



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**ELABORACIÓN DE UNA RESINA DE INTERCAMBIO IÓNICO A PARTIR DE
LA SULFONACIÓN Y ENTRECruzAMIENTO DE POLIESTIRENO EXPANDIDO
RECICLADO PARA LA SEPARACIÓN DE IONES METÁLICOS EN SOLUCIÓN**

Oscar Giovanni Córdoba Recinos

Asesorado por Ing. César Alfonso García Guerra

Co-asesorado por Licda. Ingrid Lorena Benítez Pacheco

Guatemala, octubre de 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**ELABORACIÓN DE UNA RESINA DE INTERCAMBIO IÓNICO A PARTIR DE
LA SULFONACIÓN Y ENTRECruzAMIENTO DE POLIESTIRENO EXPANDIDO
RECICLADO PARA LA SEPARACIÓN DE IONES METÁLICOS EN SOLUCIÓN**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

OSCAR GIOVANNI CÓRDOVA RECINOS

ASESORADO POR EL ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA
CO-ASESORADO POR LICDA. INGRID LORENA BENÍTEZ PACHECO

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, OCTUBRE DE 2013

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno
VOCAL II	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayoa
VOCAL IV	Br. Walter Rafael Véliz Muñoz
VOCAL V	Br. Sergio Alejandro Donis Soto
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADOR	Ing. Federico Guillermo Salazar Rodríguez
EXAMINADOR	Ing. César Alfonso García Guerra
EXAMINADOR	Ing. Renato Giovanni Ponciano Sandoval
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**ELABORACIÓN DE UNA RESINA DE INTERCAMBIO IÓNICO A PARTIR DE
LA SULFONACIÓN Y ENTRECruzAMIENTO DE POLIESTIRENO EXPANDIDO
RECICLADO PARA LA SEPARACIÓN DE IONES METÁLICOS EN SOLUCIÓN**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha enero de 2013.



Oscar Giovanni Córdova Recinos

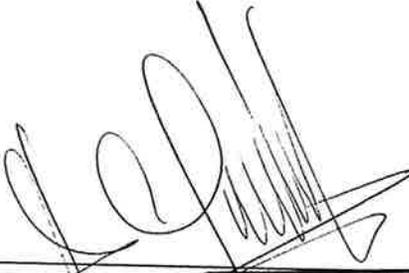
Guatemala, 30 de Agosto de 2013

Ingeniero Químico,
Víctor Manuel Monzón Valdez,
Director de Escuela de Ingeniería Química,
Facultad de Ingeniería,
Universidad de San Carlos de Guatemala.

Respetable ingeniero Monzón:

Por este medio hago constar mi revisión del Informe Final del Trabajo de Graduación presentado por el estudiante **Oscar Giovanni Córdova Recinos** identificado con el carnet No. 200819061 el cual aborda el tema titulado **“Elaboración de una resina de intercambio iónico a partir de la sulfonación y entrecruzamiento de poliestireno expandido reciclado para la separación de iones metálicos en solución”**. Con lo mencionado expreso mi aprobación del trabajo antes mencionado.

Sin otro particular, me suscribo, muy atentamente,



Ing. Cesar Alfonso Garcia Guerra
No. De colegiado 14517
Asesor

ÁREA DE QUÍMICA
ESC. INGENIERÍA QUÍMICA
FAC. INGENIERÍA - USAC -



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Guatemala, 23 de septiembre de 2013
Ref. EI.Q.TG-IF.060.2013

Ingeniero
Víctor Manuel Monzón Valdez
DIRECTOR
Escuela Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Monzón:

Como consta en el Acta TG-099-2012-IF le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

Solicitado por el estudiante universitario: **Oscar Giovanni Córdova Recinos**.

Identificado con número de carné: **2008-19061**.

Previo a optar al título de **INGENIERO QUÍMICO**.

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

**ELABORACIÓN DE UNA RESINA DE INTERCAMBIO IÓNICO A PARTIR DE LA
SULFONACIÓN Y ENTRECruzAMIENTO DE POLIESTIRENO EXPANDIDO RECICLADO
PARA LA SEPARACIÓN DE IONES METÁLICOS EN SOLUCIÓN**

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por el Ingeniero Químico: **César Alfonso García Guerra**.

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez
COORDINADOR DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación



C.c.: archivo



ACAAI

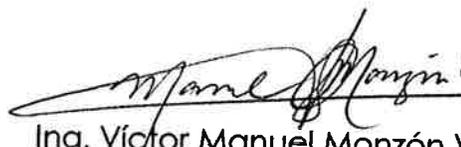
Agencia Centroamericana de Acreditación de
Programas de Arquitectura y de Ingeniería



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Ref.EIQ.TG.289.2013

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del estudiante, **OSCAR GIOVANNI CÓRDOVA RECINOS** titulado: "ELABORACIÓN DE UNA RESINA DE INTERCAMBIO IÓNICO A PARTIR DE LA SULFONACIÓN Y ENTRECruzamiento DE POLIESTIRENO EXPANDIDO RECICLADO PARA LA SEPARACIÓN DE IONES METÁLICOS EN SOLUCIÓN". Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.


Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, octubre 2013

Cc: Archivo
VMMV/ale



Facultad de Ingeniería
Decanato

Ref. DTG.708.2013

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **ELABORACIÓN DE UNA RESINA DE INTERCAMBIO IÓNICO A PARTIR DE LA SULFONACIÓN Y ENTRECruzamiento DE POLIESTIRENO EXPANDIDO RECICLADO PARA LA SEPARACIÓN DE IONES METÁLICOS EN SOLUCIÓN**, presentado por el estudiante universitario **Oscar Giovanni Córdova Recinos**, procede a la autorización para la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.



Ing. Murphy Gympo Paiz Recinos
DECANO

Guatemala, octubre de 2013



/cc

ACTO QUE DEDICO A:

- Dios** Por ser fuente de infinita sabiduría y brindarme la capacidad de lograr mis metas.
- Mis padres** Ronie Córdova y Ana María Recinos. Su amor y apoyo será siempre mi inspiración y mi fuerza para seguir adelante.
- Mis hermanas** Ana Gabriela y Astrid Karina Guadalupe Córdova Recinos. Por nuestros gratos momentos.
- Mi abuela** Zoila Guerrero. Su cariño siempre presente desde que tengo memoria.
- Mis asesores** César García e Ingrid Benítez. Su valioso apoyo y consejo que siempre estuvo presente.
- Mis abuelos** Mario Recinos y Salome Rivera (q.e.p.d.), cuyos recuerdos desde niño aprecié y me llenan de un profundo cariño.
- Mis tíos y primos** Por estar conmigo a través de los años y brindarme su ayuda siempre que la necesite.

Mis compañeros

María Oliva, Max Pérez, Diana Jo, María Reneé Ramírez, Edwin Cortez, Ana Gloria Montes, Federico Villagrán, Paula Pisquiy, Eddy Mauricio Viana, Eddie Haroldo Raxon, Isabel Cienfuegos, Mario Ordoñez. Por su gran amistad, compañerismo y por compartir las mismas metas y dificultades durante todo este tiempo. Por ellos he llegado hasta aquí. Estarán siempre en mi corazón.

Mis amigos

Antes mencionados y demás presentes, siempre apoyándome en todos los aspectos de mi vida. A pesar de la distancia siempre he podido contar con todos sin importar los problemas.

Universidad de San Carlos de Guatemala

Por ser fuente de conocimiento y oportunidad. Gracias por darme la oportunidad de lograr mis metas.

A la Facultad de Ingeniería

Por ser fuente de conocimiento y apoyo durante toda la carrera.

AGRADECIMIENTOS A:

La Universidad de San Carlos de Guatemala	Por ser una importante influencia en mi carrera profesional.
Facultad de Ingeniería	Por brindarme los conocimientos y ayuda para lograr esta meta.
Ingeniero César García	Por la gran cantidad de conocimiento y por todo el apoyo brindado. Además de ser una fuente de inspiración para seguir mejorando profesionalmente.
Licda. Ingrid Benítez	Por todo el apoyo y cariño mostrado. Por siempre mostrar interés más allá de ser mi asesora.
Ingeniero Manuel Tay	Por el apoyo brindado durante la realización de este trabajo.
Licda. Ana Luisa Mendizábal	Por todo el apoyo e interés mostrado.
Universidad del Valle de Guatemala	Por el apoyo desinteresado proporcionado.

**Héctor Méndez y
Carolina Corzo**

Por todo el apoyo, amistad y consejo durante
este tiempo.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	V
LISTA DE SÍMBOLOS	XIII
GLOSARIO	XV
RESUMEN	XIX
OBJETIVOS/HIPÓTESIS.....	XXI
INTRODUCCIÓN	XXV
1. ANTECEDENTES	1
2. MARCO TEÓRICO.....	3
2.1. Poliestireno.....	3
2.1.1. Propiedades.....	4
2.1.2. Tipos de poliestireno.....	4
2.1.2.1. Poliestireno cristal.....	4
2.1.2.2. Poliestireno de alto impacto.....	5
2.1.2.3. Poliestireno expandido.....	6
2.1.3. Transformación del poliestireno y aplicaciones	12
2.1.4. El proceso de fabricación del poliestireno expandido o EPS	13
2.1.4.1. Preexpansión.....	13
2.1.4.2. Reposo intermedio y estabilización	14
2.1.4.3. Proceso de transformación	14
2.1.4.3.1. Bloque	14
2.1.4.3.2. Moldeado.....	15
2.1.4.4. Corte / mecanizado.....	15

	2.1.4.4.1.	Corte en recto	15
	2.1.4.4.2.	Corte en formas	16
2.2.	Sustitución aromática electrofílica		16
	2.2.1.	Sulfonación aromática	17
	2.2.2.	Sulfonación de matrices poliméricas	18
	2.2.3.	Sulfonación del poliestireno.....	19
2.3.	Intercambio iónico		20
	2.3.1.	Resina de intercambio iónico	21
	2.3.1.1.	Tipos de resinas de intercambio iónico.....21	
		2.3.1.1.1.	Resinas catiónicas de ácido fuerte
			22
		2.3.1.1.2.	Resinas catiónicas de ácido débil
			22
		2.3.1.1.3.	Resinas aniónicas de base fuerte
			23
		2.3.1.1.4.	Resinas aniónicas de base débil.....
			23
	2.3.2.	Intercambio iónico en lecho fijo	24
3.	DISEÑO METODOLÓGICO.....		27
	3.1.	Variables	27
	3.2.	Delimitación de campo de estudio	31
	3.3.	Recursos humanos disponibles	32
	3.4.	Recursos materiales disponibles.....	33
		3.4.1.	Reactivos.....
			33
		3.4.2.	Instrumentos.....
			36
		3.4.3.	Equipo
			37
	3.5.	Técnica cualitativa o cuantitativa.....	38

3.6.	Recolección y ordenamiento de la información	39
3.6.1.	Sulfonación de la matriz polimérica	40
3.6.2.	Evaluación de la resina de intercambio iónico	40
3.6.2.1.	Densidad de retrolavado.....	40
3.6.2.2.	Retención máxima de agua	41
3.6.2.3.	Hidratación de la resina de intercambio catiónico en función de su forma iónica.	42
3.6.2.4.	Capacidad de fraccionamiento de una sal neutra a partir de iones de sodio a partir del contacto de cloruro de sodio	43
3.6.2.5.	Capacidad total de intercambio iónico	44
3.6.2.6.	Identificación de grupos funcionales....	46
3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información	46
3.7.1.	Control de los parámetros de sulfonación de la matriz polimérica.....	47
3.7.2.	Recolección de datos del proceso de evaluación de la resina de intercambio iónico.	47
3.8.	Análisis estadístico	53
3.8.1.	Diseño experimental	53
4.	RESULTADOS	57
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	83
	CONCLUSIONES	99

RECOMENDACIONES 101
BIBLIOGRAFÍA..... 103
APÉNDICES..... 105
ANEXOS..... 143

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Estructura química del poliestireno	3
2.	Identificación del poliestireno según código de identificación de plásticos	6
3.	Forma comercial del poliestireno expandido (perlas)	10
4.	Forma comercial del poliestireno expandido (embalaje)	10
5.	Forma comercial del poliestireno expandido (relleno de embalaje).....	11
6.	Forma comercial del poliestireno expandido (empaque de alimentos).....	11
7.	Mecanismo de la sustitución aromática electrófila.....	17
8.	Mecanismo de la sulfonación del benceno.....	18
9.	Reacción entre poliestireno y óleum para la formación de poliestireno sulfonado entrecruzado.....	20
10.	Muestra de un grupo de resinas de intercambio iónico en forma de perla (en la parte superior de la imagen se muestra resina catiónica, en la parte inferior aniónica).....	24
11.	Evolución de la concentración en un lecho de intercambio iónico.....	25
12.	Diagrama concentración efluente – tiempo	26
13.	Cajas del kit de pruebas de DQO.....	34
14.	Cajas del kit de pruebas de DQO reducidas de tamaño y almacenadas.....	34
15.	Cajas del kit de pruebas de DQO reducidas de tamaño y almacenadas.....	35

16.	Determinación de la cantidad de agua retenida en la estructura del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).	57
17.	Densidad del poliestireno sulfonado mediante retrolavado con agua en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante , según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).	58
18.	Cambio de volumen de la resina de intercambio catiónico debido a la hidratación en su forma ácida (pH=3,9) respecto su forma sódica (pH=12,7) para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante y tiempo de reacción de dos horas (T= 20°C).....	59
19.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables por masa saturada de humedad del poliestireno sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	60
20.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables por masa seca del poliestireno sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).	61
21.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables por volumen saturado de humedad del poliestireno sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción	

	para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	62
22.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables totales por masa saturada de humedad del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	63
23.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables totales por masa seca del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).	64
24.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables totales por volumen saturado de humedad del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	65
25.	Resina de intercambio iónico con 1 hora de sulfonación y 10% en proporción de ácido sulfúrico fumante.....	66
26.	Resina de intercambio iónico con 1 hora de sulfonación y 20% en proporción de ácido sulfúrico fumante.....	66
27.	Resina de intercambio iónico con 1 hora de sulfonación y 40% en proporción de ácido sulfúrico fumante.....	67
28.	Resina de intercambio iónico con 2 horas de sulfonación y 10% en proporción de ácido sulfúrico fumante.....	67
29.	Resina de intercambio iónico con 2 horas de sulfonación y 20% en proporción de ácido sulfúrico fumante.....	68
30.	Resina de intercambio iónico con 2 horas de sulfonación y 40% en proporción de ácido sulfúrico fumante.....	68

31.	Determinación de la cantidad de agua retenida en la estructura del poliestireno reciclado sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	70
32.	Densidad del poliestireno reciclado sulfonado mediante retrolavado con agua en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante , según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	71
33.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiable por masa saturada de humedad del poliestireno reciclado sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	72
34.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiable por masa seca del poliestireno reciclado sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	73
35.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiable por volumen saturado de humedad del poliestireno reciclado sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	74

36.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables totales por masa saturada de humedad del poliestireno reciclado sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	75
37.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables totales por masa seca del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).	76
38.	Distribución del número de miliequivalentes de hidrógeno intercambiables totales por volumen saturado de humedad del poliestireno reciclado sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C).....	77

TABLAS

I.	Estabilidad química del poliestireno frente a diferentes solventes.....	7
II.	Resistencia de los diferentes tipos de poliestireno expandido a los agentes químicos	8
III.	Análisis de variables de la sulfonación de la matriz polimérica.....	28
IV.	Análisis de variables de la evaluación de retención de agua de la resina.	28
V.	Análisis de variables de la evaluación de la hidratación de la resina.	29
VI.	Análisis de variables de la evaluación de densidad de la resina....	29

VII.	Análisis de variables de la evaluación de retención de iones de sodio a partir de una solución de cloruro de sodio	30
VIII.	Análisis de variables de la evaluación de retención de iones de sodio a partir de una solución de cloruro de sodio	31
IX.	Análisis de variables de la identificación de grupos funcionales de las resinas de intercambio iónico.....	30
X.	Parámetros de control del proceso de sulfonación.....	47
XI.	Parámetros de control para determinar la densidad del material.....	48
XII.	Parámetros de control para determinar la retención de agua del material.....	48
XIII.	Parámetros de control para determinar la hidratación de la resina de intercambio catiónico en función de su forma iónica.....	49
XIV.	Parámetros de control para determinar la capacidad de intercambio de iones sódico a partir del contacto con cloruro de sodio por peso de resina húmeda.	49
XV.	Capacidad de intercambio de iones sódico a partir del contacto con cloruro de sodio por peso de resina seca.	50
XVI.	Capacidad de intercambio de iones sódico a partir del contacto con cloruro de sodio por mililitro de resina.	50
XVII.	Parámetros de control para determinar la capacidad total de intercambio iónico por peso de resina húmeda.	51
XVIII.	Parámetros de control para determinar la capacidad total de intercambio iónico por peso de resina seca.....	51
XIX.	Parámetros de control para determinar la capacidad total de intercambio iónico por milímetro de resina húmeda..	52
XX.	Parámetros de control para identificar los grupos funcionales presentes en la resina.	52
XXI.	Arreglo rectangular para tratamientos con tres réplicas	53

XXII.	Sumatoria $T\theta P\phi$ para el rendimiento de las capacidades de intercambio iónico.....	55
XXIII.	Análisis de varianza para los factores a analizar	56
XXIV.	Ponderación de evaluación visual del poliestireno sulfonado de origen no reciclado.....	69
XXV.	Explicación de los puntajes a utilizar en la ponderación de las evaluaciones visuales del poliestireno sulfonado de origen no reciclado.....	69
XXVI.	Grupos funcionales identificados en la estructura del poliestireno sulfonado mediante espectro infrarrojo para una hora de reacción.	78
XXVII.	Grupos funcionales identificados en la estructura del poliestireno sulfonado mediante espectro infrarrojo para dos horas de reacción.	79
XXVIII.	Grupos funcionales identificados en la estructura del poliestireno reciclado sulfonado mediante espectro infrarrojo.	80
XXIX.	Análisis de varianza entre tiempo de reacción y proporción con ácido sulfúrico fumante en la capacidad <i>Salt-splitting</i> por gramo de resina seca.....	81
XXX.	Análisis de varianza entre tiempo de sulfonación y proporción de ácido sulfúrico fumante en la capacidad total de intercambio catiónico por gramo seco.	82

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
NaCl	Cloruro de sodio
eq	Equivalente
g	Gramo
h	Hora
cm⁻¹	Longitud de onda
meq	Miliequivalente
mL	Mililitro
mmol	Milimoles
%	Porcentaje
pH	Potencial de hidrogeno
T	Temperatura

GLOSARIO

Absorbancia	Cantidad de intensidad de luz que absorbe un cuerpo a cierta longitud de onda en un lapso de tiempo.
Alifático	Compuestos orgánicos constituidos por carbono e hidrógeno, en los cuales los átomos de carbono forman cadenas abiertas. Se clasifican en alcanos, alquenos y alquinos.
Anillo aromático	Polímero cíclico conjugado que cumple la regla de Hückel, es decir, que tienen un total de $4n+2$ electrones pi en el anillo, hace referencia al grupo benceno.
ANOVA	Análisis de la varianza (analysis of variance) es una colección de modelos estadísticos y procedimientos asociados, en el cual la varianza está particionada en ciertos componentes debidos a diferentes variables explicativas
ASTM	Abreviación de American Society for Testing and Materials, y hace referencia a un conjunto de normas estandarizadas para procedimientos y pruebas industriales.

DQO	Demanda Química de Oxígeno (DQO), es un parámetro que mide la cantidad de sustancias susceptibles de ser oxidadas por medios químicos que hay disueltas o en suspensión en una muestra líquida.
Electrófilo	Reactivo químico atraído hacia zonas ricas en electrones, que participa en una reacción química aceptando un par de electrones formando un enlace con un nucleófilo.
Electrolito	Sustancia que contiene iones libres, los que se comportan como un medio conductor eléctrico.
Espectroscopia IR	Rama de la espectroscopia que trata con la parte infrarroja del espectro electromagnético, puede usarse para identificar un compuesto e investigar la composición de una muestra.
Factibilidad técnica	Indica si se dispone de los conocimientos y habilidades en el manejo de métodos, procedimientos y funciones requeridas para el desarrollo e implantación del proyecto.
Intercambio iónico	Intercambio de iones entre 2 electrolitos o entre una disolución de electrolitos y un complejo.

Longitud de onda	Período espacial o la distancia que hay entre pulsos ondulatorios de energía.
Monómero	Compuestos de bajo peso molecular, que pueden unirse a otras moléculas pequeñas (ya sea iguales o diferentes) para formar macromoléculas de cadenas largas comúnmente conocidas como polímeros.
Nucleófilo	Especie que reacciona cediendo un par de electrones libres a otra especie (el electrófilo), combinándose y enlazándose covalentemente con ella.
Óleum	Ácido que contiene varias composiciones de trióxido de azufre en ácido sulfúrico, también se hace referencia más específicamente al ácido sulfúrico fumante.
Polímero	Macromoléculas (generalmente orgánicas), formadas por la unión de moléculas más pequeñas llamadas monómeros.
<i>Salt-splitting</i>	Fraccionamiento de la estructura de una sal en sus iones.
Sulfonación	Es todo procedimiento por el cual se introduce el grupo sulfónico $-SO_2OH$ a un átomo de carbono, o algunas veces a un átomo de nitrógeno.

Transmitancia

Cantidad de energía que atraviesa un cuerpo en determinada cantidad de tiempo en una determinada longitud de onda.

Varianza

Medida de dispersión definida como la esperanza del cuadrado de la desviación de dicha variable respecto a su media.

RESUMEN

El presente trabajo de investigación, consiste en un estudio de factibilidad del reciclaje, modificación de la estructura de poliestireno expandido y su utilización como material de intercambio iónico para la separación de iones metálicos en solución, mediante la sulfonación de la cadena polimérica.

El objetivo principal de la investigación, radica en modificar y evaluar a partir de poliestireno expandido virgen, un material que adquiera las propiedades de una resina de intercambio iónico. Los objetivos específicos se enfocan en evaluar las propiedades fisicoquímicas y visuales de la sulfonación que presenta el poliestireno al elaborar la resina de intercambio catiónico, para ello se evalúan los distintos tratamientos aplicados en la sulfonación del poliestireno con el objetivo de determinar las variables óptimas para el proceso en cuanto a tiempo de reacción y la proporción de ácido sulfúrico fumante/concentrado. Al identificarse las variables óptimas del proceso, se pretende utilizar poliestireno reciclado de los residuos de pruebas del análisis de DQO, para elaborar una nueva resina de intercambio y comparar sus propiedades con respecto a la resina hecha con poliestireno virgen.

La metodología a seguir para esta investigación, se enfocó en dividir la misma en 3 procedimientos separados; el primero consiste en el reciclaje y sulfonación de la matriz polimérica, el segundo consiste en la elaboración de la sal sódica de resina de intercambio catiónico y el último, es la evaluación de la resina de intercambio iónico.

El resultado de las pruebas reveló la modificación de la estructura del poliestireno, resultando en un material con carácter hidrofílico y con la capacidad de intercambio de iones. Además se determinó que las condiciones de una hora de reacción y 10 por ciento en proporción de ácido fumante, son las variables óptimas para los tratamientos planteados, con lo cual fue posible hacer resina de intercambio catiónico utilizando el material reciclado.

La investigación demostró que tanto el poliestireno sulfonado elaborado con material no reciclado como reciclado, cumple con las funciones básicas para el intercambio de iones de una resina de intercambio catiónico. El resultado de la investigación demuestra que es factible reciclar poliestireno expandido para su uso como una resina de intercambio catiónico funcional.

OBJETIVOS

General

Evaluar la factibilidad técnica de la modificación de un polímero mediante la sulfonación y entrecruzado de la matriz de dicho polímero, para la elaboración de una resina de intercambio catiónico hecha a partir de poliestireno expandido reciclado para su uso en la separación de iones metálicos en solución.

Específicos

1. Determinar la densidad, retención máxima de agua y la hidratación observada en el cambio de volumen que presenta la resina de poliestireno sulfonado sintetizado.
2. Evaluar la capacidad de fraccionamiento de una sal neutra y la capacidad total de intercambio iónico de las resinas, obtenidas de la sulfonación del poliestireno expandido.
3. Evaluar características visuales en función de la proporción de agente sulfonante y tiempo de reacción.
4. Intercomparar las características físicas y químicas de las resinas obtenidas al variar la proporción de agente sulfonante y tiempo de reacción durante la elaboración del poliestireno sulfonado y determinar la mejor opción en cuanto las variables de sulfonación de la resina.

5. Evaluar y comparar el poliestireno sulfonado elaborado con los residuos de las cajas de pruebas de DQO, respecto a la mejor opción de las variables de sulfonación.
6. Identificar los grupos funcionales resultantes de la sulfonación del poliestireno expandido en función de la proporción de agente sulfonante , tiempo de reacción y material utilizable.

HIPÓTESIS

La presente investigación consta de las siguientes hipótesis:

Hipótesis descriptiva:

1. Es posible la elaboración de una resina de intercambio iónico a partir de poliestireno expandido de origen reciclado.
2. La sulfonación y entrecruzamiento del poliestireno expandido, se ve mejorada al aumentar el tiempo de sulfonación
3. La sulfonación y entrecruzamiento del poliestireno expandido se ve mejorada al aumentar la proporción de ácido sulfúrico fumante.

Hipótesis nula:

1. No es posible la elaboración de una resina de intercambio iónico a partir de poliestireno expandido de origen reciclado.
2. La sulfonación y entrecruzamiento del poliestireno expandido decrece al aumentar el tiempo de sulfonación
3. La sulfonación y entrecruzamiento del poliestireno expandido decrece al aumentar la proporción de ácido sulfúrico fumante.

INTRODUCCIÓN

En la actualidad existe un problema con los contaminantes sólidos que aún pueden ser reutilizados y reciclados, uno de los mayores contaminantes sólidos son los polímeros del uso de envases de alimentos y de embalaje. Una gran cantidad de polímeros son reutilizados y reciclados, como por ejemplo el polietileno y el PET como en el caso de los envases de gaseosas, otro tipo de polímeros han resultado poco prácticos en su reutilización como el poliestireno, y en especial atención al poliestireno de tipo expandido, ya que este material tiene la dificultad en su recolección y en su rentabilidad económica frente al uso de material virgen.

Ya que el reuso no es una opción rentable en este caso, se opta por reciclar el material para un uso diferente al original, en este caso modificando la estructura química del poliestireno. Se ha optado por el uso del poliestireno modificado como resina de intercambio catiónico, el cual puede ser aplicado en tratamiento de aguas para reducir la concentración de metales pesados en cuerpos de agua. La existencia de metales pesados en cuerpos de agua, se debe principalmente a efluentes de tipo industrial, doméstico y comercial. En algunos casos existen controles y tratamientos de efluentes, pero siempre existen fuentes de dichos contaminantes, los cuales deben ser tratados en algún momento.

Uno de los métodos para tratar efluentes, es la separación por intercambio iónico, que tiene el beneficio de ser un proceso que no conlleva gran consumo de energía y utilización de reactivos para su operación respecto

al uso de técnicas convencionales. Pero tiene el problema de ser una tecnología de alto costo del equipo, por lo que no se implementa generalmente.

Actualmente existen varias investigaciones sobre el uso de materiales de bajo costo para la elaboración de resinas de intercambio iónico, así como de procesos de sustitución de grupos funcionales en diferentes materiales poliméricos de uso común. Dichas investigaciones conjuntas, han hecho la necesidad de preguntarse si es posible elaborar resinas con materiales que puedan ser de origen reciclado y como se desempeñarían en un proceso.

Además al ser Guatemala un país que posee una industria de reciclado de plástico, es viable desarrollar investigaciones con respecto al uso de estos materiales, debido a que generalmente el material reciclado se exporta como materia bruta y se pierde el potencial para darle un valor agregado a dicho material.

1. ANTECEDENTES

En 1991, la tesis doctoral realizada en la Universidad Complutense de Madrid, para el Departamento de Química-física de la Facultad de Ciencias Químicas con el tema: Investigación de nuevos materiales conductores: polipirrol crecido en polímeros sulfonados presentó fundamentos básicos sobre la sulfonación de polímeros.

En 2005, en la Facultad de Química e Ingeniería Química de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Perú, se presentó una investigación con el tema: Síntesis de un intercambiador catiónico a partir de poliestireno comercial/residual. Dicha investigación se basa en la descomposición de las cadenas de poliestireno, para posteriormente entrecruzar la cadena de poliestireno con divinil benceno y por último polimerizar nuevamente para obtener el polímero para el proceso de sulfonación.

En 2007, se realizó en Universidad Autónoma de Baja California, en la Facultad de Ciencias Químicas e Ingeniería un estudio con el tema: Síntesis, caracterización y aplicación del PS entrecruzado a partir de residuos de PS, el cual muestra el mecanismo de sulfonación y entrecruzamiento del PS, así como las pruebas hechas al material como resina de intercambio iónico.

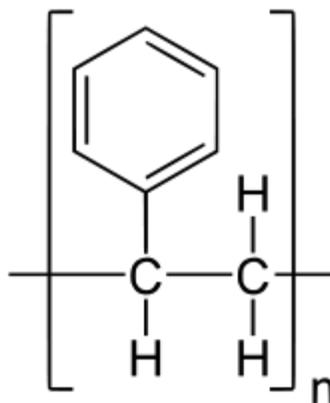
Del mismo autor se presenta con el tema: Preparación, caracterización y aplicación de polímeros sulfonados entrecruzados, donde se menciona el uso del poliestireno sulfonado como resina de intercambio iónico.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Poliestireno

Es un polímero orgánico termoplástico que se obtiene a partir de la polimerización del estireno. Existen 4 tipos principales: el PS cristal, que es transparente, rígido y quebradizo; el poliestireno de alto impacto, resistente y opaco, el poliestireno expandido, muy ligero, y el poliestireno extrusionado, similar al expandido pero más denso e impermeable. Las aplicaciones principales del PS choque y el PS cristal, son la fabricación de envases mediante extrusión-termoformado, y de objetos diversos mediante moldeo por inyección. Las formas expandidas y extruidas, se emplean principalmente como aislantes térmicos en construcción.

Figura 1. Estructura química del poliestireno



Fuente: Wikipedia. Poliestireno, <<http://es.wikipedia.org/wiki/Poliestireno>>

Consulta en: 10 de agosto 2012.

2.1.1. Propiedades

Además de los enlaces covalentes que mantienen unidas a las moléculas de los monómeros, suelen producirse otras interacciones intermoleculares e intramoleculares que influyen notablemente en las propiedades físicas del polímero, que son diferentes de las que presentan las moléculas de partida. El poliestireno, en general, posee elasticidad, cierta resistencia al ataque químico, buena resistencia mecánica, térmica y eléctrica y baja densidad.

El poliestireno es un polímero termoplástico. En estos polímeros, las fuerzas intermoleculares son muy débiles y al calentar las cadenas pueden moverse unas con relación a otras y el polímero puede moldearse. Cuando el polímero se enfría, vuelven a establecerse las fuerzas intermoleculares pero entre átomos diferentes, con lo que cambia la ordenación de las cadenas.

2.1.2. Tipos de poliestireno

Existen diferentes tipos de poliestireno que se manufacturan comercialmente para diferentes usos e industrias, como se muestra a continuación.

