



**EFICIENCIA DE REMOCIÓN DE DIÉSEL EN LA APLICACIÓN DE
NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE TITANIO EN UN SUELO AFECTADO POR
UN DERRAMEN SIMULADO**

**CAMILO ANDRÉS NUÑEZ RINCÓN
CAMILO ANDRÉS GONZÁLEZ RUEDA**

**Universidad Pontificia Bolivariana
Escuela de Ingeniería
Facultad de Ingeniería Ambiental
Bucaramanga, Colombia**

2019

**EFICIENCIA DE REMOCIÓN DE DIÉSEL EN LA APLICACIÓN DE
NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE TITANIO EN UN SUELO AFECTADO POR
UN DERRAMEN SIMULADO**

Camilo Andrés Núñez Rincón

Camilo Andrés González Rueda

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:

INGENIERIO AMBIENTAL

Director del Proyecto

Ph.D. Sandra Natalia Correa Torres

Universidad Pontificia Bolivariana

Escuela de Ingeniería

Facultad de Ingeniería Ambiental

Bucaramanga, Colombia

2019

NOTA DE ACEPTACIÓN

Presidente del jurado

Jurado

Jurado

Bucaramanga, mayo del 2019

AGRADECIMIENTOS

En el desarrollo de este proyecto agradezco a Dios por permitirme sacar las ganas de salir adelante por las diferentes situaciones difíciles que se presentaron y por guiarme por un buen camino, igualmente a mis padres Jorge Núñez y Clara Rincón por darme siempre el apoyo incondicional y la ayuda en los momentos donde más lo necesitaba.

A mi directora Sandra Natalia Correa quien con sus conocimientos y colaboración fue parte importante para terminar este proyecto, a la Universidad Pontificia Bolivariana por todas sus enseñanzas desde la parte ética y conocimiento para convertirse en un buen profesional.

A mi compañero Camilo Andrés González Rueda por brindar una ayuda desde la parte práctica y compañerismo durante el primer semestre de la carrera.

A Samuel Monclou, Angie Saavedra que tomaron su tiempo para brindar sus conocimientos y así obtener mejoras en diferentes puntos de este proyecto y a Naidu Villamizar por permitir que durante los diferentes trabajos realizados en el laborarotario no fueran tan desgastador.

Camilo Andrés Núñez Rincón

AGRADECIMIENTOS

Agradezco principalmente a Dios, porque sin él nada hubiese sido posible, por darme la sabiduría y las capacidades necesarias para poder desarrollar el proyecto, por ayudarme a superar los obstáculos presentados y por brindarme la fuerza para nunca desistir.

Un enorme y muy especial agradecimiento a mi madre Libian Adriana Rueda Lozada por ser una mujer luchadora, por ser mi apoyo incondicional a lo largo de mi carrera universitaria y por ser la precursora de este logro tan importante en nuestras vidas.

Agradezco profundamente a la UPB y a la facultad de ingeniería ambiental porque en ella recibí una excelente formación profesional en el área medio ambiental y sanitaria. A mi directora Sandra Natalia Correa por ser una excelente docente, la cual implantó en mis los conocimientos teóricos y prácticos para poder desarrollar el proyecto. Además, agradezco por su tiempo, paciencia y por su apoyo incondicional para lograr lo propuesto dentro de la ejecución del proyecto.

A mis docentes calificadoras, Angélica Muskus y Claudia Quintero por impartir sus enseñanzas, sugerencias y consejos para poder realizar el proyecto de la mejor forma posible.

A mi compañero Camilo Andrés Núñez Rincón por ser un apoyo y complemento fundamental en el transcurso del proyecto y a lo largo de la carrera universitaria.

A Samuel Monclou, Angie Saavedra y Naydu Villamizar por compartir muy amablemente sus experiencias, sus conocimientos y por apoyarnos en etapas claves del proyecto.

Camilo Andrés González Rueda

CONTENIDO

LISTA DE ABREVIACIONES	8
LISTA DE FIGURAS.....	9
LISTA DE TABLAS	11
LISTA DE ANEXO	12
INTRODUCCIÓN	15
1. OBJETIVOS	16
1.1 OBJETIVO GENERAL	16
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
2. MARCO TEÓRICO	17
2.1 SUELO.....	17
2.1.1 <i>Propiedades físicas del suelo</i>	17
2.1.2 <i>Propiedades químicas del suelo</i>	20
2.2 FLUSHING	22
2.3 HIDROCARBUROS TOTALES DE PETRÓLEO (TPH).....	25
2.4 ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.....	26
2.5 NANOTECNOLOGÍA.....	27
2.5.1 <i>Nanotecnología para la remoción de hidrocarburos al suelo</i>	29
2.6 NANOPARTICULAS (NPs)	31
2.7 APLICACIÓN DE NANOPARTICULAS DE ÓXIDO DE TITANIO (NPSTiO ₂).....	33
2.8 SÍNTESIS BIOLÓGICA DE NPSTiO ₂	35
2.9 LIMONARIA (CYMBOPOGON CITRATUS)	36
2.10 ÁCIDO OLEICO PARA FUNCIONALIZACIÓN DE NPSTiO ₂	37
2.11 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM)	38
3. METODOLOGIA	40
3.1 FASE 1: ANÁLISIS DE LAS CARACTERÍSTICAS FISICOQUÍMICAS DE NPSTiO ₂	43
3.1.1 <i>Síntesis por química de verde mediante extracto de limonaria para la obtención de NPSTiO₂</i> 43	
3.1.2 <i>Funcionalización de NPSTiO₂</i>	44
3.1.3 <i>Caracterización elemental y distribución de tamaño de las nanopartículas en el microscopio electrónico de barrido</i>	45

3.2 FASE 2: COMPARACIÓN DE PROPIEDADES FISCOQUÍMICAS DEL SUELO	46
3.2.1 <i>Muestreo de suelo en la finca Bella-Bella ubicada en Lebrija, Santander</i>	46
3.2.2 <i>Determinación de parámetros fisicoquímicos del suelo: pH, conductividad eléctrica, textura y capacidad de campo.....</i>	47
3.3. FASE 3: DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE EFICIENCIA DE REMOCIÓN DEL DIÉSEL	52
3.3.1 <i>Simulación del derrame de diésel en el suelo a escala de laboratorio</i>	52
3.3.2 <i>Aplicación de NPSTiO₂ en diferentes concentraciones (PPM).....</i>	53
3.3.3 <i>Realización de la técnica flushing a diferentes presiones</i>	55
3.3.4 <i>Evaluación por la técnica de grasas y aceites para preseleccionar las muestras con mayor porcentaje de eficiencia.....</i>	57
3.3.5 <i>Determinación de hidrocarburos totales de petróleo (TPH) con las muestras preseleccionadas en grasas y aceites.....</i>	59
3.3.6 <i>Determinación del porcentaje de titanio retenido en el suelo finalizado el flushing.</i>	61
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	63
4.1 CARACTERIZACIÓN ELEMENTAL Y DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO SEM	63
4.2. PARÁMETROS FÍSICO-QUÍMICOS DEL SUELO.....	66
4.2.1 <i>Determinación de textura con el método de Bouyoucos.</i>	66
4.2.2 <i>Capacidad de campo.....</i>	68
4.2.3 <i>Potencial Hidrométrico – pH.....</i>	69
4.2.4 <i>Conductividad eléctrica</i>	72
4.3 PRUEBAS DE LABORATORIO PARA DETERMINAR LA EFICIENCIA DE REMOCIÓN DE DIÉSEL EN LA APLICACIÓN DE NPSTiO₂	75
4.3.1 <i>Grasas y aceites.....</i>	75
4.3.2 <i>Hidrocarburos totales de petróleo – TPH</i>	77
4.3.3 <i>Absorción atómica.....</i>	78
5. CONCLUSIONES	79
6. RECOMENDACIONES	80
7. BIBLIOGRAFÍA	81
8. ANEXOS.....	84

Lista de abreviaciones

ABREVIACIÓN	TÉRMINO
NPs	Nanoparticulas
NpsTiO ₂	Nanoparticulas oxido de titanio
mL	Mililitro
g	Gramo
TiO ₂	Oxido de titanio
Rpm	Revoluciones por minuto
Psi	Libra de fuerza por pulgada cuadrada
L	Litro
TPH	Hidrocarburos totales de petróleo
SEM	Microscopio electrónico de barrido
Nm	Nanómetros
EAA	Espectroscopia de absorción atómica
PPM	Partes por millón
PPB	Partes por billón
Hp	Horse power

Fuente: Autores

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Porcentaje de la composición del suelo.....	18
Figura 2. Triangulo para determinación de textura.....	19
Figura 3. Proceso flushing.....	22
Figura 4. Espectrofotómetro de absorción atómica.....	27
Figura 5. Gama de dimensiones.....	28
Figura 6. Países con mayor desarrollo nanotecnológico en el mundo.....	29
Figura 7. Síntesis de NPs.....	35
Figura 8. Planta limonaria.....	36
Figura 9. Estructura ácido oleico.....	37
Figura 10. Actuación de los tensoactivos en presencia de Np en medio apolar. ..	38
Figura 11. Microscopio electrónico de barrido.....	39
Figura 12. Síntesis NPsTiO ₂	44
Figura 13. Funcionalización NPsTiO ₂	45
Figura 14. Montaje de las NPsTiO ₂ al SEM.....	46
Figura 15. Ubicación geográfica de la finca Bella-Bella de la zona de muestreo. .	47
Figura 16. Determinación conductividad eléctrica.....	48
Figura 17. Proceso de textura.....	49
Figura 18. Capacidad de campo.....	51
Figura 19. Simulación del derrame con diésel al suelo.....	53
Figura 20. Aplicación de NPsTiO ₂ al suelo.....	54
Figura 22. Flushing.....	57
Figura 23. Prueba de grasas y aceites.....	59
Figura 24. Muestras para prueba TPH.....	60
Figura 25. Micrografía de NPsTiO ₂	64
Figura 26. Composición de las NPsTiO ₂	65
Figura 29. Resultados de pH del suelo inicial, suelo con diésel, con lavado alto y bajo.....	70
Figura 30. Resultados conductividad eléctrica del suelo inicial, suelo con diésel, con lavado alto y bajo.....	73

Figura 31. Resultados remoción de grasa a presión baja75
Figura 32. Resultados remoción de grasa a presión alta.76

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición del suelo.....	17
Tabla 2. Valores normales de capacidad de campo.....	20
Tabla 3. Interpretación para los rangos de pH.....	21
Tabla 4. Interpretación de los valores de conductividad eléctrica para suelo.....	22
Tabla 5. Generalidades de la técnica Flushing.....	24
Tabla 6. Tipos de nanopartículas para la remoción de hidrocarburos en el suelo.....	30
Tabla 7. Aplicación de diferentes tipos de Nps.....	32
Tabla 8. Campos y aplicaciones de NPSTiO ₂	34
Tabla 9. Fases para el desarrollo del proyecto.....	42
Tabla 10. Caracterización fisicoquímica del suelo.....	51
Tabla 11. Parámetros de concentración de NPSTiO ₂ y presiones de lavado.....	54
Tabla 12. Pruebas realizadas al suelo.....	62
Tabla 13. Registro de pesos para cálculos de capacidad de campo.....	68
Tabla 14. Resultados de TPH.....	77
Tabla 15. Resultados absorción atómica.....	78

LISTA DE ANEXO

Anexo 1. Valores normales de capacidad de campo.....	84
Anexo 2. Resultados pH suelo inicial.....	84
Anexo 3. Resultados pH suelo con diésel.....	85
Anexo 4. Resultados pH posterior a lavados.....	85
Anexo 5. Resultados conductividad del suelo inicial.....	86
Anexo 6. Resultados conductividad del suelo con diésel.....	86
Anexo 7. Resultados conductividad del suelo posterior a lavados	87
Anexo 8. Distribución de colores	87
Anexo 9. Resultados de grasas y aceites a presión baja	87
Anexo 10. Resultados de grasas y aceites a presión alta	88
Anexo 11. Resultados de absorción atómica UIS.....	89
Anexo 12. Resultados TPH.....	90

RESUMEN GENERAL DE TRABAJO DE GRADO

TITULO: EFICIENCIA DE REMOCIÓN DE DIÉSEL EN LA APLICACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE TITANIO EN UN SUELO AFECTADO POR UN DERRAMEN SIMULADO

AUTOR(ES): Camilo Andrés Núñez Rincón
Camilo Andrés González Rueda

PROGRAMA: Facultad de Ingeniería Ambiental

DIRECTOR(A): Sandra Natalia Correa Torres

RESUMEN

En el desarrollo de este proyecto de grado se empleó la técnica de flushing (lavado), la cual funciona inyectando agua a presión a un suelo muestreado en una finca ubicada en Lebrija, Santander y posteriormente contaminado con diésel. El objetivo de este estudio fue determinar la eficiencia de las nanopartículas de óxido de titanio para remover diésel en un suelo afectado por un derrame simulado. Se realizaron tres fases a lo largo del proyecto para la obtención de resultados. La primera fase consistió en el análisis de las características fisicoquímicas de las NPsTiO₂. En la segunda fase del proyecto se compararon las propiedades fisicoquímicas del suelo antes de la simulación del derrame, después de la simulación y después de terminar los lavados. La tercera y última fase del proyecto determinó el porcentaje de eficiencia de remoción de diésel, para lo cual se contaminaron las diferentes zonas del suelo, se agregaron las NPsTiO₂ funcionalizadas previamente y a diferentes concentraciones (100,300ppm y 500ppm), se realizaron los lavados a presiones diferentes (30 y 45psi) y se realizó la prueba de TPH para obtener los resultados de remoción de diésel, los cuales alcanzaron un porcentaje de del 22.40% con una concentración de NPsTiO₂ de 500ppm y una presión de lavado de 45psi. Finalmente, se realizó la prueba de absorción atómica para calcular la remoción de NPsTiO₂ acumulada en el suelo al finalizar los lavados. Los resultados de esta prueba alcanzaron un valor de 7,36%.

PALABRAS CLAVE:

Síntesis, nanoparticulas, oxido, titanio, suelo, diesel, lavado.

V° B° DIRECTOR DE TRABAJO DE GRADO

GENERAL SUMMARY OF WORK OF GRADE

TITLE: EFFICIENCY OF DIESEL REMOVAL IN THE APPLICATION OF TITANIUM OXIDE NANOPARTICLES IN A SOIL AFFECTED BY A SIMULATED SPILL

AUTHOR(S): Camilo Andrés Núñez Rincón
Camilo Andrés González Rueda

FACULTY: Facultad de Ingeniería Ambiental

DIRECTOR: Sandra Natalia Correa Torres

ABSTRACT

In the development of this degree project the technique of flushing (washing) was used, which works in this case by injecting water under pressure to a soil sampled farm located in Lebrija, Santander and subsequently contaminated with diesel. The objective of this study was to determine the efficiency of titanium oxide nanoparticles to remove diesel in a soil affected by a simulated spill. Three phases were carried out throughout the project to obtain results. The first phase consisted in the analysis of the physicochemical characteristics of the NPsTiO₂. In the second phase of the project, the physicochemical properties of the soil were compared before the simulation of the spill, after the simulation and after the washings were finished. The third and final phase of the project determined the efficiency percentage of diesel removal, for which the different zones of the soil were contaminated, previously functionalized NPsTiO₂ were added at different concentrations (100, 300ppm and 500ppm), the washes were carried out different pressures (30 and 45psi) and the TPH test was performed to obtain the results of diesel removal, which reached a percentage of 22.40% with a NPsTiO₂ concentration of 500ppm and a wash pressure of 45psi. Finally, the atomic absorption test was performed to calculate the recovery of accumulated NPsTiO₂ in the soil at the end of the washings. The results of this test reached a value of 7,36%.

KEYWORDS:

Synthesis, nanoparticles, rust, titanium, soil, diesel, flushing.

V° B° DIRECTOR OF GRADUATE WORK

INTRODUCCIÓN

La contaminación del suelo ha aumentado de manera significativa en los últimos años a causa de los hidrocarburos, debido a que este compuesto es fundamental para la generación de combustibles como el diésel, el cual ha tomado mayor importancia por ser un agregado muy utilizado en los motores, además, mejora las cualidades y prestaciones de estos para el funcionamiento de camiones, buses, maquinarias industriales, entre otros ^[11].

La nanotecnología ha venido presentando avances positivos para el desarrollo de técnicas en la industria de hidrocarburos, especialmente en la extracción de estos. Según estudios realizados se han encontrado que las nanopartículas de óxidos presentan una mayor eficiencia para la oxidación de las moléculas presentes en el hidrocarburo, permitiendo una separación adecuada de este compuesto al suelo ^[10].

Para el desarrollo de este proyecto se implementó NPsTiO_2 las cuales se sintetizaron biológicamente y se funcionalizó con ácido oleico, favoreciendo al medio ambiente ya que el uso de reactivos requerido es limitado y por ende no se produjeron residuos químicos en gran cantidad ^[18].

La finalidad de este proyecto es el cálculo de la eficiencia en las NPsTiO_2 para la separación del Diésel en el suelo mediante la técnica de flushing y así ampliar la investigación de NPs aplicadas en otros estudios. Asimismo, el beneficio es para todos los seres vivos y el medio ambiente, ya que, al lograr una eficiencia aceptable para la utilización de las NPs mediante esta técnica, se podrían emplear en todos los casos de contaminación que se presenten, actuando de manera rápida y eficaz.

1. OBJETIVOS

1.1 Objetivo General

- Evaluar la eficiencia de remoción del diésel al aplicar nanopartículas de óxido de titanio utilizadas en un suelo afectado por un derrame simulado.

1.2 Objetivos Específicos

- Analizar las características fisicoquímicas de las nanopartículas de óxido de titanio para aplicarlas como surfactante en un suelo contaminado por Diésel.
- Comparar los parámetros fisicoquímicos del suelo al realizar un derrame simulado con diésel.
- Determinar la eficiencia en la remoción del diésel en un suelo que contiene nanopartículas de óxido de titanio mediante la técnica flushing.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Suelo

El suelo es una interface plasmada en la superficie terrestre, la cual se encuentra compuesta de una gran variedad de bacterias, materia orgánica, agua, aire, arcilla, cuarzo, entre otros compuestos. En esta superficie terrestre existe una gran diversidad de microfauna y macrofauna, además de cientos de organismos vegetales y animales.

2.1.1 Propiedades físicas del suelo

La composición del suelo se clasifica en tres diferentes fases las cuales tienen características singulares. A continuación, se presenta la tabla 1 con cada una de las fases del suelo

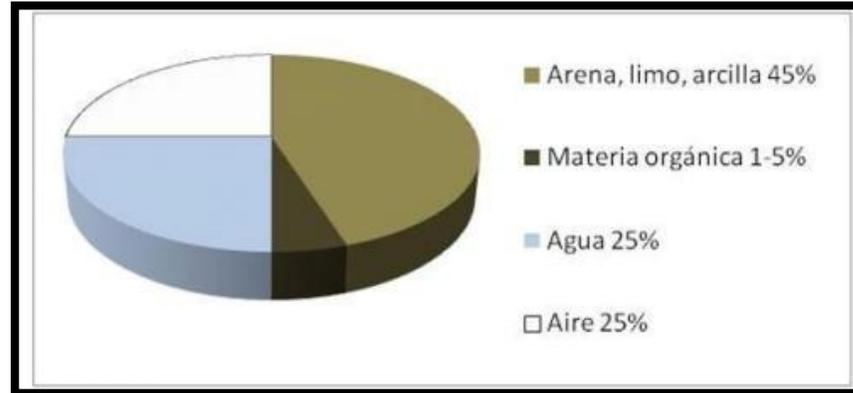
Tabla 1. Composición del suelo

COMPOSICIÓN DEL SUELO	CARACTERÍSTICAS
Líquida	Agua y solutos disueltos
Sólida	Partículas orgánicas
Gaseosa	Aire del suelo

Fuente: (Galeano, 2011)

Como se puede observar en la figura 1 el suelo presenta la mayor proporción (45%) en su fase sólida procedente de los tipos de minerales que predominan dentro de este y su menor volumen se origina por la materia orgánica, la cual se encuentra en un rango del 1 al 5% [1].

