in the coagulation and flocculation processes. *Iraqi Journal of Chemical and Petroleum Engineering* [en línea], 2010, (Iraq) 11(3), p. 16. [Consulta: 30 Octubre 2022] ISSN 1997-4884. Disponible en: <https://www.iasj.net/iasj/download/b073761ea0c49848>.

HOLZSCHUH, G., DÖRR, D., MORAES, J. & GARCIA, S. Metal matrix production: Casting of recycled aluminum cans and incorporation of rice husk ash and magnesium. *Journal of Composite Materials* [en línea], 2020, (Brazil) 54(22,) p. 3. [Consulta: 30 Octubre 2022] ISSN 1530793X. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.1177/0021998320911964>.

HU, C., LIU, H., QU, J., WANG, D. & RU, J. Coagulation behavior of aluminum salts in eutrophic water: Significance of Al₁₃ species and pH control. *Environmental Science and Technology* [en línea], 2006, (China) 40(1) p. 325. [Consulta: 30 Octubre 2022] ISSN 0013936X. Disponible en: <https://sci-hub.st/https://doi.org/10.1021/es051423+>.

JERINA, L., MEDVED, J., GODEC, M. & VONČINA, M. Influence of the specific surface area of secondary material on the solidification process and microstructure of aluminium alloy AA7075. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* [en línea], 2018 (Hungría) 134(1), pp. 455-456. [Consulta: 5 Octubre 2022]. ISSN 15882926. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.1007/s10973-018-7425-2>.

JIA, Z., HE, F. & LIU, Z. Synthesis of polyaluminum chloride with a membrane reactor: Process characteristics and membrane fouling. *Journal of Environmental Sciences* [en línea], 2011 (China) 23(11), p. 1794. [Consulta: 20 julio 2022]. ISSN 10010742. Disponible en: [https://sci-hub.st/http://dx.doi.org/10.1016/S1001-0742\(10\)60614-6](https://sci-hub.st/http://dx.doi.org/10.1016/S1001-0742(10)60614-6).

JOHANSSON, G. On the Cristal Structures of Some Basic Aluminium Salts. *Act Chem. Scand* [en línea], 1960, (Estados Unidos) 14(3), pp. 771-772. [Consulta: 4 Noviembre 2022]. Disponible en: http://actachemscand.org/pdf/acta_vol_14_p0771-0773.pdf.

KLOPROGGE, J.T. & FROST, R.L. Raman and infrared spectroscopic investigation of the neutralisation of aluminium in the presence of monomeric orthosilicic acid. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. [en línea], 1999, (Australia) 55(7-8), p. 1365. [Consulta: 25 Noviembre 2022]. ISSN 13861425. Disponible en: [https://sci-hub.se/https://doi.org/10.1016/S1386-1425\(98\)00324-2](https://sci-hub.se/https://doi.org/10.1016/S1386-1425(98)00324-2).

KLOPROGGE, J.T., RUAN, H. & FROST, R.L. Near-infrared spectroscopic study of basic aluminum sulfate and nitrate. *Journal of Materials Science*. [en línea], 2001, (Australia) 36(3), pp. 605. [Consulta: 25 Noviembre 2022]. ISSN 00222461. Disponible en: <https://sci-hub.se/https://doi.org/10.1023/A:1004860118470>.

KONG, D., ZHOU, Z., SONG, S., FENG, S., LIAN, M. & JIANG, R. Preparation of Poly Aluminum-Ferric Chloride (PAFC) Iron Content Coal Gangue. *Materials*. [en línea], 2022, (China) 15(6) p. 11. [Consulta: 6 Junio 2022]. EISSN 1996-1944 Disponible en: <https://www.mdpi.com/1996-1944/15/6/2253>

KREMSER, K., GERL, P., PELLIS, A. & GUEBITZ, G.M. A new bioleaching strategy for the selective recovery of aluminum from multi-layer beverage cans. *Waste Management* [en

[línea], 2021, (Austria) 120(14), pp. 16-17. [Consulta: 12 Diciembre 2022]. ISSN 0956-053X. Disponible en: <https://sci-hub.st/https://doi.org/10.1016/j.wasman.2020.11.012..>

LEETMAA, K., GOMEZ, M.A., BECZE, L., GUO, F. & DEMOPOULOS, G.P. Comparative molecular characterization of aluminum hydroxy-gels derived from chloride and sulphate salts. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. [en línea], 2014, (Canadá) 89(2), p. 212. [Consulta: 12 Octubre 2022]. ISSN 10974660. Disponible en: <https://sci-hub.se/https://doi.org/10.1002/jctb.4103>.

LI, F., JIANG, J., WU, S. & ZHANG, B. Preparation and performance of a high purity poly-aluminum chloride. *Chemical Engineering Journal*. [en línea], 2010, (China) 156(1), p. 64. [Consulta: 12 Octubre 2022]. ISSN 1385-8947. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.1016/j.cej.2009.09.034>.

LIU, C., SHIH, K., GAO, Y., LI, F. & WEI, L. Dechlorinating transformation of propachlor through nucleophilic substitution by dithionite on the surface of alumina. *Journal of Soils and Sediments*. [en línea], 2012, (China) 12(5), p. 728. [Consulta: 12 Octubre 2022]. ISSN 14390108. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.1007/s11368-012-0506-0>.

LIU, H.J., QU, J.H., HU, C.Z. & ZHANG, S.J., 2003. Characteristics of nanosized polyaluminum chloride coagulant prepared by electrolysis process. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. [en línea], 2003, (China) 216(1-3) pp. 139-140. [Consulta: 12 Octubre 2022]. ISSN 09277757. Disponible en: [https://sci-hub.st/10.1016/S0927-7757\(02\)00542-3](https://sci-hub.st/10.1016/S0927-7757(02)00542-3).