2.1.2.1. Poliestireno cristal

El producto de la polimerización del estireno puro, se denomina poliestireno cristal o poliestireno de uso general (GPPS, siglas en inglés). Es un sólido transparente, duro y frágil. Es vítreo por debajo de 100 grados centígrados. Por encima de esta temperatura, es fácilmente procesable y puede dársele múltiples formas.

2.1.2.2. Poliestireno de alto impacto

Para mejorar la resistencia mecánica del material, se puede añadir en la polimerización hasta un 14 por ciento de caucho (casi siempre polibutadieno). El producto resultante se llama poliestireno de alto impacto (HIPS, *High Impact Polystyrene*, siglas en inglés). Es más fuerte, no quebradizo y capaz de soportar impactos más violentos sin romperse. Su inconveniente principal, es su opacidad, si bien algunos fabricantes venden grados especiales de poliestireno choque translúcido.

El poliestireno de alto impacto, es un polímero que se caracteriza por:

- Mejor resistencia al impacto que el poliestireno sin modificar.
- Es opaco, debido a la adición de polibutadieno.
- Muy buena procesabilidad, es decir, se puede procesar por los métodos de conformado empleados para los termoplásticos, como inyección y extrusión.
- Copia detalles de molde con gran fidelidad.

Figura 2. **Identificación del poliestireno según código de identificación de plásticos**



Fuente: Activa química. Identificación de Plásticos. <<http://nelsoncobba.blogspot.com/2011/12/identificacion-de-plasticos-importante.html>>Consulta en:10 de agosto 2012.

El poliestireno de alto impacto, es también reciclable, al igual que otros termoplásticos, como el polietileno, polipropileno, poliestireno expandido, entre otros.

2.1.2.3. Poliestireno expandido

Otro miembro de esta familia es el poliestireno expandido (EPS, siglas en inglés). Consiste en 95 por ciento de poliestireno y 5 por ciento de un gas que forma burbujas que reducen la densidad del material. Su aplicación principal, es como aislante en construcción y para el embalaje de productos frágiles. El poliestireno expandido es estable frente a muchos productos químicos.

Tabla I. **Estabilidad química del poliestireno frente a diferentes solventes**

SUSTANCIA ACTIVA	ESTABILIDAD
Solución salina/ agua de mar	Estable: el EPS no se destruye con una acción prolongada
Jabones y soluciones de tensioactivos	Estable: el EPS no se destruye con una acción prolongada
Lejías	Estable: el EPS no se destruye con una acción prolongada
Ácidos diluidos	Estable: el EPS no se destruye con una acción prolongada
Ácido clorhídrico (al 35%) , ácido nítrico (al 50%)	Estable: el EPS no se destruye con una acción prolongada
Ácidos concentrados (sin agua) al 100%	No estable: El EPS se contrae o se disuelve
Soluciones alcalinas	Estable: el EPS no se destruye con una acción prolongada
Disolventes orgánicos (acetona, ésteres)	No estable: El EPS se contrae o se disuelve
Hidrocarburos alifáticos saturados	No estable: El EPS se contrae o se disuelve
Aceites de parafina, vaselina	Relativamente estable: en una acción prolongada, el EPS puede contraerse o ser atacada su superficie
Aceite de diesel	No estable: El EPS se contrae o se disuelve
Carburantes	No estable: El EPS se contrae o se disuelve
Alcoholes (metanol, etanol)	Estable: el EPS no se destruye con una acción prolongada
Aceites de silicona	Relativamente estable: en una acción prolongada, el EPS puede contraerse o ser atacada su superficie

Fuente: Textos científicos. Poliestireno expandido. <<http://www.textoscientificos.com/polimeros/poliestireno/reciclado>> Consulta en: 11 de agosto 2012.

Tabla II. **Resistencia de los diferentes tipos de poliestireno expandido a los agentes químicos**

Agentes	EPS Tipo standard	EPS Difícilmente inflamable	EPS Resistente a los aceites diesel
Agua	+	+	+
Agua de mar	+	+	+
Ácido Clorhídrico al 36%	+	+	-
Ácido sulfúrico al 95%	+	+	-
Ácido fosfórico al 90%	+	+	-
Ácido nítrico al 68 %	+	+	-
Ácido fórmico al 80 %	+	+	-
Ácido acético al 70 %	+	+	-
Hidróxido sódico al 40 %	+	+	+
Hidróxido potásico al 50 %	+	+	+
Agua amoniacal al 25 %	+	+	+
Alcohol metílico	+	+	+
Alcohol etílico	+	+	+ -
Alcohol propílico	+	+	+ -
Bencina para barnices, aceite Diesel	+	+	+ -
Carburante que contiene benceno	-	-	+
Eter acético	-	-	-
Benceno	-	-	-
Tetracloruro de carbono	-	-	-
Eter y disolventes orgánicos	-	-	-

+	Estable
+ -	Limitadamente estable
-	Inestable

Fuente: Textos científicos. Poliestireno expandido. <<http://www.textoscientificos.com/polimeros/poliestireno/reciclado>> Consulta en:11 de agosto 2012.

A diferencia de materiales como el PET, que son más amigables con el medio ambiente, el polietireno expandido es uno de los materiales menos amigables. Esto se debe a que la polimerización del estireno no es reversible¹.

Esto no quiere decir que el poliestireno expandido no pueda ser utilizado nuevamente, de hecho una de las posibilidades que existen, es volver a utilizarlo en la producción de poliestireno expandido.

La forma expandida (poliestireno expandido), se utiliza como aislante térmico y acústico y es ampliamente conocido bajo diversas marcas comerciales (poliexpan o porexpán, telgopor.)

Algunas de las presentaciones comercialmente utilizadas y más comunes del poliestireno expandido, se utilizan en embalaje y contenedores, como se muestran a continuación.

¹Textos científicos. Poliestireno expandido, Disponible en: <<http://www.textoscientificos.com/polimeros/poliestireno/reciclado>> [Consulta en:13 de agosto 2012]

Figura 3. **Forma comercial del poliestireno expandido (perlas)**



Fuente: Epsel. Poliestireno expandido. <<http://www.epsel.blogspot.com>>
Consulta en: 5 de octubre 2012.

Figura 4. **Forma comercial del poliestireno expandido (embalaje)**



Fuente: Wikipedía. Poliestireno expandido. <http://es.wikipedia.org/wiki/Poliestireno_expandido>
>Consulta en: 5 de octubre 2012.

Figura 5. **Forma comercial del poliestireno expandido (relleno de embalaje)**



Fuente: 123RF. Poliestireno expandido. <http://es.123rf.com/photo_5145513_microesferas-de-poliestireno-expandido-para-el-embalaje-de-utilidad-como-telon-de-fondo.html>
Consulta en: 5 de octubre 2012.

Figura 6. **Forma comercial del poliestireno expandido (empaque de alimentos)**



Fuente: REDIPLAST. Poliestireno expandido.<<http://www.rediplastsac.com>>
Consulta en: 6 de octubre 2012.

2.1.3. Transformación del poliestireno y aplicaciones

Los procesos más comunes utilizados en la transformación de los termoplásticos más utilizados en la manufacturación de objetos de uso común son:

- Extrusión

El polímero es calentado y empujado por un tornillo sin fin y pasa a través de un orificio con forma de tubo. Se producen por extrusión tuberías, perfiles, vigas y materiales similares.

- Inyección

El polímero se funde con calor y fricción, y se introduce en un molde frío donde el plástico solidifica. Este método se usa para fabricar objetos como bolígrafos, utensilios de cocina, juguetes, entre otros.

- Extrusión con soplado

En primer lugar, se extrusiona un tubo de plástico que se introduce en un molde que se cierra alrededor del plástico. Entonces se introduce aire dentro del tubo de plástico, el cual se ve obligado a adquirir la forma del molde. Esta es la forma en que se obtienen las botellas de plástico.

2.1.4. El proceso de fabricación del poliestireno expandido o EPS

El proceso de manufactura del poliestireno de tipo expandido, está constituido de 4 fases, principalmente en las cuales se inyecta el aire dentro de la estructura del poliestireno.

Consta de las siguientes fases²:

- Preexpansión
- Reposo intermedio y estabilización
- Proceso de transformación
- Corte / mecanizado

2.1.4.1. Preexpansión

La materia prima es introducida en unas máquinas denominadas pre-expandidores. El proceso consiste en la expansión de la perla de poliestireno expandido mediante la aportación de vapor de agua. De esta forma, el agente expansivo que lleva la materia prima, permite que ésta se expanda bajando por tanto su densidad aparente. El control de la densidad se realiza mediante el control de distintos parámetros.

En función de diversos parámetros; como la temperatura y del tiempo de exposición la densidad aparente del material, disminuye de unos 630 kilogramos por metro cúbico a densidades que oscilan entre los 10 - 30 kilogramos por metro cúbico.

² Empolime S.A. Fabricación del poliestireno expandido, Disponible en: <<http://www.empolime.com/fabricacion-poliestireno-expandido.htm>> [Consulta en: 15 de agosto 2012]

En el proceso de preexpansión, las perlas compactas de la materia prima se convierten en perlas de plástico celular con pequeñas celdillas cerradas que contienen aire en su interior.

2.1.4.2. Reposo intermedio y estabilización

Cuando las partículas recién expandidas se enfrían, se crea un vacío interior que es preciso compensar con la penetración de aire por difusión. Para ello, el material se deja reposar en silos ventilados durante un mínimo de 12 horas.

De este modo las perlas alcanzan una mayor estabilidad mecánica y mejoran su capacidad de expansión, lo que resulta ventajoso para la siguiente etapa de transformación. Dependiendo de la densidad aparente del poliestireno expandido a transformar, puede someterse la materia prima pre expandida a una segunda preexpansión, o bien, directamente pasar al proceso de transformación propiamente dicho.

2.1.4.3. Proceso de transformación

La transformación que se lleva a cabo, se conforma en los procedimientos de elaboración del bloque y corte (recto o en formas), tal como se describe a continuación.

2.1.4.3.1. Bloque

La perla pre expandida entra en un bloque en el que se ve sometida a un proceso de soldadura, que se consigue mediante su sometimiento a una aportación de vapor de agua durante un período que varía según el tipo de

densidad aparente de la pieza a obtener, proceso realizado en una autoclave, después de un proceso de estabilización sale de la máquina un bloque.

2.1.4.3.2. Moldeado

Es un proceso similar al del bloque, solo que este se realiza en una máquina en la cual hay un molde con la forma concreta de la pieza que se va a fabricar. En este proceso, el material se introduce en el molde y es soldado mediante aporte de calor.

2.1.4.4. Corte / mecanizado

El procedimiento de corte del poliestireno de tipo expandido después del moldeado, puede llevarse a cabo mediante corte en recto y corte en formas tal como se describe a continuación.

2.1.4.4.1. Corte en recto

Los bloques de poliestireno expandido obtenidos, pueden ser cortados en planchas como último paso del proceso de fabricación para dejar el material preparado para servir al consumidor. Dicho proceso se lleva a cabo mediante la utilización de una mesa de corte en 3 dimensiones, en la que hay dispuesto un sistema de hilos calientes que permiten hacer del bloque tantas planchas como sea posible, de las medidas requeridas. El tamaño final de cada plancha puede ser ajustado para satisfacer las necesidades de los clientes.

2.1.4.4.2. Corte en formas

Cuando es necesario obtener formas más complicadas, el bloque es mecanizado en pantógrafos de control numérico, que permite realizar cortes en 2 dimensiones.

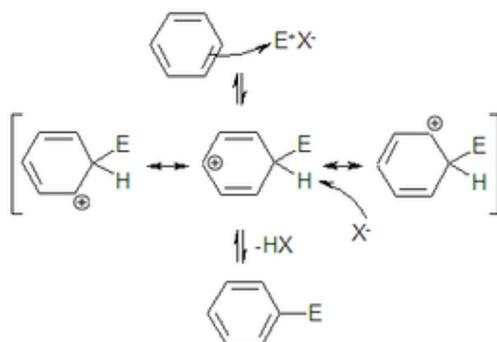
2.2. Sustitución aromática electrofílica

La reacción más importante de los compuestos aromáticos, es la sustitución electrofílica aromática³. Esto es, un electrófilo (E+) reacciona con un anillo aromático y sustituye uno de los hidrógenos.

Mediante este tipo de reacción, es posible anexar distintos sustituyentes al anillo aromático. Se le puede halogenar (sustituir con halógeno: -F, -Cl, -I, -Br, -At), Nitrar (sustituir por un grupo nitro: -NO₂), sulfonar (sustituir por un grupo ácido sulfónico -SO₃H), alquilar (sustituir por un grupo alquilo: -R). Todas estas reacciones pueden ser llevadas a cabo seleccionando los reactivos y condiciones apropiadas.

3 Textos Científicos .Sustitución electrofílica aromática, Disponible en: <<http://www.textoscientificos.com/quimica/aromaticos/sustitucion-aromatica>>[Consulta en: 16 de agosto 2012]

Figura 7. **Mecanismo de la sustitución aromática electrófilica**



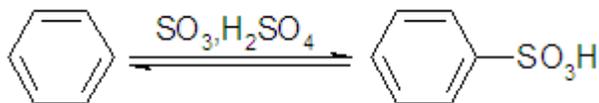
Fuente: Wikipédia. Sustitución electrófilica aromática. <http://es.wikipedia.org/wiki/Sustituci%C3%B3n_electr%C3%B3fila_arom%C3%A1tica> Consulta en: 2 de octubre 2012.

2.2.1. **Sulfonación aromática**

Los anillos aromáticos pueden sulfonarse por reacción con ácido sulfúrico fumante ($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{SO}_3$). El electrófilo reactivo es HSO_3^+ o SO_3 , dependiendo de las condiciones de reacción.

Este proceso ocurre similar a la bromación y nitración pero tiene la característica de que es reversible. Esta reacción tiene importancia en la elaboración de colorantes y productos farmacéuticos.

Figura 8. **Mecanismo de la sulfonación del benceno**



Fuente: Wikipedia. Sulfonación de estructuras aromáticas. <http://es.wikipedia.org/wiki/Sustituci%C3%B3n_electr%C3%B3fila_arom%C3%A1tica> Consulta en: 10 de octubre 2012.

2.2.2. **Sulfonación de matrices poliméricas**

Con el término sulfonación, se designa la fijación química del grupo bisulfito $-\text{SO}_3\text{H}$ a un átomo de carbono de una molécula orgánica. El uso de compuestos orgánicos sulfonados está ligado a la presencia del grupo $-\text{SO}_3\text{H}$ por su carácter hidrofílico muy polar. Cuando el grupo sulfónico se combina con una fracción orgánica liposoluble los compuestos resultantes, pueden ser utilizados como detergentes, emulsificantes y agentes dispersantes. Si se combina con una cadena orgánica tipo polisacárido le confiere propiedades anticoagulantes muy interesantes en el campo de los biomateriales.

La presencia del grupo sulfónico en tintes, compuestos antiparásitos y agentes curtidores sintéticos, los hace solubles en agua y los fija después a la fibra o la piel que se quiera tratar. Los grupos sulfónico están presentes en algunas resinas intercambiadoras de iones en las que funcionan como ácidos fuertes frente a otras resinas que llevan grupos carboxilo de carácter menos ácido.

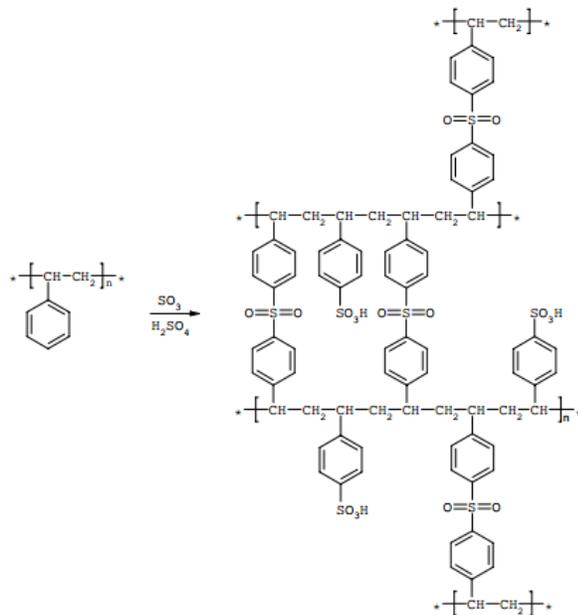
2.2.3. Sulfonación del poliestireno

Los agentes de sulfonación, más enérgicos, son el trióxido de azufre (SO_3), el ácido sulfúrico (H_2SO_4) y el óleum (SO_3 en H_2SO_4). Todos ellos se utilizan para la sulfonación de matrices poliméricas. Para sulfonaciones realizadas en condiciones suaves, se han utilizado complejos de los agentes mencionados con moléculas orgánicas (SO_3 -piridina, SO_3 -dioxano, SO_3 -trimetilamina y H_2SO_4 -anhídrido acético).

De entre estos reactivos, para la sulfonación del PS, el óleum presenta una muy buena reactividad y produce reacciones secundarias como el entrecruzamiento.

Esta matriz polimérica se lleva a cabo con residuos de PS con una solución de óleum, que consiste en ácido sulfúrico con trióxido de azufre (SO_3) al 33 por ciento, todo esto a temperatura ambiente, ya que permite llevarse a cabo el entrecruzamiento entre el anillo aromático del PS y el grupo sulfona ($-SO_2-$), pero permite a la vez formar grupos sulfónicos ($-SO_3H$) provenientes de la no formación del entrecruzamiento entre las sulfonas y el anillo aromático del PS. La reacción que se lleva a cabo, se muestra en la figura 9.

Figura 9. **Reacción entre poliestireno y óleum para la formación de poliestireno sulfonado entrecruzado**



Fuente: Revista Iberoamericana de Polímeros. Sulfonación de poliestireno
 <<http://www.ehu.es/reviberpol/pdf/MAR07/leon.pdf>> Consulta en:
 16 de agosto 2012.

2.3. Intercambio iónico

Es una operación de separación basada en la transferencia de materia fluido-sólido. Implica la transferencia de uno o más iones de la fase fluida al sólido por intercambio o desplazamiento de iones de la misma carga, que se encuentran unidos por fuerzas electrostáticas a grupos funcionales superficiales. La eficacia del proceso, depende del equilibrio sólido-fluido y de la velocidad de transferencia de materia. Los sólidos suelen ser de tipo polimérico, siendo los más habituales los basados en resinas sintéticas.

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

2.3.1. Resina de intercambio iónico

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

2.3.1.1. Tipos de resinas de intercambio iónico

Las resinas de intercambio iónico, están destinadas a varios usos, descalcificación, desnitratación, desionización, desnitratación. Dependiendo de la aplicación a la que se destinen, existen diferentes tipos.

2.3.1.1.1. Resinas catiónicas de ácido fuerte

Son materiales que presentan en su estructura molecular grupos funcionales ácidos fuertes (sulfonatos, fosfatos, por decir algunos), que son los encargados del intercambio de iones.

- Intercambian iones positivos (cationes).
- Funcionan a cualquier pH.
- Es la destinada a aplicaciones de suavizado de agua, como primera columna de desionización en los desmineralizadores o para lechos mixtos. Elimina los cationes del agua y necesitan una gran cantidad de regenerante, normalmente ácido clorhídrico (HCl).

2.3.1.1.2. Resinas catiónicas de ácido débil

Son materiales que presentan en su estructura molecular, grupos funcionales ácidos débiles (ácido acético, el más común de ellos), que son los encargados del intercambio de iones.

- Tienen menor capacidad de intercambio
- No son funcionales a pH bajos
- Elevado hinchamiento y contracción lo que hace aumentar las pérdidas de carga

Se trata de una resina muy eficiente, requiere menos ácido para su regeneración, aunque trabajan a flujos menores que las de ácido fuerte. Es habitual regenerarlas con el ácido de residuo procedente de las de ácido fuerte.

2.3.1.1.3. Resinas aniónicas de base fuerte

Son materiales que presentan en su estructura molecular grupos funcionales básicos fuertes que son los encargados del intercambio de iones. No son muy utilizadas comercialmente.

- Intercambian iones negativos (aniones)
- Es la destinada a aplicaciones de suavizado de agua, como segunda columna de desionización en los desmineralizadores o para lechos mixtos. Elimina los aniones del agua y necesitan una gran cantidad de regenerante, normalmente sosa (hidróxidosódico - NaOH)

2.3.1.1.4. Resinas aniónicas de base débil

Se trata de una resina muy eficiente, requiere menos sosa para su regeneración pero conlleva algunos aspectos deficientes con respecto a la resina base fuerte.

- No se puede utilizar a pH altos
- Pueden sufrir problemas de oxidación o ensuciamiento

Figura 10. **Muestra de un grupo de resinas de intercambio iónico en forma de perla (en la parte superior de la imagen se muestra resina catiónica, en la parte inferior aniónica)**



Fuente: Desmineralizadores . Tipos de resinas de intercambio iónico.
<<http://www.desmineralizadores.com/tipos.html>> Consulta en:
17 de agosto 2012.

2.3.2. Intercambio iónico en lecho fijo

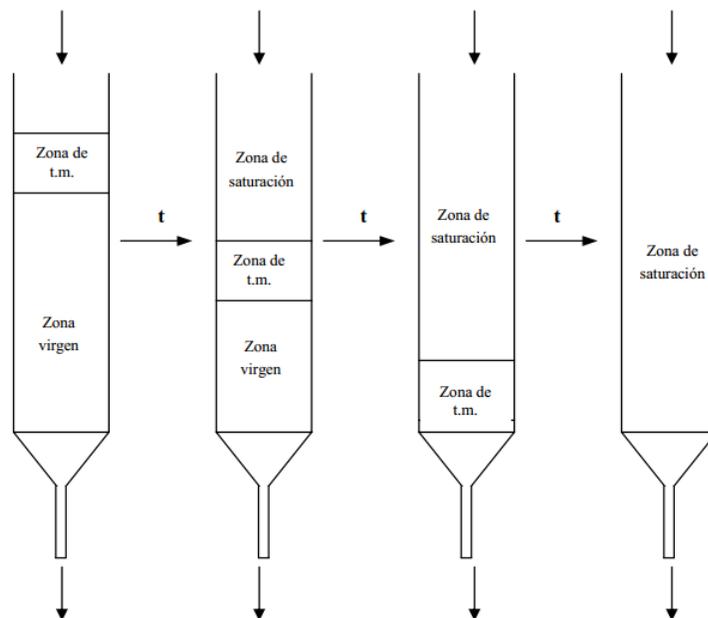
La operación de intercambio iónico se realiza habitualmente en semicontinuo, en un lecho fijo de resina a través del cual fluye una disolución. El régimen de funcionamiento no es estacionario por variar continuamente la concentración de los iones en cada punto del sistema.

Al inicio de la operación de un lecho, la mayor parte de la transferencia de materia tiene lugar cerca de la entrada del lecho, donde el fluido se pone en contacto con intercambiador fresco. A medida que transcurre el tiempo, el sólido próximo a la entrada se encuentra prácticamente saturado y la mayor parte de la transferencia de materia tiene lugar lejos de la entrada. Debido a la resistencia que opone el sistema a la transferencia de iones desde el seno del

líquido a los centros de intercambio, se establece un gradiente de concentración en el lecho.

A medida que progresa el intercambio iónico, la zona de transferencia de materia se traslada en el lecho hasta alcanzar su extremo inferior, instante a partir del cual la disolución de salida contendrá cantidades crecientes de los iones que se desea intercambiar.

Figura 11. **Evolución de la concentración en un lecho de intercambio iónico**

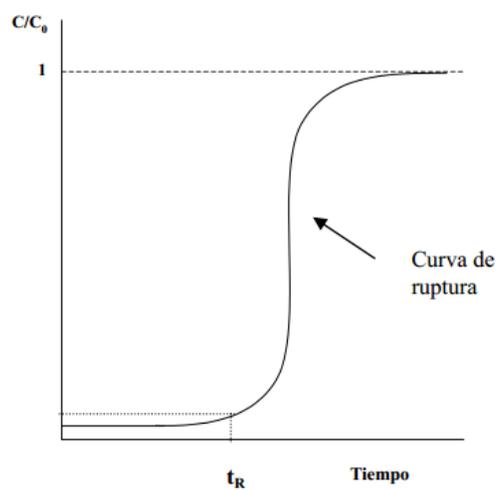


Fuente: Material de apoyo sobre intercambio iónico (Universidad Autónoma de Madrid) . Lechos de intercambio iónico. <http://www.uam.es/personal_pdi/ciencias/mgilarra/experimentacionI/Intercambioionico2006.pdf >
Consulta en: 16 de agosto 2012.

El tiempo transcurrido desde el comienzo de la operación en el lecho, hasta que los iones de la disolución aparecen en la corriente de salida o más concretamente, cuando se alcanza la máxima concentración permisible en el

efluente, se denomina tiempo de ruptura (t_R). En este momento, la corriente se desviaría a un segundo lecho, iniciando el proceso de regeneración del primero. La curva que representa la evolución de la concentración del efluente que abandona el lecho recibe el nombre de curva de ruptura.

Figura 12. **Diagrama concentración efluente – tiempo**



Fuente: Material de apoyo sobre intercambio iónico (Universidad Autónoma de Madrid)
.Lechos de intercambio iónico. <http://www.uam.es/personal_pdi/ciencias/mgilarra/experimentacionIQII/Intercambioionico2006.pdf> Consulta en: 16 de agosto 2012.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Variables

Para el desarrollo del presente trabajo de investigación, es necesario poder definir las variables de operación (dependientes e independientes), para cada una de las etapas que se incluyen en la investigación.

La investigación comprende 3 etapas principales, las cuales son:

- Reciclaje y sulfonación de la matriz polimérica
- Elaboración de la sal sódica de la resina de intercambio iónico
- Evaluación de la resina de intercambio iónico

Variables de operación de la sulfonación de la matriz polimérica.

Tabla III. **Análisis de variables de la sulfonación de la matriz polimérica**

Nombre	Dimensional	Factor potencial de diseño		Característica	Descripción
		Constante	Variable		
Tiempo	h		X	Controlable	Tiempo necesario para obtener cierto grado de sustitución
Masa	g	X		Controlable	Cantidad de polímero a sulfonar
Proporción de ácido concentrado	Adimensional		X	Controlable	Proporción de ácido concentrado respecto a la cantidad de polímero
Proporción de ácido fumante	Adimensional		X	Controlable	Proporción de oleum utilizado respecto a la cantidad de polímero
Velocidad de agitación	rpm	X		Controlable	Velocidad de agitación de la mezcla
Masa de polímero sulfonado	g		X	No controlable	Masa del polímero sulfonado resultante

Fuente: elaboración propia.

Tabla IV. **Análisis de variables de la evaluación de retención de agua de la resina**

Nombre	Dimensional	Factor potencial de diseño		Característica	Descripción
		Constante	Variable		
Peso inicial de la resina húmeda	g	X		Controlable	Peso de la resina antes de la prueba
Peso de la resina seca	g		X	No controlable	Peso de la resina después de la prueba

Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Análisis de variables de la evaluación de la hidratación de la resina**

Nombre	Dimensional	Factor potencial de diseño		Característica	Descripción
		Constante	Variable		
Volumen de la resina ácida	g		X	No controlable	Volumen de la resina en forma ácida
Volumen de la resina sódica	g		X	No controlable	Volumen de la resina en forma sódica
pH	Adimensional		X	No controlable	pH de las resinas ácidas y sódicas

Fuente: elaboración propia.

Tabla VI. **Análisis de variables de la evaluación de densidad de la resina**

Nombre	Dimensional	Factor potencial de diseño		Característica	Descripción
		Constante	Variable		
Masa	g	X		Controlable	Masa de la muestra de la resina
Volumen total	mL		X	No controlable	Volumen de la muestra
Volumen de agua	mL	X		Controlable	Volumen de agua agregado a la resina

Fuente: elaboración propia.

Tabla VII. **Análisis de variables de la evaluación de retención de iones de sodio a partir de una solución de cloruro de sodio**

Nombre	Dimensional	Factor potencial de diseño		Característica	Descripción
		Constante	Variable		
pH solución	Adimensional		X	Controlable	Logaritmo en base diez de la concentración iones (H ⁺) en solución
Concentración de la solución estándar de NaOH	mmol/mL	X		Controlable	Concentración de la solución patrón en la valoración
Masa resina	g	X		Controlable	Masa de la resina a valorar
Cantidad de solución de NaOH	mL		X	No controlable	Gasto de la solución de NaOH en la valoración.

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Análisis de variables de la identificación de grupos funcionales de las resinas de intercambio iónico**

Nombre	Dimensional	Factor potencial de diseño		Característica	Descripción
		Constante	Variable		
Grupo funcional	Adimensional		X	No controlable	Banda de espectro infrarrojo distintiva para cada grupo funcional presente

Fuente: elaboración propia.

Tabla IX. **Análisis de variables de la evaluación de retención de iones de sodio a partir de una solución de cloruro de sodio**

Nombre	Dimensional	Factor potencial de diseño		Característica	Descripción
		Constante	Variable		
pH solución	Adimensional		X	Controlable	Logaritmo en base diez de la concentración iones (H ⁺) en solución
Concentración de la solución de NaOH /NaCl	mmol/mL	X		Controlable	Concentración de la solución patrón en de NaOH en NaCl
Masa resina	g	X		Controlable	Masa de la resina a valorar
Concentración de la solución estándar de HCl	mmol/mL	X		Controlable	Concentración de la solución de ácido clorhídrico
Cantidad de solución de HCl	mL		X	No controlable	Gasto de la solución de ácido clorhídrico en la valoración.

Fuente: elaboración propia.

3.2. Delimitación de campo de estudio

Se contemplan todos los aspectos que conlleva la investigación, así como el alcance en cada aspecto, esto incluye materiales, procesos, recurso humano disponible entre otros.

- Campo de estudio: residuos sólidos, síntesis química, operaciones unitarias.

- Procesos que conforman la investigación:
 - Reciclaje y sulfonación de la matriz polimérica
 - Elaboración de la sal sódica de la resina de intercambio iónico
 - Evaluación de la resina de intercambio iónico

- Material de estudio: residuos de poliestireno expandido proveniente de las cajas de residuo del Kit de la prueba de DQO del Proyecto FODECYT 47-2009.

- Material de control de la investigación: lones metálicos en solución.

3.3. Recursos humanos disponibles

Dentro del personal participante durante etapas que conforman la elaboración de la investigación, se encuentra el investigador principal, así como asesor y co-asesora.

Persona que realiza el estudio: Oscar Giovanni Córdova Recinos

Asesor: Ingeniero Químico

César Alfonso García Guerra

Colegiado No. 145

Co-asesor: Licenciada en química

Ingrid Lorena Benítez Pacheco

Colegiado No. 1 974

3.4. Recursos materiales disponibles

La presente investigación consta de procedimientos separados, los cuales hacen uso de diferentes recursos, por lo que se elaborará la descripción de recursos por cada procedimiento.

3.4.1. Reactivos

El gasto de reactivos se contempla para su uso en el poliestireno expandido virgen y de origen reciclado proveniente del empaque de las pruebas analíticas de Demanda Química de Oxígeno (DQO).

- Reciclaje y sulfonación de la matriz polimérica
 - Residuos de poliestireno expandido
 - Óleum (ácido que contiene trióxido de azufre en ácido sulfúrico).
 - Ácido sulfúrico concentrado
 - Acetona

A continuación se presentan imágenes de los residuos de poliestireno expandido a utilizar en la presente investigación.