Figura 1. Porcentaje de la composición del suelo

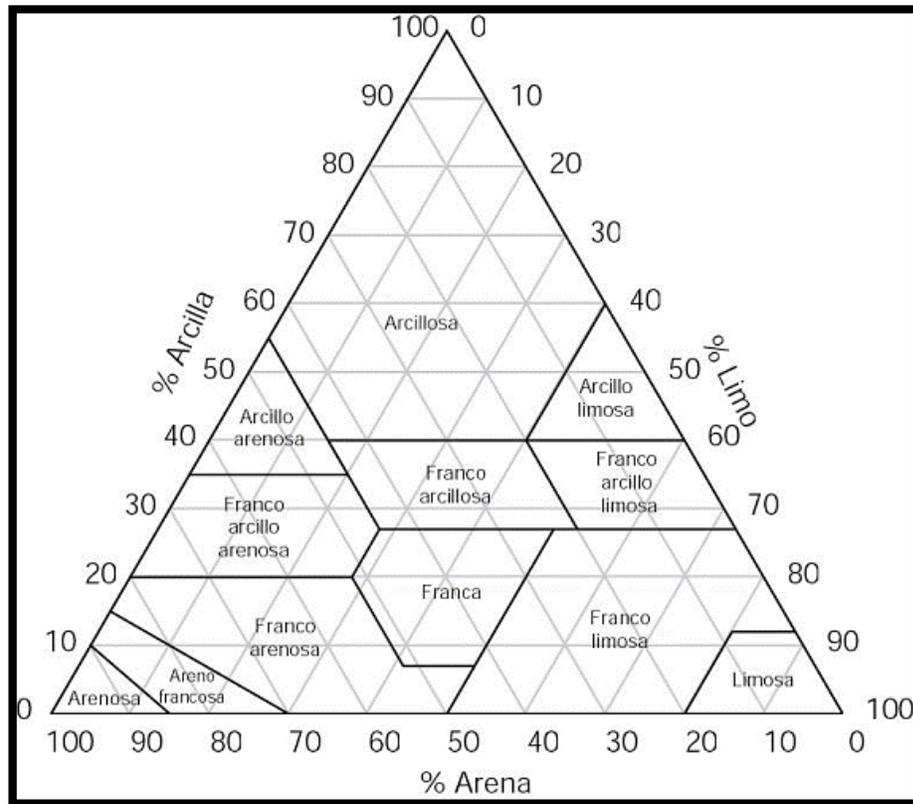


Fuente: (Artigas, 2004) [1]

2.1.1.1 Textura

Para determinar la textura de un suelo se deben identificar los porcentajes de arena, limo o arcilla que lo componen. En la figura 2 se presenta el triángulo postulado por el departamento de agricultura de los Estados Unidos (USDA), el cual facilita la identificación de la textura correcta del suelo entre de las doce existentes.

Figura 2. Triángulo para determinación de textura.



Fuente: (Fao,2011) [2]

2.1.1.2 Capacidad de campo

La capacidad de campo determina el volumen de agua retenido que posee un suelo después de ser saturado y drenado durante un tiempo de 24 a 72 horas. (Petillo, 2012) [3].

La textura del suelo es el factor más influyente para la determinación de la capacidad de campo, debido a que entre más partículas de arcilla se encuentren en el suelo, mayor será el tiempo de saturación y si, por el contrario, presenta mayor cantidad de partículas de arena, el tiempo de saturación será inferior. En la tabla 2 se presentan los porcentajes de capacidad de campo de acuerdo a la textura del suelo.

Tabla 2. Valores normales de capacidad de campo.

TEXTURA	CAPACIDAD DE CAMPO (%)
Arenoso	5 - 15
Franco Arenoso	10 - 20
Franco	15 - 30
Franco Arcilloso	25 - 35
Arcilloso	30 - 70

Fuente: (Wilting Point, 2010) ^[6]

2.1.2 Propiedades químicas del suelo

Las propiedades químicas del suelo se destacan básicamente en la evaluación de su composición química y del nivel de degradación que puedan estar afectado las diferentes propiedades al suelo. Un claro ejemplo es el pH, ya que nos indica el nivel de acidez que pueda presentar el suelo.

2.1.2.1 pH

El pH permite medir el grado de acidez o basicidad de una solución conformada por agua, con concentraciones de iones hidrogeno (H^+) e hidroxilos (OH^-), es decir, un pH ácido se caracteriza en estar conformado por una gran suma de iones de hidrogeno ^[4] (Muskus & Quintero, 2016).

En valores numéricos se determina que un suelo con pH entre 7.5 y 10 se clasifica como un suelo alcalino y si por el contrario presenta un pH inferior a 6.5 se clasifica como un suelo ácido.

En la tabla 3 se expone la clasificación del suelo en base a los rangos de pH.

Tabla 3. Interpretación para los rangos de pH.

PH (MEDIDO EN AGUA)	TIPO
Menor de 5.5	Muy ácido
5.5 – 6.5	Ácido
6.5 – 7.5	Neutro o cerca a la neutralidad
7.5 – 8.5	Básico
Mayor de 8.5	Muy básico

Fuente: (Garriso,1994) ^[3]

2.1.2.2 Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica permite indicar la cantidad de sales (cationes y aniones) presentes en el suelo, donde estas sales son significativas para una buena formación y crecimiento de las plantas. Cuanto a mayor proporción de estas sales, mayor será la lectura de conductividad eléctrica, los iones que normalmente se relacionan con las sales que conforman el suelo son Mg^{+2} , Ca^{+2} , H^{+} , Na^{+} , Cl^{-} ^[4] (Muskus & Quintero, 2016).

Para un buen crecimiento de plantas ya sea para el sustento de la agricultura o cuidado del suelo, se debe manejar valores de 0 – 0.98 de conductividad eléctrica como se demuestra en la tabla 4 donde se clasifica como un suelo no salino

Tabla 4. Interpretación de los valores de conductividad eléctrica para suelo.

CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA (dS/m)	CLASIFICACIÓN
0-0.98	NO SALINO
0.98 – 1.71	MUY LIGERAMENTE SALINO
1.71 – 3.16	LIGERAMENTE SALINO
3.16 – 6.07	MODERAMENTE SALINO
> 6.07	FUERTEMENTE SALINO

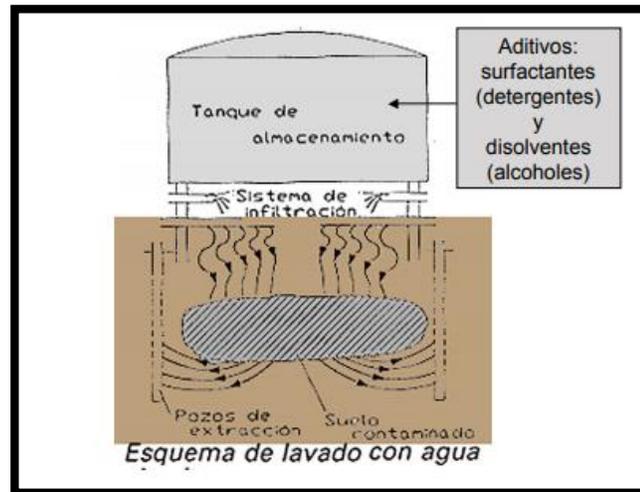
Fuente: (Muskus & Quintero, 2016) ^[4]

2.2 Flushing

El flushing es un tratamiento fisicoquímico, in situ que consiste en lavar los suelos contaminados con una solución que transporte los contaminantes a una zona determinada y localizada donde se facilite ser eliminados. Así, los contaminantes son removidos del suelo por medio de la solución entre agua y surfactantes. El agua subterránea y los fluidos extractantes se atrapan y bombean a la superficie utilizando pozos de extracción, donde son tratados y, en ocasiones, reciclados (FRTR, 1999c; Son et al, 2003). El flushing se puede aplicar a todo tipo de contaminantes, especialmente a compuestos inorgánicos como los metales, y para lograr una mayor efectividad del tratamiento, se suele combinar con otros procedimientos como la biodegradación (Boulding, 1996). ^[5]

La técnica flushing presenta grandes dificultades al momento de ser realizada por suelos con baja permeabilidad, es por eso que se sugiere realizarlo en terrenos como gravas o arenas que poseen una alta permeabilidad y así garantizar una buena efectividad de la técnica. (Geotecnia2000) ^[6]. Es importante tener una buena supervisión drástica para impedir que los contaminantes migren a otra dirección distinta a la deseada (Johnston et al,2002). En la Figura 3 se observa un breve esquema de aplicación de la técnica in situ de flushing.

Figura 3. Proceso flushing.



Fuente: (Ortiz,2007) [5]

La principal característica de los surfactantes y colsolventes para el desarrollo de esta técnica consiste en favorecer el aumento de la capacidad de desorber selectivamente los hidrocarburos presentes en el suelo contaminado. (Geotecnia2000) [6]

La eficiencia de la técnica depende principalmente del tipo de suelo como se mencionó anteriormente, pero existe otros factores adicionales que también influyen. Dentro de los más importantes podemos encontrar el grado de adsorción del contaminante, controlado por una serie de propiedades del suelo como el pH, la textura, CIC, la mineralogía y el tiempo en el que el suelo ha estado en contacto con este. (Reed et al, 1996). Adicionalmente, se debe tener en cuenta el tipo de solución a utilizar en el flushing, ya que esta depende del contaminante que se desea extraer. Si el contaminante presente es un metal o un compuesto orgánico lo ideal es utilizar una solución ácida para favorecer el proceso y si por el contrario el contaminante se disuelve fácilmente en agua las soluciones más utilizadas son agua natural, agua destilada o detergentes (tenso activos). En la tabla 5 se presentan las principales características, ventajas y desventajas para la aplicación de la técnica flushing en la descontaminación de suelos.

Tabla 5. Generalidades de la técnica Flushing.

CARACTERÍSTICAS	VENTAJAS	DESVENTAJAS
<ul style="list-style-type: none"> - Anega los suelos contaminados mediante una solución para transportar los contaminantes a una zona de extracción. - Los contaminantes se extraen mediante un sistema de inyección o infiltración donde son arrastrados a los macroporos de la superficie. - Los aditivos utilizados son surfactantes o co-solventes los cuales entran en contacto con el contaminante y facilitan su solubilidad. 	<ul style="list-style-type: none"> - Sirve para todo tipo de contaminantes, especialmente para compuestos inorgánicos. - Funciona adecuadamente si se presentan diferentes tipos de contaminantes en una misma zona. - El tratamiento se puede ejecutar de forma ex situ o in situ. - La técnica permite combinarse con otros tratamientos. - No genera grandes costos para su realización. - La técnica actúa de manera rápida y eficaz a comparación de otras. - Se reduce el volumen del material tratado hasta en un 90%. - Es efectiva en suelos de alta permeabilidad. 	<ul style="list-style-type: none"> - Implica manejo de infiltración de sustancias químicas dentro del terreno. - Requiere control y monitoreo constante para evitar que ocurra la migración de los contaminantes a una zona no deseada. - Existe la posibilidad de que quede un residuo aditivo en el suelo, lo cual requeriría de un tratamiento posterior. - Los contaminantes no se destruyen lo cual puede generar costos adicionales en tratamientos posteriores para la eliminación del contaminante. - Puede ocurrir una contaminación del suelo adyacente al inyectar el agua. - En suelos heterogéneos o de baja permeabilidad (arcillas o limos) no se generan porcentajes de remoción efectivos.

Fuente: Autores

2.3 Hidrocarburos Totales de Petróleo (TPH)

El término hidrocarburos totales de petróleo (TPH) se utiliza normalmente en la descripción de un grupo grande conformado por varias sustancias químicas derivadas con el petróleo crudo. De tal manera, los TPH se comporta como una mezcla de sustancias químicas como los alifáticos y aromáticos.

El nombre de hidrocarburos proviene de sus componentes, puesto que la mayoría están formados por hidrógeno y carbono. Asimismo, los productos de petróleo también varían dependiendo del crudo de petróleo del que se produjeron (ATSR, 2013)^[7]

Hoy en día, en las diferentes poblaciones, comunidades modernas, usan gran variedad de productos derivados del petróleo (gasolina, diésel, asfalto) de tal manera el índice de generar una contaminación ambiental crece. Debido a la gran cantidad de hidrocarburos implicados, generalmente no es efectivo en realizar una medición sobre cada uno de ellos. Sin embargo, es útil medir la cantidad total del conjunto de hidrocarburos que se encuentran en una muestra de suelo, agua o aire.

Los TPH que son liberados al suelo pueden llegar hacia el agua subterránea por medio del suelo. Allí, los componentes individuales pueden separarse de la mezcla original dependiendo de las propiedades químicas de cada uno de los componentes. Algunos de estos se evaporarán y otros se disolverán en el agua subterránea y se alejarán del área donde fueron liberados. Otros compuestos se fijarán en las partículas del suelo y permanecer durante mucho tiempo, mientras que otros serán degradados por microorganismos en el suelo (ATSR,2013)^[7]

La técnica de TPH es desarrollada para evaluar los sitios contaminados con hidrocarburos ya sea en agua o en suelos. La ejecución de esta técnica permite realizar una caracterización de los diferentes tipos de hidrocarburos (diésel, gasolina, petróleo, entre otros) y en caso de que haya ocurrido una mezcla, el

porcentaje de cada fracción. Asimismo, se logra estimar la degradación del hidrocarburo para determinar el periodo en el que se produjo el vertido. Existen gran variedad de factores que permiten identificar el nivel de deterioro que generan los TPH. Dentro de los principales factores podemos encontrar la cantidad o dosis, la duración en el área de contacto y la manera como entró en contacto (directamente o indirectamente).

2.4 Espectrofotometría de absorción atómica

La espectroscopia de absorción atómica (EAA) tiene como función de realizar una absorción de radiación por medio de una longitud de onda, este proceso se realiza por medio de átomos con niveles energéticos que corresponda al valor de energía de los fotones incidentes. Estos fotones se determinan por medio de la ley de Beer donde relaciona esta pérdida de poder radiante con la concentración de la especie adsorbente y el espesor de la celda que contiene los átomos (Rocha, 2000) [8].

Este tipo de técnica se realiza por medio de un tubo capilar donde es desintegrada y convertida en unas gotas donde se conducen a una flama, y así poder formar los átomos que absorberán las radiaciones y así llegar al manocromador donde se mide la luz que viene distribuida con las longitudes de ondas para así poder realizar una buena lectura del instrumento como se observa en la figura 4, que permite evaluar diferentes contenidos de metales a niveles de partes por millón (PPM) y partes por billón (PPB).

Figura 4. Espectrofotómetro de absorción atómica.



Fuente: Universidad Nacional de Colombia.

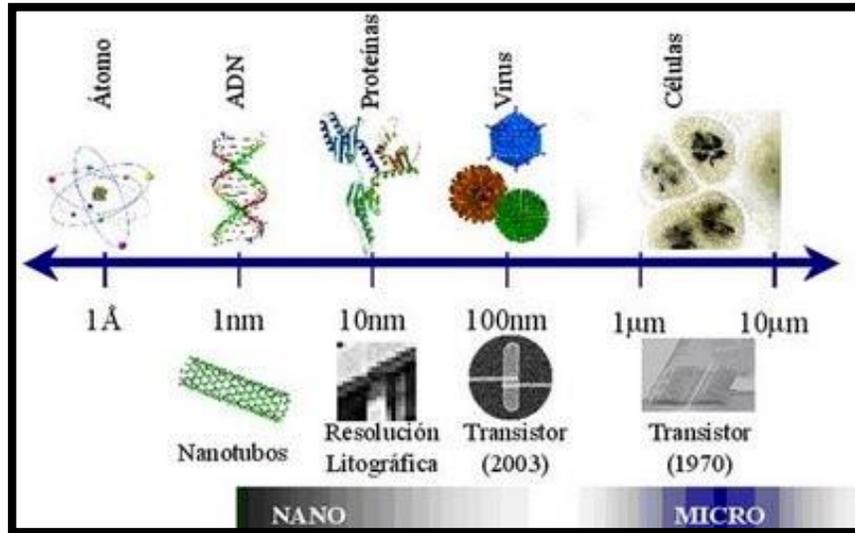
2.5 Nanotecnología

La nanotecnología estudia los fenómenos y la puesta a punto de materiales a escala atómica, molecular y macromolecular, en los que las propiedades difieren significativamente de las de mayor escala ^[9]. Las escalas trabajadas dentro de la nanotecnología se encuentran en un rango que va desde 1nm hasta los 100nm. Para que una partícula pertenezca a esta escala debe tener dimensiones nanométricas en más de una de sus dimensiones.

El atractivo de la nanotecnología, está relacionado con el hecho de que a escala nanométrica, las propiedades de la materia cambian, presentando una superficie más grande que los materiales a macroescala. Esta característica puede hacerlos químicamente más reactivos, afectando su resistencia y propiedades eléctricas, magnéticas u ópticas permitiendo el diseño y manipulación de cualquier tipo de átomos y moléculas de la materia ^[9].

En la Figura 5 se muestra la evolución y variedad de las NPs en cuanto a su tamaño.

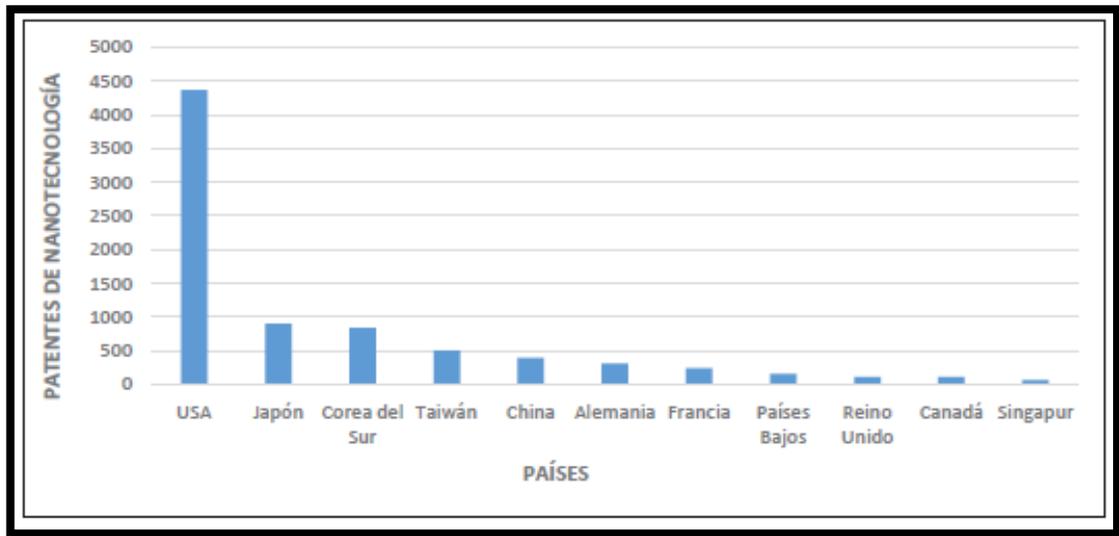
Figura 5. Gama de dimensiones.



Fuente: (Cornejo, 2009) ^[10]

El desarrollo de la nanotecnología ha estado liderado por los países altamente industrializados sobresaliendo Estados Unidos, Japón y la Unión Europea y países emergentes como China y Corea. Tales países se consideran líderes en este campo por varias razones, entre las cuales destacan la asignación de presupuestos considerables de los gobiernos para el fortalecimiento de la investigación y desarrollo. Sin embargo, esta gran inversión va dirigida en su gran mayoría a la creación y desarrollo de materiales nanométricos y sus aplicaciones, dejando rezagado el estudio de las consecuencias que puede traer esta nueva tecnología al ambiente y a los seres vivos ^[10].

Figura 6. Países con mayor desarrollo nanotecnológico en el mundo.



Fuente: (Paucar, 2017) ^[11]

Con el paso del tiempo la nanotecnología se empezó a aplicar como procesos para la investigación y solución desde el campo de la medicina, la ingeniería, la informática, la mecánica, la física y la química, basándose en averiguar y descubrir en aquellas pequeñas partículas mejores soluciones a las problemáticas presentadas. Las partículas consideradas nanométricas se favorecen de características totalmente nuevas generando avances significativos a nivel nanométrico en el desarrollo de los diferentes proyectos llevados a cabo en cada una de las áreas.

2.5.1 Nanotecnología para la remoción de hidrocarburos al suelo

La nanotecnología ha entrado de una manera muy positiva en la industria de los hidrocarburos, ya que permite controlar procesos con ayuda de NPs y así facilita la extracción del crudo de forma permanente (Paucar, 2017) ^[11]

Esto permite entender que las NPs se podrán utilizar para procesos de descontaminación de hidrocarburos en el suelo, generando una buena eficiencia en el momento de su separación, ya que cumple el mismo procedimiento general de la obtención y extracción del hidrocarburo en las zonas petroleras del mundo.

En la actualidad el uso de NPsTiO_2 para la remoción de hidrocarburos del suelo no presentan gran cantidad de estudios y resultados. Lo anterior se debe a que es una aplicación moderna y en desarrollo, sin embargo, se han utilizado otros tipos de NPs que presentan efectividad para realizar la actividad de recuperación de suelos.

En la tabla 6 se presentan los diferentes tipos de NPs utilizadas para la remoción de hidrocarburos en suelos.

Tabla 6. Tipos de nanopartículas para la remoción de hidrocarburos en el suelo.