LÓPEZ CARABALLO, Leslie Montserrat & RODRÍGUEZ MARTINEZ, Juan Daniel. 2012. Efecto del contenido de Co sobre las propiedades hidrosulfurantes de catalizadores soportados sobre alúmina-magnesio (Al₂O₃-MgO) y alúmina-lantano (Al₂O₃-La₂O₃) [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Instituto Politécnico Nacional. México, México. 2012. p. 34. [Consulta: 12 Octubre 2022]. Disponible en: [https://tesis.ipn.mx/bitstream/handle/123456789/25223/Efecto del contenido de Co sobre las propiedades hidrosulfurantes de catalizadores soportados sobre alúmina-magnesio %28Al₂O₃-MgO%29 y alúmina-lantano %28Al₂O₃-La₂O₃%29.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://tesis.ipn.mx/bitstream/handle/123456789/25223/Efecto%20del%20contenido%20de%20Co%20sobre%20las%20propiedades%20hidrosulfurantes%20de%20catalizadores%20soportados%20sobre%20al%C3%BAmina-magnesio%20%28Al2O3-MgO%29%20y%20al%C3%BAmina-lantano%20%28Al2O3-La2O3%29.pdf?sequence=1&isAllowed=y).

MARTINEZ GUTIERREZ, George Orlando & PARIONA DURÁN, Renzo. Obtención de tricloruro de aluminio a partir de la chatarra de aluminio a nivel de laboratorio [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Universidad Nacional del Callao. Callao, Perú. 2021, p. 33.

[Consulta: 12 Octubre 2022]. Disponible en:
http://repositorio.unac.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12952/6015/TESIS_PREGRADO_MARTINEZ_PARIONA_FIQ_2021.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

MAXWELL, D.B.S. Beer cans: A guide for the archaeologist. *Society for Historical Archaeology*. [en línea], 1993, (Atlanta) 27(1), p. 111. [Consulta: 12 Junio 2022]. ISSN 0440-9213. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.1007/bf03373561>.

MAZA BELTRAN, Alex Patricio. Obtención y caracterización de precursores de catalizadores a partir de soluciones a base La, Al, Fe y Ni procedentes de catalizadores agotados. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE. Latacunga, Ecuador. 2019, p. 24. [Consulta: 12 Junio 2022]. Disponible en: <http://repositorio.espe.edu.ec/handle/21000/20734>

MAZA BELTRAN, Alex Patricio. Obtención y caracterización de precursores de catalizadores a partir de soluciones a base La, Al, Fe y Ni procedentes de catalizadores agotados. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE. Latacunga, Ecuador. 2019, p. 26. [Consulta: 12 Junio 2022] Disponible en: <http://repositorio.espe.edu.ec/handle/21000/20734>

MEDINA PÁRRAGA, Jorge Anibal. Estudio integral para la recuperación de chatarra de aluminio. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Maestría). Universidad Tecnológica Equinoccial. Quito, Ecuador. 2010, pp. 14-15. [Consulta: 30 Junio 2022]. Disponible en: <http://repositorio.ute.edu.ec/handle/123456789/12003>

MEDINA PÁRRAGA, Jorge Anibal. Estudio integral para la recuperación de chatarra de aluminio. [en línea]. (Trabajo de titulación) (Maestría). Universidad Tecnológica Equinoccial. Quito, Ecuador. 2010, p. 40. [Consulta: 15 Julio 2022]. Disponible en: <http://repositorio.ute.edu.ec/handle/123456789/12003>

MENDOZA MOYÓN, Jazmín del Rocío. Obtención de Policloruro de Aluminio a partir de la chatarra; para uso en potabilización de agua [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Universidad de Guayaquil. Guayaquil, Ecuador. 2012, pp. 33-35. [Consulta: 10 Junio 2022]. Disponible en: <http://repositorio.ug.edu.ec/handle/redug/448>

MOHAMED HESAIN, Amna Faroog. Preparation of Poly-aluminum Chloride from Aluminum Scraps and its Application in Water Treatment [en línea]. (Trabajo de titulación)

(Tercer Nivel). Sudan university of Science and Technology. Jartúm, Sudám. 2015, p. 41. [Consulta: 12 Junio 2022] Disponible en: [http://repository.sustech.edu/bitstream/handle/123456789/11870/Preparation of Poly...pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://repository.sustech.edu/bitstream/handle/123456789/11870/Preparation%20of%20Poly...pdf?sequence=1&isAllowed=y).

MOHAMED HESAIN, Amna Farooq. Preparation of Poly-aluminum Chloride from Aluminum Scraps and its Application in Water Treatment [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Sudan university of Science and Technology. Jartúm, Sudám. 2015, p. 5. [Consulta: 18 Junio 2022] Disponible en: [http://repository.sustech.edu/bitstream/handle/123456789/11870/Preparation of Poly...pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://repository.sustech.edu/bitstream/handle/123456789/11870/Preparation%20of%20Poly...pdf?sequence=1&isAllowed=y).

MOHAMED HESAIN, Amna Farooq. Preparation of Poly-aluminum Chloride from Aluminum Scraps and its Application in Water Treatment [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Sudan university of Science and Technology. Jartúm, Sudám. 2015, p. 61. [Consulta: 22 Junio 2022]. Disponible en: [http://repository.sustech.edu/bitstream/handle/123456789/11870/Preparation of Poly...pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://repository.sustech.edu/bitstream/handle/123456789/11870/Preparation%20of%20Poly...pdf?sequence=1&isAllowed=y).