Figura 13. **Cajas del kit de pruebas de DQO**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

Figura 14. **Cajas del kit de pruebas de DQO reducidas de tamaño almacenadas**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

Figura 15. **Cajas del kit de pruebas de DQO reducidas de tamaño y almacenadas**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

- Elaboración de la sal sódica de la resina de intercambio iónico
 - Hidróxido de sodio
 - Agua desmineralizada
 - Indicador de fenolftaleina

- Evaluación de la resina de intercambio iónico
 - Hidróxido de sodio.
 - Indicador de fenolftaleina
 - Cloruro de sodio (grado reactivo)
 - Ácido clorhídrico
 - Indicador de naranja de metilo

- Indicador de verde de bromocresol

3.4.2. Instrumentos

El uso de instrumentos hace referencia a cristalería de vidrio para medición y síntesis, accesorios de vidrio o plástico, así instrumentos para el transporte y manipulación de material.

- Sulfonación de la matriz polimérica
 - Earlenmayer de boca esmerilado
 - Condensador de serpentín
 - Codo conector
 - Tapones de goma
 - Probeta
 - Pastilla de agitación
 - Beacker
 - Cronometro
 - Pipeta volumétrica
 - Perilla de succión

- Elaboración de la sal sódica de la resina de intercambio iónico
 - Beacker
 - Balón aforado
 - Tamiz
 - Bariila de vidrio

- Evaluación de la resina de intercambio iónico
 - Cronometro
 - Balón aforado
 - Beacker
 - Bureta
 - Matraz Erlenmeyer
 - Pipeta serologica
 - Ampolla de extracción
 - Conector
 - Probeta
 - Vidrio de reloj
 - Columna de vidrio
 - Embudo butchner
 - Kitasato

3.4.3. Equipo

El equipo a utilizarse, contempla las etapas de síntesis de la resina de intercambio iónico por medio de la sulfonación del poliestireno expandido así como equipo necesario para evaluar dicha resina.

- Sulfonación de la matriz polimérica
 - Plancha de agitación magnética
 - Campana de extracción

- Elaboración de la sal sódica de la resina de intercambio iónico
 - Campana de extracción
 - Tamiz
 - Potenciómetro
 - Horno de secado por convección

- Evaluación de la resina de intercambio iónico
 - Tamizadora de bandejas
 - Set de tamices de diferentes diámetros
 - Horno de secado por convección
 - Desecadora
 - Bomba de vacío
 - Espectrofotómetro infrarrojo
 - Marca Buck Scientific
 - Modelo M500

3.5. Técnica cualitativa o cuantitativa

Previo a iniciar la investigación, se llevaran a cabo estudios preliminares en cuanto a proporciones de agente sulfonante (óleum) y tiempos de sulfonación, los cuales son las variable a evaluar en la investigación, tiene como fin el evitar el uso innecesario de reactivos, evitar el daño a los cristalería y equipos de medición a utilizar, para ello se llevará a cabo ensayos en los que se harán las variaciones de los factores antes mencionados y se evaluaran los resultados obtenidos en cuanto al polímero modificado y con ello se pretende determinar la mejor metodología para su manipulación en el desarrollo de la investigación.

Para la evaluación del material obtenido de la sulfonación del poliestireno se hace uso de técnicas cualitativas ya que es necesario evaluar propiedades físicas visibles y comprobar si el material obtenido, es apto para su uso como resina de intercambio iónico en cuanto a la calidad de superficie, uniformidad en el color del material, consistencia del material y uniformidad de forma.

En la evaluación de la resina de intercambio iónico se obtienen valores cuantificables para determinar las propiedades físicas de densidad en retrolavado y retención de agua. Además de evaluar propiedades físicas de la resina, se lleva a cabo la evaluación de propiedades químicas como la capacidad de intercambio iónico de sodio a partir de cloruro de sodio y la capacidad de intercambio iónico total que son propiedades cuantificables.

Por último se lleva a cabo la identificación de los grupos funcionales de la resina de intercambio catiónico, especialmente los grupos sulfónicos y sulfonas del proceso de sulfonación de la matriz del polímero utilizando un espectro infrarrojo del material, el cual distingue los grupos funcionales mediante la absorbancia o transmitancia de los grupos funcionales específicos a un estímulo con longitudes de banda específicos para cada grupo funcional de la resina.

3.6. Recolección y ordenamiento de la información

Para la presente investigación, se obtendrán datos a partir de los procedimientos de sulfonación de la matriz polimérica y evaluación de la resina de intercambio iónico.

3.6.1. Sulfonación de la matriz polimérica

Para definir el procedimiento de sulfonación de la matriz polimérica, es necesario clasificar los materiales por el grado de sustitución que presentan, pero ya que esto no puede hacerse de manera directa, se hace uso del tiempo como variable de control. En este caso, al ser una de las variables experimentales al igual que variaciones en las proporciones de ácido sulfúrico fumante respecto a ácido concentrado que controlan el grado de sustitución del material, por lo que debe registrarse las variables de tiempo y proporciones para cada corrida.

3.6.2. Evaluación de la resina de intercambio iónico

En la evaluación de la resina de intercambio iónico tiene como objetivo medir las propiedades físicas y químicas. En este caso, se ha utilizado como referencia la Norma ASTM D 2187 – 94 (2004)⁴, que hace mención a métodos estándar de evaluación de las propiedades físicas y químicas de partículas de resinas de intercambio iónico, para el caso de las propiedades físicas se pretende evaluar la densidad de retrolavado, la retención máxima de agua y la distribución de tamaño de partícula obtenido del material.

3.6.2.1. Densidad de retrolavado

Se presenta el procedimiento referido por la Norma ASTM D 2187 – 94 para la evaluación de la densidad por retrolavado con agua de la resina de intercambio iónico.

4 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins.

- Procedimiento
 - Pesar una muestra de 5 gramos de resina, al 0,1 gramo más cercano.
 - Transferir a una columna o probeta que se ha calibrado.
 - Retrolavar con agua durante 10 minutos utilizando un ritmo.
 - Drenar hasta que el nivel del agua es de 20 a 30 mililitros por encima de la parte superior de la resina.
 - Registrar el volumen, en mililitros, de resina de intercambio iónico.

3.6.2.2. Retención máxima de agua

Se presenta el procedimiento referido por la Norma ASTM D 2187 – 94, para la evaluación de la retención máxima de agua en la estructura de la resina de intercambio iónico.

- Procedimiento
 - Pesar aproximadamente 5 gramos de muestras representativas más cercano a 1 miligramo en recipientes previamente tarado.
 - Secar las muestras por 18 horas a 104 grados centígrados.
 - Retirar las muestras del horno. Enfriar 30 minutos en un desecador y pesar de nuevo.

3.6.2.3. Hidratación de la resina de intercambio catiónico en función de su forma iónica

Se presenta el procedimiento llevado a cabo, para la evaluación de la hidratación de la resina de intercambio según la forma iónica que presenta en solución.

- Procedimiento
 - Pesar aproximadamente 5 gramos de muestras representativas de la resina en forma ácida.
 - Medir el volumen de la muestra según la metodología de la medición de densidad por retrolavado y medir el pH de la muestra.
 - Someter a la muestra al contacto 100 mililitros de una solución de NaOH 0.5 molar durante 1 hora.
 - Lavar la muestra con agua desmineralizada hasta no observar cambio en el volumen de la resina.
 - Medir el volumen de la muestra según la metodología de la medición de densidad por retrolavado y medir el pH de la muestra.

3.6.2.4. Capacidad de fraccionamiento de una sal neutra a partir de iones de sodio a partir del contacto de cloruro de sodio

Se presenta el procedimiento referido por la Norma ASTM D 2187 – 94 para la evaluación de la capacidad de fraccionamiento de una sal neutra de la resina de intercambio iónico.

- Procedimiento
 - Pesar 10 gramos de muestras representativas de los materiales.
 - Enjuagar las muestras pesadas con agua cuantitativamente en los tubos de filtro. Llenar el embudo de separación con 1 litro de HCl al 10 por ciento en volumen. Llene el tubo de la muestra con ácido y elimine el aire o burbujas.
 - Pasar el ácido a través de la muestra a una velocidad de 20 a 25 mililitros por minuto, manteniendo la muestra cubierta con ácido en todo momento. Escurrir el líquido al nivel de resina. Deseche el efluente.
 - Enjuague el embudo de separación a fondo con agua.
 - Deje correr el agua a través de las muestras tratadas con ácido a una velocidad de 20 a 25 mililitros por minuto hasta que el efluente es de color amarillo a naranja de metilo o tiene un pH por encima de 3,9. Escurrir el nivel de resina y desechar el efluente agua.

- Colocar un matraz aforado de 1 litro limpio debajo de la punta del tubo de filtro. Llenar el embudo de separación con 1 litro de NaCl solución (50 gramos por litro). Pasar la solución de NaCl a través de la muestra a una tasa de 20 a 25 mililitros por minuto manteniendo la muestra cubierta con solución en todo momento. El fluido se recoge en el matraz aforado. Interrumpir el flujo del líquido cuando 1,0 litro ha sido recogido.
- Tapar y mezclar el efluente NaCl a fondo. Pipetear 100 mililitro de cada muestra de efluente. Añadir 2 gotas de solución indicadora de fenolftaleína a cada uno y valorar con una solución 0,1 normal de NaOH para el primer color rosa que persista por 15 segundos.
- Registrar el volumen de solución de NaOH utilizado en cada titulación al 0,01 mililitro más próximo.

3.6.2.5. Capacidad total de intercambio iónico

Se presenta el procedimiento referido por la Norma ASTM D 2187 – 94 para la evaluación de la capacidad total de intercambio iónico de la resina de elaborada a partir de poliestireno expandido sulfonado.

- Procedimiento
 - Pesar 2,00 gramos de material
 - Enjuague las muestras pesadas con agua cuantitativamente en los tubos de filtro del aparato de ensayo. Llène el separador embudo con 1 litro de HCl al 10 porcentaje en volumen. Llène el

- tubo de ensayo con ácido y toque para eliminar las burbujas de aire. Pase el ácido a través de la muestra a una velocidad de 20 a 25 mililitros por minuto manteniendo la muestra cubierta con ácido en todo momento. Escurrir el líquido al nivel de la resina y desechar el efluente.
- Enjuague el embudo de separación a fondo con agua y a continuación, con alcohol isopropílico. Pasar alcohol isopropílico a través de la muestras tratadas con ácido a una velocidad de 20 a 25 mililitros por minuto hasta un color amarillo de naranja de metilo un pH por encima de 3,9.
 - Transferir el tubo de filtro a la parte superior de un matraz de succión y drenar el alcohol residual de la resina usando una bomba de vacío. Continuar aspirando hasta que la muestra esté libre de flujo.
 - Transferir las muestras cuantitativamente a matraces de 500 mililitros o botellas. Pipetear exactamente de 200 mililitros de la solución estándar de NaOH (0,1 N) en NaCl. Tapar inmediatamente y mezclar bien.
 - Dejar que las muestras se equilibren durante 16 h.
 - Agitar y permitir que las muestras se asienten. Pipetear 10 mililitros de la muestra, tomando las precauciones necesarias para evitar tomar material resinoso para arriba en la pipeta. Valorar electrométricamente estándar con HCl (0,1 normal) a un pH de 8,2 o colorimétricamente utilizando fenolftaleína como

indicador. Anote el volumen de HCl utilizado en cada titulación para el 0,01 mililitro más próximo.

3.6.2.6. Identificación de grupos funcionales

Otro de los objetivos planteados, es la identificación de los grupos funcionales en la resina de intercambio catiónico, esto se determina obteniendo el espectro infrarrojo del material, el cual nos muestra la transmitancia en el material en función de longitudes de onda.

- Procedimiento
 - Secar la muestra de la resina a evaluar, según las condiciones de secado de la prueba de retención máxima de agua (T=104 grados centígrados , 16 horas).
 - Moler la muestra en mortero hasta obtener partículas muy finas del material seco.
 - Mezclar la muestra con fluorolube y agregar en la celda de cloruro de sodio para su análisis.
 - Llevar a cabo el análisis en el espectrofotómetro infrarrojo.

3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

Para el procesamiento de datos, es necesario tabular y ordenar los datos obtenidos de las pruebas y además las variables de los procesos. Dicho lo anterior, se presentan las tablas de control y de recolección de datos.

3.7.1. Control de los parámetros de sulfonación de la matriz polimérica

Los valores que se presentan en la siguiente tabla, se enfocan a un control de los parámetros de la sulfonación de la matriz polimérica proveniente de residuos de poliestireno.

Tabla X. **Parámetros de control del proceso de sulfonación**

No. Corrida	Proporción de Ácido fumante (%)	Masa de poliestireno (g)	Tiempo de sulfonación (h)	Descripción

Fuente: elaboración propia

3.7.2. Recolección de datos del proceso de evaluación de la resina de intercambio iónico

Se incluyen los datos de control del proceso evaluación de la resina de intercambio iónico, en cuanto la densidad de la estructura polimérica propia del material.

Tabla XI. **Parámetros de control para determinar la densidad del material**

	Muestra No.	Peso muestra húmeda (g)	Volumen de agua agregado (mL)	Volumen total (mL)	Densidad (g/mL)	Densidad promedio (g/mL)
Tiempo sulfonación/proporción de ácido						

Fuente: elaboración propia

Se incluyen los datos de control del proceso evaluación de la resina de intercambio iónico en cuanto a su capacidad de retención de agua.

Tabla XII. **Parámetros de control para determinar la retención de agua del material**

	Muestra No.	Peso muestra húmeda (g)	Peso vidrio de reloj (g)	Peso después de secado (g)	Peso muestra seca (g)	Porcentaje de agua retenida (%)	Porcentaje de agua retenida promedio (%)
Tiempo sulfonación/proporción de ácido							

Fuente: elaboración propia

Tabla XIII. **Parámetros de control para determinar la hidratación de la resina de intercambio catiónico en función de su forma iónica**

	Muestra No.	Cantidad de resina (g)	Volumen en forma ácida de la resina (mL) (pH=)	Volumen en forma sodica de la resina (mL) (pH=)	Cambio de volumen porcentual (%)
Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido					

Fuente: elaboración propia.

Se incluyen los datos de control del proceso y de evaluación de la resina de intercambio iónico en cuanto a la capacidad de intercambio de iones sódico a partir del contacto con cloruro de sodio

Tabla XIV. **Parámetros de control para determinar la capacidad de intercambio de iones sódico a partir del contacto con cloruro de sodio por peso de resina húmeda**

Muestra No.	Peso de resina húmeda (g)	Gasto de valoración con NaOH (mL)	Normalidad de la solución de NaOH (mol eq/L)	Capacidad Salt-splitting resina húmeda (meq/g)

Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **Capacidad de intercambio de iones sódico a partir del contacto con cloruro de sodio por peso de resina seca**

Muestra No.	Porcentaje de agua retenida promedio (%)	Capacidad Salt-splitting resina seca (meq/g)

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVI. **Capacidad de intercambio de iones sódico a partir del contacto con cloruro de sodio por mililitro de resina**

Muestra No.	Densidad promedio (g/mL)	Capacidad Salt-splitting por mililitro de resina (meq/g)

Fuente: elaboración propia.

Se incluyen los datos de control del proceso evaluación de la resina de intercambio iónico en cuanto a su capacidad de intercambio iónico.

Tabla XVII. **Parámetros de control para determinar la capacidad total de intercambio iónico por peso de resina húmeda**

Muestra No.	Peso de resina húmeda (g)	Normalidad de la solución de NaOH/NaCl (mol eq/L)	Volumen de valoración con solución de HCl (mL)	Normalidad de la solución de HCl (mol eq/L)	Capacidad total de intercambio por gramo húmedo (C _w) (meq/g)

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVIII. **Parámetros de control para determinar la capacidad total de intercambio iónico por peso de resina seca**

Muestra No.	Porcentaje de agua retenida promedio (%)	Capacidad total de intercambio por gramo seco (C _d) (meq/g)

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. **Parámetros de control para determinar la capacidad total de intercambio iónico por milímetro de resina húmeda**

Muestra No.	Densidad promedio (g/mL)	Capacidad total de intercambio por mililitro de retrolavado (meq/g)

Fuente: elaboración propia.

Se incluyen los datos de control del proceso evaluación de la resina de intercambio iónico en cuanto a la eficiencia de sulfonación que presenta la resina.

Tabla XX. **Parámetros de control para identificar los grupos funcionales presentes en la resina**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Longitud de onda del grupo encontrado (cm ⁻¹)	Longitud de onda de grupo teórico (cm ⁻¹)

Fuente: elaboración propia.

3.8. Análisis estadístico

Contempla todo el diseño de la obtención de los datos experimentales de las diferentes etapas de la investigación, así como el análisis de resultados según bases estadísticas para verificar su validez.

3.8.1. Diseño experimental

Para la evaluación estadística, se utilizará un diseño completamente aleatorio con un arreglo combinatorio, en el cual se aplicará una experimentación factorial, evaluando 2 tiempos de sulfonación y 3 proporciones de ácido sulfúrico fumante, con 3 repeticiones cada una, resultando 6 combinaciones experimentales y un total de 18 muestras.

Tabla XXI. Arreglo rectangular para tratamientos con tres réplicas

		T= Tiempo de reacción	
		T ₁	T ₂
P = Proporción de ácido sulfúrico fumante	P ₁	X ₁ Y ₁	X ₂ Y ₁
		X ₁ Y ₂	X ₂ Y ₂
		X ₁ Y ₃	X ₂ Y ₃
	P ₂	X ₁ W ₁	X ₂ W ₁
		X ₁ W ₂	X ₂ W ₂
		X ₁ W ₃	X ₂ W ₃
	P ₃	X ₁ Z ₁	X ₂ Z ₁
		X ₁ Z ₂	X ₂ Z ₂
		X ₁ Z ₃	X ₂ Z ₃

Fuente: elaboración propia.

Para el análisis de los datos, se hará uso del análisis de varianza (ANOVA)⁵. En este caso se tiene un análisis de varianza con 2 factores a evaluar (tiempo de reacción y proporción de ácido sulfúrico fumante), para este caso con un solo valor por grupo.

Donde:

P_1 = proporción al 10% con ácido sulfúrico fumante

P_2 = proporción al 20% con ácido sulfúrico fumante

P_3 = proporción al 40% con ácido sulfúrico fumante

T_1 = tiempo de reacción de 1 hora

T_2 = tiempo de reacción de 2 horas

Los datos a evaluarse según las hipótesis propuestas, son las capacidades de intercambio por *salt-splitting* y capacidad total de intercambio iónico por gramo seco, las cuales revelan la relación entre tiempo de sulfonación y proporción de ácido sulfúrico fumante y son más significativas para evaluar el material de resina de intercambio iónico.

El análisis de varianza a realizar es el siguiente:

⁵ WARPOLE Ronald, MYERS Raymond, MYERS Sharon. Probabilidad y estadística para ingenieros. p.630.

Tabla XXII. **Sumatoria T θ P ϕ para el rendimiento de las capacidades de intercambio iónico**

T= Tiempo de reacción	P=proporción de ácido sulfúrico fumante			Sumatoria (P ϕ i)
	10%	20%	40%	
1 hora	T1P1	T1P2	T1P3	T1P ϕ
2 horas	T2P1	T2P2	T2P3	T2P ϕ
Sumatoria (T ϕ J)	T θ P1	T θ P2	T θ P3	T θ P ϕ

Fuente: elaboración propia.

- Suma de cuadrados para el factor proporción de ácido sulfúrico fumante (P)

$$SSP = \sum_{i=t}^a \frac{(T\phi)^2}{b * n} - \frac{T\theta P\phi^2}{a * b * n}$$

- Suma de cuadrados para el factor tiempo de reacción (T)

$$SST = \frac{\sum_{i=t}^b (P\phi i)^2}{a * n} - \frac{T\theta P\phi^2}{a * b * n}$$

- Suma de cuadrados total

$$SSt = \sum_{i,j,k}^{a,b,n} y_i * y_j - \frac{T\theta P\phi^2}{a * b * n}$$

- Suma de cuadrados para el error

$$SSE = SSP - SST - SSt$$

A fin de comprobar las hipótesis planteadas, se presentan los datos tabulados en la siguiente tabla para el análisis de varianza⁶:

Tabla XXIII. **Análisis de varianza para los factores a analizar**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio (varianzas)	Fi
P	SSP	a-1	$Sp^2 = SSP/a-1$	$fp = Sp^2/Se^2$
T	SST	b-1	$St^2 = SST/b-1$	$ft = St^2/Se^2$
Error	SSE	ab (n-1)	$Se^2 = SSE/ ab(n-1)$	
Total	SSt	abn-1		

Fuente: elaboración propia.

Para la aceptación o rechazo de hipótesis, se utiliza un nivel de significancia de 10 por ciento, por comparación de los f_i observados y sus valores críticos $f_{10\%}$.

- Comparación para f

Comparación entre f_p , f_T , y $f_{10\%(a-1, ab(n-1))}$; con (a-1) y ab(n-1) grados de libertad:

- Si f_p o $f_T > f_{10\%}$ se concluye que el efecto del factor P o T si difiere en el rendimiento.
- Si f_p o $f_T < f_{10\%}$ se concluye que el efecto del factor P o T no difiere en el rendimiento

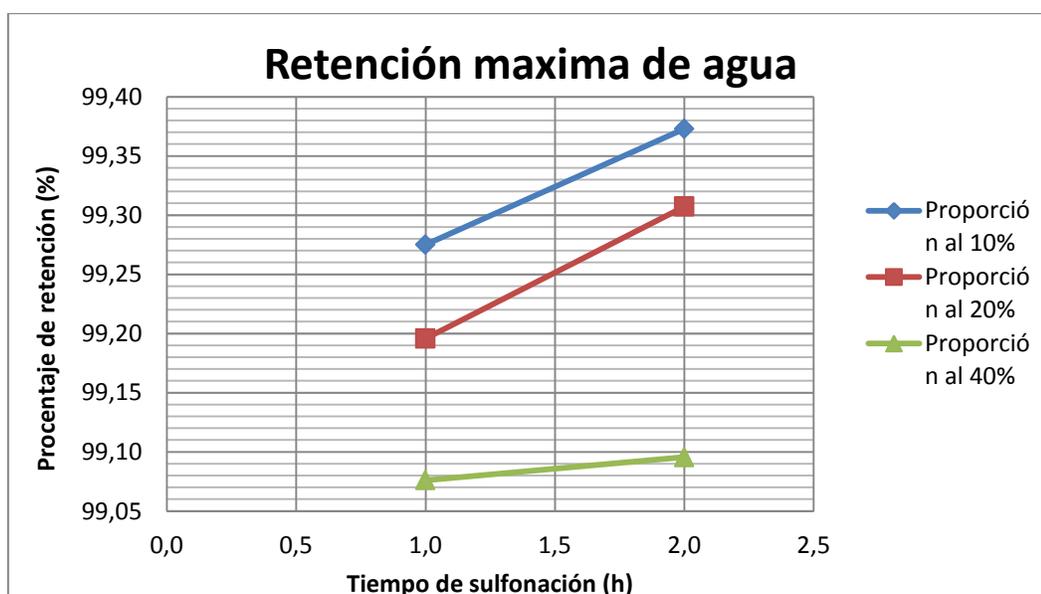
⁶ WARPOLE Ronald, MYERS Raymond, MYERS Sharon. Probabilidad y estadística para ingenieros. p. 531

4. RESULTADOS

A continuación se presentan los resultados obtenidos en las evaluaciones de las propiedades físicas, químicas, visuales, comparaciones entre resultados, identificación de grupos funcionales y análisis estadístico de datos.

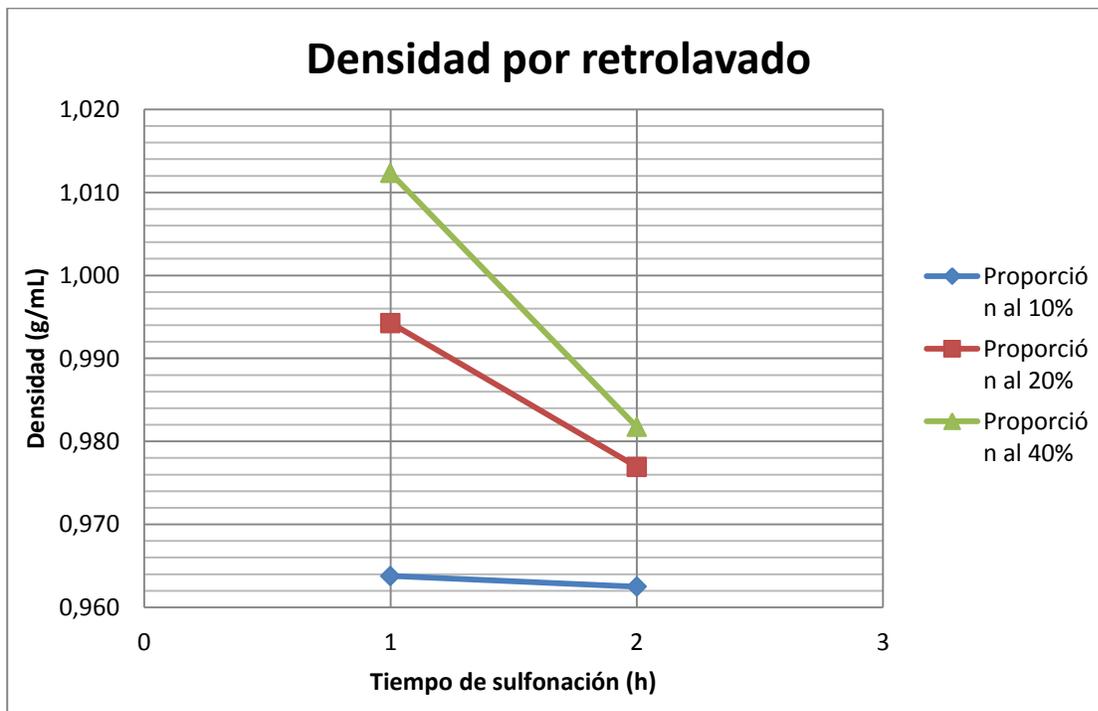
- Propiedades físicas del poliestireno sulfonado de origen no reciclado.

Figura 16. **Determinación de la cantidad de agua retenida en la estructura del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



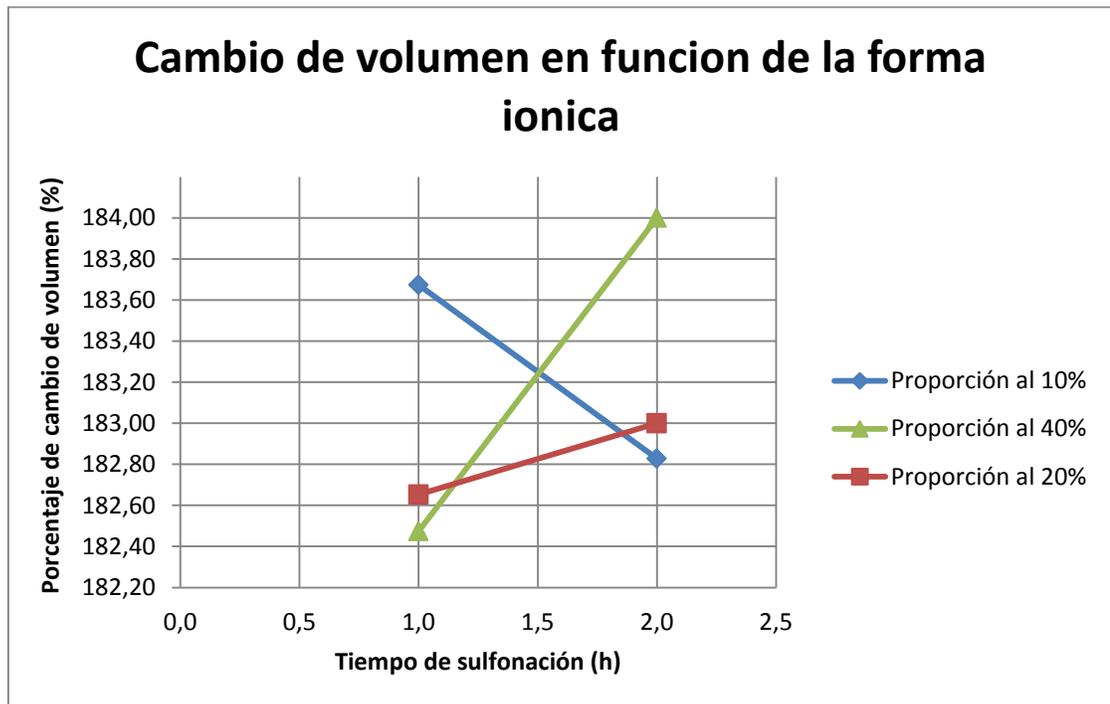
Fuente: apéndice B, tabla XXXI.

Figura 17. **Densidad del poliestireno sulfonado mediante retrolavado con agua en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante , según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XXXII.

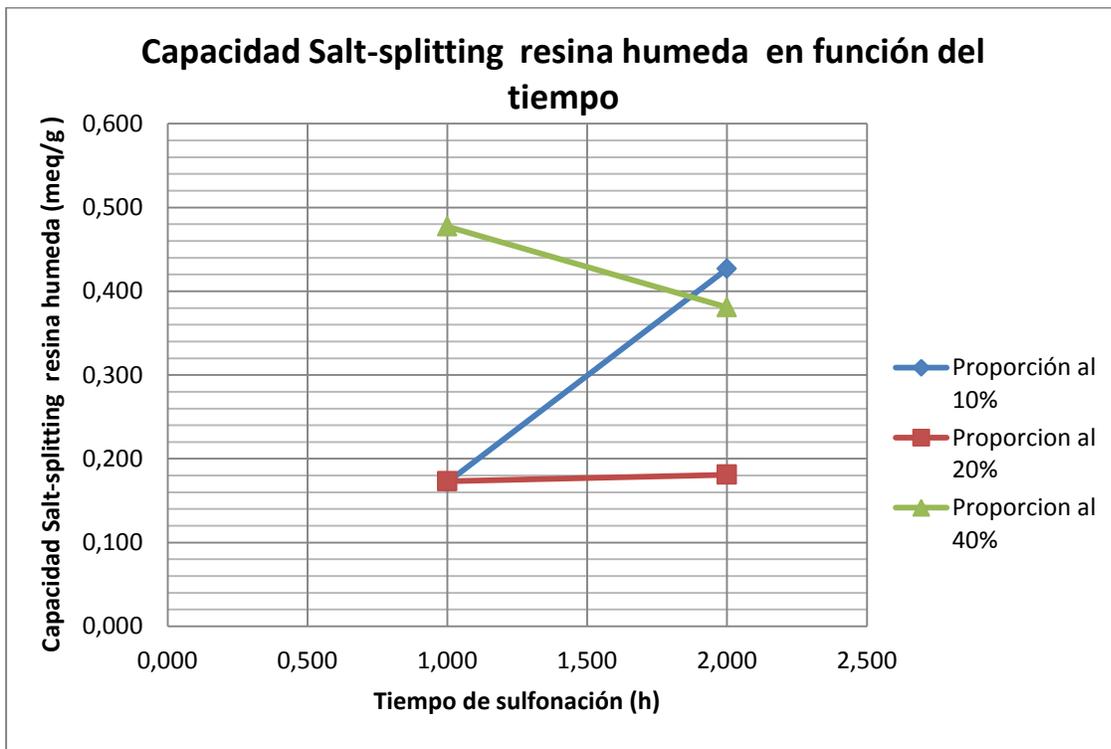
Figura 18. **Cambio de volumen de la resina de intercambio catiónico debido a la hidratación en su forma ácida (pH=3,9) respecto su forma sódica (pH=12,7) para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante y tiempo de reacción de dos horas (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XXXIII.