TIPOS NANOPARTÍCULAS	FUNCIÓN
SiO_2 (óxido de silicio)	Remoción de hidrocarburos en el suelo
Al_2O_3 (óxido de aluminio)	
CuO (óxido cúprico)	
MgO (óxido de magnesio)	
Óxido Férrico (Fe_2O_3)	
Óxido de Zinc (ZnO)	
ZrO_2 (dióxido de zirconio)	
Óxido de Niquel (Ni_2O_3)	
Óxido de Estaño (SnO)	

Fuente: (Paucar, 2017) ^[11].

Por medio de estudios realizados se logró determinar que las NPsSiO_2 (Dióxido de Silicio) muestran un alto índice de efectividad en la remoción, debido a que presenta el mejor proceso de recuperación del hidrocarburo, esto se debe a que el tipo de NPs pueden emplearse de manera adecuada en sistemas térmicos o químicos favoreciendo el trabajo en diferentes áreas de estudio. Los resultados obtenidos con las NPsAl_2O_3 , Ni_2O_3 y CuO , son de menor proporción, pero aun así logran resultados positivos en su remoción.

2.6 Nanopartículas (NPs)

Las NPs se caracterizan por poseer un tamaño $<100\text{nm}$, por consiguiente, su pequeño tamaño permite una buena relación de superficie vs volumen para su crecimiento. Existen tres tipos de NPs, las cuales son: Las naturales, como las que se producen en erupciones volcánicas, las incidentales, como las emisiones de la combustión en motores y las fabricadas, generadas a propósito con una finalidad. La generación de NPs es de relevancia básicamente por tres razones, la primera de ella son por los beneficios que aportan en distintas áreas, la segunda por ser una tecnología emergente en pleno desarrollo y la tercera por los riesgos asociados a ellas.

Las NPs son usadas principalmente en el medio ambiente para diferentes sistemas de descontaminación de aguas (industriales o domésticas), aire y suelo. Existen dos motivos por los cuales las consideraciones ambientales son fundamentales en cuanto a la generación de NPs. Una, es el hecho de que es una tecnología naciente que aún no ha causado daños. Por otro lado, está la carencia de datos en cuanto a los posibles efectos que tengan las NPs sobre los organismos y el medio ambiente ^[23] (Lozano,2014).

La generación de NPs se puede llevar a cabo mediante diferentes tipos de técnicas. Estas técnicas están resumidas en tres categorías: métodos físicos, síntesis química, síntesis biológica y procesos mecánicos como la molienda. El desarrollo de este proyecto se enfoca en la síntesis biológica o síntesis verde, en este caso es necesario la utilización de extractos, los cuales pueden ser de distintos tipos de hojas o plantas tales como: Limonaria, palma, mora, vetiver, entre otras. De acuerdo al campo de estudio y a la aplicación se logra determinar la síntesis con su correspondiente extracto o la técnica para la realización del tipo NPs más conveniente como se muestra en la tabla 7.

Tabla 7. Aplicación de diferentes tipos de Nps.

CAMPO	APLICACIÓN	TIPO DE NPs
Energía	Células solares sensibilizadas por colorante	TiO ₂ , ZnO y Au
	Almacenamiento de hidrógeno	NPs híbridas metálicas
	Mejora de materiales de ánodo y cátodo para pilas de combustibles	Nanoarcillas, CNTs, NPs en CNTs
	Catalizadores ambientales	TiO ₂ , Cerio
	Catalizadores para vehículos	NPs cerámicas, óxidos metálicos y metales
Medicina	Promotores de crecimiento óseo	Hidroxiapatita (Hap) cerámica
	Protectores solares	ZnO y TiO ₂
	Apósitos para heridas antibacterianos	Ag
	Fungicidas	NPs Cu ₂ O
	Biomarcaje y detección	NPs Ag y coloides de oro
	Agentes de contraste de MRI	Óxidos de hierro ultra pequeños
Ingeniería	Herramientas para cortar	ZrO ₂ y Al ₂ O ₃ , cerámicos, Co
	Sensores químicos	Diversas NPs válidas dependiendo de la aplicación
	Recubrimientos resistentes a la abrasión	NPs de alúmina
	Nanoarcilla polímero reforzado con materiales compuestos	Organoarcillas
	Pigmentos	Pb, Zn, Mg y Ag
	Tintas, conductores, magnéticos	Buenos conductores como la

		plata
	Mejora estructural y física de polímeros y materiales compuestos	Nanoarcillas, nano-óxidos, nano-hidróxidos, TiO ₂
Utensilios de consumo	Barrera de embalaje utilizando silicatos	Nanoarcillas, en particular Bentonita y Caolinita
	Vidrio autolimpiable	TiO ₂
Medio ambiente	Tratamientos de agua	Cerámicas óxidos metálicos, TiO ₂
Electrónica	Nanoescala partículas magnéticas para almacenamiento de datos	Fe sólo o en combinación con otros metales
	Circuitos electrónicos	Ag, Cu, Al
	Ferro-liquido	Fe recubiertas con una capa de carbono
	Optoelectrónica	Gd ₂ O ₃ , Y ₂ O ₃
	Química mecánica	Alúmina, sílica y cerio

Fuente: (Lozano,2014) ^[23]

2.7 Aplicación de nanopartículas de óxido de titanio (NPsTiO₂)

Las nanopartículas de dióxido de titanio tienen propiedades únicas, esto permite que se pueda manejar y evaluar en varios campos como la tecnología y ciencia (microbiología, nano-biotecnología y medicina). El dióxido de titanio es un conductor que absorbe las radiaciones UV, que se utiliza como pigmento blanco, recubrimiento anticorrosivo, sensor de gases, absorbente de rayos UV en productos cosméticos y de manera general en la industria cerámica. Además, constituye un óxido estable y no tóxico que puede tener aplicaciones en limpieza ambiental ^[12].

En la tabla 8 se presentan los campos con mayor aplicación de NPsTiO₂ y sus correspondientes usos.

Tabla 8. Campos y aplicaciones de NPstIO₂

CAMPO	APLICACIÓN
Medicina	Se presentan estudios donde se utilizan membranas nanocerámicas con NPs de dióxido de titanio para purificar la sangre.
	Existencia de medicamentos basados en compuestos sintéticos que contienen dichas NPs (TiO ₂) y son dirigidas a curar el cáncer o enfermedades genéticas.
	Se estudia la posibilidad de matar las células de tumores in vitro foto-excitando las NPs de TiO ₂ .
Ciencia	Creación de cosméticos para cremas de protección solar ya que absorbe la radiación UV y es transparente.
	Convertidores de energía en células solares
	Materiales para electrodos de baterías de litio y células de combustible de oxígeno sólidas
	Sensores de gases
	Atenuación de la luz ultravioleta
Tecnología	Agentes de pulido para planarización, dispositivos electrónicos, lentes, cojinetes, chips electrónicos.
	Soporte de catalizadores. Más que como catalizador en sí, es usado como soporte de éste.
Microbiología	Degradación fotocatalítica de bacterias y suciedad (superficies auto-limpiables) y degradación fotoquímica de compuestos tóxicos.
	Muy usado en purificación de aguas residuales, degradación de gases contaminantes.
	Membranas inorgánicas: Proporciona un menor tamaño de poro con lo que se consigue que la membrana sea más selectiva.

Fuente: (Materfad, 2013) ^[13]

2.8 Síntesis biológica de NPsTiO_2

La síntesis biológica es un proceso renovador para el desarrollo con fines de formar y estudiar nuevas técnicas mediante compuestos biológicos, enfocada en realizar los procedimientos de forma favorable para el medio ambiente. La idea principal se basa en agregar nuevos productos biológicos como principales componentes para el desarrollo de la fase de diseño en las técnicas a implementar y analizar el potencial de contaminación que puedan llegar a causar. Además, se busca crear soluciones que mitiguen el impacto ambiental y obtener resultados favorables de descontaminación ^[14].

Es importante realizar una buena preparación del extracto de hoja de limonaria, ya que al ser totalmente biológico este se utilizará como material vegetal para así poder mezclarlo con una solución madre, la cual está compuesta por el óxido de titanio. Se generará una única solución y de esta forma se podrá realizar un primer proceso de lavado (Etanol – Agua) y un segundo proceso de calcinación con el propósito de conseguir las NPsTiO_2 .

Figura 7. Síntesis de NPs.



Fuente: (Monclou,2017) ^[15]

2.9 Limonaria (*Cymbopogon Citratus*)

La limonaria es una planta herbácea que no está conformado de un tallo de tipo madera, sino de un órgano tipo verde, puede estar ubicado en cualquier sitio que cumpla con una altura hasta los 1400 msnm para su cultivo y crecimiento donde puede alcanzar alturas de 1 metro.

Su principal uso de la limonaria se da para la fabricación de medicamentos de tipo estomáquico o para problemas cutáneos. Igualmente es utilizado en diferentes industrias de perfumería, desinfectantes, jabones y aerosoles ^[16] (Vallecillo,2004).

La planta ofrece diferentes componentes, donde se destaca el Geranial con un 41,8% de cantidad relativa siendo el de mayor porcentaje, este compuesto químico es un líquido amarillo pálido donde esta principalmente formado por isometros citral A (trans) y citral B (cis) como se observa en la Figura 8. Igualmente, la Geranial presenta terpenoides que genera ese intenso olor a limón y flavonoides donde permite que la planta presente un intenso color verde ^[17] (Ryman,1995).

Figura 8. Planta limonaria.

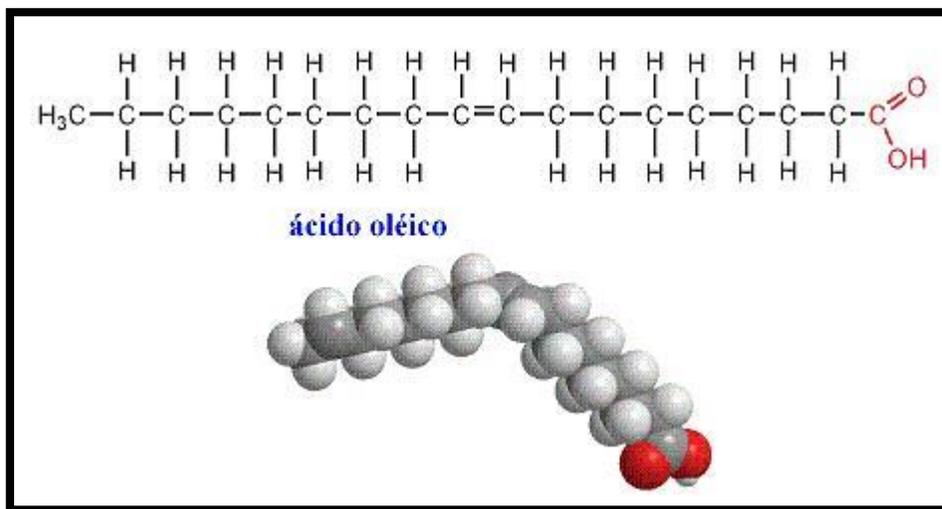


Fuente: (Brown,2012) ^[18]

2.10 Ácido oleico para funcionalización de NPsTiO₂

El ácido oleico (C₁₈H₃₄O₂) se caracteriza por ser monoinsaturado (un átomo de carbono que utiliza dos enlaces para unirse a otro) y por estar presente en la mayoría de los aceites vegetales, además, es estable a altas temperaturas y consigue oxidarse en presencia del aire. El ácido oleico no presenta color y es insípido, su punto de fusión es de 15°C y logra un punto de ebullición de 360°C [19].

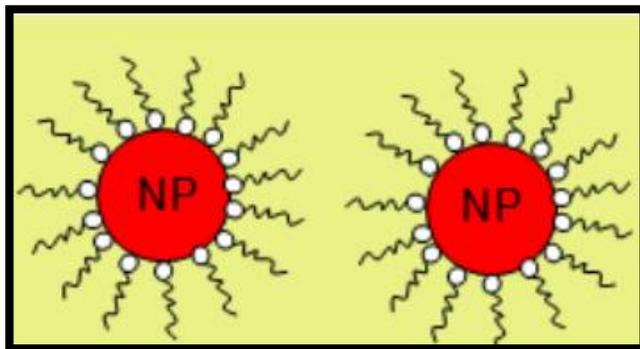
Figura 9. Estructura ácido oleico.



Fuente: (Celia,2016) [20]

Las moléculas de los ácidos oleicos se comportan como anfifílicas ya que poseen un extremo que actúa como hidrofílico (soluble en agua) y otro que actúa como hidrófobo (no soluble en agua), este último permite que los aceites se asocien a este extremo debido a interacciones por su comportamiento apolar.

Figura 10. Actuación de los tensoactivos en presencia de Np en medio apolar.



Fuente: (Celia, 2016) [20]

El ácido oleico se emplea como agente surfactante, estos agentes se caracterizan por ser moléculas que se componen de cadenas apolares con una cabeza polar que se adhiere a la superficie de las nanopartículas cuando éstas se encuentran en medio apolar. Las cadenas apolares se repelen entre ellas, evitando la aglomeración de las nanopartículas y estabilizándolas en el medio [20].

De este modo se realiza la modificación en la naturaleza de las NPsTiO_2 para volverlas hidrofílicas y así lograr la obtención de resultados favorables en la remoción del diésel.

2.11 Microscopio electrónico de barrido (SEM)

En este tipo de microscopios (Figura 11) se destaca la generación de imágenes de alta calidad en dimensiones hasta 3D, éstas se construyen mediante un haz de electrones focalizados que realiza un barrido sobre la superficie de una muestra. Esto implica una mayor resolución y una mejor profundidad de campo con respecto a los microscopios ópticos, dado que la longitud de onda de un haz de electrones es mucho menor que la de la luz.

Figura 11. Microscopio electrónico de barrido



Fuente: Autores

El microscopio electrónico de barrido (SEM) se usa principalmente para el estudio a nivel nanométricos. Además, facilita la caracterización elemental mediante la combinación con diferentes tipos de detectores como el de rayos x (EDS). Esta configuración es la mejor herramienta para entender la topografía, composición y distribución elemental de las diferentes muestras de tipo orgánicas e inorgánicas las cuales pueden ser examinadas a una gran cantidad de aumentos (500.000x) [21]

El funcionamiento de un SEM consiste en realizar un barrido de electrones sobre las diferentes muestras. En el caso que las muestra no sea conductora, se debe realizar un recubrimiento con una capa muy fina de oro en un metalizador que le permite obtener estas propiedades conductoras. [22] (Lozano, 2014).

3. METODOLOGIA

El desarrollo de este proyecto se llevó a cabo en tres fases como se muestra en la tabla 9. En la primera fase se realizó un análisis de las características fisicoquímicas de las nanopartículas de óxido de titanio, para esto se realizó una síntesis biológica que dio como resultado las nanopartículas. Una vez obtenidas las nanopartículas estas se sometieron a un proceso de funcionalización por medio de ácido oleico. Finalmente se identificó su composición elemental y la distribución de tamaño en el SEM.

La segunda fase del proyecto consistió en la comparación de las propiedades fisicoquímicas del suelo (pH y conductividad) antes de la simulación del derrame, después de la simulación del derrame y finalizado el flushing. Asimismo, se determinó la textura y capacidad de campo del suelo inicial muestreado en la finca bella-bella ubicada en Lebrija, Santander.

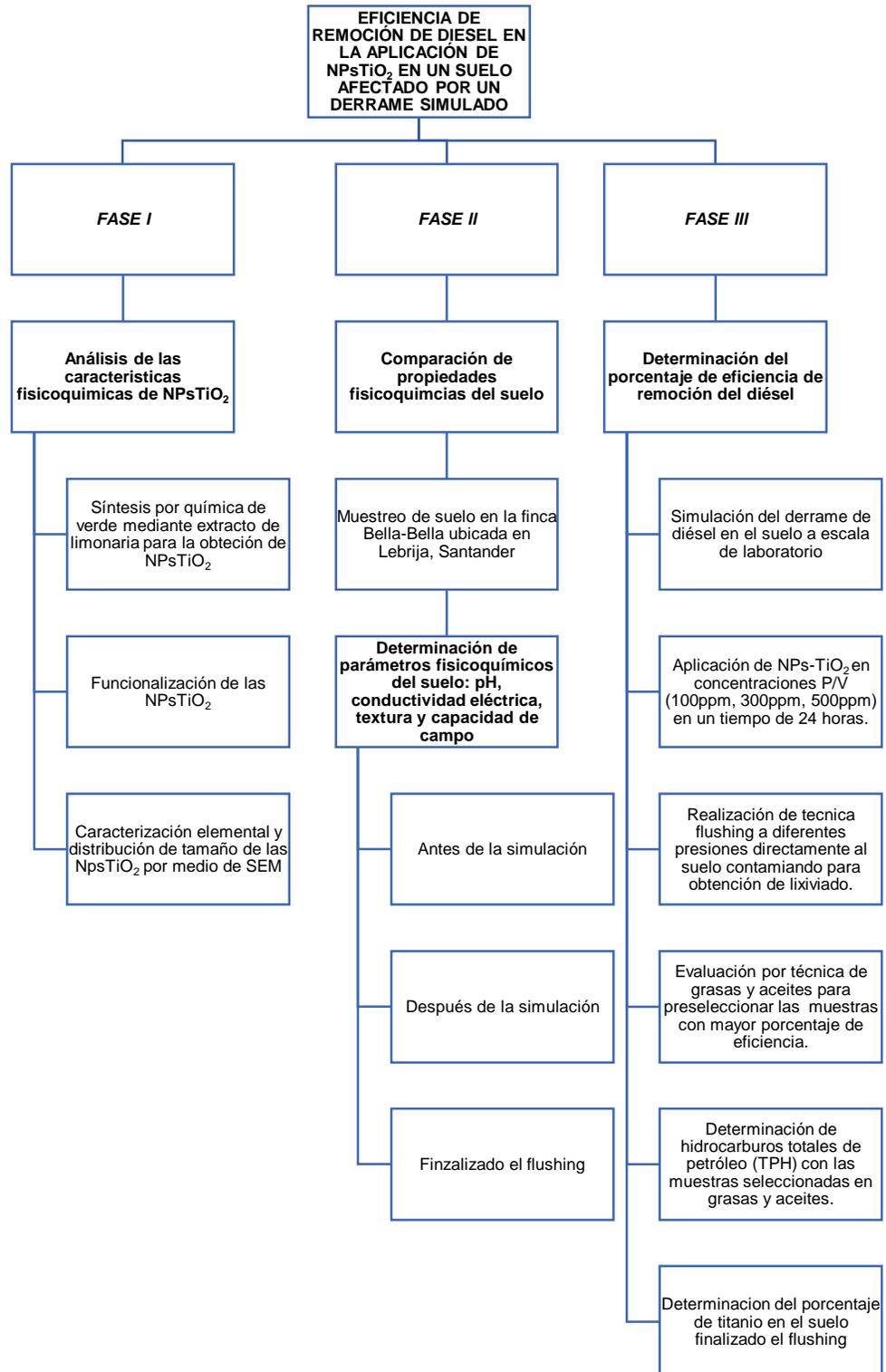
En la tercera fase del proyecto se determinó el porcentaje de eficiencia de la remoción del diesel en el suelo por medio de diferentes concentraciones de nanopartículas de óxido de titanio. Inicialmente en esta fase se realizó la simulación del derrame de diésel a cada uno de los reactores. Después, se procedió a agregar las $NpsTiO_2$ en cada uno de las zonas muestreadas con sus diferentes concentraciones.

Posteriormente, se procedió a realizar la respectiva técnica de flushing, la cual se realizó por medio de dos presiones. El lixiviado que se obtuvo mediante la realización de la técnica mencionada anteriormente fue recolectado y utilizado en la técnica de grasas y aceites.

Las muestras preseleccionadas en la prueba de grasas y aceites fueron enviadas a un laboratorio químico donde procedieron a realizar la prueba de hidrocarburos totales de petróleo (TPH).

Finalmente, se realizó la prueba de absorción atómica para determinar la cantidad de metales (titanio) que quedó depositado en el suelo posterior a agregar las NPsTiO₂.

Tabla 9. Fases para el desarrollo del proyecto.