MOHAN Gayathri & HARSHAN, K.G. Optimization of poly aluminium chloride produced from used beverage cans for treating dye industry waste water, domestic waste water and surface waste water. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)* [en línea], 2021, (India) 8(8), p. 4035. [Consulta: 22 Junio 2022]. ISSN 2395-0056. Disponible en: <https://www.irjet.net/archives/V8/i8/IRJET-V8I8468.pdf>

MOHAN Gayathri & HARSHAN, K.G. Optimization of poly aluminium chloride produced from used beverage cans for treating dye industry waste water, domestic waste water and surface waste water. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)* [en línea], 2021, (India) 8(8), pp. 4035-4037. [Consulta: 22 Junio 2022]. ISSN 2395-0056. Disponible en: <https://www.irjet.net/archives/V8/i8/IRJET-V8I8468.pdf>

MULDER, J., BREEMEN, N. & EIJCK, H. Depletion of soil aluminium by acid deposition and implications for acid neutralization. *Letters to Nature*. [en línea], 1989, (Países Bajos) 337(19) p. 247. [Consulta: 22 Junio 2022]. ISSN 0028-0836. Disponible en: <https://sci-hub.se/https://doi.org/10.1038/337247a0>

NANDIYANTO DANI, Asep Bayu; OKTIANI, Rosi; & RAGADHITA, Risti. 2019. How to

read and interpret ftir spectroscopy of organic material. *Indonesian Journal of Science and Technology*. [en línea], 2019, (Indonesia) 4(1), p.104. [Consulta: 22 Diciembre 2022]. ISSN 25278045. Disponible en: <https://ejournal.upi.edu/index.php/ijost/article/download/15806/pdf>

NASRAZADANI, Seifollah; & HASSANI, Shokrollah. *Modern analytical techniques in failure analysis of aerospace, chemical, and oil and gas industries* [en línea]. Texas, Estados Unidos: Elsevier Ltd. 2016. [Consulta: 03 Noviembre 2022]. ISBN 9780081001264. Disponible en: <https://sci-hub.st/http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-100117-2.00010-8>

NG, M., LIANA, A.E., LIU, S., LIM, M., CHOW, C.W.K., WANG, D., DRIKAS, M. & AMAL, R. Preparation and characterisation of new-polyaluminum chloride-chitosan composite coagulant. *Water Research* [en línea], 2012, (Australia) 46(15), p. 4615. [Consulta: 03 Noviembre 2022]. ISSN 18792448. Disponible en: <https://sci-hub.st/http://dx.doi.org/10.1016/j.watres.2012.06.021>

OLIVEIRA, Felipe Franco; & DOURADO, Camila Da Silva. Aluminum Toxicity in the No-Tillage System : A Case Study. *Ingternational Journal of Sciences* [en línea], 2022, (Inglaterra) 11(7) p. 21. [Consulta: 03 Noviembre 2022] ISSN: 2305-3925. Disponible en: <https://www.ijsciences.com/pub/pdf/V112022072588.pdf>

PERNITSKY, David J. & EDZWALD, James K. Selection of alum and polyaluminum coagulants: Principles and applications. *Journal of Water Supply: Research and Technology - AQUA* [en línea], 2006, (Inglaterra) 55(2), pp. 123-124. [Consulta: 20 Noviembre 2022]. ISSN 00037214. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.2166/aqua.2006.062>.

POPHRISTIC, V.; BALAGURUSAMY, V.S.K; & KLEIN, M.L. Structure and dynamics of the aluminum chlorohydrate polymer $Al_13O_4(OH)_{24}(H_2O)_{12}Cl_7$. *Physical Chemistry Chemical Physics*. [en línea], 2004, (Reino Unido) 6(5), p. 920. [Consulta: 20 Noviembre 2022] ISSN 1463-9076. Disponible en: <https://sci-hub.hkvisa.net/10.1039/B310882A>.

PUTZ, Holguer. *Phases Identification from Power Diffraction-Version 2. MATCH*. Alemania: Crystal Impact ediciones. 2013. [en línea]. [Consulta: 25 Noviembre 2022]. Disponible en: https://www.crystalimpact.com/download/match2/Tutorial_Match_2_es.pdf.

ROMERO, C.; SOLÓRZANO, R.; ABREU, O.; BRIZUELA, L.; & PÉREZ, Z. Síntesis de un polímero inorgánico de aluminio y su uso para clarificación de agua. *Revista de Ingeniería UC* [en línea], 2007, (Venezuela) 14(3), p. 17. [Consulta: 20 Octubre 2022]. ISSN: 1316-6832. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=70711260003>.

ROMERO, C.; SOLÓRZANO, R.; ABREU, O.; BRIZUELA, L.; & PÉREZ, Z. Síntesis de un polímero inorgánico de aluminio y su uso para clarificación de agua. *Revista de Ingeniería UC* [en línea], 2007, (Venezuela) 14(3), pp. 17-18. [Consulta: 20 Octubre 2022]. ISSN: 1316-6832. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=70711260003>.

ROMERO, C.; SOLÓRZANO, R.; ABREU, O.; BRIZUELA, L.; & PÉREZ, Z. Síntesis de un polímero inorgánico de aluminio y su uso para clarificación de agua. *Revista de Ingeniería UC* [en línea], 2007, (Venezuela) 14(3), pp. 18-19. [Consulta: 20 Octubre 2022]. ISSN: 1316-6832. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=70711260003>.

ROMERO, C.; SOLÓRZANO, R.; ABREU, O.; BRIZUELA, L.; & PÉREZ, Z. Síntesis de un polímero inorgánico de aluminio y su uso para clarificación de agua. *Revista de Ingeniería UC* [en línea], 2007, (Venezuela) 14(3), p. 18. [Consulta: 5 Noviembre 2022]. ISSN: 1316-6832. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=70711260003>.

SALIM, Radi; & ROBINSON, J. Removal of dissolved aluminum (released by acid rain) using decaying leaves I . Effects of ph and species of leaves. *Journal of Environmental Science and Health . Part A: Environmental Science and Engineering: Toxic/ Hazardous Substances and Environmental Engineering* [en línea], 1985, (Inglaterra) 20(6), p. 702. [Consulta: 5 Noviembre 2022]. ISSN 0360-1226. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.1080/10934528509375253>.