- Propiedades químicas del poliestireno sulfonado de origen no reciclado

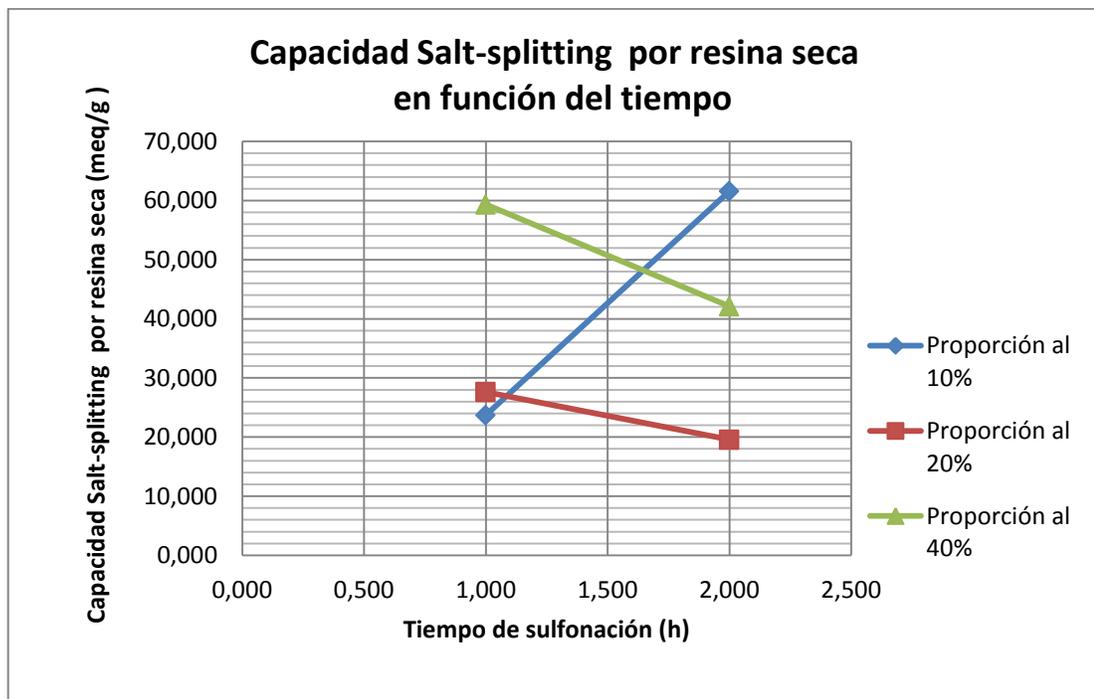
Figura 19. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables por masa saturada de humedad del poliestireno sulfonado suficientemente acidificado (pH=3.9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XXXIV.

* **Salt-splitting**

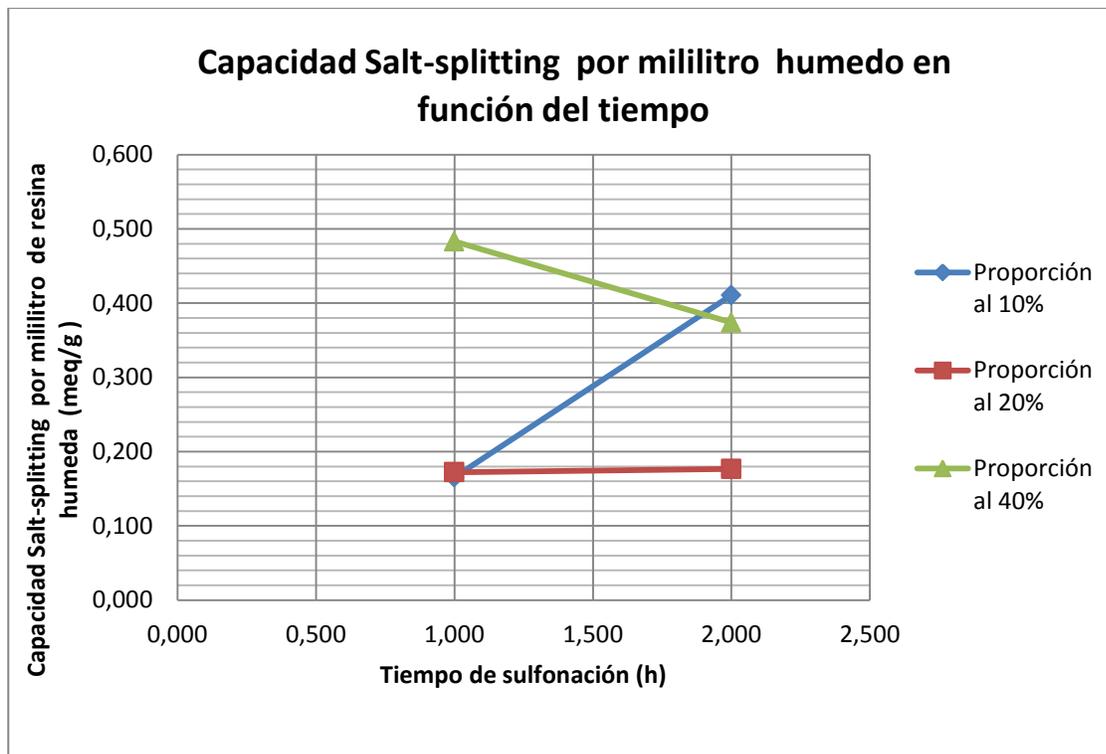
Figura 20. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables por masa seca del poliestireno sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XXXV.

* ***Salt-splitting***

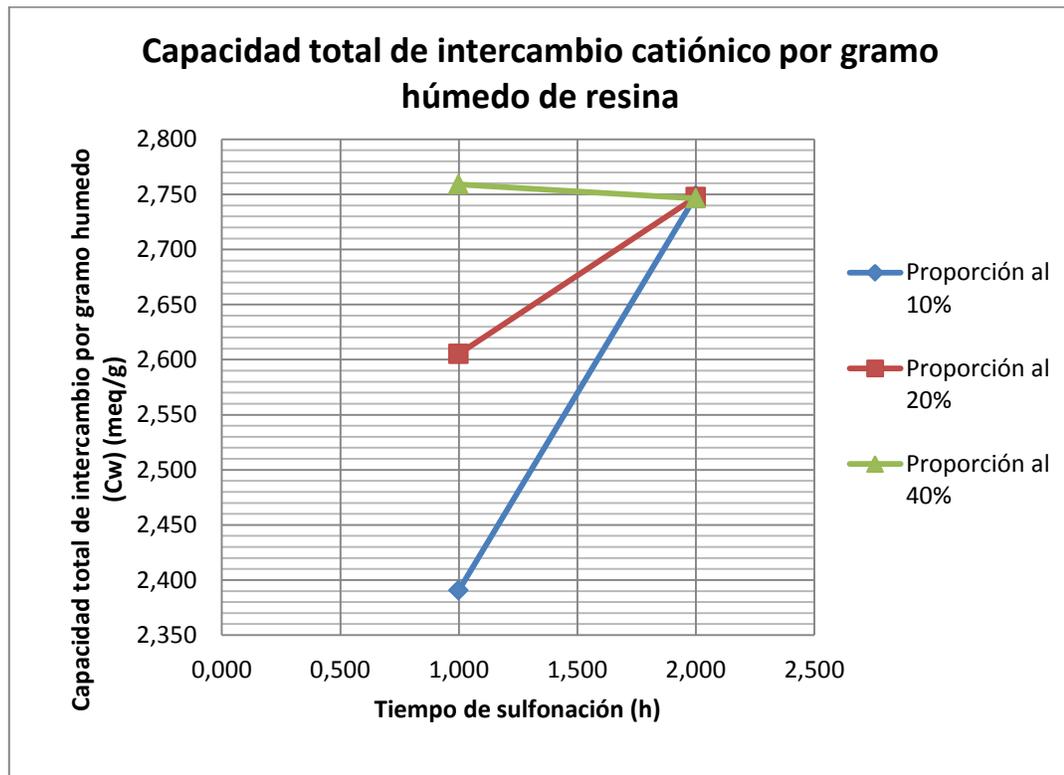
Figura 21. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables por volumen saturado de humedad del poliestireno sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XXXVI.

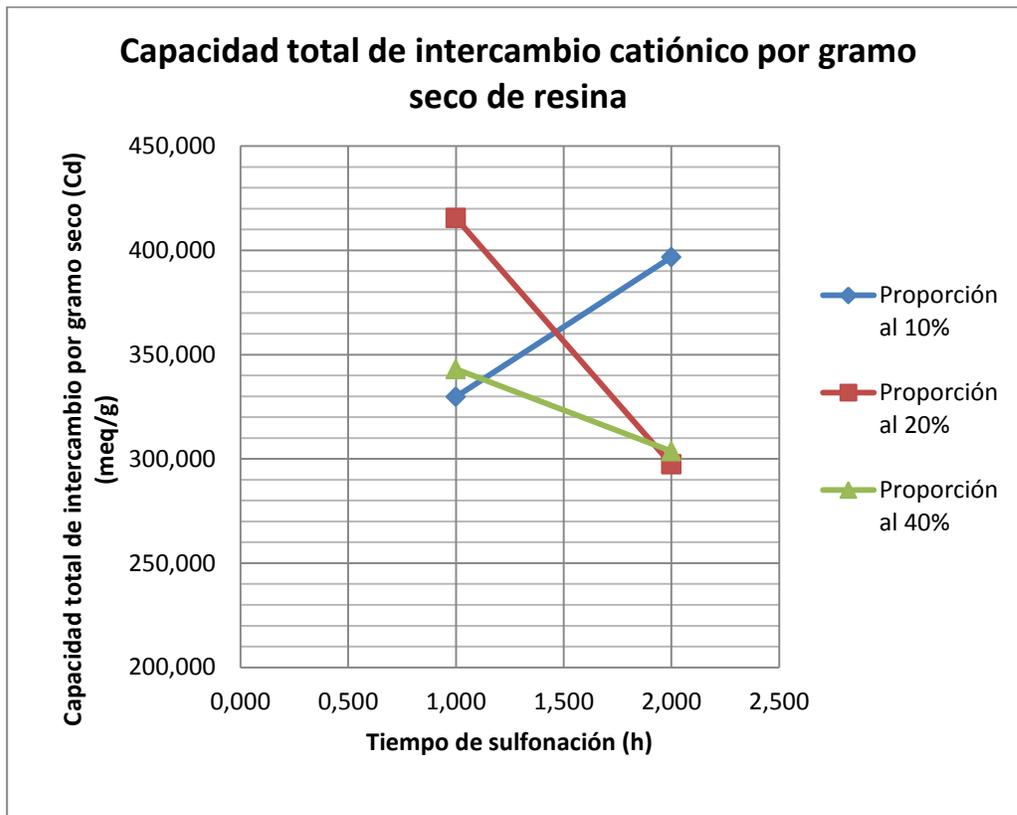
* **Salt-splitting**

Figura 22. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por masa saturada de humedad del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



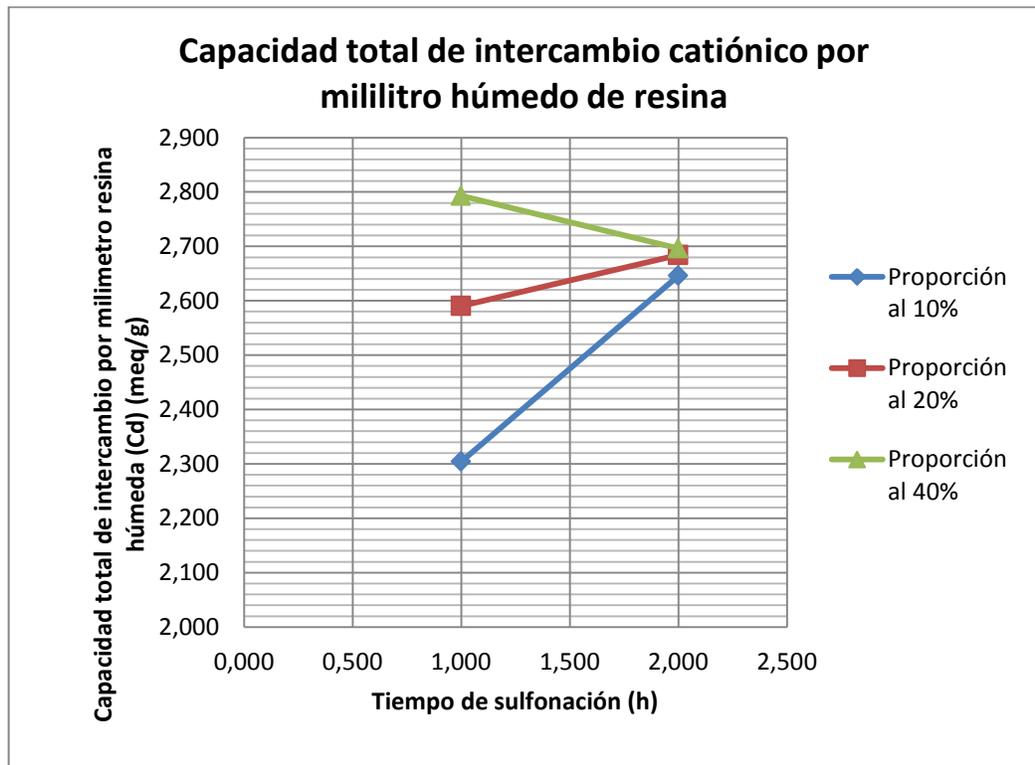
Fuente: apéndice B, tabla XXXVII.

Figura 23. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por masa seca del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XXXVIII.

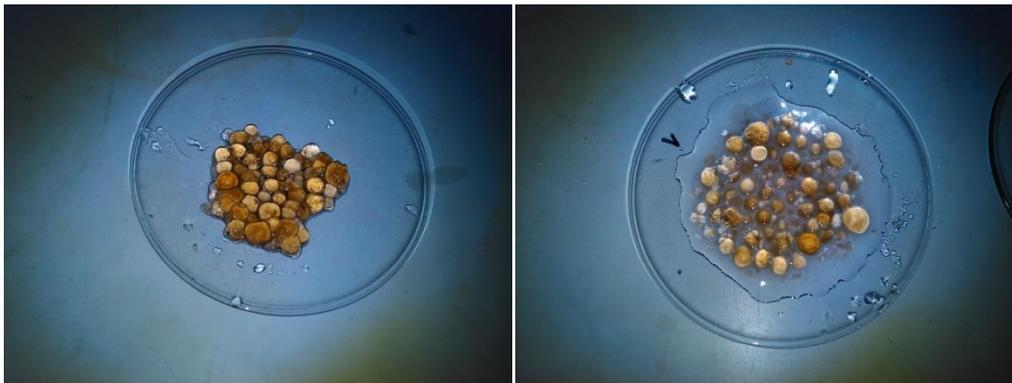
Figura 24. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por volumen saturado de humedad del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XXXIX.

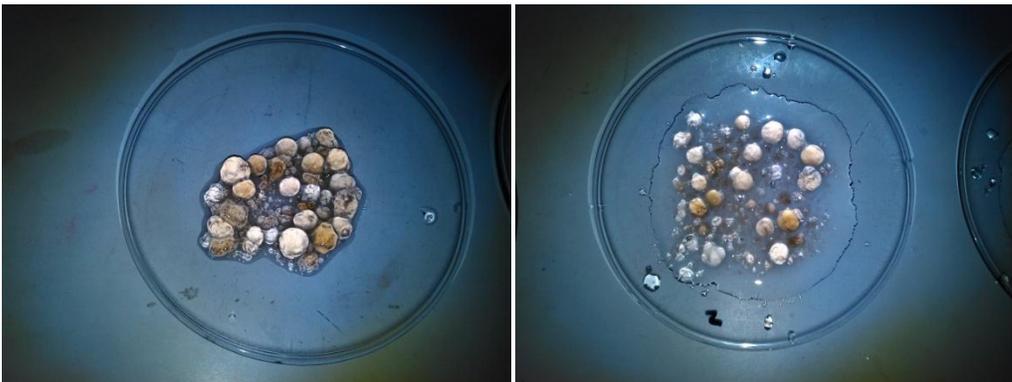
- Evaluación visual del poliestireno sulfonado de origen no reciclado con base de las variables de reacción.

Figura 25. **Resina de intercambio iónico con 1 hora de sulfonación y 10% en proporción de ácido sulfúrico fumante**



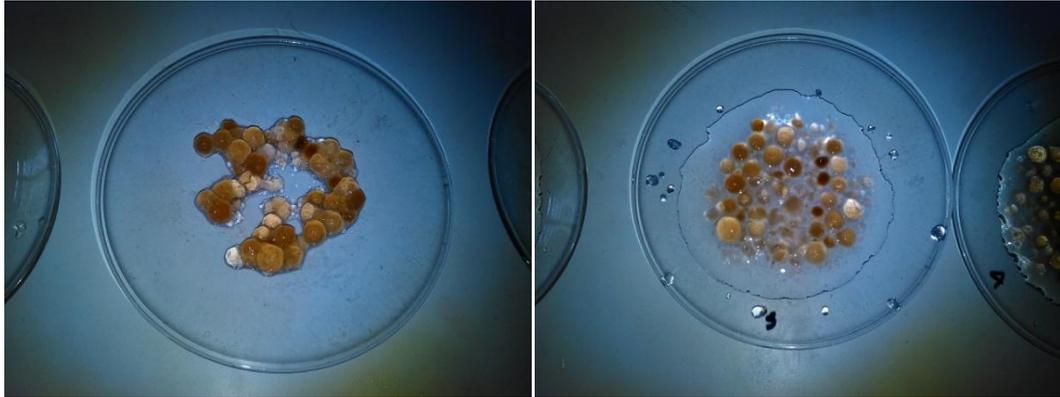
Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

Figura 26. **Resina de intercambio iónico con 1 hora de sulfonación y 20% en proporción de ácido sulfúrico fumante**



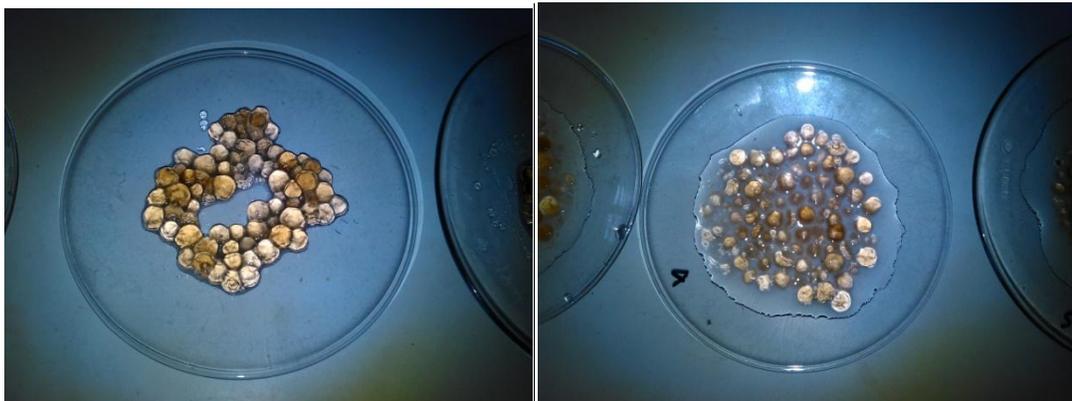
Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

Figura 27. **Resina de intercambio iónico con 1 hora de sulfonación y 40% en proporción de ácido sulfúrico fumante**



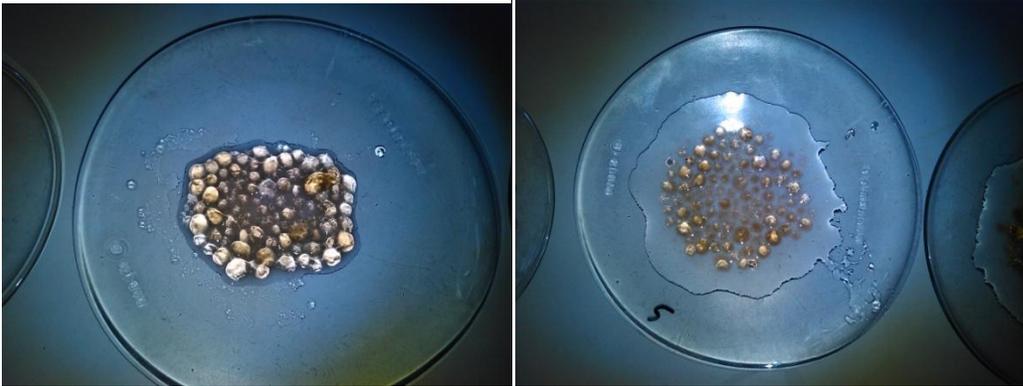
Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

Figura 28. **Resina de intercambio iónico con 2 horas de sulfonación y 10% en proporción de ácido sulfúrico fumante**



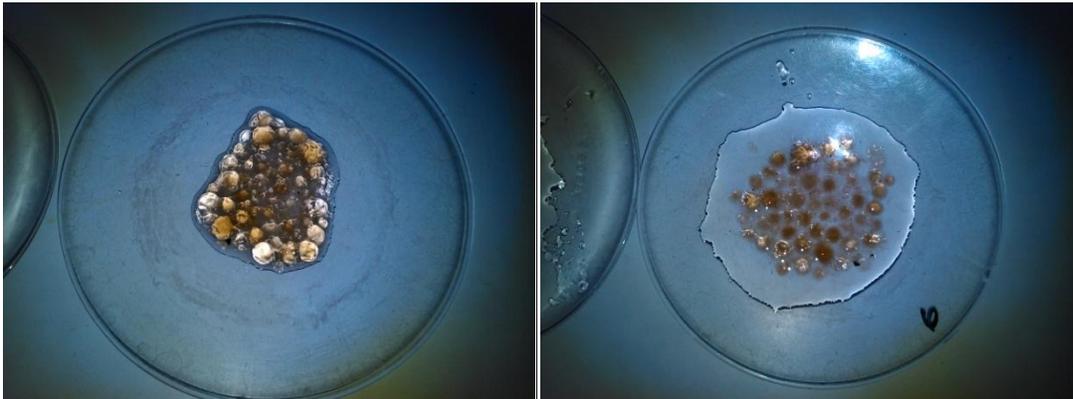
Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

Figura 29. **Resina de intercambio iónico con 2 horas de sulfonación y 20% en proporción de ácido sulfúrico fumante**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

Figura 30. **Resina de intercambio iónico con 2 horas de sulfonación y 40% en proporción de ácido sulfúrico fumante**



Fuente: Laboratorio de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería. USAC.

Tabla XXIV. **Ponderación de evaluación visual del poliestireno sulfonado de origen no reciclado**

Propiedades a evaluar	Muestra (Tiempo sulfonación/Porcentaje de ácido fumante)					
	1h/ 10%	1h/ 20%	1h/ 40%	2h/ 10%	2h/ 20%	2h/ 40%
Calidad de superficie del material	5	4	3	5	3	2
Uniformidad en el color del material	4	4	3	4	2	3
Uniformidad de forma	3	3	3	4	2	3
Consistencia del material	4	3	4	4	3	3
Punteo total	16	14	13	17	10	11

Fuente: elaboración propia.

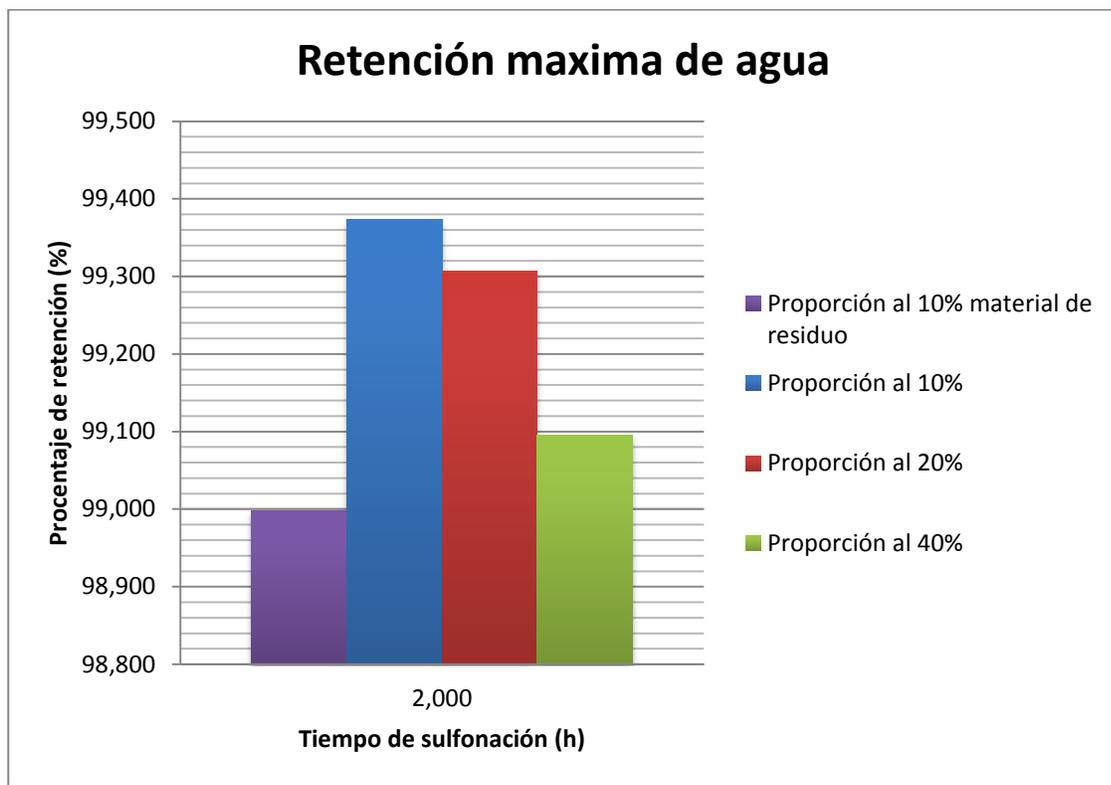
Tabla XXV. **Explicación de los puntajes a utilizar en la ponderación de las evaluaciones visuales del poliestireno sulfonado de origen no reciclado**

Escala de calificación		
5pts	80-100%	Excelente desempeño
4pts	60-80%	Buen desempeño
3pts	40-60%	Desempeño promedio
2pts	20-40%	Mal desempeño
1pt	0-20%	Pobre desempeño

Fuente: elaboración propia.

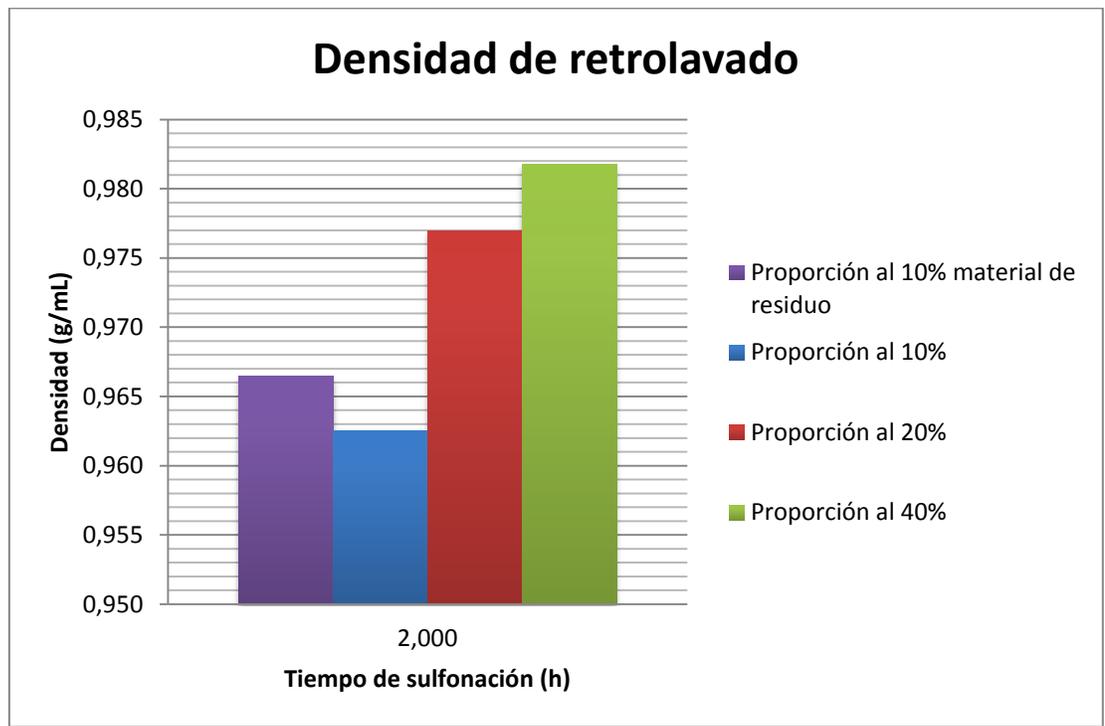
- Comparativa del poliestireno sulfonado de origen no reciclado respecto al poliestireno sulfonado elaborado a partir de residuos de cajas de pruebas espectrofotométricas de DQO.

Figura 31. **Determinación de la cantidad de agua retenida en la estructura del poliestireno reciclado sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



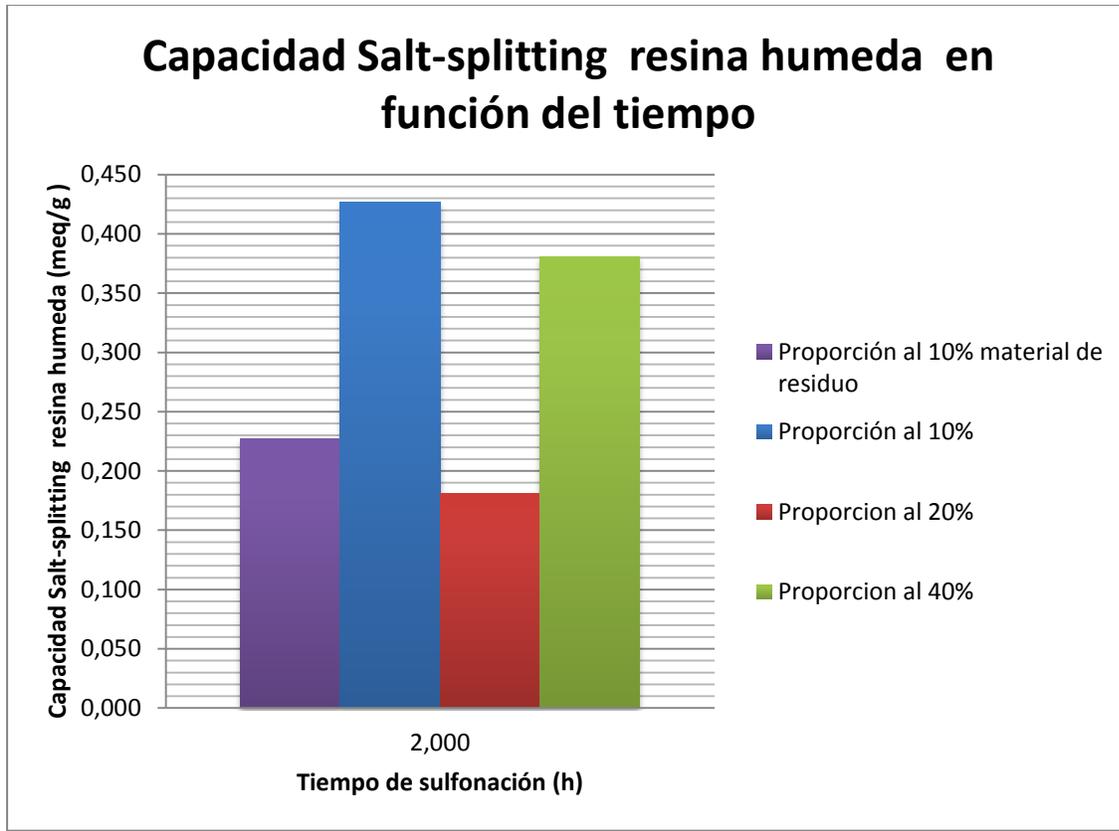
Fuente: apéndice B, tabla XL.