Fuente: Autores

3.1 FASE 1: Análisis de las características fisicoquímicas de NPsTiO₂

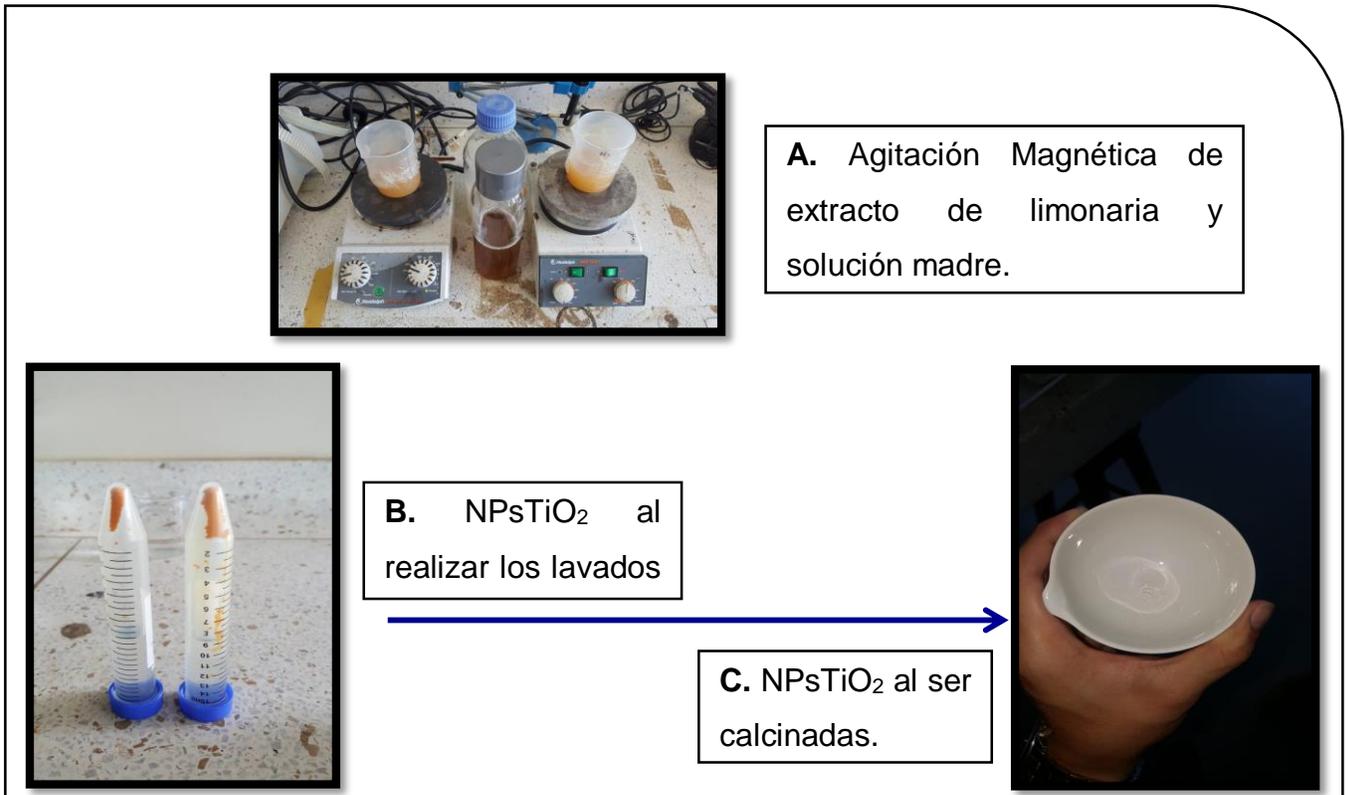
3.1.1 Síntesis por química de verde mediante extracto de limonaria para la obtención de NPsTiO₂

En el laboratorio de suelos de la Universidad Pontificia Bolivariana, se realizó la síntesis biológica por medio de hojas de limonaria las cuales fueron cortadas y llevadas al horno por 6 horas a una temperatura de 60°C. Posteriormente se trituró en un molino para obtener muestras más finas y así proceder a la preparación del extracto, el cual se llevó al equipo Soxhlet y se adicionaron 250mL de solvente (225mL agua destilada – 25mL etanol) y 50g de biomasa procedentes de las hojas de limonaria. El Soxhlet realizó el ciclo durante 6 horas consecutivas para finalmente obtener el extracto con el cual se realizó la síntesis.

Consecutivamente para iniciar la síntesis de las nanopartículas, se mezclaron 85mL de solución madre (agente precursor) con 15mL de extracto de hojas de limonaria. La mezcla se llevó a agitación magnética durante 24 horas, a temperatura ambiente, y debidamente tapada para evitar el ingreso de hongos o microorganismos ambientales. Pasado el tiempo se efectuó el proceso de centrifugación durante 15 minutos a 5000 rpm y seguidamente se retiró el sobrenadante para así realizar tres lavados, uno con 7mL de etanol y otro con 7mL de agua destilada y el último nuevamente con 7mL de etanol. El resultado se deja secar en el horno a una temperatura máxima de 80°C y finalmente se llevaron a calcinación durante 4 horas a 550°C en la mufla, con el propósito de obtener la estructura cristalina deseada. El viraje de color, de naranja a blanco, indicó que las NPsTiO₂ estaban listas para ser utilizadas. El procedimiento se realizó en repetidas ocasiones hasta lograr un total de 1.5g de NPsTiO₂ las cuales fueron las necesarias para desarrollar el proyecto. ^[15]

En la figura 12 se describe el proceso para la realización de la síntesis de NPsTiO₂ con extracto de limonaria.

Figura 12. Síntesis NPSTiO₂



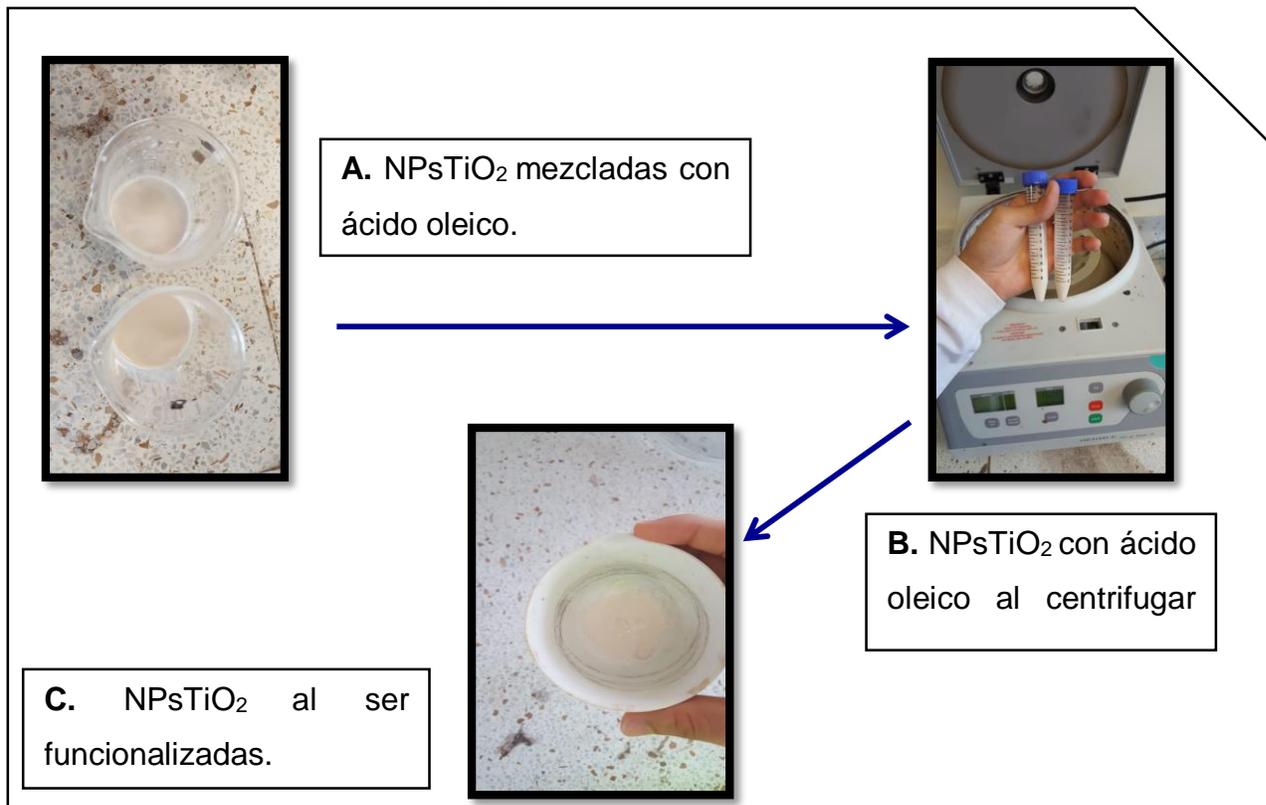
Fuente: Autores

3.1.2 Funcionalización de NPSTiO₂

La funcionalización tuvo como objetivo principal volver las NPSTiO₂ anfífilas y así generar un mejor arrastre del diésel con el agua. Se inició pesando el total de NPSTiO₂ (1.5g) y mezclándolas con 9mL de ácido oleico. Seguidamente se depositaron las muestras en el ultrasonido por un tiempo de 30 minutos en total. Este proceso se realizó con el fin de asegurar el anclaje del grupo carboxilato del ácido oleico a las NPs. Posteriormente se realizaron dos lavados mediante el uso de la centrifuga, el primer lavado con 7mL de agua y el segundo lavado con 7mL de etanol, durante un tiempo de 15 minutos por lavado. Finalmente se llevaron el horno para su posterior secado a 50°C durante 12 horas con el objetivo de proteger y evitar la aglomeración de las NPSTiO₂.

En la figura 13 se demuestra la funcionalización de las NpsTiO₂ con ácido oleico

Figura 13. Funcionalización NPSTiO₂



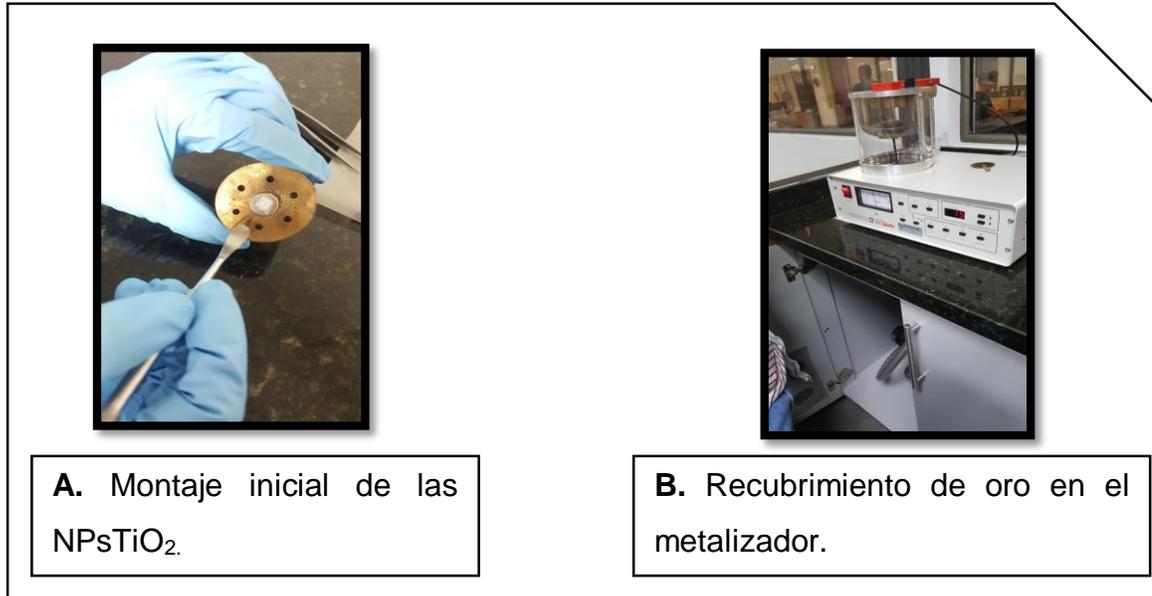
Fuente: Autores

3.1.3 Caracterización elemental y distribución de tamaño de las nanoparticulas en el microscopio electrónico de barrido

La caracterización de las NPSTiO₂ se ejecutó en el microscopio electrónico de barrido del laboratorio de nanociencia y nanotecnología de la Universidad Pontificia Bolivariana, el cual es usado principalmente para el estudio a nivel nanométrico. El procedimiento se realizó por medio de electrones que permiten captar resoluciones superiores a otro tipo de microscopio, su funcionamiento se da por el barrido de electrones sobre las muestras de NpsTiO₂. Estas muestras se recubrieron de oro por medio de un metalizador, el cual concede propiedades conductoras para así lograr obtener una mejor imagen de la muestra como se observa en la figura 14. Finalmente se programó el equipo para obtener las

imágenes y características de las NPs en las diferentes composiciones químicas por medio de un espectrograma con un aumento de 250Kx.

Figura 14. Montaje de las NPSTiO₂ al SEM.



Fuente: Autores

3.2 FASE 2: Comparación de propiedades fisicoquímicas del suelo

3.2.1 Muestreo de suelo en la finca Bella-Bella ubicada en Lebrija, Santander

Inicialmente se realizó el muestreo de suelo en la finca la Bella-Bella, localizada en la vereda San Nicolás Alto, coordenadas 7°08'28.2"N 73°15'25.6"W, perteneciente al municipio de Lebrija Santander (Figura 15). El sitio de muestreo fue escogido principalmente por no presentar sustancias químicas como pesticidas, herbicidas, plaguicidas e incluso hidrocarburos, los cuales pueden afectar la composición y estructura inicial del suelo. La recolección de las muestras se realizó mediante distribución sistemática al azar dentro del área de muestreo y tomando sub-muestras en cada una de las 3 zonas donde se llevó a cabo. Posteriormente el suelo se dejó secar el tiempo suficiente para después realizar el correspondiente tamizado y finalmente poder ejecutar un cuarteo general de las muestras obtenidas.

Figura 15. Ubicación geográfica de la finca Bella-Bella de la zona de muestreo.



Fuente: (Google maps, 2018)

3.2.2 Determinación de parámetros fisicoquímicos del suelo: pH, conductividad eléctrica, textura y capacidad de campo

Para la caracterización del suelo se evaluaron los parámetros fisicoquímicos pH, conductividad eléctrica, textura y capacidad de campo, los cuales se llevaron a cabo en el laboratorio de suelos K-611 de la Universidad Pontificia Bolivariana.

3.2.2.1 Parámetros fisicoquímicos evaluados en el transcurso del proyecto

Los parámetros fisicoquímicos de pH y conductividad eléctrica fueron evaluados antes de la simulación del derrame de diésel, después de la simulación del derrame y finalizado el flushing con el fin de analizar las variaciones presentadas en el transcurso de las distintas etapas del proyecto.

3.2.2.1.1 Determinación de pH del suelo

Para la determinación del pH se colocaron 30g de suelo seco en un recipiente y se adicionaron 30mL de agua destilada para posteriormente agitar manualmente durante 5 minutos. Se dejó en estado de reposo durante una hora y se procedió a realizar la lectura con la ayuda del potenciómetro. El

procedimiento se realizó por triplicado de muestras para garantizar una mejor precisión en los resultados.

3.2.2.1.2 Determinación de la conductividad eléctrica del suelo

La conductividad eléctrica se logró determinar agregando en un recipiente 30g de suelo seco y 30mL de agua destilada. Se procedió a agitar manualmente durante 5 minutos. Finalmente se realizó la medición con la ayuda del conductímetro como se observa en la figura 16. El procedimiento se realizó por triplicado de muestras para garantizar una mejor precisión en los resultados.

Figura 16. Determinación conductividad eléctrica.



Fuente: Autores

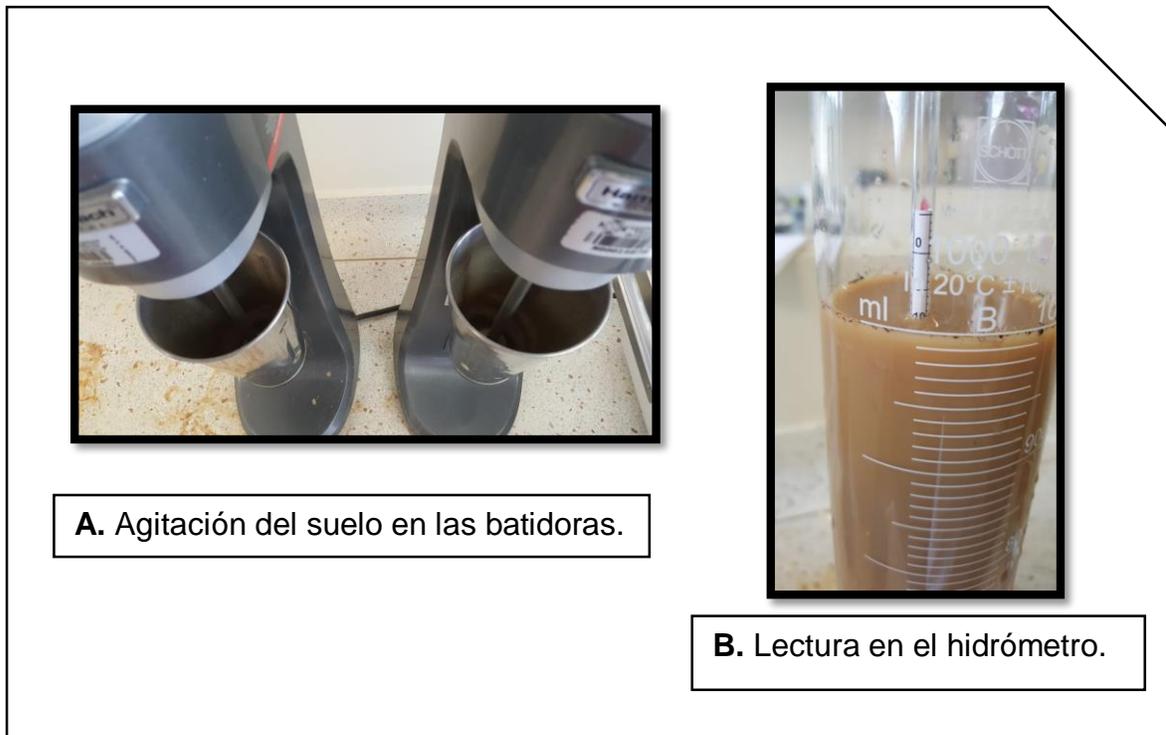
3.2.2.2 Determinación de la textura del suelo

La identificación de la textura inicial del suelo nos permitió elegir la técnica de descontaminación más adecuada para el desarrollo del proyecto. Se comenzó pesando 50g de suelo y se adicionó a un vaso de aluminio perteneciente a la batidora, se agregaron 100mL de agua corriente y 10mL de agente dispersante para posteriormente batirlo durante 10 minutos. Transcurrido el tiempo, la mezcla agitada se trasladó a un cilindro graduado de 1000mL y se completó el volumen total del recipiente con el hidrómetro sumergido. Se agitó manualmente durante 1

minuto y se dejó reposar. Cumplidos 40 segundos se depositó el hidrómetro en el cilindro y se realizó la primera lectura teniendo en cuenta la temperatura de la mezcla. Esta primera lectura permitió calcular el porcentaje de arena. Pasadas 2 horas se tomó la última lectura con la ayuda del hidrómetro y del termómetro, con la cual se calculó el porcentaje de arcilla presente en la muestra de suelo. El procedimiento de textura en cada una de las zonas se realizó por medio de triplicado de muestras para mitigar posibles errores de medición.

En la figura 17 se evidencia la metodología descrita anteriormente.

Figura 17. Proceso de textura.



A. Agitación del suelo en las batidoras.

B. Lectura en el hidrómetro.

Fuente: Autores

Finalmente se realizaron las correspondientes correcciones de acuerdo a la temperatura calculada y se hallaron los diferentes porcentajes de arena, arcilla y limo mediante las ecuaciones 1, 2 y 3. Los porcentajes hallados fueron ubicados en el triángulo textural para lograr la determinación de la textura inicial del suelo.

[4] **Ecuación 1.** Determinación de porcentajes de arena.

$$\% \text{Arena} = 100 - \frac{\text{Lectura corregida a 40 segundos} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

[4] **Ecuación 2.** Determinación de porcentajes de arcilla.

$$\% \text{Arcilla} = \frac{\text{Lectura corregida a las 2 horas} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

[4] **Ecuación 3.** Determinación de porcentajes de limo.

$$\% \text{Limo} = 100 - (\% \text{Arena} + \% \text{Arcilla})$$

3.2.2.3 Determinación de la capacidad de campo del suelo

La capacidad de campo se determinó con el fin de establecer el volumen adecuado de agua en el que se debían dispersar las NPsTiO₂ en el suelo para que estas actuaran de manera eficiente al entrar en contacto con este.

La determinación de la capacidad de campo inicia pesando únicamente los recipientes con una delgada malla la cual se implementó para evitar filtraciones de suelo durante el procedimiento. Una vez pesados los recipientes, se procedió a agregar 500g de suelo a cada uno y posteriormente se adicionó agua corriente hasta lograr la saturación de este. Se dejaron tapados los recipientes y se dejó escurrir totalmente el agua durante un periodo de 24 horas. Posteriormente se pesaron los recipientes nuevamente, pero esta vez con el suelo húmedo. Finalmente, las muestras se llevaron al horno a una temperatura de 105°C durante un tiempo de 2 horas como se demuestra en la figura 18, con el fin de que se secan completamente y poder registrar el peso por última vez.

Se procedió a realizar los respectivos cálculos con los pesos obtenidos para hallar la capacidad de campo del suelo mediante la ecuación 4 presentada a continuación.