SÁNCHEZ SÁNCHEZ, María Cruz. Desarrollo de catalizadores de Ni para la obtención de hidrógeno a partir del reformado de etanol con vapor de agua. Influencia del soporte y de la adición de Pt. [en línea]. (Trabajo de titulación). (Doctorado). Universidad Autónoma de Madrid. Madrid, España. 2008. p. 67. [Consulta: 8 Noviembre 2022]. Disponible en: https://repositorio.uam.es/bitstream/handle/10486/1319/16484_sanchez_sanchez_cruz.pdf?sequence=1&isAllowed=y

SÁNCHEZ SÁNCHEZ, María Cruz. Desarrollo de catalizadores de Ni para la obtención de hidrógeno a partir del reformado de etanol con vapor de agua. Influencia del soporte y de la adición de Pt. [en línea]. (Trabajo de titulación). (Doctorado). Universidad Autónoma de Madrid. Madrid, España. 2008. p. 68. [Consulta: 8 Noviembre 2022]. Disponible en: https://repositorio.uam.es/bitstream/handle/10486/1319/16484_sanchez_sanchez_cruz.pdf?sequence=1&isAllowed=y

SEICHTER, Wilhelm; MÖGEL, Hans-Jörg; BRAND, Paul; & SALAH, Dhafer. Crystal

structure and formation of the aluminium hydroxide chloride $[Al_{13}(OH)_{24}(H_2O)_{24}]Cl_{15} \cdot 13H_2O$. *European Journal of Inorganic Chemistry*. [en línea], 1998, (Alemania) 13(6), p. 797. [Consulta: 8 Noviembre 2022]. ISSN 14341948. Disponible en: [https://sci-hub.st/10.1002/\(sici\)1099-0682\(199806\)1998:6%3C795::aid-ejic795%3E3.0.co;2-a](https://sci-hub.st/10.1002/(sici)1099-0682(199806)1998:6%3C795::aid-ejic795%3E3.0.co;2-a)

SNA, Mohd-Salleh; MZN, Shaylind; N, Othman; G, Yashni; AB, Norshila: & MS, Sainudin. Structure , Morphological , and Physicochemical Characteristics of a New Composite Coagulant Made From Polyaluminium Chloride and Agro-waste of Tapioca Peel. *Research Square*. [en línea], 2020, (Malasia) Versión 1, p. 11. [Consulta: 10 Noviembre 2022]. Disponible en: <https://assets.researchsquare.com/files/rs-74111/v1/97e50231-cef0-4a1a-9128-c6a2c97a1fb1.pdf?c=1631856135>.

SUÁREZ GÓMEZ, Claudia Inés. Problemática y gestión de residuos sólidos peligrosos en Colombia. *INNOVAR. Revista de Ciencias Administrativas y Sociales*. [en línea], 2000, (Colombia) 1(15), p. 41. [Consulta: 10 Noviembre 2022]. ISSN: 0121-5051 Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=81801504>.

TEAGARDEN, Dirk; KOZLOWSKI, John.; WHITE, Joe; & HEM, Stanley. Aluminum Chlorohydrate I: Structure Studies. *Handbook of Experimental Pharmacology*. [en línea], 1981, (Estados Unidos) 70(7), p. 760. [Consulta: 15 Diciembre 2022]. ISSN 0022-3549. Disponible en: <https://sci-hub.se/https://doi.org/10.1002/jps.2600700711>.

TOLKOU, Athanasia;& ZOUBOULIS, Anastasios. Application of composite pre-polymerized coagulants for the treatment of high-strength industrial wastewaters. *Water (Switzerland)*. [en línea], 2020, (Grecia) 12(5), p. 10. [Consulta: 22 Diciembre 2022]. ISSN 20734441. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.3390/W12051258>

TORRE, Gabriele Dalla. Computational approach to aluminum biochemistry and development of new chelation strategies [en línea]. (Trabajo de titulación). (Doctorado). Universidad del País Vasco/Euskal Herriko Unibertsitatea. País Vasco, España. 2018. p. 21. [Consulta: 22 Junio 2022]. Disponible en: https://addi.ehu.es/bitstream/handle/10810/32606/TESIS_DALLA_TORRE_GABRIELE.pdf?sequence=1&isAllowed=y

TORRELLAS HIDALGO, Rosabel. La exposición al aluminio y su relación con el ambiente y la salud. *Tecnogestión* [en línea], 2012, (Colombia) 9(1). p. 4. [Consulta: 22 Junio 2022]. ISSN 2346-2531. Disponible en: <https://revistas.udistrital.edu.co/index.php/tecges/article/view/5646/7164>.

TORRES SÁNCHEZ, Juan Sebastián; & LESMES GAMBOA, Jhorman Steven. Plan de negocio para la creación de una empresa dedicada al manejo, clasificación y reciclaje de residuos metálicos (ECA), posterior comercialización en la ciudad de Villavicencio. [en línea]. (Trabajo de titulación). (Tercer Nivel). Universidad Santo Tomás. Villavicencio, Colombia. 2018. pp. 34-35. [Consulta: 22 Julio 2022]. Disponible en: <https://repository.usta.edu.co/bitstream/handle/11634/13535/2018juantorres.pdf?sequence=3&isAllowed=y>.

TRADE, 2021. *Comercio Exterior de Ecuador de NCE latas de aluminio - depósitos, barriles, tambores, bidones, botes, cajas y recipientes similares, de aluminio (incluidos los envases tubulares rígidos o flexibles), para cualquier materia (excepto gas comprimido o licuado).* [blog]. [Consulta: 8 febrero 2023]. Disponible en: <https://trade.nosis.com/es/Comex/Importacion-Exportacion/Ecuador/latas-de-aluminio--depositos-barriles-tambores-bidones-botes-cajas-y-recipientes-similares-de-alumin/EC/7612>

TZOUPANOS, N.D. & ZOUBOULIS, A.I. Novel inorganic-organic composite coagulants based on aluminium. *Desalination and Water Treatment* [en línea], 2010, (Italia) 13(1-3), p. 344. [Consulta: 8 Diciembre 2022]. ISSN 1944-3994. Disponible en: <https://scihub.st/10.5004/DWT.2010.1042>.

TZOUPANOS, N.D; & ZOUBOULIS, A.I. Preparation, characterisation and application of novel composite coagulants for surface water treatment. *Water Research*. [en línea], 2011, (Reino Unido) 45(12), p. 3618. [Consulta: 8 Diciembre 2022]. ISSN 0043-1354. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.watres.2011.04.009>.