Figura 32. **Densidad del poliestireno reciclado sulfonado mediante retrolavado con agua en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante , según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XLI.

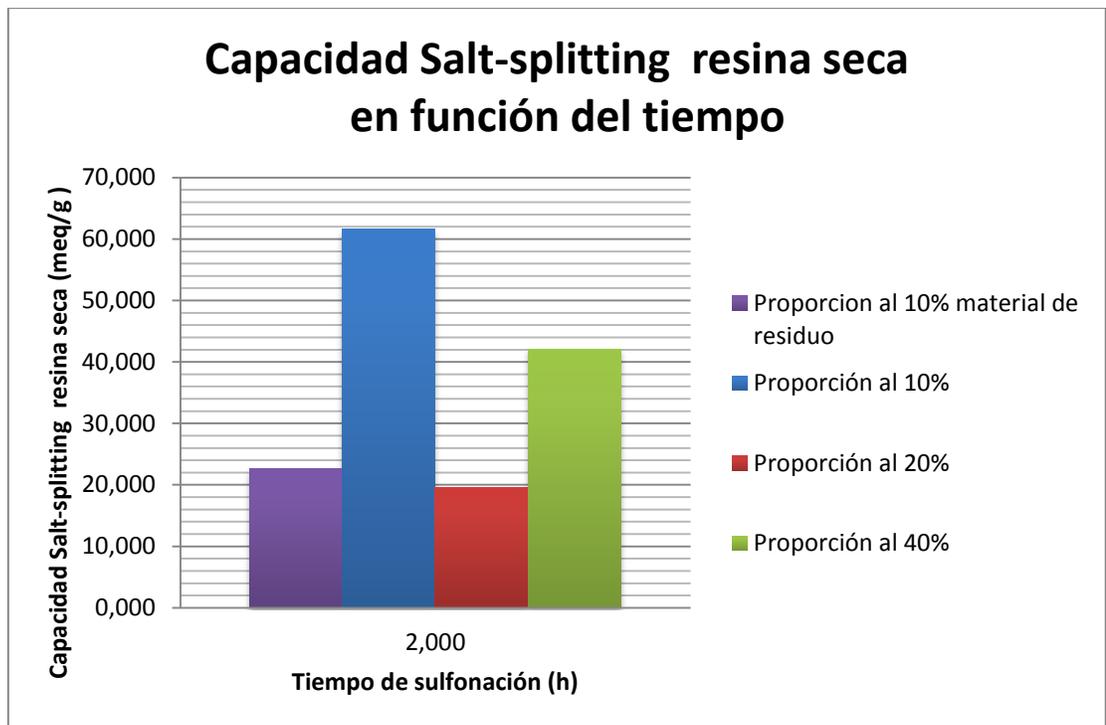
Figura 33. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiable por masa saturada de humedad del poliestireno reciclado sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XLII.

* **Salt-splitting**

Figura 34. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiable por masa seca del poliestireno reciclado sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XLIII.

* ***Salt-splitting***

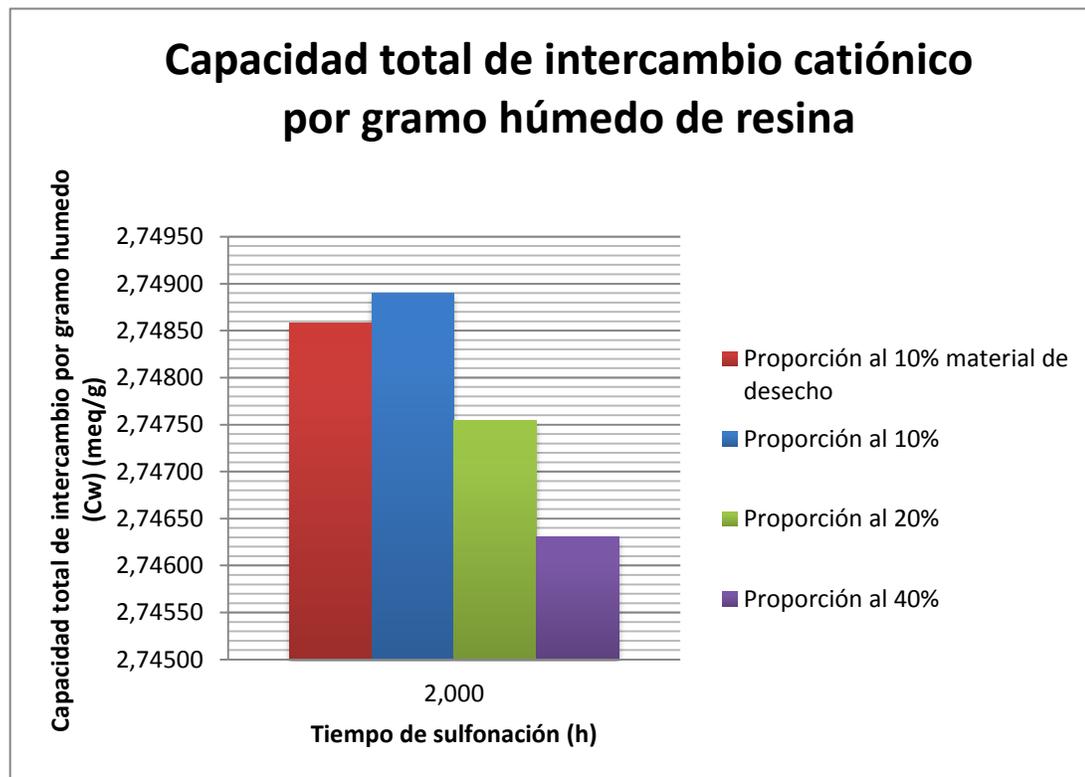
Figura 35. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiable por volumen saturado de humedad del poliestireno reciclado sulfonado suficientemente acidificado (pH=3,9) para fraccionar una solución salina* (NaCl, 50 g/L) en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XLIV.

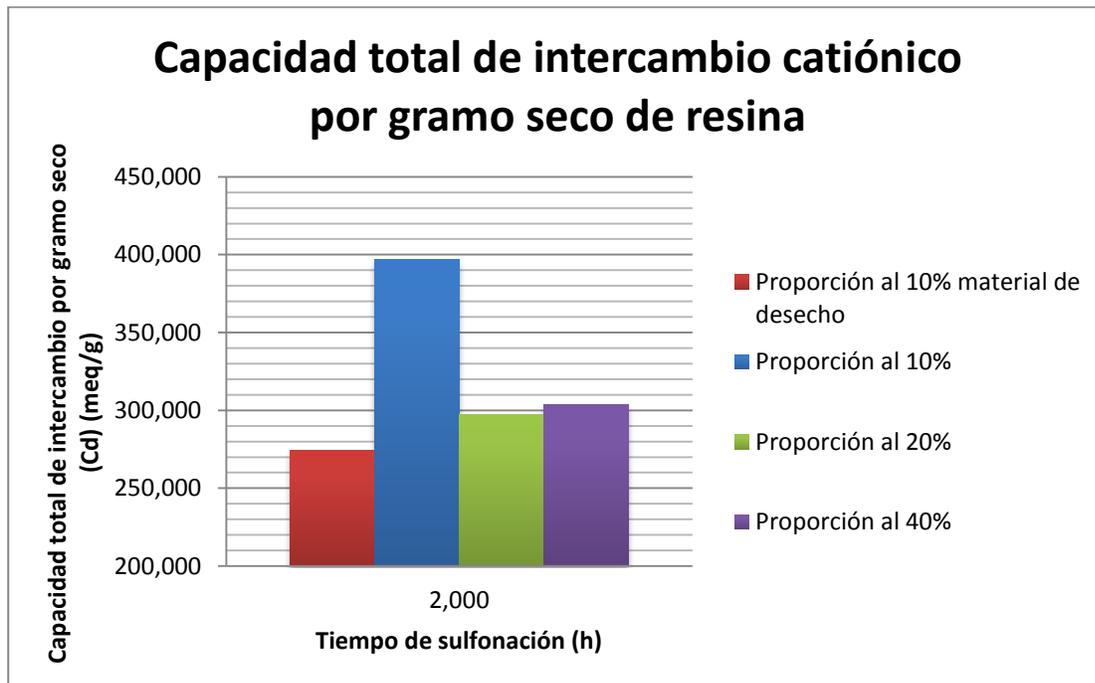
* **Salt-splitting**

Figura 36. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por masa saturada de humedad del poliestireno reciclado sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



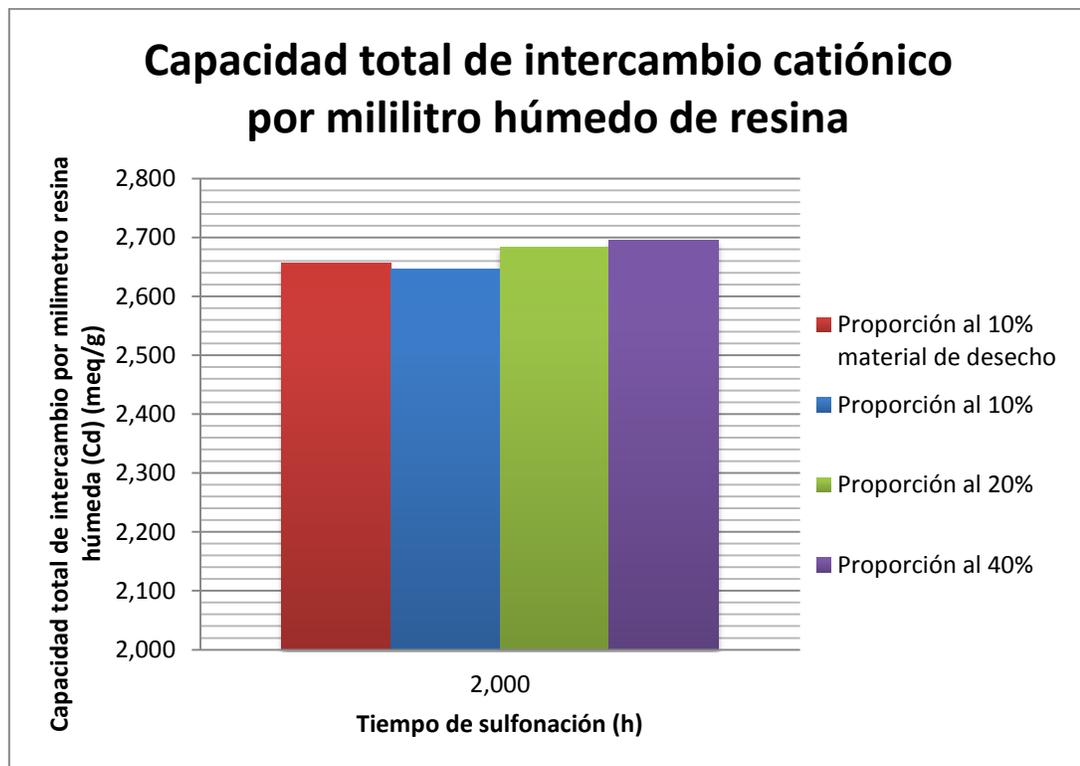
Fuente: apéndice B, tabla XLV.

Figura 37. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por masa seca del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XLVI.

Figura 38. **Distribución del número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por volumen saturado de humedad del poliestireno reciclado sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**



Fuente: apéndice B, tabla XLVII.

- Identificación de los grupos funcionales

Tabla XXVI. **Grupos funcionales identificados en la estructura del poliestireno sulfonado mediante espectro infrarrojo para una hora de reacción**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Longitud de onda del grupo encontrado (cm ⁻¹)	Longitud de onda de grupo teórico (cm ⁻¹) ⁷	Grupo funcional
1h/ 10%	1	2900	2853-2926	CH ₂ , Alcano
		1640	1600-1650	Anillo bencénico sustituido –Para
		1191	1180-1240	Anillo bencénico sustituido –Para
		1100	1100-1170	C=S, Sulfona
		996	1200-775	C-H , Alcano
		896	900-550	C-H, Anillo benceno
1h/ 20%	2	1411,99	1425-1475	CH ₂ , Alcano
		1201,75	1180-1240	Anillo bencénico sustituido –Para
		1114,09	1175	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		966,8	1200-775	C-H , Alcano
1h/ 40%	3	2972,54	2853-2926	CH ₂ , Alcano
		1720,58	1425-2000	C-C, Anillo benceno
		1468,29	1425-1475	CH ₂ , Alcano
		1369,94	1300-1350	C=S, Sulfona
		1236,67	1180-1240	Anillo bencénico sustituido –Para
		1173,71	1175	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		1061,35	1055	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		987,7	1200-775	C-H , Alcano
		749,43	1200-775	C-H , Alcano

Fuente: apendice C, figuras 50 a 52.

⁷ SHRINER, Ralph L. The Systematic Identification of Organic Compounds. p.201-210

Tabla XXVII. **Grupos funcionales identificados en la estructura del poliestireno sulfonado mediante espectro infrarrojo para dos horas de reacción**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Longitud de onda del grupo encontrado (cm ⁻¹)	Longitud de onda de grupo teórico (cm ⁻¹) ⁸	Grupo funcional
2h/ 10%	4	2968,98	2853-2926	CH ₂ , Alcano
		1724,15	1425-2000	C-C, Anillo benceno
		1461,17	1425-1475	CH ₂ , Alcano
		1369,94	1300-1350	C=S, Sulfona
		1233,34	1180-1240	Anillo bencénico sustituido –Para
		1156,13	1175	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		1061,35	1055	SO ₃ -Na , sal sulfonato
2h/ 20%	5	994,83	1200-775	C-H , Alcano
		2965,41	2853-2926	CH ₂ , Alcano
		1731,27	1425-2000	C-C, Anillo benceno
		1468,29	1425-1475	CH ₂ , Alcano
		1369,94	1300-1350	C=S, Sulfona
		1240,23	1180-1240	Anillo bencénico sustituido –Para
		1163,02	1175	SO ₃ -Na , sal sulfonato
2h/ 40%	6	1064,91	1055	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		991,27	1200-775	C-H , Alcano
		2968,98	2853-2926	CH ₂ , Alcano
		1727,71	1425-2000	C-C, Anillo benceno
		1461,17	1425-1475	CH ₂ , Alcano
		1373,5	1300-1350	C=S, Sulfona
		1170,15	1175	SO ₃ -Na , sal sulfonato
2h/ 40%	6	963,23	1200-775	C-H , Alcano
		900,04	860-910	Anillo bencénico sustituido –Para

Fuente: apéndice C, figuras 53 a 55.

⁸ SHRINER, Ralph L. The Systematic Identification of Organic Compounds. p.201-210

Tabla XXVIII. **Grupos funcionales identificados en la estructura del poliestireno reciclado sulfonado mediante espectro infrarrojo**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Longitud de onda del grupo encontrado (cm ⁻¹)	Longitud de onda de grupo teórico (cm ⁻¹) ⁹	Grupo funcional
2h/ 10%	D1	2979,43	2853-2926	CH ₂ , Alcano
		1731,27	1425-2000	C-C, Anillo benceno
		1471,62	1425-1475	CH ₂ , Alcano
		1366,62	1300-1350	C=S, Sulfona
		1240,23	1180-1240	Anillo bencénico sustituido –Para
		1159,7	1175	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		1064,91	1055	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		991,27	1200-775	C-H , Alcano
2h/ 10%	D2	2968,98	2853-2926	CH ₂ , Alcano
		1727,71	1425-2000	C-C, Anillo benceno
		1468,29	1425-1475	CH ₂ , Alcano
		1366,62	1300-1350	C=S, Sulfona
		1240,23	1180-1240	Anillo bencénico sustituido –Para
		1177,28	1175	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		1068,47	1055	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		1001,72	1200-775	C-H , Alcano
		879,14	1200-775	C-H , Alcano
2h/ 10%	D3	3463,35	3000-3500	OH , agua
		2968,98	2853-2926	CH ₂ , Alcano
		1727,71	1425-2000	C-C, Anillo benceno
		1468,29	1425-1475	CH ₂ , Alcano
		1366,62	1300-1350	C=S, Sulfona
		1240,23	1180-1240	Anillo bencénico sustituido –Para
		1166,59	1175	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		1068,47	1055	SO ₃ -Na , sal sulfonato
		987,7	1200-775	C-H , Alcano
		879,14	1200-775	C-H , Alcano

Fuente: apéndice C, figuras 56 a 58.

⁹ SHRINER, Ralph L. The Systematic Identification of Organic Compounds. p.201-210

- Análisis estadístico

Tabla XXIX. **Análisis de varianza entre tiempo de reacción y proporción con ácido sulfúrico fumante en la capacidad Salt-splitting por gramo de resina seca**

RESUMEN	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
Ácido al 10%	2	85,30	42,65	717,17
Ácido al 20%	2	47,19	23,60	32,35
Ácido al 40%	2	10,45	50,72	148,44
1 hora de reacción	3	11,67	36,89	381,74
2 horas de reacción	3	123,27	41,09	442,07

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Porcentaje ácido	776,13	2	388,06	0,891	0,53	9
Tiempo de reacción	26,46	1	26,46	0,061	0,83	8,53
Error	871,50	2	435,75			
Total	1674,08	5				

Fuente: apéndice B, tabla XLVIII.

Tabla XXX. **Análisis de varianza entre tiempo de sulfonación y proporción de ácido sulfúrico fumante en la capacidad total de intercambio catiónico por gramo seco**

RESUMEN	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
Ácido al 10%	2	726,56	363,28	2242,92
Ácido al 20%	2	712,85	356,42	6978,99
Ácido al 40%	2	646,73	323,36	776,42
1 hora de reacción	3	1088,35	362,78	2127,88
2 horas de reacción	3	997,78	332,59	3098,61

ANÁLISIS DE
VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Porcentaje ácido	1821,92	2	910,96	0,21	0,83	9
Tiempo de reacción	1367,26	1	1367,26	0,32	0,63	8
Error	8631,07	2	4315,54			,53
Total	11820,25	5				

Fuente: apéndice B, tabla XLIX.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

La presente investigación tiene como objetivo general, el evaluar el potencial de aprovechar el residuo de poliestireno expandido como materia prima en la elaboración de una resina de intercambio iónico. El proceso de sulfonación de la matriz del polímero, utilizó una mezcla de ácido sulfúrico concentrado y ácido sulfúrico fumante. Dicho proceso conlleva además la síntesis de resinas sustituidas cuya materia prima, es poliestireno expandido no reciclado con una distribución de tamaño de partícula equivalente al tamaño de poro de un tamiz mesh 12. Se tiene como objetivo evaluar las mejores variables del proceso de sulfonación, se orienta en evaluar en función del tiempo de reacción de sulfonación y en base a la variación en la proporción ácido fumante en la mezcla de reacción.

La sulfonación del poliestireno, se lleva a cabo por sustitución aromática electrofílica, en la cual es necesaria la formación del electrófilo de trióxido de azufre (SO_3). La razón por la cual en el proceso de sulfonación del poliestireno se utiliza ácido sulfúrico fumante, es debido a la presencia en exceso de trióxido de azufre gaseoso en el reactivo, lo cual facilita la sulfonación en 2 fases, además disminuye el requerimiento de calor requerido en la reacción a comparación de la reacción utilizando únicamente ácido sulfúrico concentrado.

El proceso de sulfonación de la cadena polimérica del poliestireno, se ve favorecida por la activación de cada anillo aromático componente de la unidad monomérica que está presente en la cadena del grupo etileno de la unidad

básica del estireno. La activación del anillo es débil con orientación orto-para,¹⁰ y a su vez la sustitución aromática electrofílica da lugar a que el anillo bencénico posea un grupo sulfónico desactivador fuerte y orientador meta, el cual impide la bisulfonación del mismo anillo.

Otra reacción que se presenta en el proceso de sulfonación de la resina, es la disulfonación la cual da lugar a un entrecruzamiento de un grupo bencensulfonato con un nuevo anillo aromático de otra cadena polimérica. El entrecruzamiento se identifica como un grupo sulfona ($\text{Ar-SO}_2\text{-Ar}$), el cual liga las diferentes cadenas de polímero mejorando las propiedades mecánicas del material al aumentar la ramificación del polímero pero reduce la capacidad de intercambio de iones.

Para evaluar las propiedades de la resina sulfonada se aplicó la metodología recomendada de la Norma ASTM D2187-94 (2004) Sección 11-50; esta incluye pruebas de propiedades físicas y químicas estándar para evaluar resinas de intercambio catiónico.

Dentro de las propiedades físicas a evaluar en las resinas de intercambio iónico esta la retención máxima de agua dentro de su estructura ASTM D2187-94 (2004) sección 11-17. Para ello se seca el material hasta eliminar toda la humedad del material y según la diferencia de masa entre las muestras antes y después del secado se obtiene el porcentaje de agua absorbido por la estructura del polímero ($\text{PS-SO}_3\text{H}$).

Observando la figura 16, se aprecia la disminución del porcentaje de retención máxima de agua al incrementarse la proporción de ácido sulfúrico fumante en la mezcla reaccionante del poliestireno. La retención de agua en el

¹⁰ WINGROVE, Alan. Química organica. [trad.] pág.650.

poliestireno sulfonado se debe a la presencia de los grupos sulfónicos hidratables, como se observa en las figuras 20 y 23, los cuales muestran como aumenta el carácter hidrofílico del material.

En el proceso de sulfonación del poliestireno se produce la sulfonación simple del material, pero también se da la disulfonación y la formación de grupos sulfonas. Estas sustituciones secundarias aumentan el entrecruzamiento de la cadena polimérica y disminuyen la solubilidad de la matriz polimérica de la resina de intercambio iónico. La di-sulfonación, se ve favorecida al incrementar la proporción de agente sulfonante, el cual se observa en la figura 16 para el tiempo de reacción de una hora.

En la misma figura 16, se observa un aumento en el porcentaje de retención de agua en la estructura de la muestra con 10 por ciento de ácido fumante para el tiempo de reacción de 2 horas. El aumento en la hidratación, es debido a la formación de nuevos grupos sulfónicos en la matriz del polímero, el cual se evidencia al observar las figuras 20 y 23.

En los tratamientos de 20 y 40 por ciento de ácido sulfúrico fumante, se observa una disminución en el porcentaje de retención de agua en el tiempo de reacción de 2 horas. Haciendo referencia a la Norma ASTM D2187-94 (Año 2004), menciona para los nuevos materiales de la misma funcionalidad y el tipo de polímero, los valores más altos indican baja reticulación de la cadena¹¹. De manera que el aumento en el porcentaje de retención de agua, se debe a la posible degradación de las cadenas poliméricas de la resina, ya que disminuye la longitud de las cadenas poliméricas y incrementa el carácter hidrofílico.

¹¹ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins. p.4 , Sección 13.

La degradación del material, se apoya en el hecho observado de menor rendimiento en la recuperación del poliestireno sulfonado para el caso de los tratamientos de 20 y 40 por ciento de ácido sulfúrico fumante para el tiempo de reacción de 2 horas.

Otra de las propiedades físicas evaluadas según la Norma ASTM D2187-94 (2004) sección 18-24, es la densidad del material por retrolavado con agua. Este procedimiento determina la densidad del material en su máxima retención de agua, mediante el paso de un flujo de agua constante, entre 20 a 25 mililitros de agua por minuto, para una cantidad de resina cubierta completamente por el agua y posteriormente muestrear la resina midiendo su peso y volumen.

En la figura 17, se observa un aumento en la densidad del poliestireno sulfonado al incrementar la proporción de ácido sulfúrico fumante para el tiempo de reacción de una hora. Este incremento se debe al entrecruzamiento de la cadena polimérica por la formación del grupo sulfona el cual disminuye la cantidad de agua en la estructura de la resina con el consecuente incremento en la densidad del material.

En la figura 17, se puede observar la misma tendencia en cuanto al incremento de densidad al aumentar la proporción de ácido en la sulfonación para el tiempo de reacción de 2 horas. Aquí se ve que sus magnitudes decrecen respecto al valor para una hora de tiempo de sulfonación y es más abrupta la disminución a medida que aumenta la proporción de ácido.

La disminución de densidad para el tratamiento de 2 horas de reacción, evidencia la degradación de la cadena polimérica debido a las condiciones más

fuertes de la sulfonación que inducen la ruptura de la cadena de poliestireno, reduce el entrecruzamiento y disminuye la densidad del material.

En el diseño de unidades de intercambio iónico por lechos fijos, se debe tomar en cuenta el cambio de volumen que sufre la resina de intercambio catiónico con respecto a la forma iónica ácida. La forma ácida de la resina, es la que presenta la mayor hidratación respecto a las demás formas iónicas, debido a que el ion H^+ es infinitamente soluble en agua, por lo que presenta la mayor retención de agua en la estructura de la resina a comparación de la forma sódica.

En la figura 18, se observa el aumento de volumen de la resina en forma ácida respecto a su forma sódica como se esperaba teóricamente y se denota una disminución en el cambio de volumen al aumentar la proporción de ácido, debido a la presencia de los grupos sulfonas en los tratamientos con una hora de reacción. Además se observa un aumento en la variación del volumen al incrementar el tiempo de reacción para las muestras de 20 y 40 por ciento, en porcentaje de ácido, esto debido a la degradación de la cadena polimérica.

Dentro de las propiedades químicas a evaluar según la Norma ASTM D2187-94 (2004) sección 33-41, se encuentra la capacidad de fraccionamiento de una sal neutra o capacidad *salt-splitting*. Esta evaluación mide el grado de intercambio iónico de iones de sodio de una sal neutra (cloruro de sodio) a partir del contacto de la resina ácida. Según la Norma ASTM D2187-94 (2004), esta prueba es específica para grupos sulfónicos de resinas cationicas aunque también hace mención en la detección grupos fosfóricos y carboxílicos¹². La capacidad de *salt-splitting* se identifica con las figuras 19 a la 21.

¹² AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins. p.6 , Sección 35.

La humedad de las muestras utilizadas en la prueba de fraccionamiento de una sal neutra, es la misma que se reporto en los resultados de la prueba de retención máxima de agua.

En la figura 19, se observa un aumento en la cantidad de miliequivalentes por gramo húmedo de poliestireno sulfonado al incrementar la proporción de ácido fumante para la síntesis de la resina a un tiempo de sulfonación de una hora. Se evidencia una mayor cantidad de grupos sulfónicos en la estructura del poliestireno sulfonado.

En la misma figura, se observa un aumento en la cantidad de miliequivalentes por gramo húmedo de resina en el tiempo de reacción de 2 horas. El mayor tiempo de sulfonación promueve el avance de reacción de sulfonación simple en la estructura del poliestireno para el tratamiento de 10 por ciento de ácido fumante y en menor grado para el de 20 por ciento.

Para el tratamiento de 40 por ciento de ácido y 2 horas de reacción, se observa una disminución en la cantidad de miliequivalentes de los grupos sulfónicos debido a la posible disulfonación en la formación de grupos sulfonas en la estructura del material. Otra razón de la disminución de miliequivalentes puede ser ocasionado por la degradación de la estructura polimérica que presenta el tratamiento para el tiempo de sulfonación de 2 horas.

Se observa en la figura 19, las cantidades más elevadas de miliequivalentes de intercambio catiónico por gramo de resina húmeda en los tratamientos de 40 por ciento de ácido con tiempo de reacción de una hora y 10 por ciento de ácido con tiempo de reacción de 2 horas.

En la figura 20, se observa la distribución de miliequivalentes por gramo seco de poliestireno sulfonado, la cual depende del porcentaje de agua retenida de la resina según la figura 16. Se observa un comportamiento similar a la distribución de miliequivalentes por gramo húmedo con excepción del tratamiento de 20 por ciento de ácido y 2 horas de sulfonación.

El tratamiento de 20 por ciento de ácido sulfúrico fumante y 2 horas de sulfonación, presenta una menor cantidad de miliequivalentes por gramo seco de resina a comparación del tratamiento a una hora de reacción. Se puede relacionar el descenso en la capacidad de intercambio debido a la posible degradación de la estructura del polímero que es efecto del tiempo prolongado en la reacción de sulfonación.

La distribución de miliequivalentes por mililitro de poliestireno sulfonado húmedo, observado en la figura 21 presenta un comportamiento similar a la distribución de miliequivalentes por gramo húmedo. Se destacan los tratamientos de 40 por ciento de ácido y una hora de tiempo de reacción y 10 por ciento de ácido y tiempo de reacción de 2 horas en cuanto a la cantidad más alta de miliequivalentes por mililitro de resina húmeda.

Otra propiedad de intercambio para resinas catiónicas, es la capacidad total de intercambio iónico ASTM D2187-94 (2004) sección 42-50, se describe la aplicación de la prueba: generalmente utilizado para materiales de intercambio iónico que contengan grupos funcionales que sean o contengan grupos sulfónicos¹³. Esta prueba mide la cantidad de miliequivalentes por

¹³ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins. p.8 Sección 44.

diferentes medidas de resina. La capacidad total de intercambio iónico se observa en las figuras 22 a la 24.

En la figura 24, se observa el aumento en la cantidad de miliequivalentes por gramo húmedo de resina al incrementar la proporción de ácido sulfúrico fumante para un tiempo de reacción de una hora. El aumento en la capacidad de intercambio, es el resultado esperado debido a la mayor sulfonación de la cadena polimérica del poliestireno.

En la figura 24, se observa las capacidades de intercambio de todos los tratamientos para el tiempo de reacción de 2 horas, las cuales se sitúan en un área cercana, lo cual puede indicar un límite en la formación de grupos sulfónicos para las condiciones de la reacción de sulfonación. Además se observa una disminución en la capacidad total de intercambio para el tratamiento de 40 por ciento de ácido debido a la posible formación de grupo sulfona o degradación del material resultado de las condiciones más fuertes de la reacción de sulfonación.

En la figura 23, se observa que los tratamientos de 40 por ciento de ácido sulfúrico fumante con una hora de reacción y 10 por ciento de ácido sulfúrico fumante con 2 horas de reacción, obtuvieron los rendimientos más altos en la cantidad de miliequivalentes por gramo seco de resina en la prueba de capacidad total de intercambio iónico por gramo seco.

En la figura 24 se observa que la capacidad total de intercambio iónico por mililitro de resina húmeda, presenta un comportamiento similar a la que se observa para la capacidad total de intercambio iónico por gramo húmedo. Se puede observar el aumento de la capacidad total con relación al incremento en

la proporción de ácido sulfúrico fumante para el tiempo de sulfonación de una hora.

Uno de los factores que afecta el desempeño del poliestireno sulfonado en la evaluación de las propiedades físicas y químicas, es una limitante del proceso de sulfonación, en este caso la eficiencia de contacto de las fases sólido-líquido y sólido-gas. Durante la sulfonación, el poliestireno sólido presentó un contacto parcial con el ácido(líquido) y además con el vapor del ácido sulfúrico dentro del reactor. La falta de contacto entre fases, provocó una sulfonación heterogénea del poliestireno.