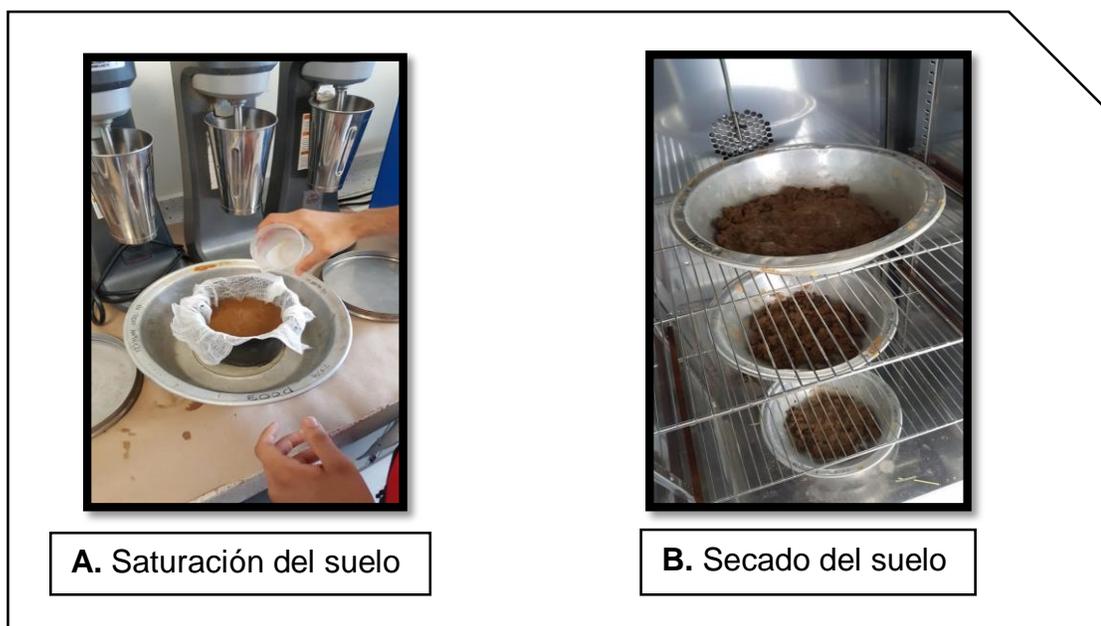
[3] **Ecuación 4.** Determinación de la capacidad de campo

$$\% \text{ Capacidad Campo} = \frac{P_{sh} - P_{ss}}{P_{ss}} \times 100$$

Psh: Peso del Suelo Húmedo

Pss: Peso del suelo seco

Figura 18. Capacidad de campo.



Fuente: Autores

En la tabla 10 se presentan los diferentes métodos que se utilizaron para la determinación de los parámetros fisicoquímicos del suelo.

Tabla 10. Caracterización fisicoquímica del suelo

PARÁMETROS FISICOQUÍMICOS	MÉTODO
pH	*NTC 5264
Conductividad eléctrica	*NTC 5596
Textura	**ASTM WK 38106 (Bouyoucos)
Capacidad de campo	*NTC 947-1

Fuente: Autores

* NTC – Norma técnica colombiana

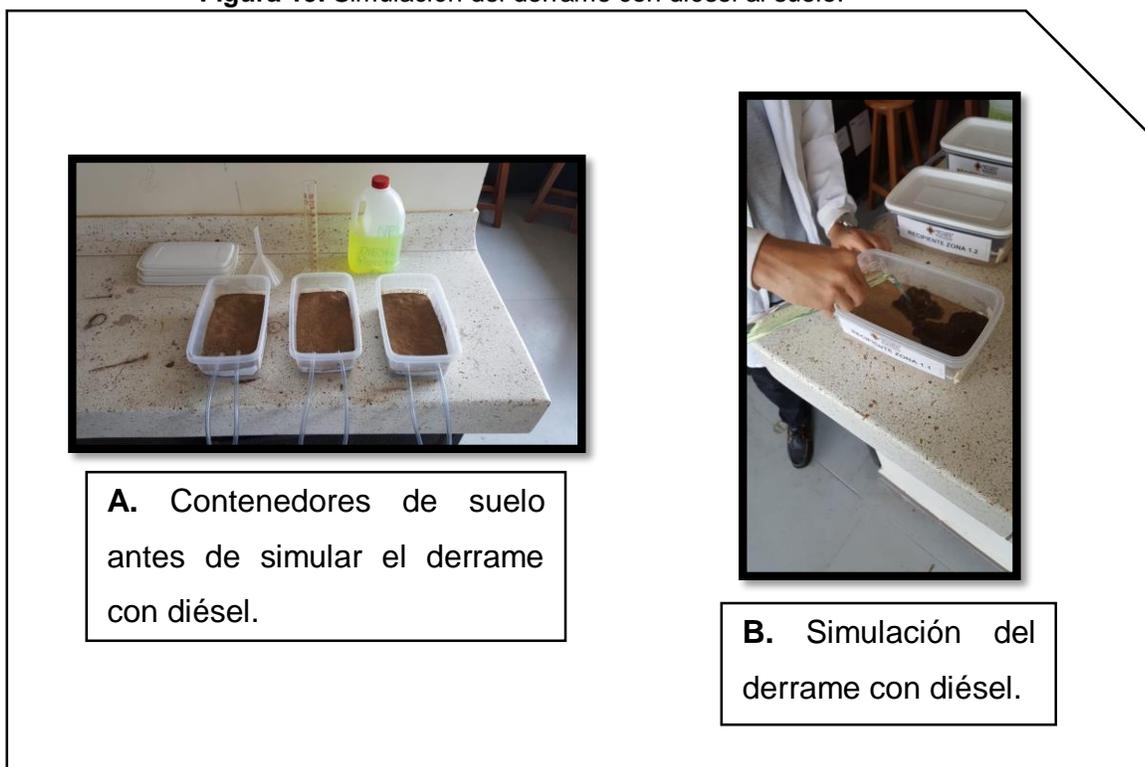
** ASTM - American Society for Testing and Materials

3.3. FASE 3: Determinación del porcentaje de eficiencia de remoción del diésel

3.3.1 Simulación del derrame de diésel en el suelo a escala de laboratorio

En el laboratorio de suelos K-611 de la Universidad Pontificia Bolivariana se simuló un derrame uniforme de 80mL de diésel sobre 18 contenedores los cuales almacenaron 650g de suelo obtenido de la finca la Bella-Bella. Se esperó un tiempo de 24 horas posterior al derrame como se observa en la figura 19, en el cual los contenedores permanecieron en reposo con el fin de que las moléculas del diesel se adhirieran al suelo de manera superficial. El tiempo de 24 horas fue establecido basados en que la técnica flushing se realiza de manera superficial, por consiguiente, se busca que las moléculas se encuentren sobre la capa externa del suelo y no se sedimenten para así asegurar una mayor remoción. Para finalizar, se realizaron nuevamente las mediciones de los parámetros fisicoquímicos pH y conductividad para así poder analizar las variaciones obtenidas posterior al derrame. El proceso de simulación de derrame se realizó por triplicado de muestras para lograr obtener datos más acertados en los cálculos de remoción del diésel.

Figura 19. Simulación del derrame con diésel al suelo.



Fuente: Autores

3.3.2 Aplicación de NPsTiO_2 en diferentes concentraciones (PPM)

El experimento se realizó con diferentes concentraciones de NPsTiO_2 : 100ppm, 300ppm y 500ppm, las cuales fueron depositadas en el suelo una vez concluyeran las 24 horas posteriores al derrame. Las diferentes concentraciones de NPsTiO_2 se agregaron al suelo utilizando la técnica de aspersion con el 10% de la capacidad de campo calculada en cada uno de los reactores, siendo esta aproximadamente 25mL de agua cruda. Finalmente, se dejaron en contacto directo con el suelo contaminado por un tiempo de 24 horas con el fin de asegurar la adherencia de las NPsTiO_2 a las moléculas del diésel de manera superficial, como se evidencia en la figura 20 y así garantizar un arrastre del diesel.

En la tabla 11 se presentan las diferentes concentraciones de NPsTiO_2 a utilizar en cada una de las zonas establecidas y su respectiva presión ejecutada durante el flushing (ítem 5.3.3)

Tabla 11. Parámetros de concentración de NPSTiO₂ y presiones de lavado.

# ZONAS	CONCENTRACIÓN [PPM]	PRESIÓN [PSI]
ZONA 1	100	30 (Baja)
	300	
	500	45 (Alta)
ZONA 2	100	30 (Baja)
	300	45 (Alta)
	500	
ZONA 3	100	30 (Baja)
	300	45 (Alta)
	500	

Fuente: Autores.

Para finalizar se realizaron nuevamente las mediciones de los parámetros fisicoquímicos pH y conductividad para así poder analizar las variaciones obtenidas en cada una de las pruebas.

Figura 20. Aplicación de NPSTiO₂ al suelo.



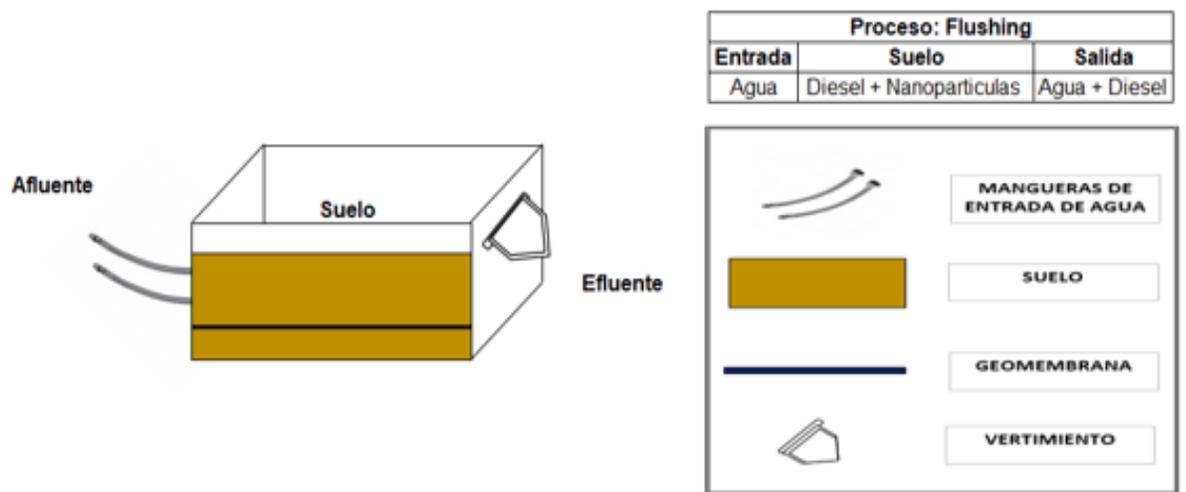
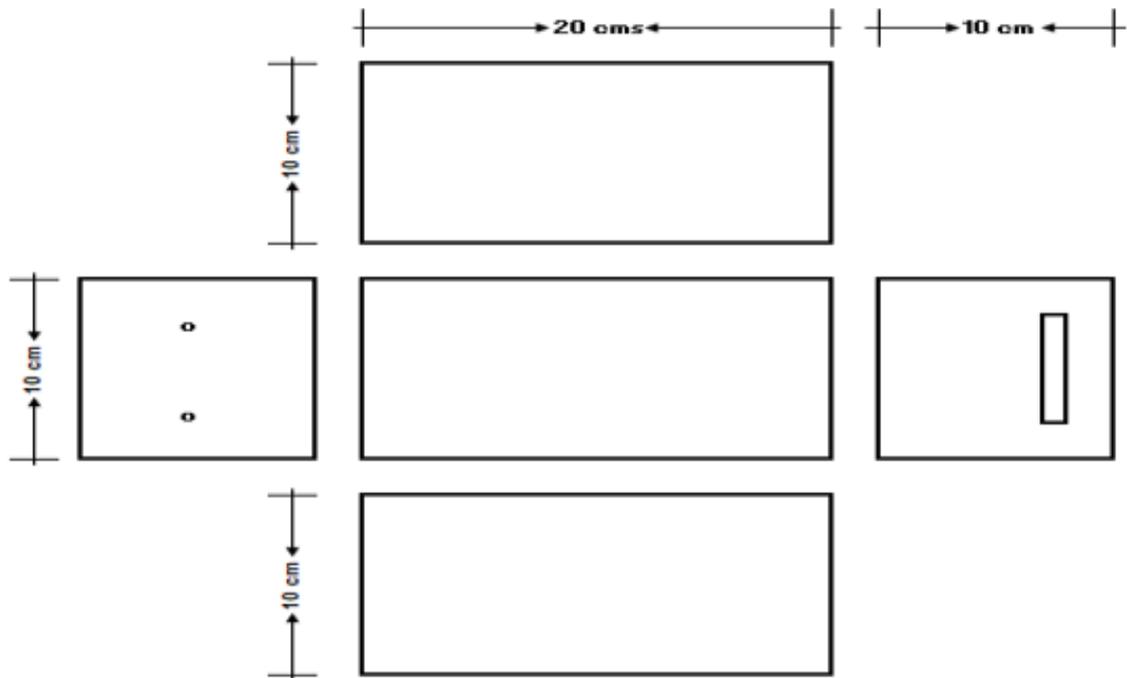
Fuente: Autores

3.3.3 Realización de la técnica flushing a diferentes presiones

Para la técnica de Flushing se realizaron lavados de agua corriente suministrada por una bomba-compresor (Karson 1.5HP) a presión baja (30psi) con un caudal de 3.88 mL/s y a presión alta (45psi) con un caudal de 4.95 mL/s. Estos dos lavados se realizaron en cada uno de los reactores donde fue simulado el derrame de diésel y agregadas las NPsTiO_2 . El flushing se realizó con un total de 800mL de agua, donde se generaron lixiviados con la cuales se ejecutó la prueba de grasas y aceites para cada una de las zonas.

En la figura 21 se presenta el diseño de la vista superior y vista lateral del reactor a escala de laboratorio, el cual tuvo unas medidas de 20x10x10. Se inició con una primera capa de 300g de suelo, la cual se cubrió con una geomembrana que tuvo como principal objetivo retener el agua al momento de realizar los lavados. Finalmente, se agregó una segunda capa de 600g de suelo. Su afluente se conformó por dos mangueras de 25cm las cuales permitían la entrada del agua para el lavado del suelo y su efluente lo conformaron pequeños orificios por los cuales se generaba la evacuación del agua. Es importante tener en cuenta que el reactor estuvo tapado posterior a la simulación del derrame con diésel para evitar su volatilidad y solo se destapó al momento de realizar los lavados y secados al suelo.

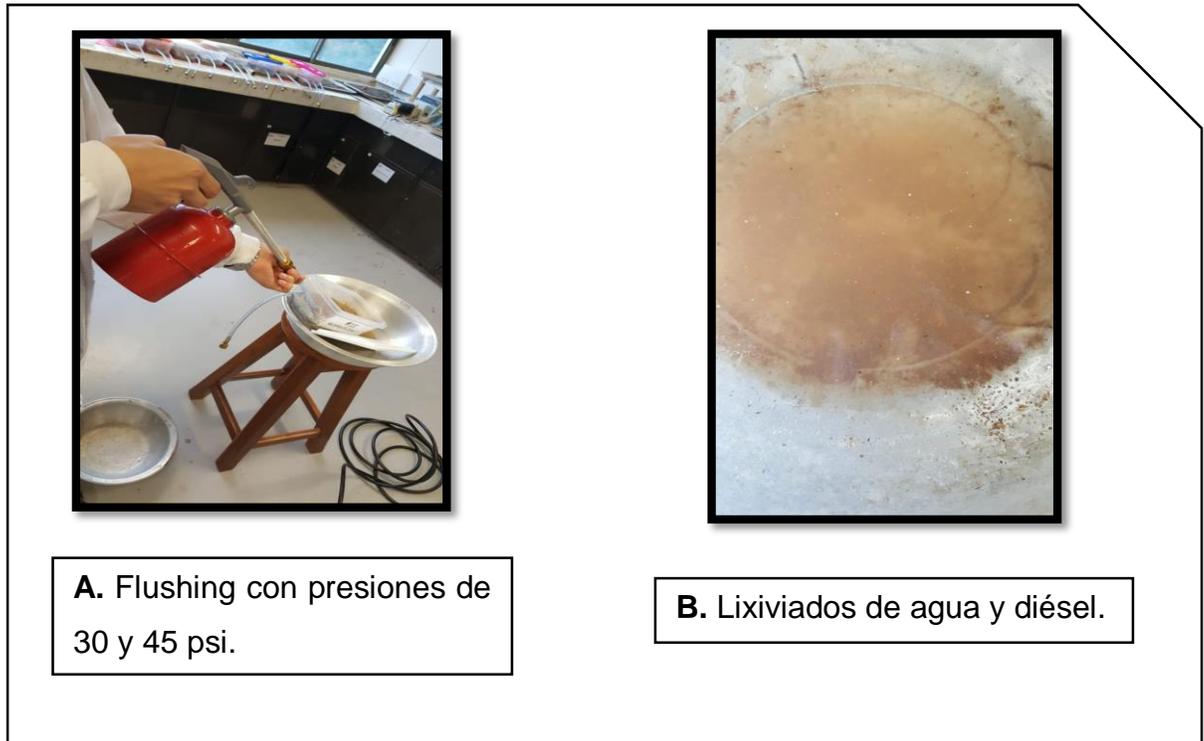
Figura 21. Diseño del reactor a escala de laboratorio (Vista superior y lateral)



Fuente: Autores

En la figura 22 se puede evidenciar el proceso de flushing con el objetivo de obtener el lixiviado de agua con diésel.

Figura 22. Flushing



Fuente: Autores

3.3.4 Evaluación por la técnica de grasas y aceites para preseleccionar las muestras con mayor porcentaje de eficiencia.

La prueba de grasas y aceites se ejecutó con el fin de preseleccionar los parámetros de concentración y presión que generaron el mayor porcentaje de eficiencia en la remoción de diésel. Posteriormente se les realizó la prueba de TPH (ítem 3.3.5) para determinar la cantidad de hidrocarburos presentes y removidos del suelo mediante la aplicación de NPsTiO_2 .

La determinación del porcentaje de eficiencia de la remoción de diésel inició registrando el peso inicial de los vasos precipitados de vidrio para los respectivos cálculos. Seguidamente se comienza la extracción de grasa con solvente, se

agregaron 20 mL de lixiviado procedente del flushing combinado con 15mL de éter de petróleo y se dejó en reposo 10 minutos para que se separara la fase acuosa de la fase orgánica.

Posteriormente se pasó la mezcla por un embudo de decantación y al final de cada proceso se filtró, este procedimiento se repitió 2 veces. Durante cada sucesión se agregaron 0.5mL de alcohol isopropílico para que la grasa de la muestra se formara más rápido. Después, se dejaron las muestras en reposo durante 72 horas para que el éter se volatilizara completamente y así obtener el peso final. Por último, se evaluaron las diferencias de peso de los vasos precipitados iniciales y finales con los cuales se realizaron los respectivos cálculos. Adicionalmente, se realizó el método de extrapolación con el propósito de identificar la cantidad exacta de grasa y aceites retenida en el lixiviado.

Para calcular la remoción del diésel por la técnica de grasas y aceites, se identificó el porcentaje de grasa y aceite que componen las diferentes muestras. Para el cálculo se utilizó la ecuación 5.

En la figura 23 se demuestra la prueba de grasas y aceites por medio del lixiviado obtenido en el flushing.