TZOUPANOS, N.D.; ZOUBOULIS, A.I.; & TSOLERIDIS, C.A. A systematic study for the characterization of a novel coagulant (polyaluminium silicate chloride). *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. [en línea], 2009, (Reino Unido) 342(1-3), pp. 30-39. [Consulta: 8 Diciembre 2022] ISSN 0927-7757. Disponible en: <https://scihub.st/10.1016/j.colsurfa.2009.03.054>.

VERA MORENO, Francisco Salvador. Síntesis y caracterización de nanopartículas magnéticas de hierro (Magnetita). [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba, Ecuador. 2018, p. 32 [Consulta: 05 Septiembre 2022]. Disponible en: <http://dspace.epoch.edu.ec/bitstream/123456789/8971/1/86T00067.pdf>

VIZCAÍNO URQUIZO, Gabriel Alejandro. Validación del método para el análisis de cristalinidad y amorfos por difracción de rayos X en muestras sólidas [en línea]. (Trabajo de titulación) (Tercer Nivel). Pontificia Universidad Católica del Ecuador. Quito, Ecuador. 2014, p. 36. [Consulta: 20 Diciembre 2022] Disponible en: <http://repositorio.puce.edu.ec/bitstream/handle/22000/8560/TESIS.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

WANG, Dongsheng; WANG, Shuifeng; HUANG, Chihpin; & CHOW, Christopher. Hydrolyzed Al(III) clusters: Speciation stability of nano-Al₁₃ Dongsheng. *Journal of Environmental Sciences*. [en línea], 2011, (China) 23(7) p. 706. [Consulta: 20 Septiembre 2022]. ISSN 1001-0742. Disponible en: [https://sci-hub.st/10.1016/S1001-0742\(10\)60464-0](https://sci-hub.st/10.1016/S1001-0742(10)60464-0).

YANG, Chaoge; WEI, Gaoliang; BAI, Jing Bai, OFFIONG, Nnanake-Abasi Offiong; ZHANG, Chungpeng Zhang; LIU, Fangyuan; & DONG, Jun. Preparation and application of polyaluminum chloride for demulsification of colloidal biliquid aphron and density modification for DNAPLs. *Separation and Purification Technology* [en línea], 2021, (China) 257, p. 3. [Consulta: 20 Octubre 2022]. ISSN 1383-5866. Disponible en: <https://sci-hub.st/https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.117791>.

YANG, Shuo; LI, Wang; ZHANG, Hongjie; WEN, Yangbing; & NI, Yonghao. Treatment of paper mill wastewater using a composite inorganic coagulant prepared from steel mill waste pickling liquor. *Separation and Purification Technology*. [en línea], 2019, (Canadá) 209, p. 7. [Consulta: 20 Octubre 2022]. ISSN 1383-5866. Disponible en: <https://sci-hub.st/https://doi.org/10.1016/j.seppur.2018.07.049>.

ZOUBOULIS, Anastasios; & TRASKAS, Georgios. Comparable evaluation of various commercially available aluminium-based coagulants for the treatment of surface water and for the post-treatment of urban wastewater. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* [en línea], 2005, (Grecia), 80(10), p. 1137. ISSN 02682575. Disponible en: <https://sci-hub.st/10.1002/jctb.1300>.

ANEXOS

ANEXO A. CÁLCULOS PARA LA SÍNTESIS DE POLICLORURO DE ALUMINIO

A1. Cálculo de las concentraciones de ácido clorhídrico a 500 ml (Cada ensayo de ácido clorhídrico se dividió por triplicado, es decir, se disolvió 10 g de aluminio en 166,667 ml HCl para cada muestra)

- **Concentración de ácido clorhídrico al 37,2%**

Pureza de HCl

Datos

dHCl= 1,19 g/ml

%HCl= 37.20 %

PM= 35,46 g/mol

$$\frac{1,19 \text{ g}}{\text{ml}} \times \frac{1 \text{ mol}}{36,46 \text{ g}} \times \frac{37,2}{100} \times \frac{1000}{1 \text{ L}} = 12,14 \text{ M}$$

- **Ensayo 1:** 500 ml de HCl 5,1 M

$$V1 \times C1 = V2 \times C2$$

$$500 \text{ ml} \times 5,1 \text{ M} = V2 \times 12,14 \text{ M}$$

$$V2 = \frac{500 \text{ ml} \times 5,1 \text{ M}}{12,14 \text{ M}}$$

$$V2 = 210,049 \text{ ml HCl}$$

- **Ensayo 2:** 500 ml de HCl 3,5 M

$$V1 \times C1 = V2 \times C2$$

$$500 \text{ ml} \times 3,5 \text{ M} = V2 \times 12,14 \text{ M}$$

$$V2 = \frac{500 \text{ ml} \times 3,5 \text{ M}}{12,14 \text{ M}}$$

$$V2 = 144,15 \text{ ml HCl}$$

- **Ensayo 3:** 500 ml de HCl 2,5 M

$$V1 \times C1 = V2 \times C2$$

$$500 \text{ ml} \times 2,5 \text{ M} = V2 \times 12,14 \text{ M}$$

$$V2 = \frac{500 \text{ ml} \times 2,5 \text{ M}}{12,14 \text{ M}}$$

$$V2 = 102,97 \text{ ml HCl}$$

A2: Cálculo de las concentraciones de hidróxido de sodio de las 9 muestras (Primero se calcula el volumen necesario de NaOH, utilizando la siguiente ecuación $100\text{ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}=250\text{ml NaOH}$, en relación al volumen obtenido después de la disolución de HCl y el aluminio sólido). Aforar el hidróxido de sodio a las cantidades próximas y utilizar únicamente el volumen requerido de la base para la respectiva polimerización.

- **Ensayo 1.** Ataque de 0.25 M NaOH a $\text{AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ =31 ml

$$31 \text{ ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250\text{ml NaOH}}{100\text{ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 77.5 \text{ ml NaOH}$$

$$0.1 \text{ L} \times \frac{0,25 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1\text{mol}} = 1 \text{ g NaOH}$$

Aforar 1 g en 100 ml y utilizar 77.5 ml NaOH para la respectiva polimerización.