Para aumentar el contacto del material se optó por el uso de agitación por medio de una pastilla magnética que proporciona un mejor contacto entre fases. Además se observó una disminución en la cantidad de poliestireno sulfonado obtenido, debido a que la agitación necesaria para mantener el contacto promovía la degradación del material, por lo que se agitó levemente a intervalos de tiempo constantes para mantener el poliestireno humedecido y evitar pérdida del material.

Tras evaluar propiedades físicas y químicas, se prosiguió a evaluar visualmente los tratamientos propuestos para la elaboración de poliestireno sulfonado. Los parámetros a evaluar constan de la calidad de superficie del material, uniformidad en el color del material, uniformidad de forma y consistencia del material. Las resinas se muestran en las figuras 25 a la 30.

Según criterio propio, se evaluó cada resina según los parámetros escogidos con una escala de puntaje que se observa en la tabla XXV. Los resultados de la evaluación se muestran en la tabla XXIV, denotando los mejores tratamientos en cuanto a los parámetros evaluados. Los tratamientos

con mejor evaluación son los de 10 por ciento de ácido sulfúrico fumante a ambos tiempos de reacción.

Tras obtener los resultados en las pruebas físicas, químicas y visuales del poliestireno sulfonado de los diferentes tratamientos de sulfonación, se determinó que las condiciones de 10 por ciento de ácido sulfúrico fumante y 2 horas de reacción rindió los mejores resultados en las evaluaciones.

Tras identificar el mejor tratamiento del proceso de sulfonación, se procedió a la elaboración de poliestireno sulfonado utilizando como materia prima el poliestireno de residuo de cajas de empaque de las pruebas espectrofotométricas de DQO del Proyecto FODECYT 47-2009 del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Los residuos de poliestireno reciclado, se redujeron de tamaño manualmente para mejorar su manipulación durante la sulfonación, como se puede observar en apéndice D, figura 59, hasta un tamaño de partícula que le permite ser retenido en un tamiz mesh 4. Durante la sulfonación, se observó la disgregación de los fragmentos de los residuos de poliestireno en las unidades esféricas que lo conforman como se puede observar nuevamente en el apéndice D, figura 59, con lo cual se logró obtener poliestireno sulfonado en forma esférica.

El poliestireno sulfonado reciclado, se evaluó según las pruebas físicas y químicas antes mencionadas de la Norma ASTM D2187-94 (2004) y se comparó el resultado obtenido con los resultados previos de poliestireno sulfonado elaborado con material no reciclado.

El porcentaje de retención máxima de agua del poliestireno sulfonado elaborado con material reciclado, se presenta en la figura 31, observándose un menor porcentaje de retención de agua a comparación del poliestireno sulfonado elaborado con material no reciclado. Haciendo referencia a los valores de las capacidades de intercambio de *salt-splitting* e intercambio total de las figuras 33 a la 38 se puede denotar una baja cantidad de grupos sulfónicos hidratables que disminuyen el porcentaje máximo de agua absorbida en la estructura del poliestireno sulfonado elaborado con el material de reciclaje.

En la determinación de la densidad del material por retrolavado con agua, figura 32, se observa un aumento en la densidad respecto al poliestireno sulfonado elaborado con las mismas condiciones de sulfonación pero con material no reciclado. La disminución en la cantidad de agua retenida en la estructura del poliestireno observado en la figura 31, conlleva a una estructura polimérica más densa de poliestireno sulfonado.

La distribución de miliequivalentes de la capacidad de fraccionamiento de una sal neutra (*salt-splitting*) del poliestireno reciclado sulfonado se presenta en las figuras 33 a la 35. Se puede observar una disminución en cantidad de miliequivalentes por masa de material respecto los miliequivalentes obtenidos con el poliestireno no reciclado sulfonado a las mismas condiciones, debido a las posibles dificultades del proceso de sulfonación del poliestireno reciclado.

El proceso de sulfonación del poliestireno reciclado inició con unidades aglomeradas de las unidades esféricas de poliestireno y que posteriormente se logran disgregar por acción del ácido en un lapso de tiempo. Al inicio se tuvo un contacto ineficiente entre el ácido y el poliestireno hasta que logró disgregarse a mejorando el contacto, por lo que el tiempo y la dificultad del

contacto de fases, pueden disminuir la cantidad de grupos sulfónicos en la cadena polimérica.

En la capacidad total de intercambio iónico del poliestireno sulfonado reciclado, figuras 36 a la 38, se observa un conteo de miliequivalentes por cantidad de masa muy similar respecto al poliestireno sulfonado, elaborado con material no reciclado. La similitud aplica en los resultados de la capacidad total de intercambio por gramo húmedo de material y mililitro de material húmedo, figuras 36 y 38, pero difiere en la capacidad total de intercambio por gramo seco.

La similitud en los resultados en la capacidad total de intercambio por masa húmeda de poliestireno sulfonado se debe al menor porcentaje de retención de agua que presentó la muestra hecha con material reciclado el cual afectó el cálculo de conversión de materia seca a húmeda .

La baja cantidad de miliequivalentes por gramo seco como se hizo mención antes, puede atribuirse a la dificultad del contacto de fases y el lapso de tiempo de disgregación en la sulfonación del material reciclado.

Por último, se procedió a la identificación de los grupos funcionales del poliestireno sulfonado, tanto para el material reciclado como al no reciclado. La prueba de identificación fue llevada a cabo mediante espectrofotometría infrarroja utilizando el espectrofotómetro de marca Buck Scientific modelo M500, proporcionado por el Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada de la Universidad del Valle de Guatemala.

El análisis de espectro infrarrojo, fue realizado por primera vez utilizando muestras húmedas de poliestireno sulfonado, pero se determinó interferencia

debido a la cantidad de agua en la estructura de la resina, la cual opaca la lectura del espectro de los grupos funcionales, tal como se observa en el apéndice C, figuras 41 a 49. Para obtener la lectura de los grupos funcionales, fue necesario secar las muestras según las condiciones de secado de la prueba de retención máxima de agua ASTM D2187-94 (2004) sección 14. Para llevar a cabo el análisis, fue necesario hacer un blanco para el espectro del solvente *Fluorolube*, el cual fue adicionado a las muestras secas para su lectura en el equipo. Los espectros obtenidos, se observan en el apéndice C, figuras 50 a 58.

En las tablas XXVI a la XXVIII, se pueden observar grupos identificados en los espectros obtenidos de las muestras secas. Los espectros muestran un gráfico con una serie de picos en función a longitudes de onda específicas, para los grupos funcionales presentes en el poliestireno sulfonado. En las tablas, además se presentan los posibles grupos funcionales teóricos equivalentes a los valores experimentales obtenidos en los espectros infrarrojos.

En la tabla XXVI, se puede observar que los grupos teóricos presentados concuerdan con la estructura del material esperado para todas las muestras de una hora de sulfonación. Los grupos esperados en la estructura, son grupos metileno, provenientes de grupos alcanos que están presentes en la cadena alifática del poliestireno, enlaces carbono-hidrógeno unidos al anillo aromático, los cuales se encuentran en las regiones de longitud de onda de grupos funcionales ($4\ 000-1\ 600\ \text{cm}^{-1}$) y aromática ($900-675\ \text{cm}^{-1}$) del espectro respectivamente.

En la zona de longitud de onda de ($1\ 600-1\ 000\ \text{cm}^{-1}$) o también llamada zona de huellas dactilares del espectro¹⁴, se identifican los enlaces carbono-carbono del anillo aromático y los enlaces carbono-sustituyente del anillo con la sustitución en orientación Para, que son resultado de la reacción de sustitución de los grupos sulfónicos y sulfonas.

En la tabla XXVI, se observa la identificación del grupo sulfona, el cual no ha sido posible identificar con otras pruebas, y el grupo de sal de sulfonato, el cual se debe a la forma sódica del poliestireno sulfonado, con el cual se llevaron a cabo los análisis de espectrofotometría infrarroja. La falta en la identificación del grupo sulfonato en la muestra número uno se compensa con los resultados previos de capacidad de intercambio iónico.

En la tabla XXVII, se puede observar que los grupos identificados concuerdan nuevamente con la estructura del material esperado para todas las muestras con tiempo de sulfonación de 2 horas. Además se observan espectros más homogéneos que las muestras con una hora de sulfonación. Dicha similitud puede deberse al mayor progreso de la reacción de sulfonación a la dos horas de reacción.

Los espectros infrarrojos obtenidos de las muestras de poliestireno sulfonado elaborado con material reciclado, se muestran en la tabla XXVIII. Se puede observar la presencia de los grupos funcionales esperados, por lo que es acertado concluir que no hay influencia en el origen de la materia prima para la síntesis de resinas de intercambio catiónico. Dicha conclusión se basa en la formación de los grupos sulfonas que no son posibles de identificar con pruebas previas y la formación de grupos sulfonatos que si son identificables mediante las pruebas de capacidades de intercambio iónico.

14 SHRINER, Ralph L. The Systematic Identification of Organic Compounds. p.198.

Como parte final de la investigación, se llevó a cabo el análisis estadístico por análisis de varianza de 2 factores para verificar las hipótesis respecto al aumento en la cantidad de grupos sulfónicos y del entrecruzamiento de las cadenas del polímero del poliestireno, esto con respecto al aumento en el tiempo de reacción y al aumento en la proporción con ácido fumante en la reacción de sulfonación. El análisis de varianza mide el grado de dispersión de los datos para determinar si existe diferencia significativa entre los datos¹⁵, por lo que se espera una diferencia significativa entre datos al variar el tiempo de reacción y la proporción de ácido sulfúrico fumante.

Para evaluar ambas hipótesis, se utilizó los datos obtenidos de las pruebas de las capacidades de intercambio por *salt-splitting* y capacidad total de intercambio iónico, ambas por gramo seco, las cuales son más significativas en relación al tiempo de sulfonación y a la proporción de ácido sulfúrico fumante.

El análisis de varianza que se muestra en las tablas XXIX y XXX, demuestra que no existe una diferencia significativa sobre la dispersión de los datos, tanto para el aumento de tiempo de reacción como en el incremento en el porcentaje de ácido sulfúrico fumante en el proceso de sulfonación.

Este resultado sugiere que la sulfonación de la resina de intercambio catiónico es independiente de las variables de reacción, lo cual contradice los resultados obtenidos de las pruebas fisicoquímicas estudiadas. El análisis de varianza no toma en cuenta aspectos en el desempeño del material debido por degradación, entrecruzamiento u otros aspectos por lo que no es válido

¹⁵ WARPOLE Ronald, MYERS Raymond, MYERS Sharon. Probabilidad y estadística para ingenieros.p.523.

concluir la dependencia de los factores de tiempo de reacción y proporción de agente sulfonante en el desempeño del poliestireno sulfonado.

Según los resultados obtenidos de las pruebas realizadas a los diferentes tratamientos aplicados al poliestireno sulfonado, se demostró la obtención de un material hidrofílico y con capacidades de intercambio de cationes a diferencia del poliestireno sin modificación. La modificación de las propiedades del material, es resultado de la sulfonación de la cadena polimérica y presencia del grupo sulfonato, además se demostró indirectamente el entrecruzamiento de la cadena polimérica, debido a la presencia del grupo sulfona. En conclusión es posible y factible la modificación y entrecruzamiento de la estructura de poliestireno expandido reciclado para su utilización como resina de intercambio catiónico.

CONCLUSIONES

1. Según los resultados obtenidos, es factible el aprovechamiento de residuo del poliestireno expandido mediante la sulfonación de su estructura para su uso como resina de intercambio catiónico.
2. Según los resultados en la determinación de retención máxima de agua se observó una menor retención de agua en la estructura del poliestireno sulfonado al aumentar la proporción de agente sulfonante en el período de reacción de una hora.
3. Las densidades de las muestras analizadas de poliestireno sulfonado demuestran un aumento al incrementarse la proporción de agente sulfonante en el período de reacción de una hora.
4. Las muestras con periodo de reacción de dos horas demostraron un aumento en la retención de agua y disminución de la densidad del poliestireno sulfonado a diferencia de las muestras con una hora de reacción.
5. La prueba de hidratación de la resina de intercambio catiónico demostró un aumento considerable en relación a su ΔV entre valores de 182 a 184 por ciento en su forma iónica ácida respecto al volumen en forma sódica.

6. En el tiempo de reacción de una hora se determinó que existe un aumento en la capacidad *salt-splitting* y capacidad total de intercambio del poliestireno sulfonado al aumentar la proporción de agente sulfonante.
7. Únicamente el tratamiento al 10 por ciento de ácido presenta un aumento en las capacidades de intercambio iónico del poliestireno sulfonado en el período de reacción de dos horas.
8. Las muestras con menor proporción de ácido, presentan una mejor evaluación visual siendo la mejor opción, el período de reacción de 2 horas.
9. La mejor opción del proceso de sulfonación del poliestireno, fue el tratamiento al 10 por ciento con ácido sulfúrico fumante y 2 horas de reacción en base al desempeño en las pruebas físicas, químicas y visuales realizadas.
10. El poliestireno reciclado sulfonado presenta menor desempeño respecto poliestireno virgen sulfonado en base a las pruebas de capacidades de intercambio iónico.
11. La identificación de grupos funcionales confirma la presencia de los grupos sulfónicos y sulfonas resultado del proceso de sulfonación en base a los resultados de los espectros infrarrojos.
12. El resultado del análisis de varianzas por factores no resulta adecuado para relacionar el desempeño del poliestireno sulfonado respecto a las variables de tiempo de reacción y porcentaje de ácido sulfúrico fumante.

RECOMENDACIONES

1. Realizar un estudio sobre cómo mejorar el contacto entre las fases sólido-líquido del poliestireno y la mezcla de ácido sulfúrico concentrado/fumante, durante el proceso de sulfonación del poliestireno.
2. Evaluar técnicas instrumentales para cuantificar y relacionar los grupos sulfónicos/sulfonas para los diferentes tratamientos propuestos.
3. Tomar en cuenta el cambio de volumen de la resina de intercambio catiónico, debido a la hidratación en su forma iónica ácida como factor de diseño en equipos de intercambio por lecho fijo que utilicen la resina de poliestireno sulfonado.
4. Comprobar de forma cuantificable la degradación de las cadenas poliméricas del poliestireno sulfonado durante la reacción de sulfonación.
5. Hacer un estudio del procedimiento de sulfonación en función de la temperatura de reacción para evaluar la degradación de las cadenas poliméricas del poliestireno sulfonado.
6. Realizar un análisis estadístico que contemple todos los factores que afectan el rendimiento del poliestireno expandido sulfonado.

BIBLIOGRAFÍA

1. ALMARAZ, Reynaldo; RAMÍREZ, Mario. *Síntesis, caracterización y aplicación del PS entrecruzado a partir de residuos de PS*. [en línea]. Revista Iberoamericana de polímeros, Volumen 8(2). 2007 <<http://www.ehu.es/reviberpol/pdf/MAR07/leon.pdf>> [Consulta: octubre de 2012]. 26 p.
2. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins*. ASTM D2187-94-94. West Conshohocken, PA, USA. 2004.
3. ARRIBAS, Carmen. *Investigación de nuevos materiales conductores: polipirrol crecido en polímeros sulfonados*. Tesis doctoral. Universidad Complutense de Madrid, España, Facultad de CC. Químicas, Departamento de Química-Física ,1991. 149 p.
4. CJUNO, Américo; ARROYO, Juan. *Síntesis de un intercambiador catiónico a partir de poliestireno comercial/residual*. Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Perú, Facultad de Química e Ingeniería Química, 2008. 8 p.

5. FERNÁNDEZ CARRETERO, Francisco J. *Síntesis y caracterización de membranas híbridas órgano-inorgánicas para su uso en pilas de combustible*. Tesis doctoral. Universidad Politécnica de Valencia, España, Departamento de Termodinámica Aplicada, 2008. 145 p.
6. GONZÁLEZ, Diana; MARTINEZ, Lorena. *Síntesis y caracterización de una membrana de intercambio aniónico con aplicación en celdas de combustible alcalinas*. Tesis a nivel licenciatura. Universidad Nacional de Colombia, Medellín, Facultad de Minas, Escuela de Procesos y Energía, 2009. 20 p.
7. SHRINER, Ralph L. *The Systematic Identification of Organic Compounds*. 8ª ed. USA: Wiley, 2004. 731 p. ISBN 0-471-21503-1.
8. WARPOLE, Ronald; MYERS, Raymond; MYERS, Sharon. *Probabilidad y estadística para ingenieros*. Ricardo Cruz. [trad.] 6ª ed. México: Prentice-Hall, 1999. 752 p. ISBN 970-17-0264-6.
9. WINGROVE, Alan. *Química orgánica*. Mei Mei Alicia Chu [trad.]. México: Harla, 1984. 1569 p. ISBN 968-6034 36-6.

APÉNDICES

A. MUESTRA DE CÁLCULO

Determinación de las propiedades físicas y químicas de la resina elaborada a partir de la sulfonación de poliestireno expandido reciclado.

Densidad de la resina de intercambio iónico¹⁶.

Para ello se procede a medir la densidad de la resina de intercambio catiónico por retrolavado con agua mediante la utilización de la siguiente ecuación:

$$\rho = \frac{\text{Masa (g)}}{\text{Vol}_{tot} \text{ mL} - \text{Vol}_{agua} \text{ L}} \quad \text{Ecuacion No.1}$$

Donde:

ρ = densidad del material (g/mL).

Masa = masa de la resina (g).

Vol_{tot} = volumen total de la muestra (mL).

Vol_{agua} = volumen de agua agregado (mL).

¹⁶ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins. p.4 Sección 11-17.

Retención de agua de la resina de intercambio iónico¹⁷.

Se determina mediante el peso de la resina seca y la resina al punto de la máxima humedad que retenga. Se utiliza la siguiente ecuación:

$$\%Ret = \frac{W_{hum} - W_{sec}}{W_{hum}} * 100 \quad \text{Ecuacion No.2}$$

Donde:

$\%Ret$ = porcentaje de retención de agua (%).

W_{hum} = masa de la resina húmeda (g)

W_{sec} = masa de la resina seca (g)

Capacidad de fraccionamiento de una sal neutra por contacto con cloruro de sodio.¹⁸

Para determinar la capacidad de fraccionamiento de una sal neutra a partir del contacto con cloruro de sodio (SALT-SPLITTING) se utilizan las siguientes ecuaciones:

$$H \frac{meq}{g} = \frac{E \text{ mL} * N \frac{eq}{mL} * 10}{W(g)} \quad \text{Ecuacion No.3}$$

Donde:

E = mililitros de solución de NaOH necesarios para la titulación (mL).

17 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins. p.5 Sección 18-24.

18 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins. p.6 Sección 33-41.

W = gramos húmedos de la muestra (g).

N = normalidad de la solución de NaOH utilizado (meq/mL).

H = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por gramo húmedo. (meq/g)

$$H_s \frac{\text{meq}}{\text{g}} = H \frac{\text{meq}}{\text{g}} (1 - (M(\%)/100)) \quad \text{Ecuacion No. 4}$$

Donde:

H = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por gramo húmedo. (meq/g).

H_s = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por gramo seco. (meq/g).

M = porcentaje de retención de agua (%).

$$H_v \frac{\text{meq}}{\text{mL}} = H \frac{\text{meq}}{\text{g}} * \rho \frac{\text{g}}{\text{mL}} \quad \text{Ecuacion No. 5}$$

Donde:

H = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por gramo húmedo. (meq/g).

ρ = densidad del material (g/mL).

H_v = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por mililitro húmedo. (meq/mL).

Determinación de la capacidad total de intercambio iónico¹⁹.

Para determinar la capacidad total de intercambio iónico se utilizan las siguientes ecuaciones:

$$C_w = 100 * N_B - (F * N_A * 4 / W) \quad \text{Ecuacion No.6}$$

Donde:

C_w = miliequivalentes de capacidad de intercambio catiónico total por gramo húmedo (meq/g)

F = mililitros de HCl requeridos para la valoración. (mL)

W = gramos húmedos de la muestra. (g)

N_A = normalidad de la solución de HCl utilizado. (meq/mL)

N_B = normalidad de la solución de NaOH utilizado. (eq/mL)

$$Cd \frac{meq}{g} = C_w \frac{meq}{g} (1 - (M(\%)/100)) \quad \text{Ecuacion No.7}$$

Donde:

Cd = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por gramo seco. (meq/g).

C_w = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por gramo húmedo. (meq/g).

M = porcentaje de retención de agua (%).

¹⁹ AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods for Physical and Chemical Properties of Particulate Ion- Exchange Resins. p.8 Sección 42-50.

$$C_b \frac{\text{meq}}{\text{mL}} = C_w \frac{\text{meq}}{\text{g}} * \rho \frac{\text{g}}{\text{mL}} \quad \text{Ecuacion No.8}$$

Donde:

C_w = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por gramo húmedo. (meq/g).

ρ = densidad del material (g/mL).

C_b = miliequivalentes de capacidad de intercambio de sodio por mililitro húmedo. (meq/mL).

Hidratación de la resina de intercambio catiónico en función de su forma iónica.

Para ello se procede a medir la los volúmenes de una cantidad conocida de resina en sus diferentes formas iónicas, utilizando la siguiente ecuación:

$$\% \Delta V = \frac{\text{Vol ac (mL)}}{\text{Vol sod mL}} * 100 \quad \text{Ecuacion No.9}$$

Donde:

$\% \Delta V$ = densidad del material (g/mL).

Vol ac = volumen de la resina en forma iónica ácida (mL).

Vol sod =volumen de la resina en forma iónica sodica (mL).

B. DATOS CALCULADOS

Tabla XXXI. **Porcentaje de la cantidad de agua retenida en la estructura del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Peso muestra húmeda (g)	Peso muestra seca (g)	Porcentaje de agua retenida (%)	Porcentaje de agua retenida promedio (%)
1h/ 10%	1	5,041	0,036	99,286	99,275
	2	5,092	0,039	99,234	
	3	5,038	0,035	99,305	
1h/ 20%	4	5,022	0,035	99,303	99,373
	5	4,956	0,03	99,395	
	6	5,01	0,029	99,421	
1h/ 40%	7	5,021	0,065	98,705	99,196
	8	5	0,022	99,560	
	9	5,014	0,034	99,322	
2h/ 10%	10	5,064	0,024	99,526	99,307
	11	5,079	0,028	99,449	
	12	5,032	0,053	98,947	
2h/ 20%	13	5,048	0,048	99,049	99,076
	14	4,99	0,052	98,958	
	15	5,006	0,039	99,221	
2h/ 40%	16	5,014	0,051	98,983	99,096
	17	5,02	0,026	99,482	
	18	5,008	0,059	98,822	

Fuente: ecuación no.1, elaboración propia.

Tabla XXXII. **Densidad del poliestireno sulfonado mediante retrolavado con agua en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Peso muestra húmeda (g)	Volumen de agua agregado (mL)	Volumen total (mL)	Densidad (g/mL)	Densidad promedio (g/mL)
1h/ 10%	1	5,002	5	10,2	0,962	0,964
	2	5,008	5	10,2	0,963	
	3	5,025	5	10,2	0,966	
1h/ 20%	4	5,035	5	10	1,007	0,994
	5	5,027	5	10	1,005	
	6	5,046	5	10,2	0,970	
1h/ 40%	7	5,053	5	10	1,011	1,012
	8	5,055	5	10	1,011	
	9	5,077	5	10	1,015	
2h/ 10%	10	4,995	5	10,2	0,961	0,963
	11	5,006	5	10,2	0,963	
	12	5,014	5	10,2	0,964	
2h/ 20%	13	5,086	10	15,3	0,960	0,977
	14	5,006	10	15,1	0,982	
	15	5,047	10	15,1	0,990	
2h/ 40%	16	5,058	10	15,2	0,973	0,982
	17	5,036	10	15,1	0,987	
	18	5,024	10	15,1	0,985	

Fuente: ecuación no.2, elaboración propia.

Tabla XXXIII. **Cambio de volumen de la resina de intercambio catiónico debido a la hidratación en su forma ácida respecto su forma sódica para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante y tiempo de reacción de dos horas (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Cantidad de resina (g)	Volumen en forma ácida de la resina (mL) (pH=3.9)	Volumen en forma sodica de la resina (mL) (pH=12.7)	Cambio de volumen porcentual (%)
1h/ 10%	1	5,07	4,9	9	183,67
1h/ 20%	2	5,08	4,9	8,95	182,65
1h/ 40%	3	4,94	4,85	8,85	182,47
2h/ 10%	4	5,03	4,95	9,05	182,83
2h/ 20%	5	4,99	5	9,15	183,00
2h/ 40%	6	5,02	5	9,2	184,00

Fuente: ecuación no.9, elaboración propia.

Tabla XXXIV. **Número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiable por masa saturada de humedad del poliestireno sulfonado para fraccionar una solución salina en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Peso de resina húmeda (g)	Gasto de valoración con NaOH (mL)	Normalidad de la solución de NaOH (meq/L)	Capacidad salt-splitting resina húmeda (meq/g)
1h/ 10%	1	10,033	6,950	0,025	0,172
1h/ 20%	2	10,032	7,000		0,173
1h/ 40%	3	9,985	19,200		0,477
2h/ 10%	4	10,062	17,300		0,427
2h/ 20%	5	10,017	7,300		0,181
2h/ 40%	6	10,101	15,500		0,381

Fuente: ecuación no.3, elaboración propia.

Tabla XXXV. **Número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiable por masa seca del poliestireno sulfonado para fraccionar una solución salina en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Porcentaje de agua retenida promedio (%)	Capacidad Salt-splitting resina seca (meq/g)
1h/ 10%	1	99,275	23,715
1h/ 20%	2	99,373	27,617
1h/ 40%	3	99,196	59,338
2h/ 10%	4	99,307	61,587
2h/ 20%	5	99,076	19,573
2h/ 40%	6	99,096	42,108

Fuente: ecuación no.4, elaboración propia.

Tabla XXXVI. **Número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiable por volumen saturado de humedad del poliestireno sulfonado para fraccionar una solución salina para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Densidad promedio (g/mL)	Capacidad Salt-splitting por mililitro de húmedo (meq/g)
1h/ 10%	1	0,964	0,166
1h/ 20%	2	0,994	0,172
1h/ 40%	3	1,012	0,483
2h/ 10%	4	0,963	0,411
2h/ 20%	5	0,977	0,177
2h/ 40%	6	0,982	0,374

Fuente: ecuación no.5, elaboración propia.

Tabla XXXVII. **Número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por masa saturada de humedad del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Peso de resina húmeda (g)	Normalidad de la solución de NaOH/NaCl (mol eq/L)	Volumen de valoración con solución de HCl (mL)	Normalidad de la solución de HCl (mol eq/L)	Capacidad total de intercambio por gramo húmedo (Cw) (meq/g)
1h/ 10%	1	2,046	0,029	27,200	0,009	2,391
1h/ 20%	2	1,996		14,700		2,605
1h/ 40%	3	4,027		12,550		2,759
2h/ 10%	4	4,034		13,700		2,749
2h/ 20%	5	4,048		13,900		2,748
2h/ 40%	6	4,066		14,100		2,746

Fuente: ecuación no.6, elaboración propia.

Tabla XXXVIII. **Número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por masa seca del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Porcentaje de agua retenida promedio (%)	Capacidad total de intercambio por gramo seco (Cd) (meq/g)
1h/ 10%	1	99,275	329,790
1h/ 20%	2	99,373	415,495
1h/ 40%	3	99,196	343,068
2h/ 10%	4	99,307	396,766
2h/ 20%	5	99,076	297,351
2h/ 40%	6	99,096	303,662

Fuente: ecuación no.7, elaboración propia.

Tabla XXXIX. **Número de miliequivalentes de hidrogeno intercambiables totales por volumen saturado de humedad del poliestireno sulfonado en función de tiempo de reacción para diferentes proporciones con ácido sulfúrico fumante, según Norma ASTM D2187-94 (2004) (T= 20°C)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Densidad promedio (g/mL)	Capacidad Salt-splitting por mililitro de húmedo (meq/g)
1h/ 10%	1	0,964	0,166
1h/ 20%	2	0,994	0,172
1h/ 40%	3	1,012	0,483
2h/ 10%	4	0,963	0,411
2h/ 20%	5	0,977	0,177
2h/ 40%	6	0,982	0,374

Fuente: ecuación no.8, elaboración propia.

Tabla XL. **Porcentajes de retención máxima de agua en las estructuras de la resinas de intercambio iónico entre la mejor opción en las variables de operación y la elaborada con residuo de las cajas de prueba de DQO (D1-D3)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Peso muestra húmeda (g)	Peso vidrio de reloj (g)	Peso después de secado (g)	Peso muestra seca (g)	Porcentaje de agua retenida (%)	Porcentaje de agua retenida promedio (%)
2h/ 10%	10	5,064	44,148	44,172	0,024	99,52	99,30
	11	5,079	44,108	44,136	0,028	99,44	
	12	5,032	37,453	37,506	0,053	98,94	
2h/ 10%	D1	7,765	21,284	21,355	0,071	99,08	98,99
	D2	7,393	19,916	19,998	0,082	98,89	
	D3	7,417	37,453	37,526	0,073	99,01	

Fuente: ecuación no.1, elaboración propia.

Tabla XLI. **Densidades por retrolavado de las resinas de intercambio iónico de la mejor opción en las variables de operación y la elaborada con residuo de las cajas de prueba de DQO (D1-D3)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Peso muestra húmeda (g)	Volumen de agua agregado (mL)	Volumen total (mL)	Densidad (g/mL)	Densidad promedio (g/mL)
2h/ 10%	10	4,99	5	10,2	0,961	0,963
	11	5,006	5	10,2	0,963	
	12	5,014	5	10,2	0,964	
2h/ 10%	D1	5,178	10	15,2	0,996	0,966
	D2	5,035	10	15,3	0,950	
	D3	5,054	10	15,3	0,954	

Fuente: ecuación no.2, elaboración propia.

Tabla XLII. **Capacidad de fraccionamiento de una sal neutra por gramo húmedo de la resina de intercambio iónico virgen con las variables optimas de operación y la elaborada con residuo de las cajas de prueba de DQO (D1-D3)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Peso de resina húmeda (g)	Gasto de valoración con NaOH (mL)	Normalidad de la solución de NaOH (mol eq/L)	Capacidad Salt-splitting resina húmeda (meq/g)	Capacidad Salt-splitting resina húmeda promedio (meq/g)
2h/ 10%	4	10,062	17,3	0,025	0,427	0,427
2h/ 10%	D1	10,07	9,8	0,025	0,242	0,227
	D2	10,015	8,25	0,025	0,204	
	D3	10,043	9,55	0,025	0,236	

Fuente: ecuación no.3, elaboración propia.

Tabla XLIII. **Capacidad de fraccionamiento de una sal neutra por gramo seco de la resina de intercambio iónico virgen con las variables optimas de operación y la elaborada con residuo de las cajas de prueba de DQO (D1-D3)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Porcentaje de agua retenida promedio (%)	Capacidad Salt-splitting resina seca (meq/g)
2h/ 10%	4	99,3071	61,5871
2h/ 10%	D1	98,9974	22,6729
	D2		
	D3		

Fuente: ecuación no.4, elaboración propia.

Tabla XLIV. **Capacidad de fraccionamiento de una sal neutra por mililitro de masa húmeda de la resina de intercambio iónico virgen con las variables optimas de operación y la elaborada con residuo de las cajas de prueba de DQO (D1-D3)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Densidad promedio (g/mL)	Capacidad Salt-splitting por mililitro de resina húmeda (meq/g)
2h/ 10%	4	0,9625	0,4107
2h/ 10%	D1	0,9664	0,2197
	D2		
	D3		

Fuente: ecuación no.5, elaboración propia.