^[24] **Ecuación 5.** Determinación de grasas y aceites removida.

$$\text{Grasas y aceites} \left(\frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \frac{(Pf - Pi)}{V} * 10^6$$

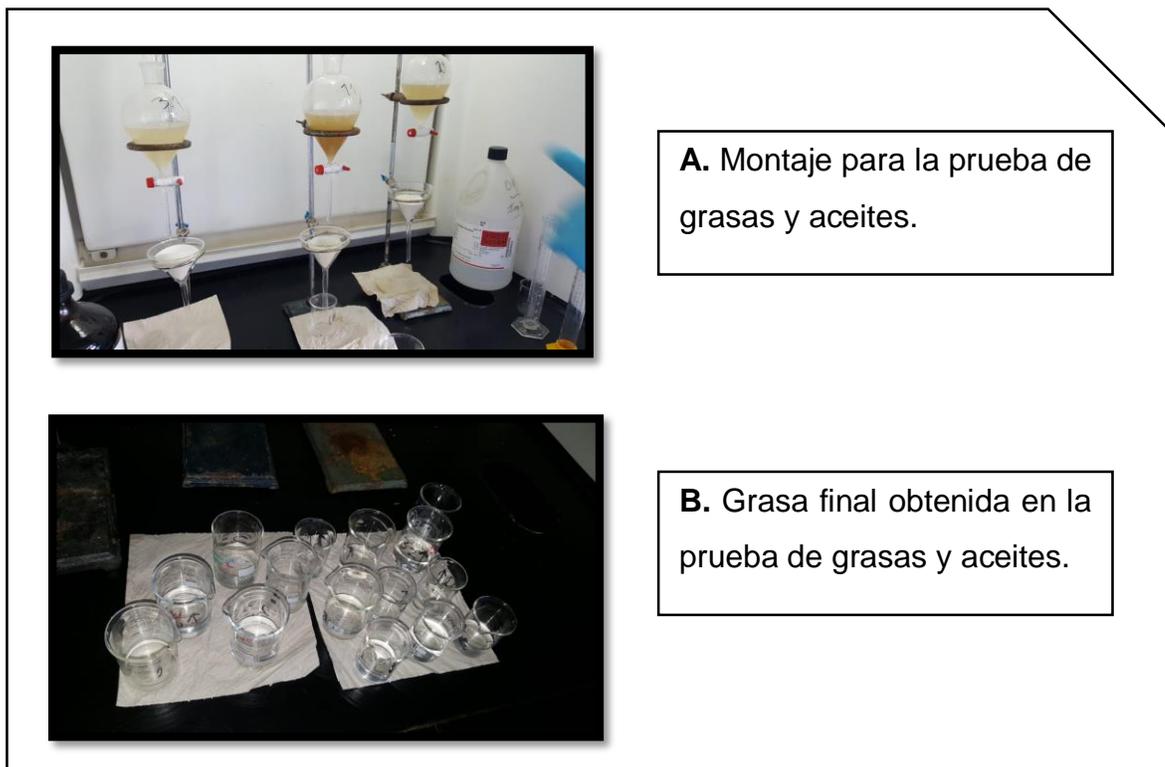
Donde:

Pf = Peso final del vaso de extracción (g)

Pi = Peso inicial del vaso de extracción (g)

V = Volumen de muestra (mL)

Figura 23. Prueba de grasas y aceites.



Fuente: Autores

3.3.5 Determinación de hidrocarburos totales de petróleo (TPH) con las muestras preseleccionadas en grasas y aceites.

La determinación de hidrocarburos totales de petróleo se llevó a cabo en el laboratorio PSL Pro Análisis, ubicado en Floridablanca, Santander. El laboratorio químico se encuentra inscrito en el sistema nacional ambiental (SINA) y acreditado por el IDEAM.

Se realizó la entrega al laboratorio químico de la muestra de suelo (100g) preservada en un recipiente de vidrio de boca ancha con 1mL de HCl como se observa en la figura 24. La muestra entregada fue la que obtuvo mayor porcentaje de eficiencia preseleccionada en la prueba de grasas y aceites. Igualmente, se entregó otra muestra (100g) únicamente contaminada con diésel y preservada de igual forma, correspondiente a la zona del suelo preseleccionada anteriormente con el fin de analizar la variación en las concentraciones de hidrocarburos

presentes en el suelo antes y después de aplicar el diésel y realizar el flushing.

Figura 24. Muestras para prueba TPH



Fuente: Autores

Estas dos muestras se sometieron a la prueba de TPH. Para la obtención de los resultados finales de remoción de diésel en el suelo se utilizó la ecuación 6

Ecuación 6. Determinación del porcentaje de remoción de diésel.

$$\% \text{ Remoción de diésel} = \frac{[Inicial \text{ diésel}] - [Final \text{ diésel}]}{[Inicial \text{ diésel}]} \times 100$$

Finalmente, se emplea la ecuación 7 para determinar la remoción de TPH total alcanzada por cada PPM de $NPSTiO_2$ adicionadas en los reactores.

Ecuación 7. Remoción de TPH por $NPSTiO_2$

$$K = \frac{[Inicial \text{ TPH}] - [Final \text{ TPH}]}{[NPSTiO_2]}$$

3.3.6 Determinación del porcentaje de titanio retenido en el suelo finalizado el flushing.

La determinación del porcentaje de titanio retenido en el suelo finalizado el flushing se realizó mediante la ejecución la prueba de absorción atómica. Esta prueba nos permite elaborar un análisis de la afectación que se puede generar en el suelo de acuerdo a la concentración de titanio que quede en este y asimismo poder establecer soluciones alternas para mitigar el impacto que puede ocasionarse.

La prueba se realizó en el laboratorio de servicios químicos y metalúrgicos ambientales de la Universidad Industrial de Santander (UIS), donde se entregó una muestra de suelo limpio (80g) en una bolsa plástica Ziploc, la cual fue conservada antes de simular el derrame y haber agregado las NPsTiO_2 . De igual manera fue realizada a otra muestra de suelo (80g) contaminada, con NPsTiO_2 y realizado el flushing.

Estas dos pruebas nos permiten calcular el porcentaje de remoción de titanio acumulado en el suelo proveniente de las NPsTiO_2 antes y después de haberlas adicionado. Para esto fue necesaria la ecuación 8 presentada a continuación.

Ecuación 8. Determinación del porcentaje final de NPsTiO_2

$$\% \text{ Remoción } \text{NPsTiO}_2 = \frac{[\text{Inicial } \text{NPsTiO}_2] - [\text{Final } \text{NPsTiO}_2]}{[\text{Inicial } \text{NPsTiO}_2]} \times 100$$

En la tabla 12 se presentan los diferentes métodos que se utilizaron para la realización de las pruebas mencionadas en el ítem 5.3.

Tabla 12. Pruebas realizadas al suelo.

PRUEBAS	METODO
Grasas y aceites	Método Gravimétrico
TPH (Hidrocarburos totales de petróleo)	NMX-AA-145-SCFI-2008 20/32 – ESTÁNDAR METHODS 5520 B, F ED.22
Absorción atómica	EPA 3050 B Digestión acida para sedimentos lodos y suelos. Estándar métodos SM 3111 B.

Fuente: Autores

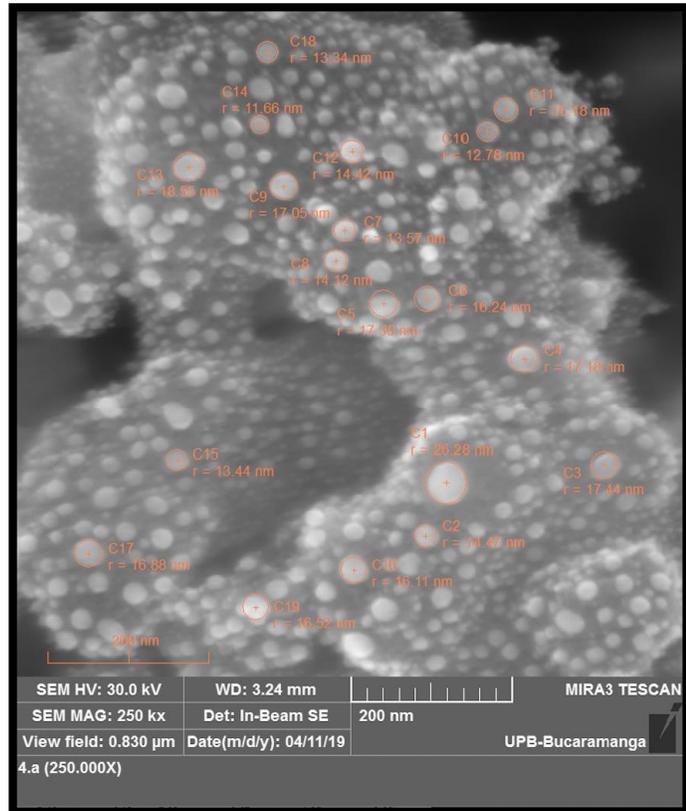
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Para la realización del proyecto “Eficiencia de remoción de diésel en la aplicación de nanopartículas de óxido de titanio en un suelo afectado por un derramen simulado” fue necesario realizar la correspondiente caracterización inicial del suelo, la cual permitió observar las variaciones que tuvieron los parámetros objeto de estudio al momento de contaminar el suelo con diésel y posterior a realizar la técnica de descontaminación flushing. Adicionalmente se llevó el control de las variaciones de los parámetros del suelo a lo largo del proyecto, lo cual permitió realizar un análisis detallado del proceso de aplicación de las nanopartículas para así poder evaluar su eficiencia en la remoción de diésel en el suelo.

4.1 Caracterización elemental y distribución de tamaño SEM

La caracterización de las nanopartículas de óxido de titanio se realizó en el microscopio electrónico de barrido, donde permitió determinar las diferentes características físicas como las formas y tamaños que puedan presentar las NPs. La mayoría de NPs presenta una forma semiesférica a un aumento de 250 Kx con un voltaje de aceleración de 30 Kv y un tamaño promedio de sus aglomeraciones de 19.56 nm como se observa en la figura 25.

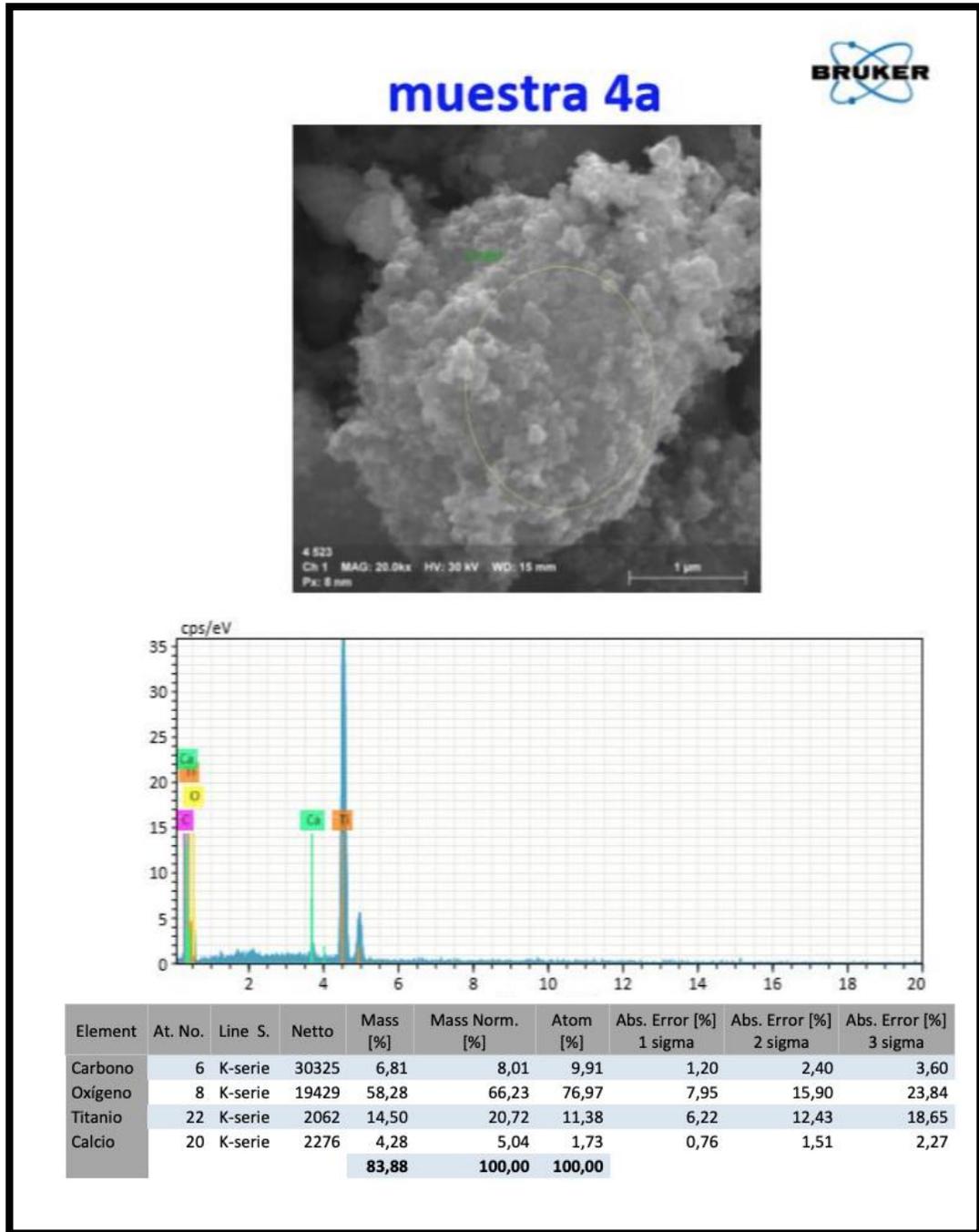
Figura 25. Micrografía de NPSTiO₂.



Fuente: Laboratorio nanociencia UPB

En las características químicas se presenta un porcentaje total de la composición sobre las nanoparticulas de óxido titanio, donde se observa en la figura 26 elementos como el carbón (8.01%), Calcio (5.04%), Oxigeno (66.23%) siendo el de mayor valor ya que las nanoparticulas están compuestas por un óxido, titanio (20.72%) donde se demuestra que las nanoparticulas si se encuentran conformadas con este elemento.

Figura 26. Composición de las NPSTiO2



Fuente: Laboratorio nanociencia UPB

4.2. Parámetros físico-químicos del suelo

4.2.1 Determinación de textura con el método de Bouyoucos.

Se utilizó el método de Bouyoucos para la determinación de la textura del suelo con los diferentes porcentajes de partículas de arena, arcilla y limo de la finca Bella – Bella. Donde estos resultados obtenidos se muestran en la figura 27.

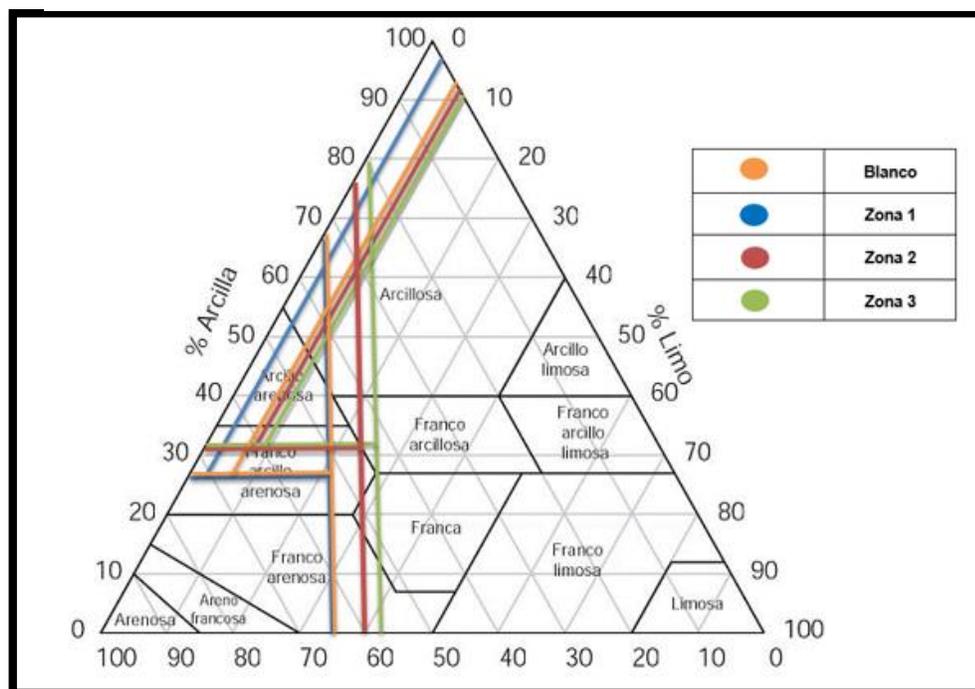
Figura 27. Resultados de textura del suelo.

Muestra	LECTURA A LOS 40 SEGUNDOS			LECTURA A LAS 2 HORAS			PORCENTAJES			Tipo de Suelo
	Hidrómetro	Termómetro	Hidrómetro corregido	Hidrómetro	Termómetro	Hidrómetro corregido	%Arena	% Arcilla	% Limo	
Zona 1.1	15	26	17,36	12	27	14,72	65,28	29,44	5,28	Franco Arcilloso Arenoso
Zona 1.2	14	26	16,36	10	27	12,72	67,28	24,44	7,28	
Zona 1.3	14	26	16,36	11	27	13,72	67,28	27,44	5,28	
Promedio	-	-	-	-	-	-	66,61	27,1	3,61	
Zona 2.1	19	25	21	13	28	16,08	58	32,16	9,84	Franco Arcilloso Arenoso
Zona 2.2	15	26	17,36	11	27	13,72	65,28	27,44	7,28	
Zona 2.3	20	23	21,28	15	25	17	57,44	34	8,56	
Promedio	-	-	-	-	-	-	60,24	31,2	8,56	
Zona 3.1	20	24	21,64	15	25	17	56,72	34	9,28	Franco Arcilloso Arenoso
Zona 3.2	20	23	21,28	15	25	17	57,44	34	8,56	
Zona 3.3	19	22	19,92	13	25	15	60,16	30	9,84	
Promedio	-	-	-	-	-	-	58,11	32,66	9,23	
Blanco 1	15	26	17,36	11	27	13,72	65,28	27,44	7,28	Franco Arcilloso Arenoso
Blanco 2	14	26	16,36	13	26	15,36	67,28	30,72	2	
Blanco 3	16	26	18,36	10	26	12,36	63,28	24,72	12	
Promedio	-	-	-	-	-	-	65,28	27,62	7,09	

Fuente: Autores

En base de los resultados anteriores y con ayuda del triángulo textural (USDA) (Figura 28), se obtuvo un tipo de suelo Franco Arcilloso Arenoso en las 3 diferentes zonas de muestreo, donde se presenta en la primera zona un resultado de arena del 66,61%, arcilla 27,10%, limo 3,61%. La segunda zona está conformada por un resultado de arena del 60,27%, arcilla 31,2%, limo 8,56% y por último la tercera zona con un porcentaje de arena del 58,11%, arcilla 32,66%, limo 9,23%. Este tipo de suelo presenta una permeabilidad baja, una baja retención de agua y una alta capacidad de infiltración producto del tamaño de los poros que presenta las arenas.

Figura 28. Triángulo para la determinación de textura en el suelo.



Fuente: Autores

4.2.2 Capacidad de campo

En el proceso de determinación de la capacidad de campo se establecieron las diferencias de pesos del suelo húmedo y suelo seco en base de la ecuación 4, para así obtener los resultados por medio de un triplicado como se presenta en la tabla 13.

Tabla 13. Registro de pesos para cálculos de capacidad de campo

Muestra	Peso del recipiente (g)	Peso del suelo agregado (g)	Peso del recipiente + suelo (g)	Peso del recipiente + suelo húmedo (g)	Peso del suelo después del horno (g)
A	66	500	566	772,2	445,2
B	56,9	500	556,9	761,6	448,5
C	57,2	500	557,2	762,1	445,8

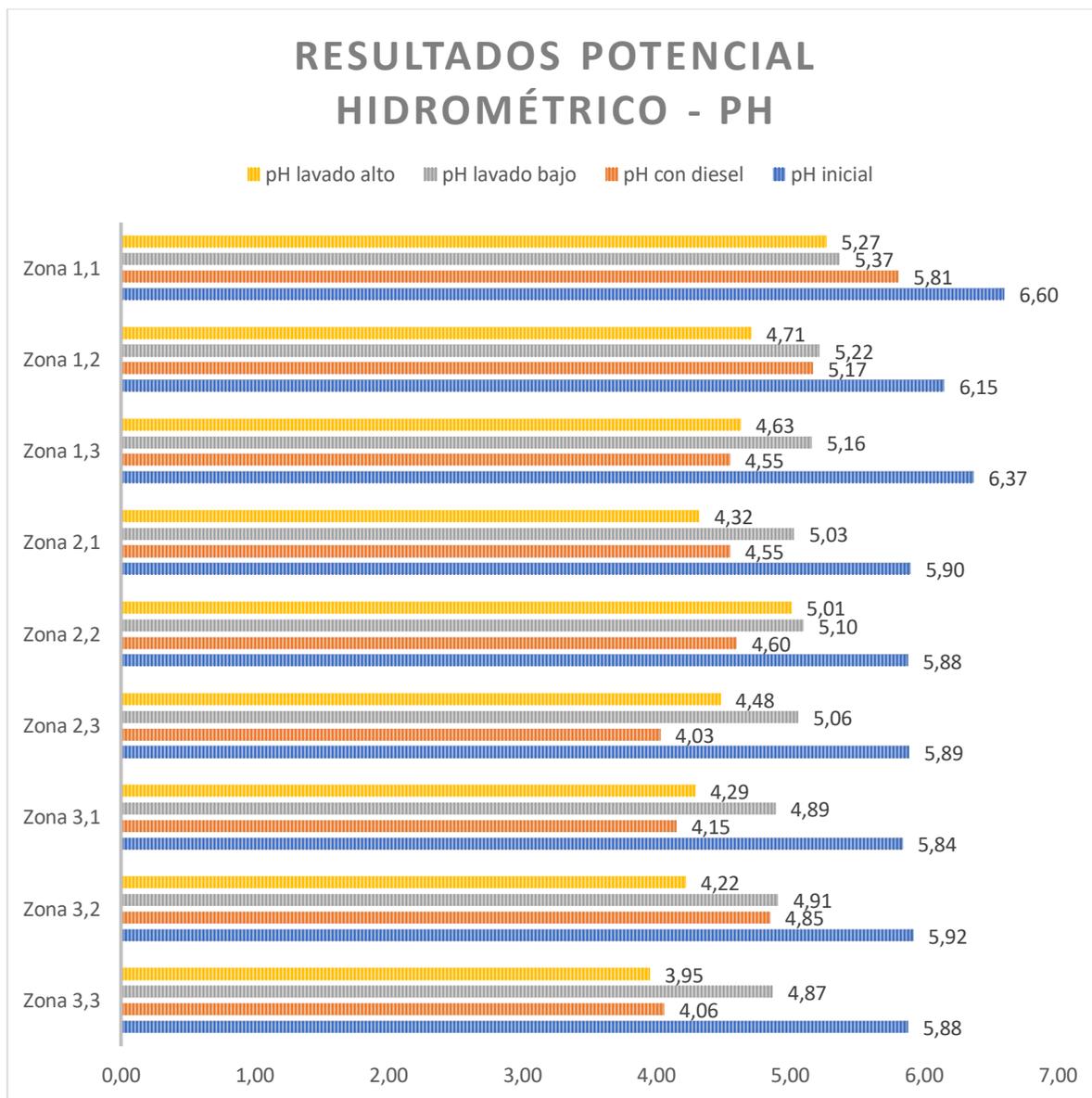
Fuente: Autores

Se obtuvo un porcentaje de capacidad de campo con un promedio de 35.14%, donde indicó que, por cada 100 gramos de suelo seco, puede retener 35 mL de agua antes de llegar a su saturación, esto indica que tiene una baja retención de agua debido a la alta cantidad de arena que posee. Igualmente, el resultado se relaciona con la textura donde se comporta como un suelo franco arcilloso en base al anexo 1, aun así, se genera diferencias con el tipo de suelo obtenido en la prueba de textura, debido a la presencia de errores durante la realización de los pesos del suelo, generando un cambio en la influencia del porcentaje de capacidad de campo calculado en esta prueba.