- **Ensayo 2.** Ataque de 0.75 M NaOH a $\text{AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ =30 ml

$$30 \text{ ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250\text{ml NaOH}}{100\text{ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 75 \text{ ml NaOH}$$

$$0.1 \text{ L} \times \frac{0,75 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1\text{mol}} = 3 \text{ g NaOH}$$

Aforar 3 g en 100 ml y utilizar 75 ml NaOH para la respectiva polimerización.

- **Ensayo 3:** Ataque de 1.0 M NaOH a $\text{AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ =39 ml

$$39 \text{ ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250\text{ml NaOH}}{100\text{ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 97,5 \text{ ml NaOH}$$

$$0.1 \text{ L} \times \frac{1 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1\text{mol}} = 4 \text{ g NaOH}$$

Aforar 4 g en 100 ml y utilizar 97.5 ml NaOH para la respectiva polimerización.

- **Ensayo 4:** Ataque de 0.25 M NaOH a $\text{AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ =35 ml

$$35 \text{ ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250\text{ml NaOH}}{100\text{ml AlCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 87,5 \text{ ml NaOH}$$

$$0.1 \text{ L} \times \frac{0,25 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1\text{mol}} = 1 \text{ g NaOH}$$

Aforar 1 g en 100 ml y utilizar 87.5 ml NaOH para la respectiva polimerización

- **Ensayo 5:** Ataque de 0,75 M NaOH a $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 60 ml

$$60 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250 \text{ ml NaOH}}{100 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 150 \text{ ml NaOH}$$

$$0,1 \text{ L} \times \frac{0,75 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 3 \text{ g NaOH}$$

$$0,05 \text{ L} \times \frac{0,75 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 1,5 \text{ g NaOH}$$

Aforar 3 g en 100 ml y 1,5 g en 50 ml y utilizar 150 ml NaOH para la respectiva polimerización.

- **Ensayo 6:** Ataque de 1,0 M NaOH a $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 80 ml

$$80 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250 \text{ ml NaOH}}{100 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 200 \text{ ml NaOH}$$

$$0,1 \text{ L} \times \frac{1 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 4 \text{ g NaOH}$$

$$0,1 \text{ L} \times \frac{1 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 4 \text{ g NaOH}$$

Aforar 4 g en 100 ml y 4g en 100 ml y utilizar 200 ml NaOH para la respectiva polimerización.

- **Ensayo 7:** Ataque de 0,25 M NaOH a $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 73 ml

$$73 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250 \text{ ml NaOH}}{100 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 182,5 \text{ ml NaOH}$$

$$0,1 \text{ L} \times \frac{0,25 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 1 \text{ g NaOH}$$

$$0,1 \text{ L} \times \frac{0,25 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 1 \text{ g NaOH}$$

Aforar 1 g en 100 ml y 1g en 100 ml y utilizar 182,5 ml NaOH para la respectiva polimerización.

- **Ensayo 8:** Ataque de 0,75 M NaOH a $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 32ml

$$32 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250 \text{ ml NaOH}}{100 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 80 \text{ ml NaOH}$$

$$0,1 \text{ L} \times \frac{0,75 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 3 \text{ g NaOH}$$

Aforar 3 g en 100 ml y utilizar 80 ml NaOH para la respectiva polimerización.

- **Ensayo 9:** Ataque de 1,0 M NaOH a $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ = 60 ml

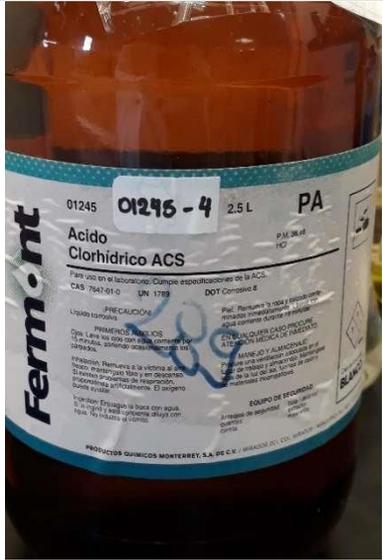
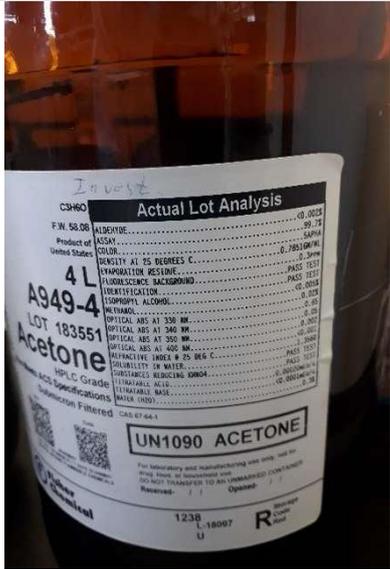
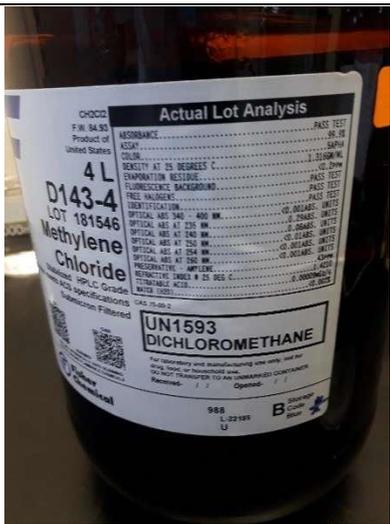
$$60 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times \frac{250 \text{ ml NaOH}}{100 \text{ ml AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = 150 \text{ ml NaOH}$$

$$0.1 \text{ L} \times \frac{1 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 4 \text{ g NaOH}$$

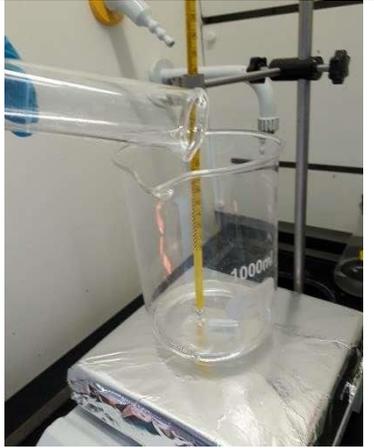
$$0.05 \text{ L} \times \frac{1 \text{ mol NaOH}}{\text{L}} \times \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ mol}} = 2 \text{ g NaOH}$$

Aforar 4 g en 100 ml y 2 g en 50 ml y utilizar 150 ml NaOH para la respectiva polimerización.