Tabla XLV. **Capacidad total de intercambio iónico por gramo húmedo de la resina de intercambio iónico virgen con las variables optimas de operación y la elaborada con residuo de las cajas de prueba de DQO (D1-D3)**

Muestra No.	Peso de resina húmeda (g)	Normalidad de la solución de NaOH/NaCl (mol eq/L)	Volumen de valoración con solución de HCl (mL)	Normalidad de la solución de HCl (mol eq/L)	Capacidad total de intercambio por gramo húmedo (Cw) (meq/g)	Capacidad total de intercambio por gramo húmedo (Cw) promedio (meq/g)
4	4,034	0,0287	13,7	0,0090467	2,7489	2,7489
D1	3,108	0,0287	13,7	0,0090467	2,7122	2,7485
D2	5,16	0,0287	13,05	0,0090467	2,7802	
D3	4,103	0,0287	13,45	0,0090467	2,7531	

Fuente: ecuación no.6, elaboración propia.

Tabla XLVI. **Capacidad total de intercambio iónico por gramo seco de la resina de intercambio iónico virgen con las variables optimas de operación y la elaborada con residuo de las cajas de prueba de DQO (D1-D3)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Porcentaje de agua retenida promedio (%)	Capacidad total de intercambio por gramo seco (Cd) (meq/g)
2h/ 10%	4	99,30	396,76
2h/ 10%	D1	98,99	274,15
	D2		
	D3		

Fuente: ecuación no.7, elaboración propia.

Tabla XLVII. **Capacidad total de intercambio iónico por mililitro húmedo de la resina de intercambio iónico virgen con las variables optimas de operación y la elaborada con residuo de las cajas de prueba de DQO (D1-D3)**

Tiempo sulfonación/ Porcentaje de ácido	Muestra No.	Densidad promedio (g/mL)	Capacidad total de intercambio por mililitro de retrolavado (meq/g)
2h/ 10%	4	0,9625	2,6458
2h/ 10%	D1	0,9664	2,6563
	D2		
	D3		

Fuente: ecuación no.8, elaboración propia.

Tabla XLVIII. **Capacidad de fraccionamiento de una sal neutra por gramo seco en función de todos los tratamientos realizados**

Tiempo de reacción/Proporción de ácido sulfúrico fumante	Capacidad Salt-splitting resina seca (meq/g)	Capacidad Salt-splitting resina seca (meq/g)
	1 hora	2 horas
10%	23,71	61,59
20%	27,62	19,57
40%	59,34	42,11

Fuente: ecuación no.4, elaboración propia.

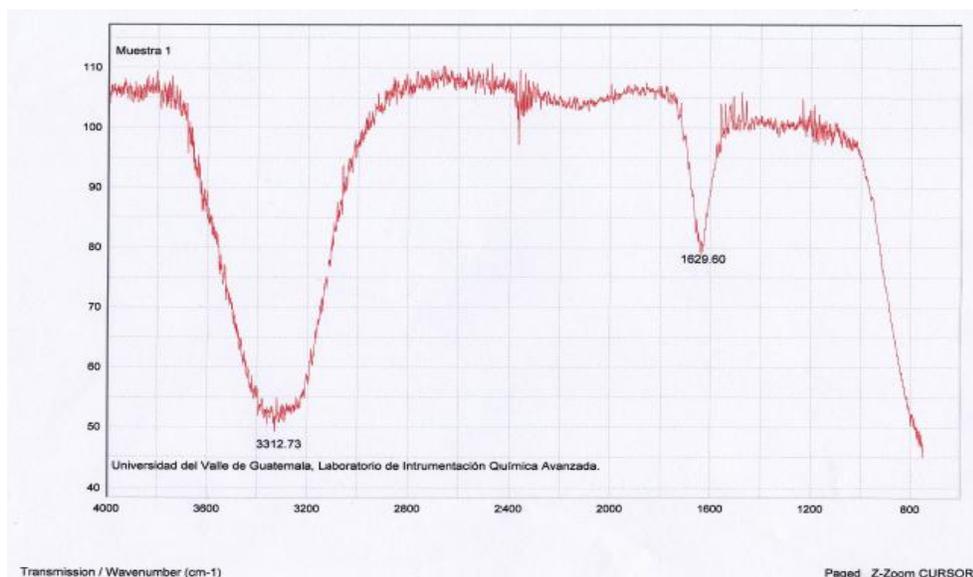
Tabla XLIX. **Capacidad total de intercambio por gramo seco en función de todos los tratamientos realizados**

Tiempo de reacción/Proporción de ácido sulfúrico fumante	Capacidad total de intercambio por gramo seco (meq/g)	Capacidad total de intercambio por gramo seco (meq/g)
	1 hora	2 horas
10%	329,79	396,76
20%	415,49	297,35
40%	343,07	303,66

Fuente: ecuación no.7, elaboración propia.

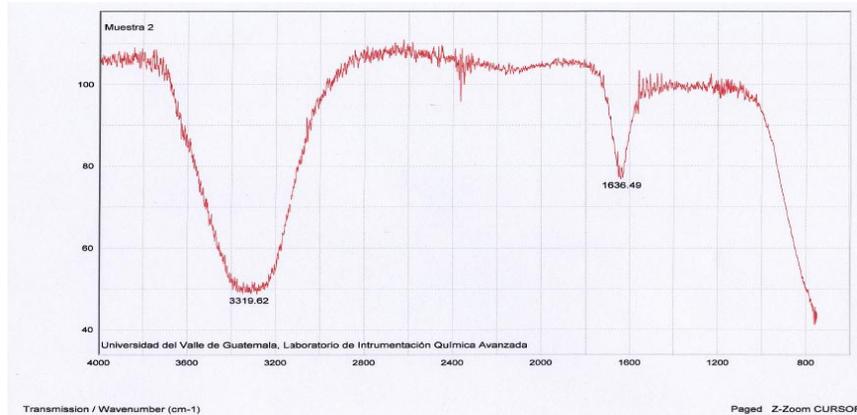
C. ESPECTROS INFRARROJOS DE LA ESTRUCTURA DEL POLIESTIRENO SULFONADO

Figura 39. Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 1 hora de reacción y 10% en proporción de ácido fumante



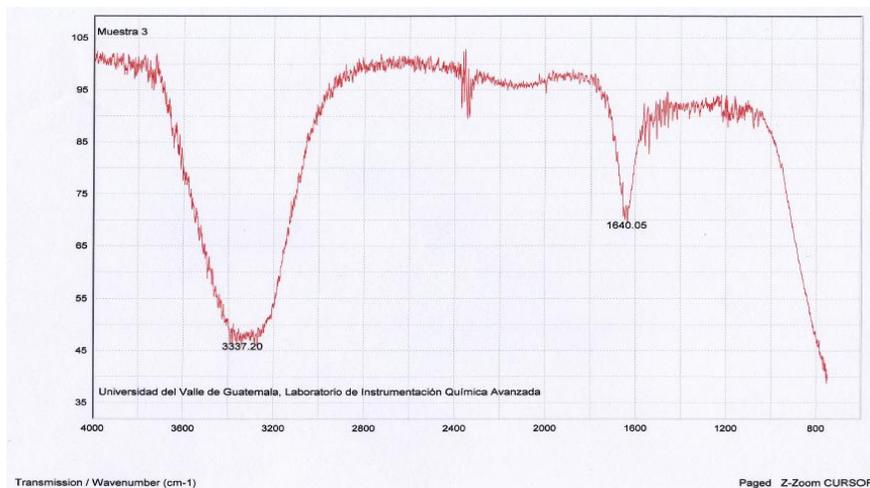
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 40. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 1 hora de reacción y 20% en proporción de ácido fumante**



Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 41. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 1 hora de reacción y 40% en proporción de ácido fumante**



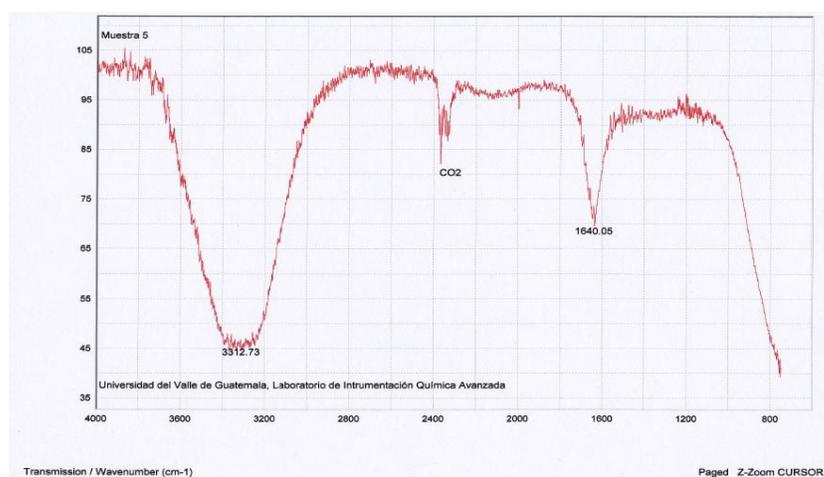
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 42. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 2 horas de reacción y 10% en proporción de ácido fumante**



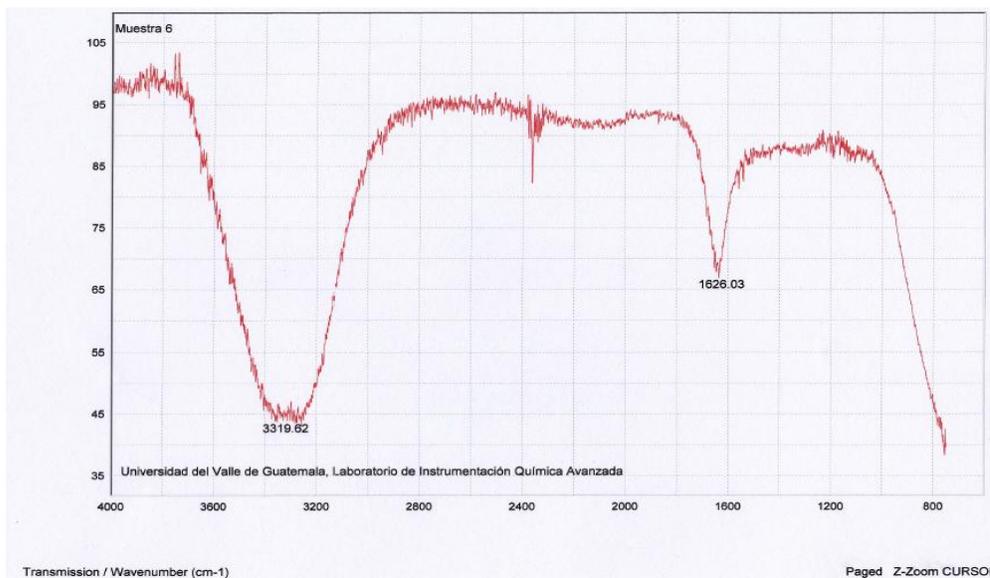
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 43. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 2 horas de reacción y 20% en proporción de ácido fumante**



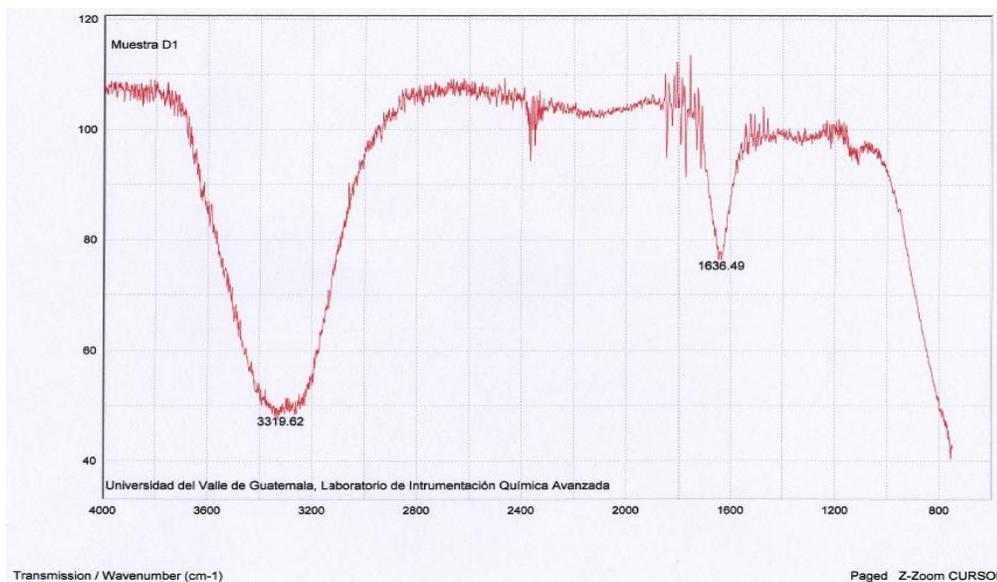
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 44. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 2 horas de reacción y 40% en proporción de ácido fumante**



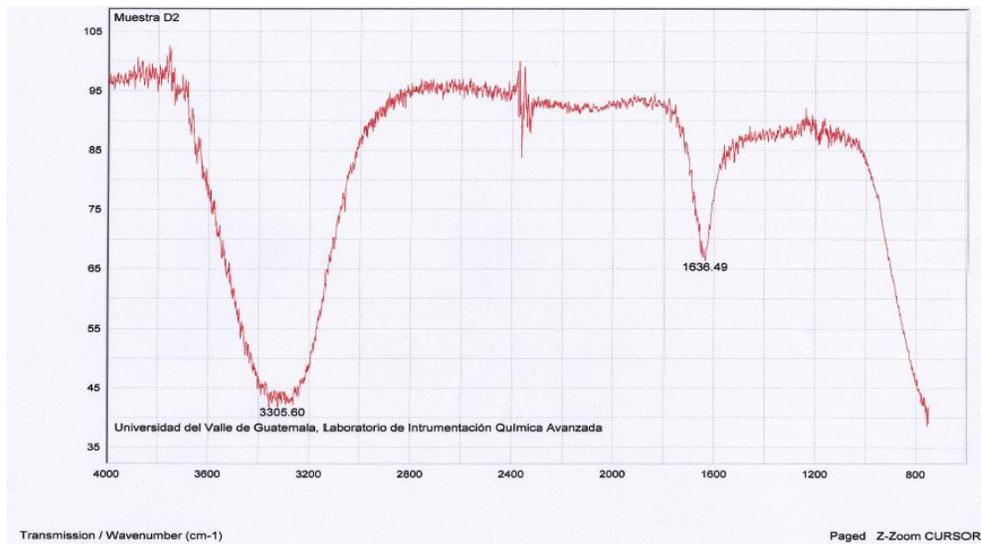
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 45. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 2 horas de reacción y 10% en proporción de ácido fumante de material de desecho (1/3)**



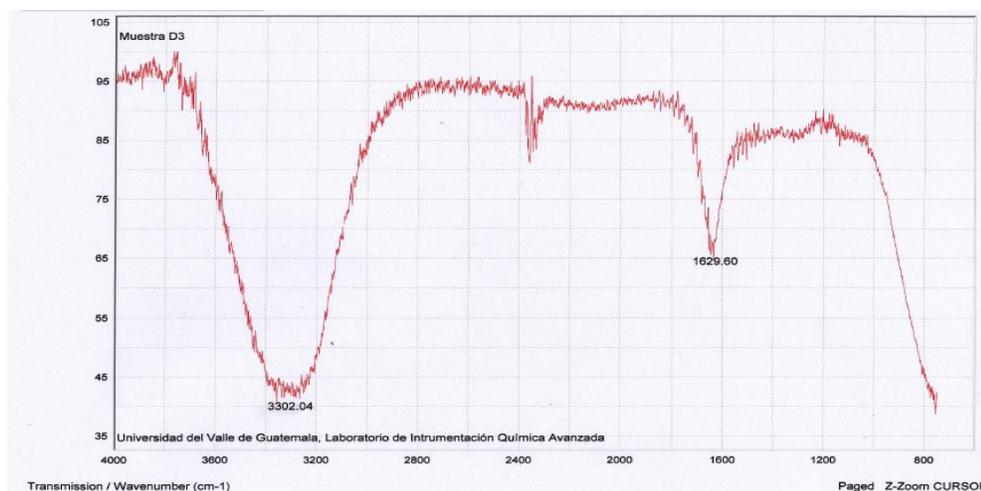
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 46. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 2 horas de reacción y 10% en proporción de ácido fumante de material de desecho (2/3)**



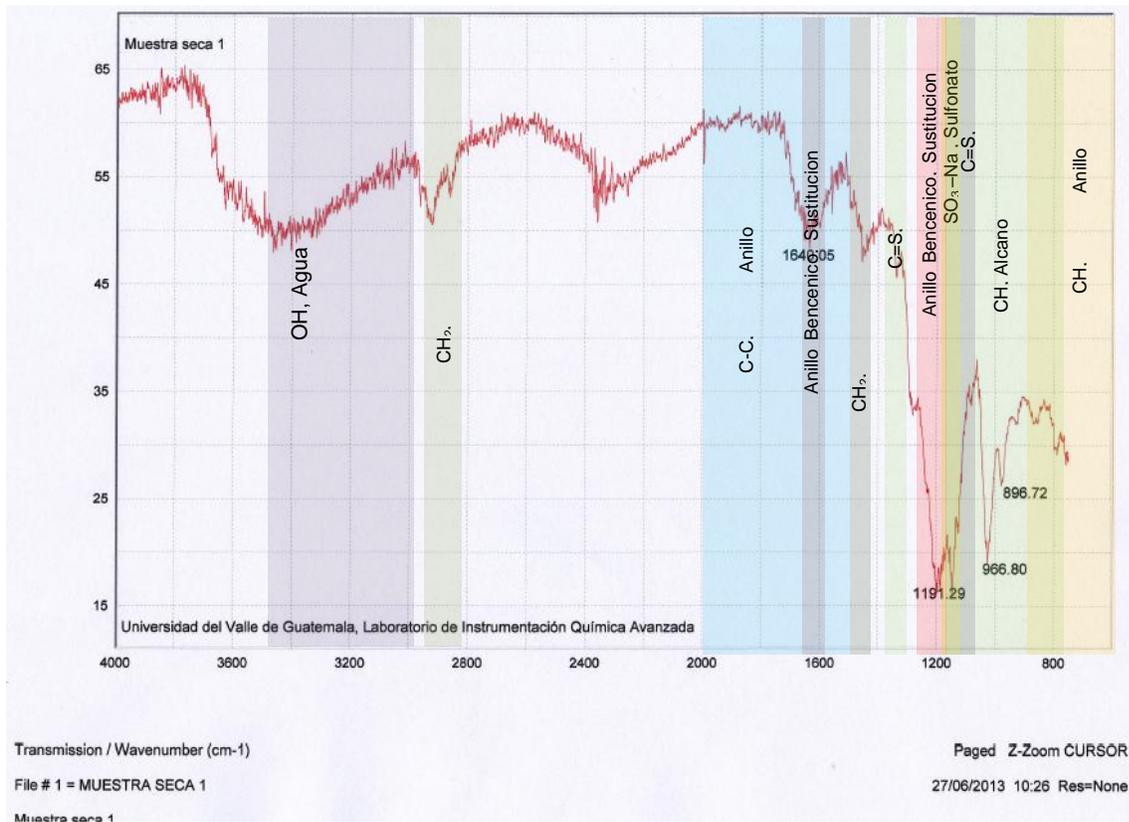
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 47. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina húmeda con 2 horas de reacción y 10% en proporción de ácido fumante de material de desecho (3/3)**



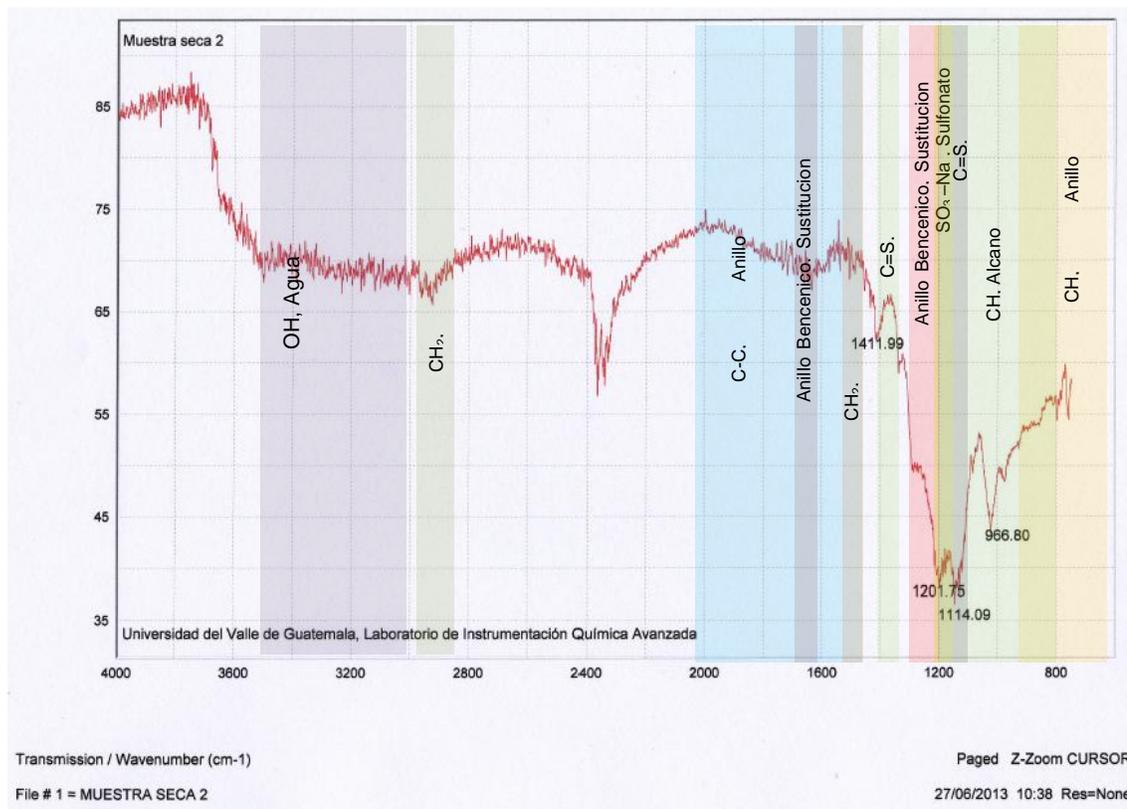
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada, Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 48. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 1 hora de reacción y 10% en proporción de ácido fumante**



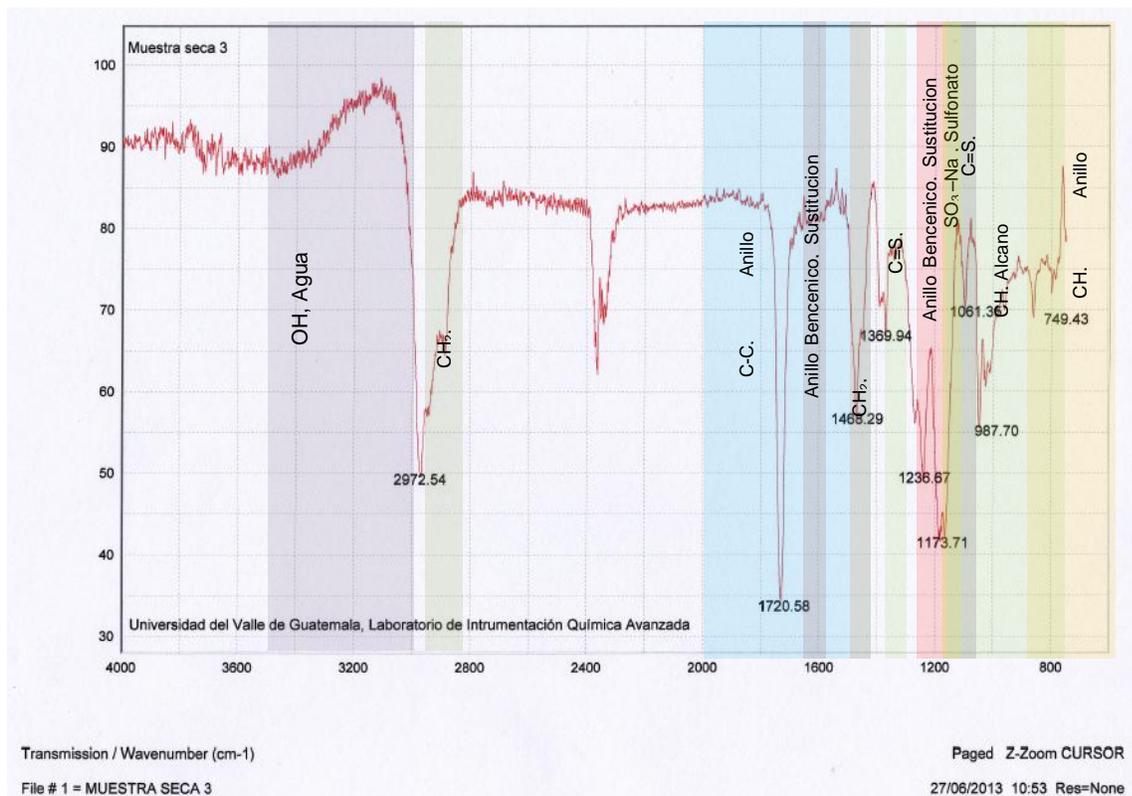
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 49. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 1 hora de reacción y 20% en proporción de ácido fumante**



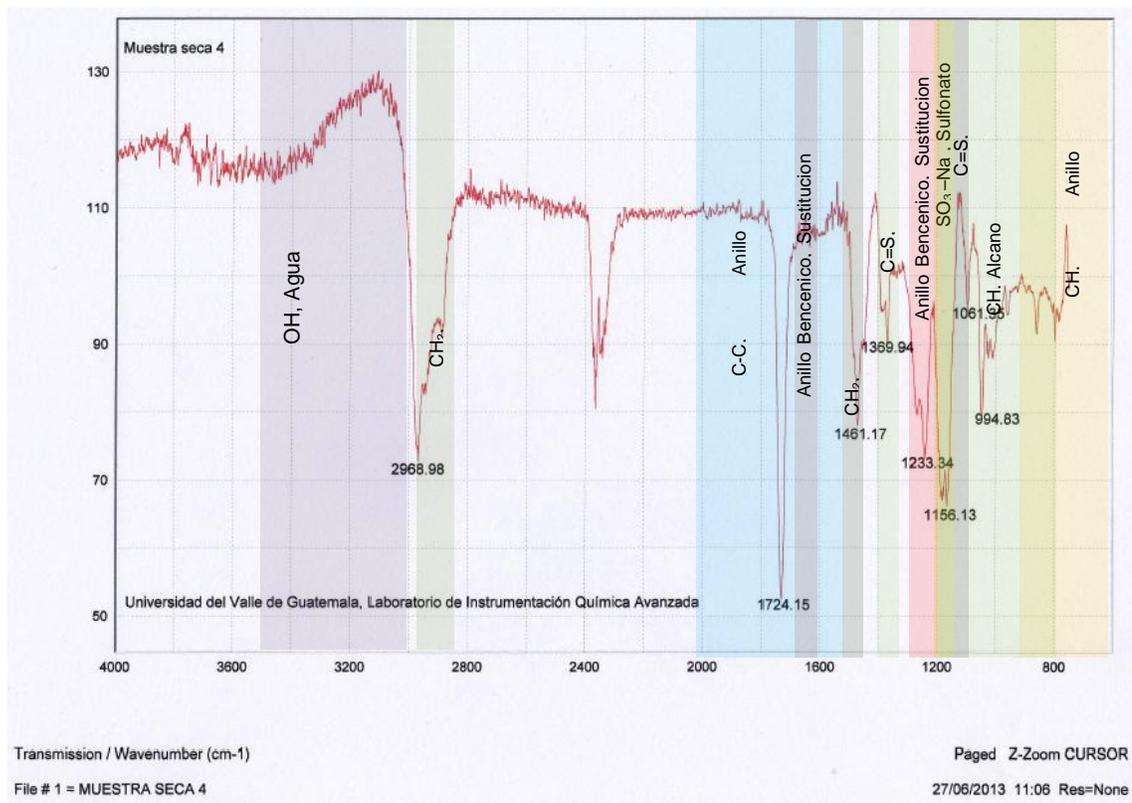
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 50. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 1 horas de reacción y 40% en proporción de ácido fumante**



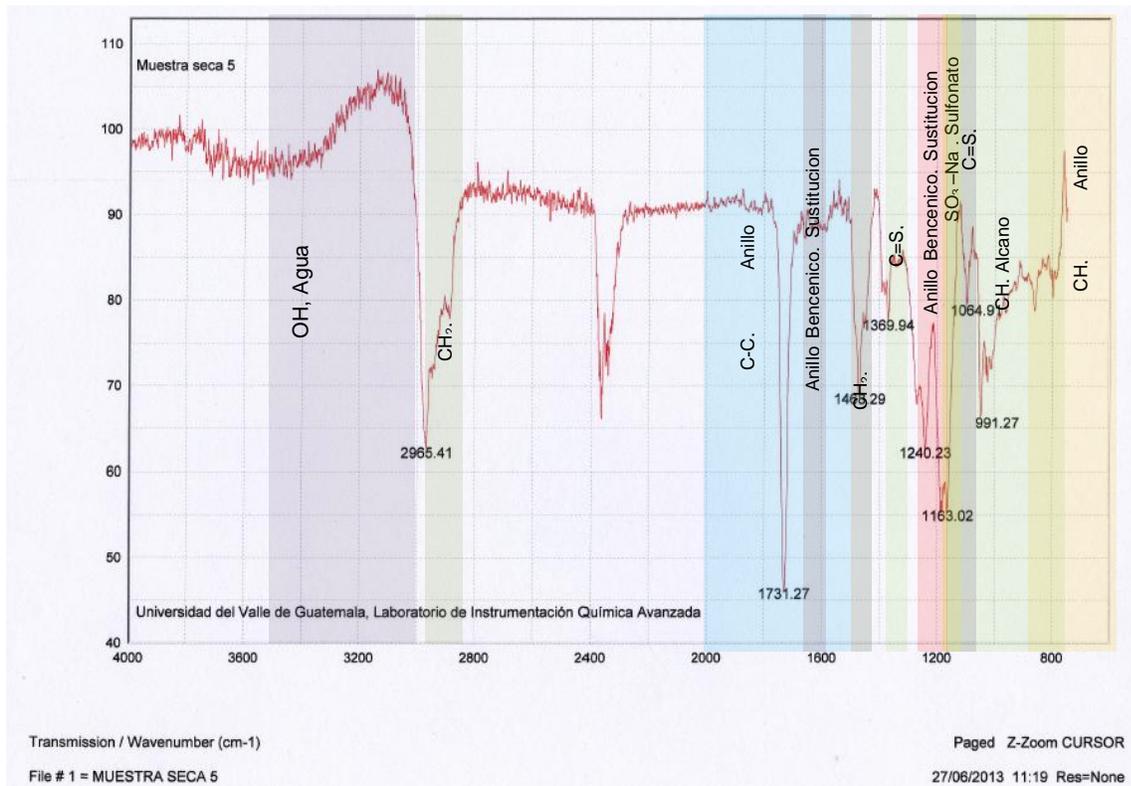
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 51. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 2 horas de reacción y 10% en proporción de ácido fumante**