4.2.3 Potencial Hidrométrico – pH

Los resultados de pH se determinaron por medio del método de la norma técnica colombiana 5264 con una solución suelo y agua. En la figura 29 se pueden observar los diferentes resultados obtenidos de pH inicial en las diferentes zonas del suelo. Igualmente, se logran analizar los cambios que se presentan respecto a este parámetro al momento de contaminar el suelo con diésel. Igualmente se presentan los resultados de pH posterior a los lavados establecidos en la metodología.

Figura 29. Resultados de pH del suelo inicial, suelo con diésel, con lavado alto y bajo



Fuente: Autores

Según el registro de datos obtenidos de la figura 29 y basados en la tabla 3 se logra determinar que los resultados iniciales de pH obtenidos en la mayoría de las zonas estudiadas tienden a ser ácidos, a diferencia de las primeras zonas (1.1-1.2-1.3) en las cuales se evidencia un pH cercano a la neutralidad. [25] Un suelo con un pH ácido tiene grandes probabilidades de que gran parte de su almacenamiento de nutrientes esté ocupada por iones de hidrógeno que no tienen

utilidad nutritiva para la planta, evitando el desarrollo adecuado de los cultivos e impidiendo la retención de los nutrientes esenciales tales como calcio, magnesio, sodio o potasio.

Posteriormente al agregar el diésel se genera una disminución considerable del pH, puesto que en la composición de este hidrocarburo se encuentran aditivos como el etanol, el cual genera una acidificación del suelo y por ende una disminución en su pH clasificando cada una de las zonas en muy ácidas (valores menores a 5.5)

Después de realizar los diferentes lavados con sus respectivas presiones, los valores de pH se mantuvieron en una clasificación de muy ácidos. Estos resultados se deben al arrastre y a la acumulación del diésel que queda concentrado en el suelo posterior a los lavados. Cabe resaltar que, aunque el comportamiento del suelo después a los lavados sigue siendo muy ácido, se evidencia un ligero aumento en este a comparación del pH del suelo recién contaminado. Finalmente se tiene en cuenta que al realizarse el lavado a una presión baja (30 psi) los valores de pH aumentan más que al realizar el lavado a presión alta (45psi), posiblemente esto se deba a que la presión ejercida genera un mejor arrastre del hidrocarburo en cada una de las zonas.

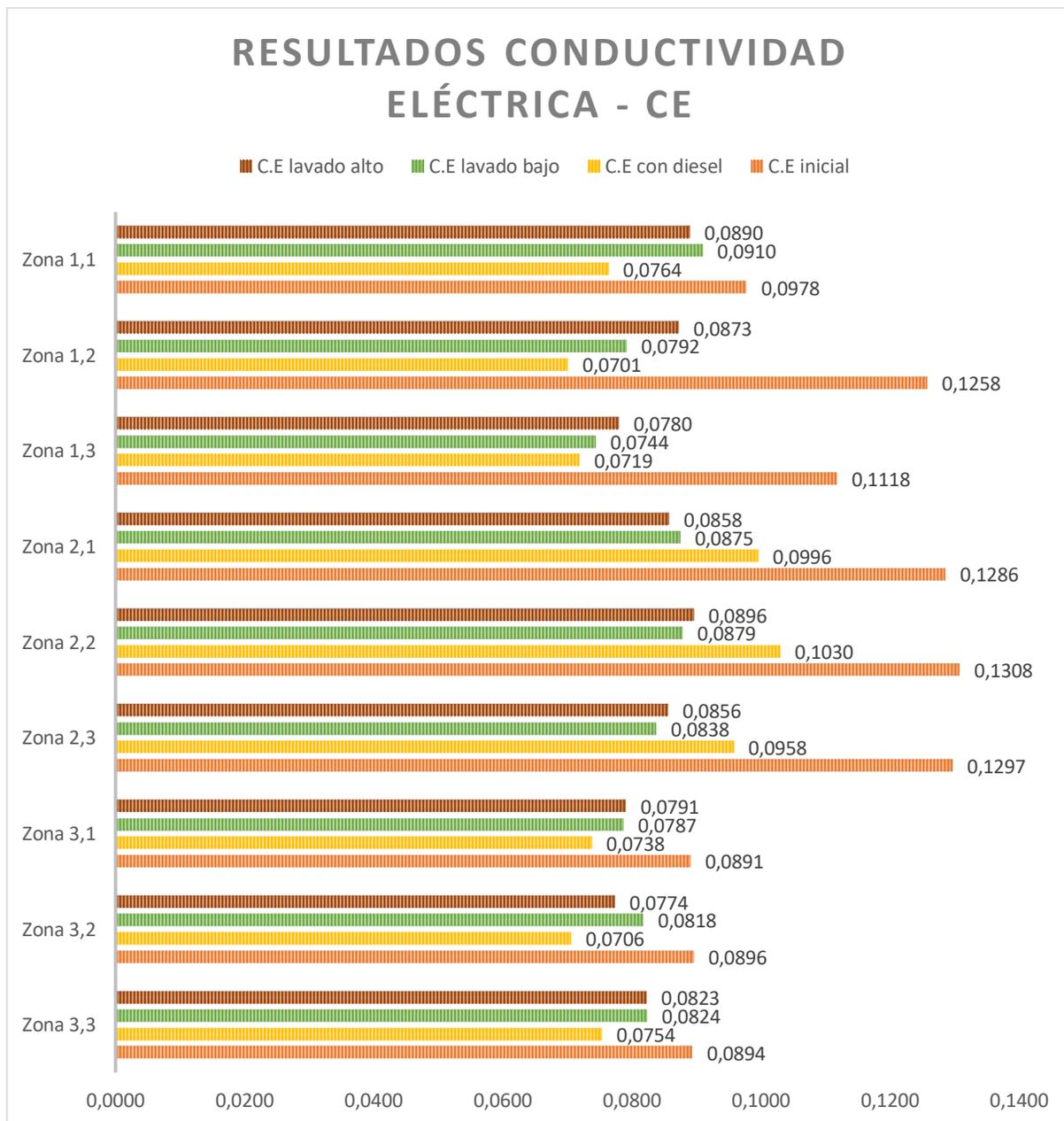
Al tratarse de un suelo franco arcilloso arenoso, este no puede ser fácilmente modificable en cuanto a su potencial de hidrogeno, lo cual no es muy viable para la nutrición de la planta pues no se puede aumentar la cantidad de nutrientes presentes en las zonas de cultivo ^[26].

Sin embargo, el tipo de cultivo que se da en estas zonas no se ve afectado por el pH ácido del suelo, ya que por el contrario se generan sin dificultad ni problemática alguna según los observado en la visita de campo.

4.2.4 Conductividad eléctrica

Los resultados de conductividad eléctrica se lograron determinar mediante la norma técnica colombiana 5596 en una solución de suelo y agua. En la figura 30 se registraron los resultados obtenidos de conductividad eléctrica inicial en las diferentes zonas del suelo. De la misma manera se observan las variaciones que se presentan respecto a este parámetro al momento de contaminar el suelo con diésel. Finalmente, se muestra el desenlace de los resultados posteriores a los lavados establecidos en la metodología.

Figura 30. Resultados conductividad eléctrica del suelo inicial, suelo con diésel, con lavado alto y bajo.



Fuente: Autores

Inicialmente las diferentes zonas del suelo presentan una conductividad inferior a los 0,98 dS/m indicando que la clasificación del suelo basada en la tabla 4 corresponde a no salino, es decir, posee una baja cantidad de aniones o cationes.

Esta clasificación nos permite afirmar que el suelo se encuentra en un rango de conductividad completamente aceptable para que este desarrolle sus funciones de manera adecuada. La baja conductividad inicial en las diferentes zonas del suelo se debe a que no se utilizan ningún tipo de fertilizantes inorgánicos, plaguicidas o herbicidas en la gran variedad de cultivos presentes en la zona, por consiguiente, no ocurre una alteración en la composición de sales del suelo.

En la figura 30 se observa que los reactores correspondientes a la zona 2 son los que presentan los valores más elevados de conductividad eléctrica, seguidos de los reactores de la zona 1, sin embargo, las variaciones presentadas dentro de estos en las diferentes etapas del proyecto son mínimas, manteniendo la clasificación de todas las zonas del suelo como no salino.

Al momento de agregar el diésel a cada de unos los reactores, se nota una ligera disminución en la conductividad eléctrica en absolutamente todas las zonas del suelo. Esta disminución es debida a la ausencia de sales y bases fuertes en la composición del diésel, lo cual implica que al entrar en contacto con el suelo va a reducir la concentración presente de sales en este, generando así la disminución de la conductividad eléctrica.

Finalmente, al realizar los lavados con sus respectivas presiones se logra percibir un leve aumento en la conductividad eléctrica, ^[27] el cual es generado por la presencia de iones tales como cloruros, nitratos o nitritos, entre otros, pertenecientes al agua cruda con la cual fue realizado el flushing. La acumulación de estos iones genera sales (NaCl, KCl) las cual quedan almacenadas una vez que el agua entra en contacto con el suelo, siendo esta la razón principal del ligero aumento de la conductividad eléctrica.

Se tiene en cuenta que en cada uno de los reactores de la zona 2, no se presenta el ligero aumento de la conductividad eléctrica después de los lavados a diferencia de la zona 1 y la zona 3. Este resultado posiblemente se debe a que no hubo una acumulación considerable de iones a comparación de los otros reactores, lo cual no permitió el aumento de la conductividad eléctrica.

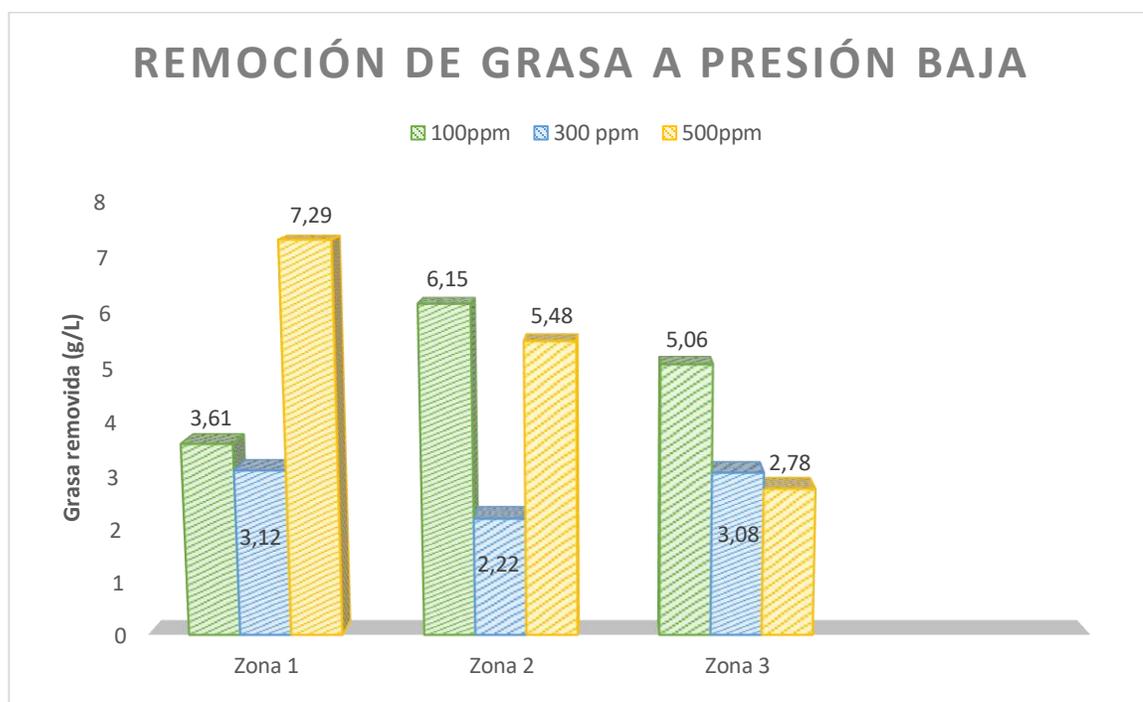
4.3 Pruebas de laboratorio para determinar la eficiencia de remoción de diésel en la aplicación de NPsTiO_2

La preselección de la mejor muestra para llevar a cabo las pruebas finales de TPH y absorción atómica, se realizó en base de la metodóloga de grasas y aceites por medio del lixiviado producido en la técnica de flushing con presión alta y baja.

4.3.1 Grasas y aceites

En la prueba se ejecutó la extracción de la grasa por medio del método gravimétrico, con el objetivo de determinar cual muestra obtuvo un mayor arrastre de grasas y aceites según la ecuación 4 al realizar el flushing. En la figura 31 se presenta los resultados obtenidos en relación a las presiones sometidas.

Figura 31. Resultados remoción de grasa a presión baja

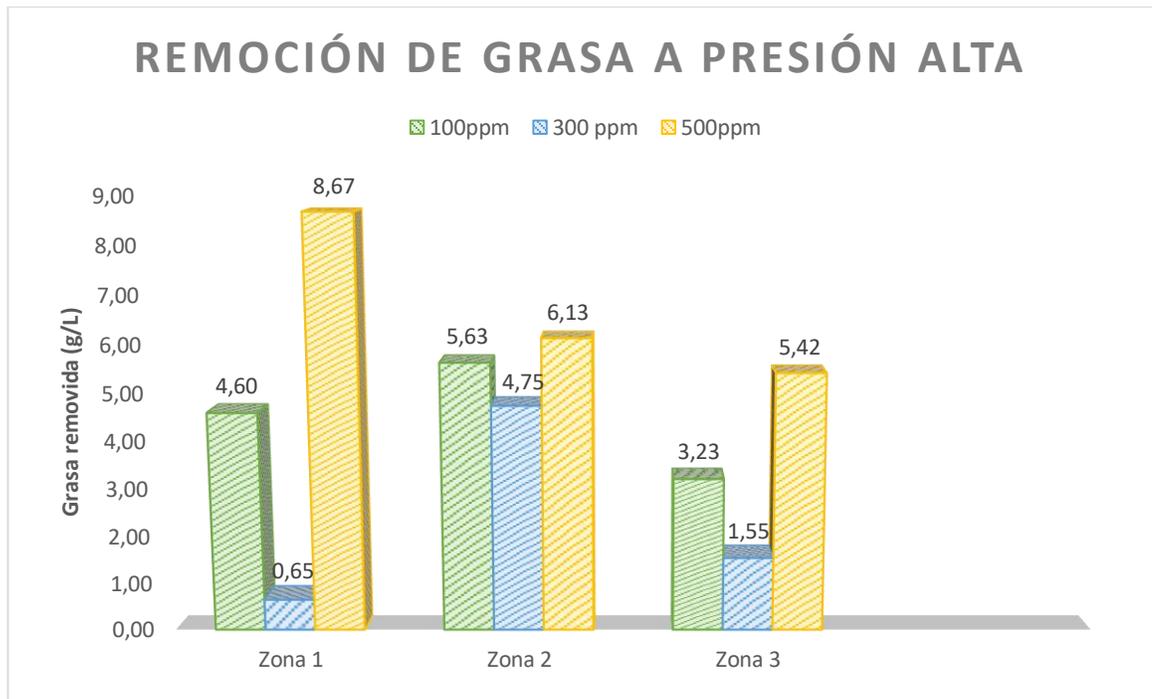


Fuente: Autores

En la figura 31 se observa que el mayor valor de grasas y aceites removidas por presiones bajas (30 psi) con un caudal de 3.88 mL/s lo obtuvo la zona 1.3 con un

valor de 7,29 g/L a una concentración de 500 ppm, siendo el más destacado en esta presión.

Figura 32. Resultados remoción de grasa a presión alta.



Fuente: Autores

Aun así, en la figura 32 se evidencia que el arrastre generado por la presión baja no supera la máxima remoción producida por la presión alta (45 psi) con un caudal correspondiente de 4.95 mL/s, la cual se obtuvo en la zona 1.3 con un valor de grasas y aceites removido correspondiente a 8.67 g/L y con una concentración de 500 ppm. El resultado logrado se debe al manejo de un flujo alto, el cual permite que el diésel tuviera un mejor arrastre al momento de realizar el flushing y así obtener una mayor cantidad de grasas en el lixiviado final. Adicionalmente las muestras con mayor porcentaje de remoción de grasa en cada uno de los respectivos lavados, corresponden a los reactores con mayor concentración de NPsTiO_2 (500ppm) las cuales al momento de ser funcionalizadas crearon un campo anfifílico, el cual permitió un mejor arrastre del diésel con el agua. Finalmente, se determinó que la zona 1.3 a presión alta fue la que obtuvo mayor

remoción de grasas y aceites, de tal manera se preseleccionó como la mejor muestra para ser llevada a las pruebas de TPH y absorción atómica.

4.3.2 Hidrocarburos totales de petróleo – TPH

La prueba de TPH se realizó aplicando el método mencionado en la tabla 11 con el fin de determinar la concentración hidrocarburos en una muestra de suelo contaminado con diésel y en una muestra de suelo contaminada y sometida al flushing. En la tabla 14 se demuestran las concentraciones finales resultantes, las cuales nos permitieron determinar la remoción total de diésel en un suelo con NPsTiO₂.

Tabla 14. Resultados de TPH

MUESTRA	CONCENTRACIÓN (mg/Kg)	% REMOCIÓN DIÉSEL	K (PPM TPH/ PPM NPsTiO ₂)
Zona 1.3 Contaminada [Inicial]	44324	22.40	19.86
Zona 1.3 posterior al flushing [Final]	34396		

Fuente: Autores

Los resultados de TPH obtenidos en el laboratorio PSL Pro Análisis de la zona 1.3 la cual fue preseleccionada anteriormente en la prueba de grasas y aceites, con una concentración de 500 ppm de NPsTiO₂, una presión de lavado de 45 psi y con un caudal de 4.95 mL/ s. Presentó un porcentaje de remoción de 22.40%.

Este resultado se generó por la mayor concentración de NPsTiO₂ que se manejó durante el proyecto. Adicionalmente, se demostró que al funcionalizarla con ácido oleico se permite un mejor arrastre de las moléculas del diésel, debido al campo anfílico creado en las NPs. El resultado obtenido se considera positivo al tratarse

de una prueba a escala de laboratorio y cumpliendo las expectativas del proyecto respecto a la remoción empleando NPsTiO_2 .

Empleando la ecuación 6 se obtuvo un resultado el cual hace referencia a que por cada PPM de NPsTiO_2 , se remueven 19.86 de PPM de TPH. Logrando una buena remoción con la mayor concentración de NPsTiO_2 (500ppm) utilizada.

Con relación al pH en la zona 1.3, se demuestra que es la propiedad más afectada por el diésel, generando una acidificación del suelo. Asimismo, se justifica que la técnica de flushing aplicando NPsTiO_2 es efectiva para la remoción de diésel, ya que se observa un aumento de pH en los resultados posteriores al flushing.