ANEXO B: REACTIVOS EMPLEADOS PARA LA SÍNTESIS DE POLICLORURO DE ALUMINIO A PARTIR DE ALUMINIO RECICLADO

	
<p>B1. Ácido clorhídrico 37.2 % de pureza</p>	<p>B2. Acetona</p>
	
<p>B3. Tolueno</p>	<p>B4. Dicloro metano</p>

ANEXO C: SÍNTESIS DE CLORURO DE ALUMINIO HEXAHIDRATADO

		
C1. Aluminio reciclado (latas de bebidas refrescantes)	C2. Retiro de la pintura de las latas de aluminio, con compuestos orgánicos	C3. Pesado del aluminio reciclado
		
C4. Pre calentamiento de HCl a 70 °C en constante agitación magnética	C5. Colocación del aluminio reciclado a la solución de HCl precalentado	C6. Resultado final de la reacción de HCl y aluminio reciclado
		
C7. Filtración de las muestras	C8. Impurezas presentes en las muestras	C9. Cloruro de Aluminio hexahidratado

ANEXO D: SÍNTESIS DE POLICLORURO DE ALUMINIO

		
D1. Cloruro de aluminio hexahidratado	D2. Baño maría de la solución de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ a una temperatura de $75\text{-}80^\circ\text{C}$ durante 20 minutos	D3. Polimerización de $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ al añadir lentamente NaOH
		
D4. Resultado final de 9 muestras de Policloruro de aluminio en estado líquido		
		
D5. Calcinación de las muestras a 400°C	D6. Trituración de la muestra calcinada	D7. Policloruro de aluminio en estado sólido

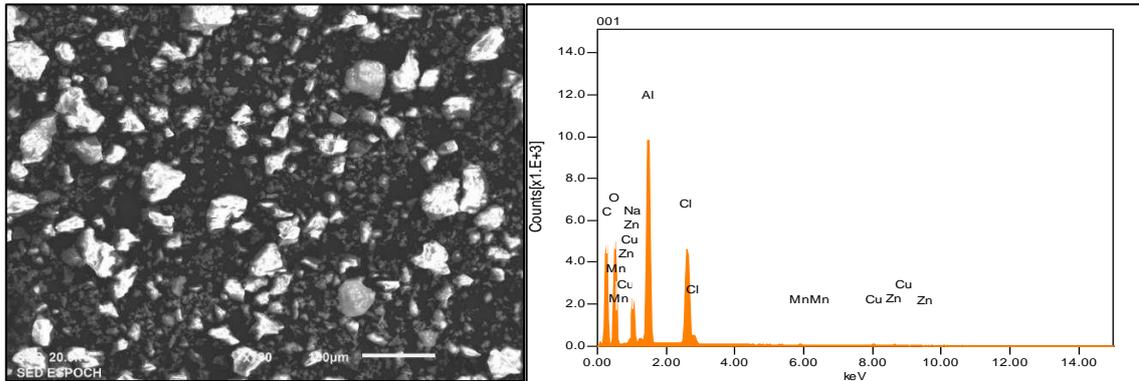
ANEXO E: APLICACIÓN DE LA MUESTRA 1 DE POLICLORURO DE ALUMINIO EN ESTADO SÓLIDO (PAC 1)



E1. Coagulación y floculación en una muestra de agua cruda

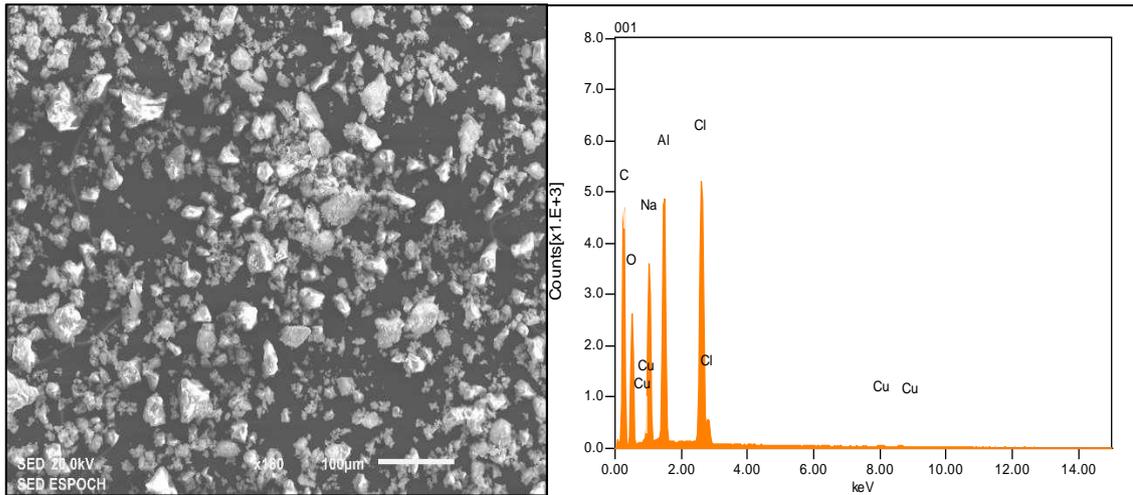
ANEXO F: CARACTERIZACIÓN MEDIANTE EL USO MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO CON ANÁLISIS DE ENERGÍA DISPERSIVA POR RAYOS X (SEM-EDS)