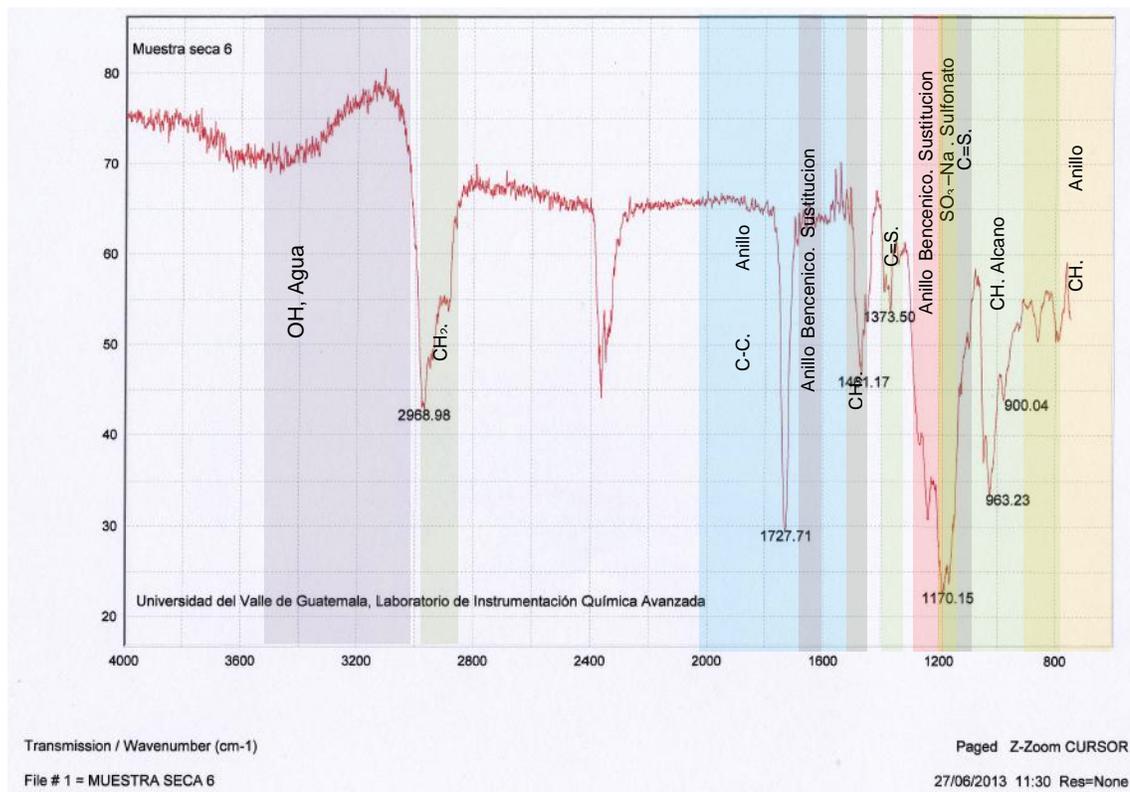
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 52. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 2 horas de reacción y 20% en proporción de ácido fumante**



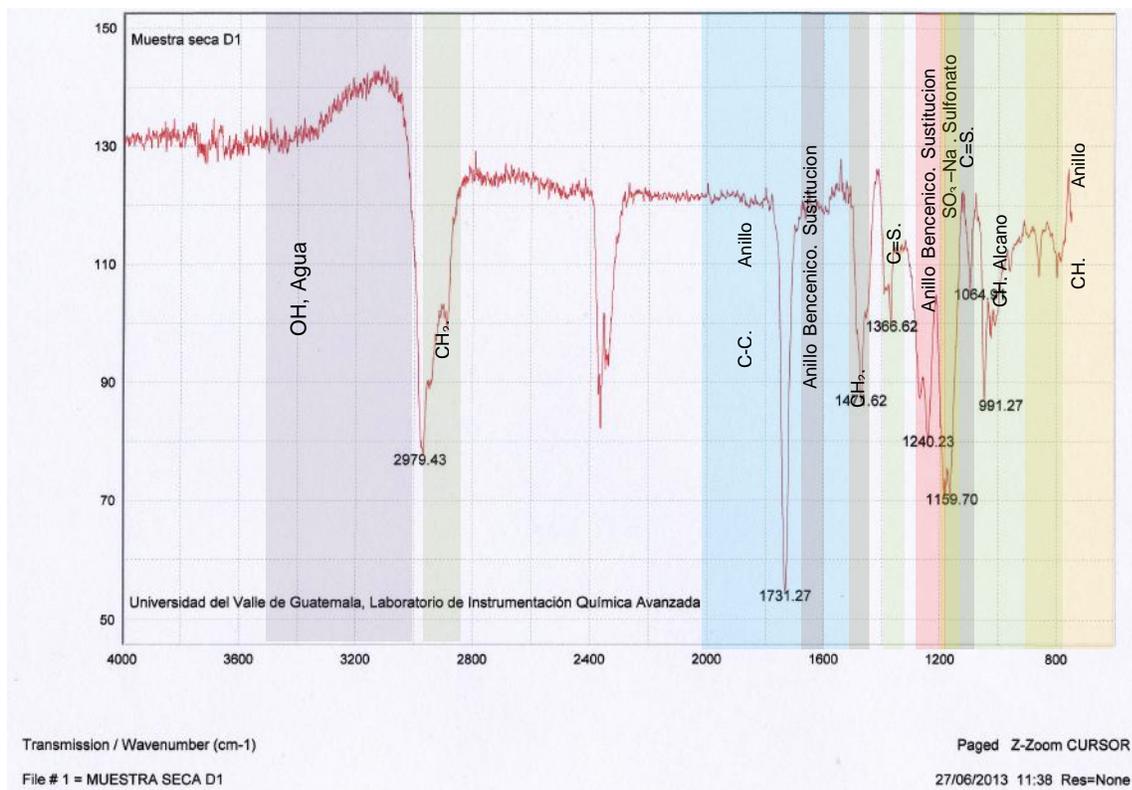
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 53. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 2 horas de reacción y 40% en proporción de ácido fumante**



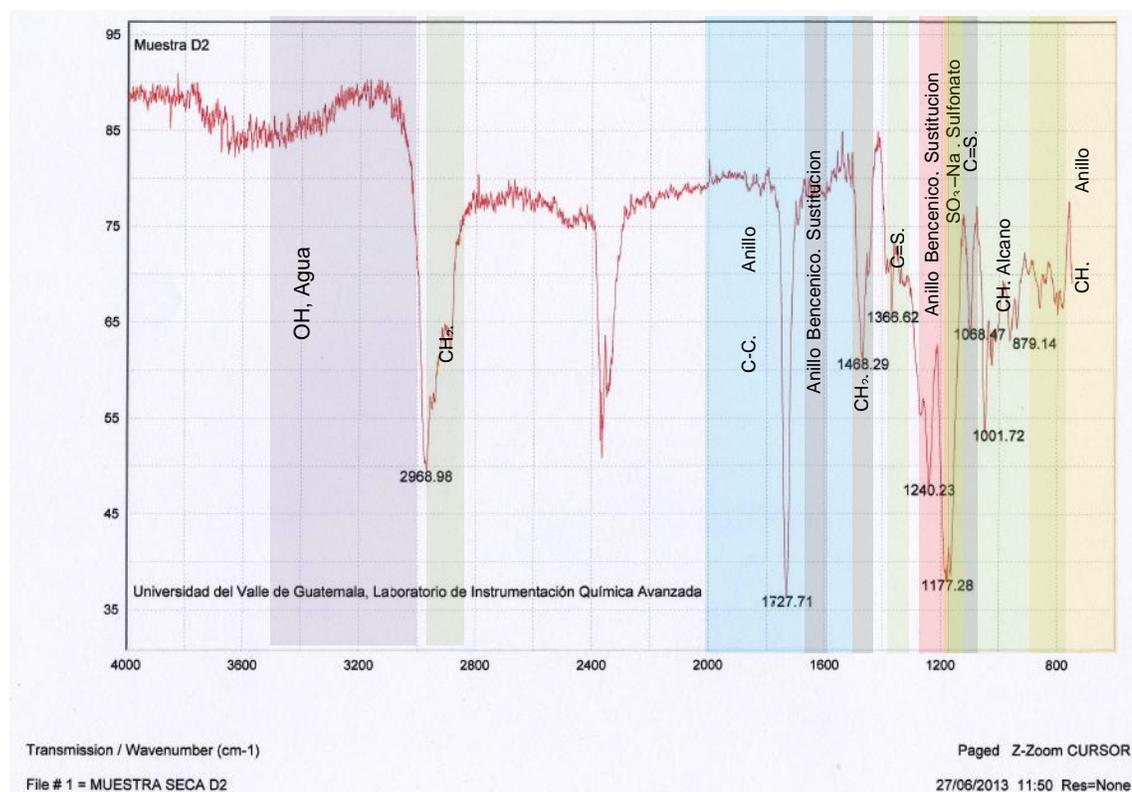
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 54. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 2 horas de reacción y 10% en proporción de ácido fumante de material de desecho (1/3)**



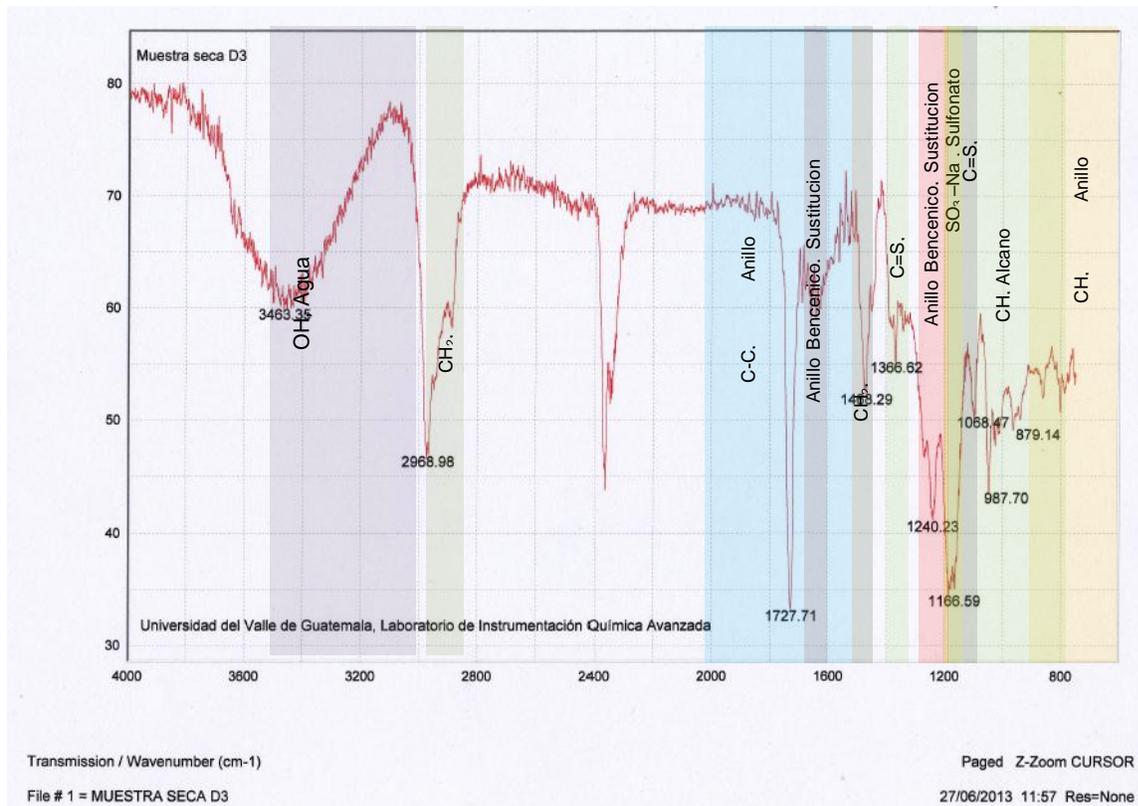
Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 55. Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 2 horas de reacción y 10% en proporción de ácido fumante de material de desecho (2/3)



Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

Figura 56. **Espectro infrarrojo de la muestra de resina seca con 2 horas de reacción y 10% en proporción de ácido fumante de material de desecho (3/3)**



Fuente: Laboratorio de Instrumentación Química Avanzada. Universidad de Valle de Guatemala.

D. IMÁGENES DEL PROCESO DE ELABORACIÓN DE LA RESINA DE INTERCAMBIO CATIÓNICO

Figura 57. Procedimiento de elaboración de la resina de intercambio catiónico a partir de poliestireno reciclado

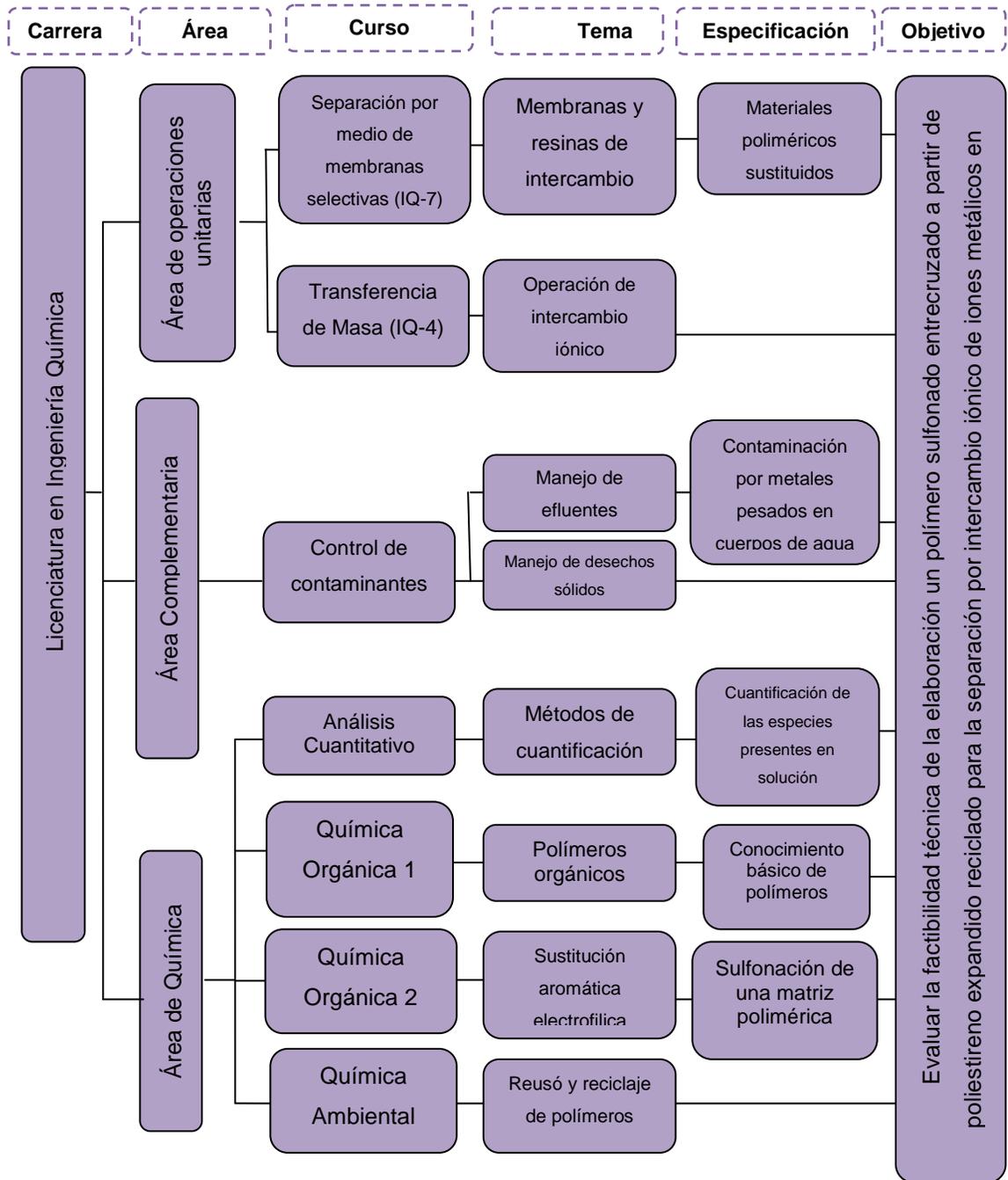


Continuación de la figura 57.



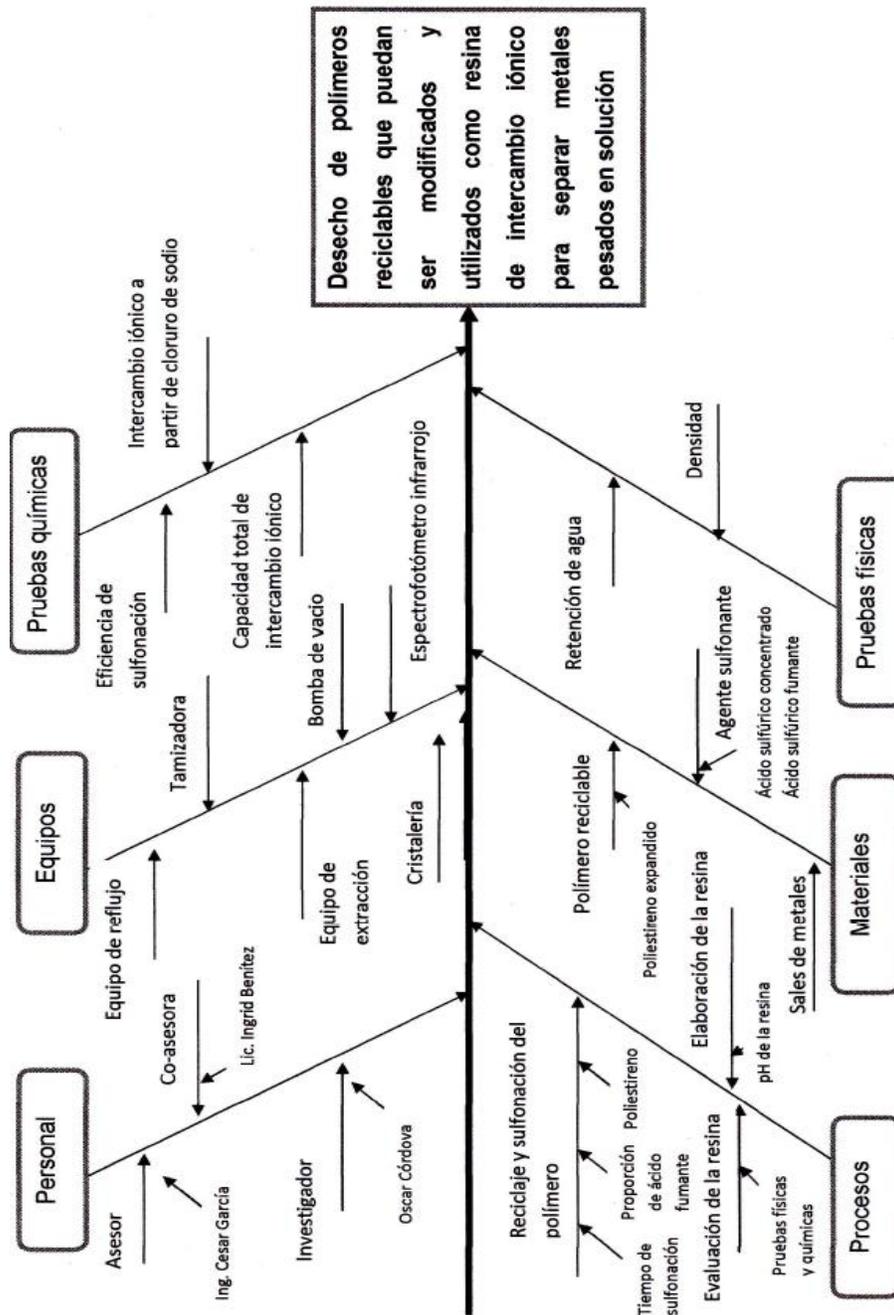
Fuente: Laboratorio de Fisicoquímica, Escuela de Ingeniería Química. USAC.

Figura 58. **Tabla de requisitos académicos**



Fuente: elaboración propia.

Figura 59. Diagrama de Ishikawa



Fuente: elaboración propia.

ANEXOS

Figura 60. Correlación gráfica de grupos funcionales orgánicos respecto a la longitud de onda infrarroja

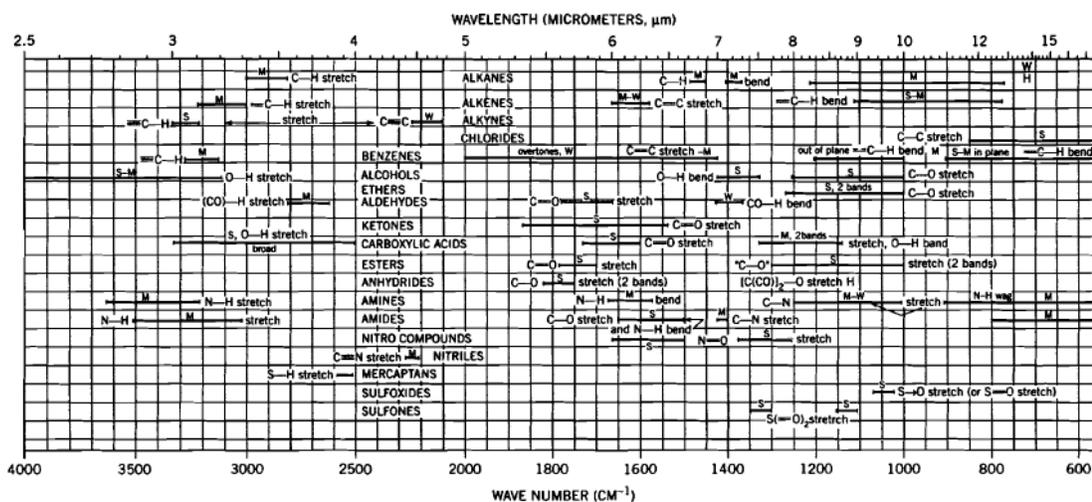


Figure 7.10 Correlation of infrared absorption with organic functional groups. Rows below the first row show only unique bands for the new functional group. For example, the alkene row shows only bands due to the double bond and does not show the C—H absorption bands for the saturated side chains.

Continuación de la figura 60.

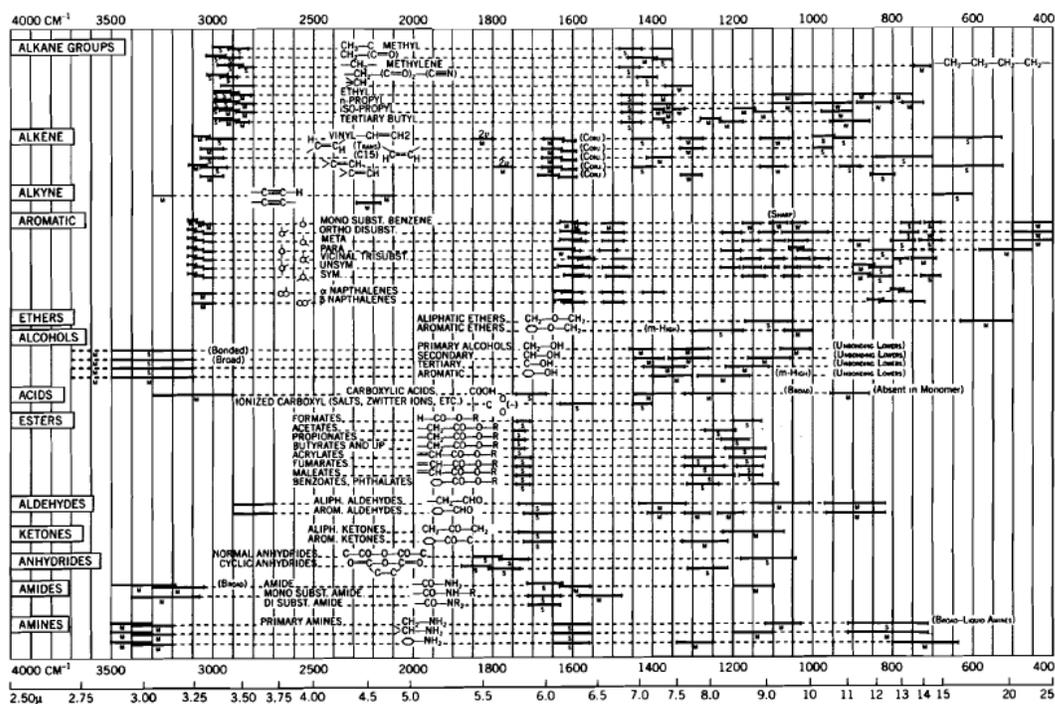


Figure 7.11 Colthup chart correlating infrared absorption with organic functional groups.

Continuación de la figura 60.

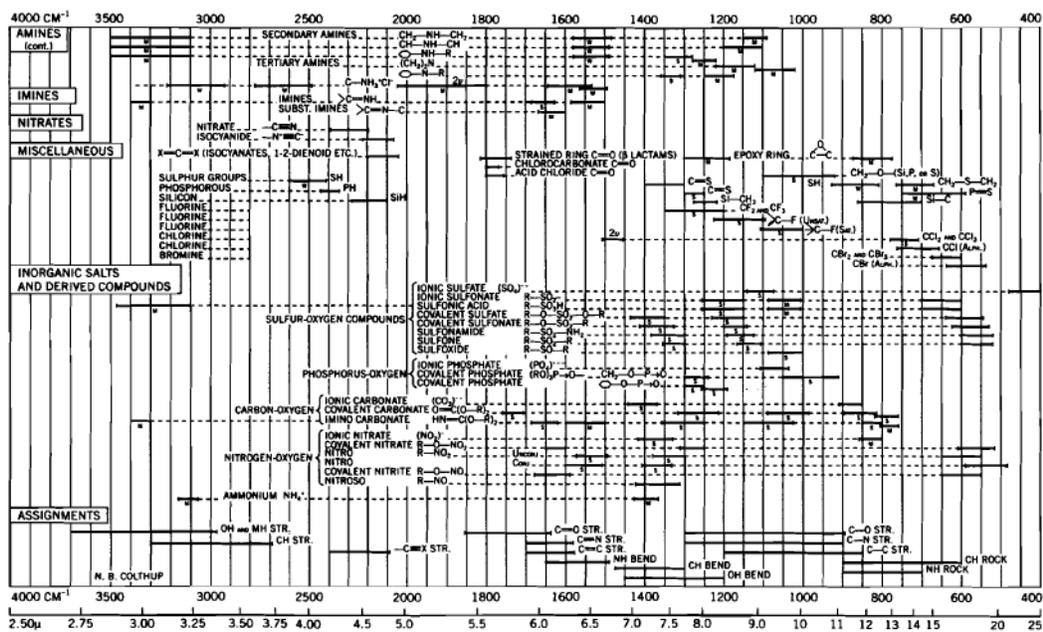


Figure 7.11 (Continued)

Fuente: SHRINER, Ralph L. The Systematic Identification of Organic Compounds. p.201-203.

Figura 61. Identificación de grupos funcionales orgánicos respecto a la longitud de onda infrarroja

TABLE 7.1 Characteristic Infrared Absorption Frequencies

Bond	Compound Type	Frequency Range, cm^{-1}
Hydrocarbons		
C—H stretching	Alkanes	2840–3000
	—CH ₃	2872 & 2962 (s)
	—CH ₂	2853 & 2926
	—CH (3°)	2890 (w)
	—CH ₂ & —CH (cyclic)	2990–3100
	Alkyl	2853–2962 (m–s)
	Alkenes	3010–3095 (m)
	Alkynes (RC≡CH)	3267–3333 (s)
Aromatic	3000–3100	
C—H bending	Alkanes	
	—CH ₃	1375 & 1450
	—CH ₂	1465 & 1150–1350
	—CH ₂ (straight chain ≥ 7 C)	720
	—CH(CH ₃) ₂	1365–1370, 1380–1385 (s, d), & 919–922 (w)
	—C(CH ₃) ₃	1370 (s), 1385–1395 (m), & 926–932 (w)
	cyclohexane	1452
	cyclopentane	1455
	cyclopropane	1442
	Alkenes	
	<i>cis</i> disubstituted, vinyl	1416
	Alkynes	
	(RC≡CH, HC≡CH)	610–700 (s, b) & 1220–1370 (w, b)
C—H out-of-plane bending	Alkenes	650–1000 (s)
	RCH=CH ₂	905–915 (s) & 985–995 (s)
	R ₂ C=CH ₂	885–895 (s)
	RCH=CHR (<i>cis</i>)	665–730 (s)
	RCH=CHR (<i>trans</i>)	960–980 (s)
	R ₂ C=CHR	790–840 (m)
	Allenes =CH ₂	850
	Aromatic	675–900 (s)
	monosubstituted	690–710 (s) & 730–770 (s)
	<i>o</i> -disubstituted	735–770 (s)
<i>m</i> -disubstituted	680–725 (s) & 750–810 (s)	
<i>p</i> -disubstituted	800–840 (s)	
C—H in-plane bending	Alkenes	
	=CH ₂	1416
Aromatic	1000–1300	
C=C stretching	Alkenes	1620–1680 (v)
	unconjugated	1640–1667 (m, w)
	RCH=CH ₂	1638–1648
	R ₂ C=CH ₂	1648–1658 (m)
	RCH=CHR (<i>cis</i>)	1626–1662 (v)
	RCH=CHR (<i>trans</i>)	1668–1678 (v)
R ₂ C=CHR	1665–1675 (m)	

(Continued)

Continuación de la figura 61.

TABLE 7.1 (Continued)

Bond	Compound Type	Frequency Range, cm^{-1}
N—O stretching	Nitrates	1255–1300 (s) & 1625–1660 (s)
	Nitrites	750–850 (s)
N=O stretching	Nitrates	833–870
	Nitrites	
	<i>cis</i> isomer	1610–1625 (s)
	<i>trans</i> isomer	1650–1680 (s)
	Nitroso compounds	
N—O bending	monomeric, tertiary	
	aliphatic	1539–1585
	aromatic	1485–1511
C—N stretching	Nitrates	690–763
	Nitroaromatics	870
Organic halogen compounds		
C—X stretching	Chlorides	
	aliphatic	550–850 (s)
	aryl	1089–1096 (s)
	Bromides	515–690 (s)
	Iodides	500–600 (s)
	Fluorides	730–1400 (s)
	monofluoroalkanes	1000–1100 (s)
	—CF ₂ —, —CF ₃	1120–1350 (s)
	aryl	1100–1250 (s)
Organic sulfur compounds		
S—H stretching	Aliphatic mercaptans,	
	thiophenols	2550–2600 (w)
	Thioketos	2415 (b)
C—S stretching	Sulfides	600–700 (w)
S—S stretching	Disulfides	400–500 (w)
C=S stretching	Thiocarbonyls	1020–1250
	Thiobenzophenones	1207–1224
Compounds containing sulfur–oxygen bonds		
S=O stretching	Organic sulfoxides	1030–1070 (s)
	Sulfones	1120–1160 (s) & 1300–1350 (s)
	Sulfonyl chlorides	1177–1204 (s) & 1380–1410 (s)
	Sulfonamides	1155–1170 (s) & 1335–1370 (s)
	Covalent sulfonates	1168–1195 (s) & 1335–1372 (d, s)
	Organic sulfates	1185–1200 (s) & 1380–1415 (s)
	Sulfonic acids	1150–1165 (s) & 1342–1350 (s)
	Sulfonate salts	1055 (s) & 1175 (s)
N—H stretching	Sulfonamides	
	1°	3247–3300 (s) & 3330–3390 (s)
	2°	3265 (s)

Fuente: SHRINER, Ralph L. The Systematic Identification of Organic Compounds. p.210.