4.3.3 Absorción atómica

La muestra se sometió a una digestión ácida con fluoruro de hidrógeno, en base a la descripción de la norma EPA 3050B, con el objetivo de determinar las concentraciones de titanio que se encuentran en las muestras iniciales y finales, por medio del espectrofotómetro de absorción atómica con llama. En la tabla 15 se presenta las concentraciones finales obtenidas.

Tabla 15. Resultados absorción atómica

MUESTRA	CONCENTRACIÓN Ti (Mg/Kg)	% REMOCIÓN NPsTiO_2
Zona 1.3 con NpsTiO_2 [Inicial]	43,30	7,36
Zona 1.3 Posterior al flushing [Final]	40,11	

Fuente: Autores

Se determinó que el reactor 1.3 obtuvo un porcentaje de remoción de NPsTiO_2 de 7.36 empleando un caudal de 4.95 mL/s en el flushing. El porcentaje de remoción obtenido es bajo debido a que se maneja un caudal alto, ocasionando un arrastre del suelo y produciendo pérdidas considerables, lo cual conlleva a una reducción del porcentaje de remoción ^[28].

5. CONCLUSIONES

- ✓ La técnica de flushing y la aplicación de NPsTiO_2 permitieron una remoción de diésel en el suelo afectado por un derrame simulado, en la zona 1.3 con presión alta, logrando un porcentaje de TPH, dando entender que la técnica a escala de laboratorio obtiene un resultado aceptable para la descontaminación de suelos con diésel.
- ✓ Las NPsTiO_2 presentaron un promedio de diámetro de 19,56nm a un aumento de 250Kx, demostrando que el tamaño se encuentra dentro del rango de escala nanométrica. Igualmente, se demostró que las NPsTiO_2 están compuestas químicamente en su mayoría por titanio y oxígeno.
- ✓ El grupo carboxílico utilizado en la funcionalización permitió crear un campo anfifílico de las nanopartículas, el cual generó un mayor arrastre de moléculas de diésel al momento de realizar el flushing.
- ✓ La generación de NPsTiO_2 , empleando la síntesis verde, obtuvo buenos resultados, debido a que se produjo una cantidad óptima de NPs por cada proceso de síntesis elaborado durante el proyecto.
- ✓ La contaminación del suelo por el diésel produce cambios significativos en las propiedades fisicoquímicas, alterando su condición natural, principalmente en el pH. No se obtuvieron cambios considerables sobre la conductividad eléctrica del suelo al contaminarlo con este hidrocarburo.
- ✓ La prueba de absorción atómica permitió analizar la remoción de titanio en el suelo posterior al flushing. Se obtuvo un porcentaje de remoción de 7,36, indicando una gran concentración de titanio retenida en el suelo que puede afectar directamente las características fisicoquímicas.

6. RECOMENDACIONES

- ✓ Se podría lograr mejores resultados en el porcentaje de remoción, variando el volumen de agua utilizado en los lavados y las dimensiones de los reactores, debido que entre mayor sea el reactor, menor será el arrastre que genera el lavado, es decir es un factor inversamente proporcional.
- ✓ Es necesario realizar un buen mantenimiento a los equipos de laboratorio para prevenir toma de datos erróneos en los diferentes procedimientos.
- ✓ Se sugiere emplear grupos carboxílicos diferentes al ácido oleico para la funcionalización de las NPsTiO_2 , con el fin de aumentar la posibilidad de obtener porcentajes de remoción más altos.
- ✓ Se recomienda proponer una técnica para la recuperación total de las NPsTiO_2 que quedan retenidas en el suelo después de realizar los diferentes lavados.
- ✓ Se propone la investigación de otros tipos de metales para realizar la síntesis de NPs y la remoción de hidrocarburos, con el objetivo de aumentar la remoción lograda sin causar daños al medio ambiente.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] DURAN, Artigas. Composición del suelo. 2 ed. Montevideo: Facultad de agronomía universidad de la república, 2004.
- [2] FAO. Textura del suelo [En línea]. Revisado 12 de Abril del 2019, Disponible en internet: http://www.fao.org/tempref/FI/CDrom/FAO_Training/FAO_Training/General/x6706s/x6706s06.htm.
- [3] PETILLO, García. Metodología para determinar los parámetros hídricos de un suelo a campo [Tesís]. Montevideo, Noviembre de 2012.
- [4] MUSKUS, Angélica & QUINTERO, Claudia. Manual de Laboratorio caracterización de suelos.: Bucaramanga, División de publicaciones UIS, 2016.ISBN 978-958-8506-89-0.
- [5] ORTIZ, Irene& SANZ, Juana& DORADO, Miriam&VILLAR, Susana. Técnicas de recuperación de suelos contaminados. Madrid: Informe de vigilancia tecnológica, 2007. 35p- M-5.839-2007.
- [6] GEOTECNICA 2000. Lavado de suelos in situ. Tres Cantos- Madrid, Marzo 2015.
- [7] ATSDR. Resúmenes de salud pública - Hidrocarburos totales de petróleo. [En línea], 2013 [Revisado 04 de Abril de 2019]. Disponible en internet: https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs123.html.
- [8] CASTRO, Rocha. Espectrometría de absorción atómica. México: Facultad de ciencias químicas,2000. 4p.
- [9] NANOVA. Que es la nanotecnología [En línea] 22 de Marzo del 2018 [Revisado 04 de Abril de 2019]. Disponible en internet: <https://nanova.org/que-es-la-nanotecnologia/>.
- [10] CORNEJO, Laureano. Nuevas tecnologías y materiales. La revolución nanotecnológica en los nuevos materiales [En línea], 26 de diciembre del 2015 [Revisado 06 de junio 2018]. Disponible en internet: <http://nuevatecnologiasymateriales.com/la-revolucion-nanotecnologica-en-los-nuevos-materiales/>.
- [11] PAUCAR, Rojana & ANTONIO, marco. Estudios sobre la aplicación de nanopartículas para mejorar la recuperación de hidrocarburos [En línea], 03 de

enero del 2017 [Revisado 06 de junio 2019], Disponible en internet: <https://goo.gl/MciheA>.

- [12] ROSAS, Nelly & GUERRERO, Victor. Síntesis y caracterización de nanopartículas de dióxido de titanio obtenido por el método de Sol-Gel. [En línea] Septiembre del 2015 [Revisado 05 de Abril de 2018], Disponible en internet: <https://www.revistapolitecnica.epn.edu.ec/images/revista/volumen36/tomo3/SintesisyCaracterizaciondeNanoparticulasdeDioxidodeTitanio.pdf>.

- [13] MATERFAD. Campos específicos de nanopartículas de óxido de titanio [En línea] 2013 [Revisado 29 de mayo 2019]. Disponible en internet: <http://es.materfad.com/material/228/oxido-de-titanio>.

- [14] ISTAS. La Química verde [En línea], 15 de junio del 2017 [Revisado 10 de junio 2018]. Disponible en internet: <https://goo.gl/C8hYhq>.

- [15] MONCLOU, Samuel. Síntesis de nanopartículas de TiO₂ por química verde asistido por ultrasonido [Diapositivas de Power Point], 2017 [Revisado 06 de junio 2018].

- [16] MUNAR, Natalia. Cymbopogon Citratus – Limonaria. [En línea] 30 de marzo de 2014 [Revisado 27 de mayo 2019], Disponible en internet: <https://prezi.com/s20vtuvv62f9/cymbopogon-citratus-limonaria/>.

- [17] RYMAN. Aromaterapia: Enciclopedia de las plantas aromáticas y de sus aceites esenciales. Barcelona: Editorial Kairós, 1995. 139-140p.

- [18] BROWN, William. Citral – compuesto químico. [En línea] 2012 [Revisado 27 de mayo 2019], Disponible en internet: <https://www.britannica.com/science/citral>

- [19] ACEITE LAS VALDESAS. Ácido oleico [En línea] 2015 [Revisado 28 de mayo de 2019]. Disponible en internet: <https://www.aceitedelasvaldesas.com/faq/propiedades-composicion-aceite-oliva/acido-oleico/>

-[20] PENA, Celia. Síntesis, caracterización y funcionalización de nanopartículas magnéticas para la detección de patógenos [En línea] 2016 [Revisado 28 de mayo de 2019]. Disponible en internet: https://ruc.udc.es/dspace/bitstream/handle/2183/17457/PenaBonhome_Celia_TFG_2016.pdf?sequence=2.

- [21] INTEK. Microscopia electrónica de barrido. [En línea] 2014 [Revisado 28 de mayo de 2019]. Disponible en internet: <http://intekgroup.com.co/microscopia/microscopio-electronico-de-barrido/>

- [22] LOZANO, Viviana & MORALES, Alfonsina & YAÑEZ, María. Principios y práctica de la microscopía electrónica. 1 ed: Bahía blanca, 2014. ISBN 978-987-43-4752-7.

- [23] MEDINA, Miguel & GALVÁN, Luis & REYES, Rosa. Las nanopartículas y el medio ambiente [Nota Técnica]. Universidad Simón Bolívar, Marzo de 2015.

- [24] KOPYTKO, María. Manual de prácticas de laboratorio de Química Ambiental II.4 ed. Bucaramanga: División de publicaciones UIS, 2017. 61-63p. ISBN 978-958-8506-94-4.

- [25] GESMONTES. Que es el pH del Suelo y Cómo afecta al Desarrollo de la Planta. [En línea], 15 de noviembre de 2018 [Revisado 27 de marzo 2019]. Disponible en internet:

- [26] SIERRA, Carlos. PH del suelo: Un actor relevante en el proceso productivo. Campo [En línea], 02 de mayo de 2018 [Revisado 27 de marzo 2019]. Disponible en internet: <http://www.elmercurio.com/Campo/Noticias/Analisis/2016/02/11/PH-del-suelo-Un-actor-relevante-en-el-proceso-productivo.aspx>.

- [27] GUERRA, Ronald. Sales minerales que contiene el agua potable [En línea], 13 de Julio de 2013 [Revisado 17 de mayo 2019]. Disponible en internet: <https://es.scribd.com/doc/98937702/Cuales-Son-Las-Sales-Minerales-Que-Contiene-El-Agua-Potable>

- [28] HERNÁNDEZ, Steven & SUAREZ, Carlos. Recuperación de nanopartículas de plata en suelos usados para el cultivo de palma mediante técnicas físicas [Trabajo de grado]. Bucaramanga, octubre de 2017.

CASTELLARES & LÓPEZ, Manuel. Evaluación del efecto antimicótico producido por las nanopartículas de plata del hongo presente en un suelo procedente del cultivo de palma africana [Trabajo de grado]. Bucaramanga, junio de 2017.

PLATA, Silvia. Evaluación de la influencia de una cepa bacteriana en la biorremediación de un suelo arenoso contaminado con Diesel a escala de laboratorio [Trabajo de grado]. Bucaramanga, mayo de 2012.

8. ANEXOS

Anexo 1. Valores normales de capacidad de campo

TEXTURA	CAPACIDAD DE CAMPO (%)
Arenoso	5 – 15
Franco Arenoso	10 – 20
Franco	15 – 30
Franco Arcilloso	25 – 35
Arcilloso	30 – 70

Fuente: (Wilting Point, 2010) ^[6]

Anexo 2. Resultados pH suelo inicial.

MEDICIÓN	ZONA	PH
Suelo inicial	1.1	6,60
	1.2	6,15
	1.3	6,37
	2.1	5,90
	2.2	5,88
	2.3	5,89
	3.1	5,84
	3.2	5,92
	3.3	5,88

Fuente: Autores

Anexo 3. Resultados pH suelo con diésel

MEDICIÓN	ZONA	PH
Suelo con diésel	1.1	5,81
	1.2	5,17
	1.3	4,55
	2.1	4,55
	2.2	4,60
	2.3	4,03
	3.1	4,15
	3.2	4,85
	3.3	4,06

Fuente: Autores

Anexo 4. Resultados pH posterior a lavados.

MEDICIÓN	ZONA	PH	MEDICIÓN	ZONA	PH
Lavado presión baja	1.1	5,37	Lavado presión alta	1.1	5,27
	1.2	5,22		1.2	4,71
	1.3	5,16		1.3	4,63
	2.1	5,03		2.1	4,32
	2.2	5,10		2.2	5,01
	2.3	5,06		2.3	4,48
	3.1	4,89		3.1	4,29
	3.2	4,91		3.2	4,22
	3.3	4,87		3.3	3,95

Fuente: Autores

Anexo 5. Resultados conductividad del suelo inicial

MEDICIÓN	ZONA	CONDUCTIVIDAD (dS/m)
Suelo inicial	1.1	0,0978
	1.2	0,1258
	1.3	0,1118
	2.1	0,1286
	2.2	0,1308
	2.3	0,1297
	3.1	0,0891
	3.2	0,0896
	3.3	0,0894

Fuente: Autores

Anexo 6. Resultados conductividad del suelo con diésel

MEDICIÓN	ZONA	CONDUCTIVIDAD (dS/m)
Suelo con diésel	1.1	0,0764
	1.2	0,0701
	1.3	0,0719
	2.1	0,0996
	2.2	0,1030
	2.3	0,0958
	3.1	0,0738
	3.2	0,0706
	3.3	0,0754

Fuente: Autores

Anexo 7. Resultados conductividad del suelo posterior a lavados.

MEDICIÓN	ZONA	CONDUCTIVIDAD (DS/M)	MEDICIÓN	ZONA	CONDUCTIVIDAD (dS/m)
Lavado presión baja	1.1	0,0910	Lavado presión alta	1.1	0,0890
	1.2	0,0792		1.2	0,0873
	1.3	0,0744		1.3	0,0780
	2.1	0,0875		2.1	0,0858
	2.2	0,0879		2.2	0,0896
	2.3	0,0838		2.3	0,0856
	3.1	0,0787		3.1	0,0791
	3.2	0,0818		3.2	0,0774
	3.3	0,0824		3.3	0,0823

Fuente: Autores

Anexo 8. Distribución de colores

COLOR	CONCENTRACIÓN [PPM]
	100
	300
	500

Fuente: Autores

Anexo 9. Resultados grasas y aceites a presión baja

PRESIÓN	ZONA	PESO INICIAL DEL VASO (g)	PESO FINAL DEL VASO (g)	GRASA Y ACEITE REMOVIDA (g/L)
Baja	1.1	50,0500	50,1066	3.61
	1.2	32,2953	32,3558	3.12
	1.3	47,5698	47,7091	7.29
	2.1	48,3346	48,4734	6.15
	2.2	33,9010	33,9432	2.22
	2.3	50,1005	50,2037	5.48
	3.1	49,9210	50,0192	5.06
	3.2	33,3679	33,4264	3.08
	3.3	48,1489	48,2012	2.78

Fuente: Autores

Anexo 10. Resultados grasas y aceites a presión alta

PRESIÓN	ZONA	PESO INICIAL DEL VASO (g)	PESO FINAL DEL VASO (g)	GRASA Y ACEITE REMOVIDA (g/L)
Alta	1.1	32,1817	32,2674	4,60
	1.2	44,4371	44,5098	0,65
	1.3	46,8786	47,1991	8,67
	2.1	35,0926	35,2000	5,63
	2.2	50,0391	50,1793	4,75
	2.3	46,7432	46,8150	6,13
	3.1	33,0682	33,1298	3,23
	3.2	45,0674	45,1502	1,55
	3.3	52,2427	52,2945	5,42

Fuente: Autores

Anexo 11. Resultados absorción atómica UIS

MUESTRA #01-TiO ₂ NPs	43,30	
MUESTRA #02-TiO ₂ NPs	40,11	

L.C: Limite de Cuantificación <**L.C:** Resultado obtenido Inferior al límite de Cuantificación

N.D.: No Detectado

NOTA: Los datos, conclusiones y/o recomendaciones aquí reportadas corresponden únicamente a la(s) muestra (s) analizada(s) y no deben ser reproducidos en forma parcial, sin autorización del Director del Grupo GIMBA.

-Según solicitud del cliente, se reprocesan las muestras anteriormente enunciadas y se modifica la metodología para el análisis de Titanio Total, utilizando una digestión acida con HF para eliminación de la sílice presente en la muestra para evitar interferencias.

DIONISIO ANTONIO LAVERDE CATAÑO

Director Grupo de Investigaciones Minerales,
Biohidrometalurgia y Ambiente - GIMBA
Universidad Industrial de Santander - UIS

Aprobó.

ALEXANDER RODRIGUEZ MANTILLA

Director Técnico Laboratorio de Servicios Químicos,
Minero-Metalúrgicos y Ambientales - GIMBA
Universidad Industrial de Santander - UIS

Revisó.

Elaboró:

Sneidy Sthefanie Espinosa Rojas
Coordinadora de Calidad
UIS-Presente.

FIN DEL INFORME

Laboratorio de Servicios Químicos, Minero-Metalúrgicos y Ambientales.
UIS Sede Guatiguará. Transv. Guatiguará Calle 8N No. 3W-60, Barrio El Refugio
Tel: (57)634 4000 Ext: 3504 Email: gimba.lab@uis.edu.co

Fuente: GIMBA, UIS

Anexo 12. Resultados TPH




LABORATORIO DE ANÁLISIS

ACREDITACIÓN IDEAM NTC ISO/IEC 17025:2005
 Análisis Físico-Químico, Microbiológico y Biológico de Aguas, Suelos,
 Calidad de Aire y estudios de ruido.
 Acreditación ONAC MATRIZ HIDROCARBUROS ISO/IEC 17025:2005
 CERTIFICACIÓN DE BUREAU VERITAS ISO 9001, ISO 14001, OHSAS 18001



INFORME DE RESULTADOS

Informe No.: LS-19-093-01
Laboratorio de: Suelos, Calle 200 N° 10-77 via Rio Frio, Floridablanca.
Solicitante: CAMILO ANDRÉS MUÑOZ RINCÓN
Dirección: Abadías Condominio Sacramento Torre 2 10-02
Procedimiento de muestreo: Propio del cliente
Muestras tomadas por: Cliente
Plan de muestreo: No suministrado
Lugar de muestreo: Lebría - Santander
Fecha de muestreo: 2018-09-23
Matriz de la muestra: Suelo
Tipo de muestra: Simple

Fecha de emisión: 2019-05-15



Fecha / Hora de recepción: 2019-05-03 / 14:41
Muestra recibida por: Diana Goretti Chacón Macías
Fecha de análisis: 2019-05-03 a 2019-05-14

1. MUESTRAS ANALIZADAS

Código interno	Identificación de las muestras
LS-19-093-01-01	Muestra #01 -TPH - UPB
LS-19-093-01-02	Muestra #02 - TPH - UPB

2. RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS

Análisis	Código Interno		Unidades	Método de análisis
	LS-19-093-01-01	LS-19-093-01-02		
En laboratorio				
Hidrocarburos Totales del Petróleo	44324	34396	mg/Kg Base Seca	NMX-AA-145-SCFI-2008 20/32 - S.M.5520 B, F ED. 22

Observaciones:
 - S.M.: Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 22^a Edition, 2012, APHA, AWWA, EF.
 NMX: Norma Mexicana.
 - Laboratorio acreditado por el Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales - IDEAM mediante Resolución de extensión y renovación de la acreditación número 1566 del 31 de julio de 2013 con la cual se renovó el alcance de la acreditación del laboratorio bajo los Lineamientos de la norma NTC ISO/IEC 17025 "Requisitos generales de competencia de laboratorios de ensayo y calibración" versión 2005 para los siguientes análisis en la matriz agua, calidad de aire, biota, física y química, para los estudios o análisis ambiental requeridos por las autoridades ambientales competentes y se toman otras disposiciones para las matrices agua, calidad de aire, biota, emisión de fuentes fijas y suelos: Acidez Intercambiable, Capacidad de Intercambio Catiónico, Conductividad Eléctrica, Determinación de Bases Intercambiables, Grasas y aceites, Hidrocarburos Totales, Humedad, Metales Totales (Cobre, Cromo, Plata, Plomo), Nitrógeno Total, Porcentaje de Sodio Intercambiable PSL, pH, Relación de Adsorción de Sodio RAS, Sulfatos, Textura.

"Este informe de laboratorio es válido únicamente para las muestras analizadas y relacionadas en él. Cualquier reproducción parcial requiere de la autorización de PSL PROANÁLISIS LTDA."

Revisado y aprobado por:



PSL PROANALISIS LTDA
 NIT. 800.193.010-3

Diana Lorena Arias Z.
 Director de Laboratorio de Suelos
DIANA LORENA ARIAS Z.
 QUÍMICA INDUSTRIAL PQI - 00825
 Directora Laboratorio Suelos



FIN DEL DOCUMENTO

F-040 Rev 9 2018-12-31

Página 1 de 1

Carrera 14 N° 55-18 Bucaramanga - Calle 200 N° 10-77 Floridablanca
 Teléfono (7) 6444625 - 6415176 - Celular 310 752 7804
 www.pslproanalisis.com - email: psiproanalisis@yahoo.com - info@psiproanalisis.com

Fuente: PSL Pro Análisis