



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

---

---

PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN  
INGENIERÍA  
INSTITUTO DE INGENIERIA

REMEDIACIÓN DE SUELOS CON ALTO  
CONTENIDO DE FINOS Y CONTAMINADOS CON  
HIDROCARBUROS DE FRACCIÓN MEDIA

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

**MAESTRA EN INGENIERÍA**

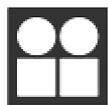
**INGENIERÍA AMBIENTAL-SUELO Y AGUAS SUBTERRÁNEAS**

P R E S E N T A:

**ING. RUBÍ ERÉNDIRA SÁNCHEZ CEDILLO**

TUTORA DE TESIS:

**DRA. ROSARIO ITURBE ARGÜELLES**



**INSTITUTO  
DE INGENIERÍA  
UNAM**

MÉXICO, D.F.

2012



**JURADO ASIGNADO:**

<b>Presidenta:</b>	Dra. Anne Hansen Hansen
<b>Secretaria:</b>	Dra. Silke Cram Heydrich
<b>Vocal:</b>	Dra. Rosario Iturbe Argüelles
<b>1er. Suplente:</b>	Dra. Frida María León Rodríguez
<b>2do. Suplente:</b>	M. en C. Rolando S. García Gómez

Lugar donde se realizó la tesis:

Instituto de Ingeniería

Tutora de tesis:

Dra. Rosario Iturbe Argüelles

Ing. Rubí Eréndira Sánchez Cedillo

---

Firma

*A mis papás por estos 40 años que  
se han mantenido juntos, los amo.*

*“El peligro radica en que nuestro poder para dañar el ambiente, o al prójimo aumenta a mayor velocidad que nuestra sabiduría en el uso de ese poder.”*

*Stephen Hawking*



## Agradecimientos

A mis papás Lourdes Cedillo y José Sánchez por el apoyo incondicional que me han brindado todos los días de mi vida, ustedes son el mejor ejemplo de tenacidad y perseverancia que puedo tener, ¡Gracias infinitas!

A mi hermanita Reyna a quien amo y admiro desde siempre y a mi cuñado Roberto quien se ha convertido en mi hermano, forman una pareja excepcional que me ha brindado muchas sonrisas.

A mis padrinos Adán y Esperanza, mis tíos Queta, Magos, Temo, Mari por el gran apoyo y amor que me ofrecen día a día.

A mis primos HERMANOS Beni, Vero, Quique, Dulce, Jorge y en especial a Javi con quien se ha convertido en un pilar en mi vida.

A mis amigos de hace más de una década, Oscar Cervantes y especialmente a Alejandra Betán mi amiga desde la cuna quien, entre muchas otras cosas, me ha compartido amigos inigualables.

A Anabel, Beti, Moni, Marisol, Beti Casasola, Miriam, mis amigos de la maestría en especial a mis amigos del “club de Tobi”: Candi, Flor, Ulises, Julio, Alfredo y Raúl por los divertidos momentos que compartimos en las clases y sobretodo fuera de ellas.

A la Dra. Rosario Iturbe quien en la realización de esta tesis confió en mí ha me apoyado en todo y además es una gran persona.

A las doctoras Anne Hansen, Frida León, Silke Cram y al maestro Rolando García por el tiempo dedicado a leer y revisar este trabajo, gracias a ustedes esta tesis es un mejor producto.

A los integrantes de Grupo de Remediación de Suelos y Acuíferos, por su apoyo y ayuda, en especial a Adriana Ramírez.

Al Instituto de Ingeniería por el acceso a tanta información y actividades relacionadas con la investigación.

A Conacyt por el apoyo económico que me brindo en la realización de la Maestría.

Por último y no menos importante, a la UNAM, mi alma máter.



## ÍNDICE

	Página
I. INTRODUCCIÓN .....	9
II. ANTECEDENTES .....	10
III. OBJETIVOS .....	13
III.1 Objetivo general.....	13
III.2 Objetivos específicos.....	13
III.3 Justificación.....	13
III.4 Hipótesis.....	14
IV. MARCO TEÓRICO.....	15
IV.1 El suelo.....	15
IV.2 Contaminación del suelo .....	15
IV.3 Contaminación del suelo por hidrocarburos en México .....	16
IV.4 Remediación del suelo .....	18
IV.4.1 Tratamientos fisicoquímicos.....	18
IV.4.2 Lavado de suelos .....	19
IV.4.3 Surfactantes.....	20
IV.5 Hidrociclón.....	22
V. METODOLOGÍA .....	24
V.1 Origen del suelo .....	24
V.2 Caracterización del suelo .....	26
V.2.1 Granulometría.....	26
V.2.2 Contenido de hidrocarburos .....	27
V.2.3 Difracción de rayos x.....	27
V.3 Pruebas de lavado preliminares .....	28
V.3.1 Suelo A.....	28
V.3.2 Suelo B.....	28
V.4 Lavado de suelo .....	29
V.4.1 Suelo A.....	30
V.4.2 Suelo B.....	31
VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	33
VI.1 Caracterización del suelo.....	33
VI.2 Difracción de rayos x .....	35