PAC1



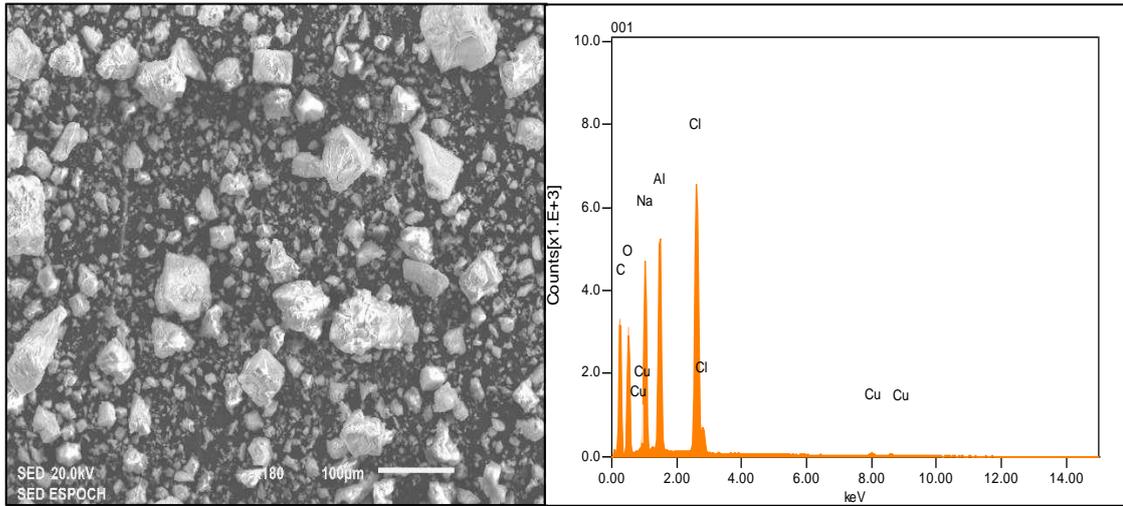
Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	53.82	56.49	0.21	23595	0.1210220	K
O	39.81	31.37	0.15	26265	0.1481714	K
Na	5.12	2.81	0.04	15219	0.0298847	K
Al	13.23	6.18	0.04	76232	0.0825227	K
Cl	7.95	2.83	0.03	47436	0.0784901	K
Mn	0.17	0.04	0.01	400	0.0014139	K
Cu	0.75	0.15	0.03	929	0.0061525	K
Zn	0.66	0.13	0.03	690	0.0053745	K
Total	121.51	100.00				

PAC 3



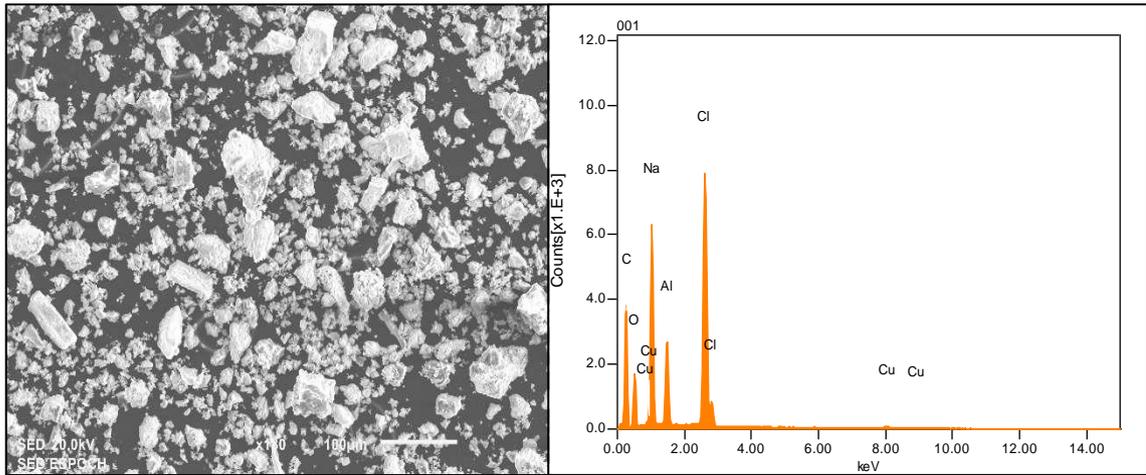
Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	68.95	64.41	0.27	23152	0.1547420	K
O	33.03	23.17	0.17	14036	0.1031764	K
Na	10.60	5.17	0.05	25525	0.0653144	K
Al	8.45	3.51	0.04	36644	0.0516893	K
Cl	11.44	3.62	0.03	53890	0.1161931	K
Cu	0.67	0.12	0.03	638	0.0055069	K
Total	133.14	100.00				

PAC7



Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	55.74	58.57	0.25	16861	0.1035299	K
O	32.40	25.56	0.16	16481	0.1113006	K
Na	12.56	6.90	0.05	33405	0.0785286	K
Al	8.60	4.02	0.04	39461	0.0511378	K
Cl	13.52	4.81	0.03	68358	0.1354055	K
Cu	0.69	0.14	0.03	714	0.0056609	K
Total	123.51	100.00				

PAC 9



Formula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	66.37	67.00	0.29	18899	0.1193144	K
O	21.83	16.54	0.15	9086	0.0630937	K
Na	16.31	8.60	0.06	44853	0.1084142	K
Al	4.47	2.01	0.03	19781	0.0263574	K
Cl	16.60	5.68	0.04	83665	0.1704004	K
Cu	0.84	0.16	0.03	848	0.0069103	K
Total	126.43	100.00				



epoch

**Dirección de Bibliotecas y
Recursos del Aprendizaje**

**UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y
DOCUMENTAL**

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 05 / 05 / 2023

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: Christian Paúl Paucar Pinto
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Ciencias
Carrera: Química
Título a optar: Químico
f. Analista de Biblioteca responsable: Ing. Rafael Inty Salto Hidalgo

0711-DBRA-UPT-2023