VI.3 Pruebas preliminares de lavado .....	36
VI.3.1 Suelo A.....	36
VI.3.2 Suelo B.....	36
VI.4 Lavado del suelo .....	36
VI.4.1 Suelo A.....	36
VI.4.2 Pruebas con el hidrociclón.....	40
VI.4.3 Balance de masa .....	41
VI.4.4 Suelo B.....	43
VII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	46
VIII. REFERENCIAS.....	48
Sitios Web.....	50
APÉNDICE 1 .....	57
A.1 Método para determinación de la materia orgánica, AS-07 NOM 021-SEMARNAT-2000.....	57
A.2 Método para determinación de la densidad real, AS-04 NOM 021-SEMARNAT-2000.....	57
A.3 Método para determinación de densidad aparente.....	59
A.4 Método para determinación del pH, AS-02 NOM 021-SEMARNAT- 2000.....	59
A.5 Método de extracción por microondas .....	60
A.6 Método para determinación de Granulometría, ASTM D422-63 .....	63
A.7 Procedimiento para realizar el estudio de difracción de rayos x en el suelo.....	64
A.8 Método para determinación de hidrocarburos en agua .....	60

## ÍNDICE DE TABLAS

	Página
Tabla IV.1. Resumen de suelos contaminados por diesel en los ex talleres de ferrocarriles en 11 sitios evaluados .....	14
Tabla IV.2 Límites máximos permisibles para fracciones de hidrocarburos en el suelo (NOM-138-SEMARNAT/SS-2003).....	15
Tabla IV.3. Principales ventajas y limitaciones del lavado de suelo .....	16
Tabla V.1. Características del suelo sin contaminar .....	23
Tabla V.2 Tabla de la escala granulométrica (Brady y Weil, 2004) .....	24
Tabla VI.1. Caracterización de los suelos A y B.....	30



Tabla VI.2. Concentración inicial del suelo A y del suelo B.....	32
Tabla VI.3. Suelo A resultante en cada ciclo.....	34
Tabla VI.4. Concentración HFM del suelo A después del ciclo de lavado .....	34
Tabla VI.5. Diferencias de concentración de HFM en el suelo A y porcentaje de remoción .....	35
Tabla VI.6. Concentración HFM después de 5 lavados .....	35
Tabla VI.7. Concentración de HFM en el suelo sedimentado.....	36
Tabla VI.8. Concentración HFM en el suelo recuperado con el hidrociclón .....	38
Tabla VI.9. Cantidades de suelo y su concentración.....	39
Tabla VI.10. Suelo B resultante en cada ciclo .....	40
Tabla VI.11. Concentración de HFM después del ciclo de lavado en el suelo B .....	41
Tabla VI.12. Concentración de HFM en el suelo B después de 15 lavados.....	41
Tabla VI.13. Concentración de HFM en el suelo B después de 20 lavados.....	41
Tabla A1. Potencia en el microondas de acuerdo con la cantidad de recipientes.....	57

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Página
Figura IV.1 Estructura del sistema experimental diseñado por Doroteo, 2010. ....	23
Figura V.1 Punto de muestreo bajo los tanques elevados.....	25
Figura V.2. Suelo A.....	28
Figura V.3. Suelo B.....	29
Figura V.4. Equipo de lavado con el suelo A. ....	30
Figura V.5. Esquema del lavado de suelo para el suelo A.....	31
Figura V.6. Esquema del lavado de suelo para el suelo B.....	32
Figura VI.1. Granulometría del suelo A antes de lavarlo .....	34
Figura VI.2 Granulometría del suelo después del tratamiento.....	39
Figura VI.3. Mezcla resultante en el derrame y mezcla resultante en la descarga inferior. ....	40
Figura A1 Picnómetros en el desecador al vacío para obtener la densidad real.....	58
Figura A2. Etapa 1 de la extracción con microondas. ....	61
Figura A3. Muestra en el rotavapor para quitar el hexano.....	62
Figura A4. Cartuchos SUPELCO en el manifold para la filtración de muestras.....	62
Figura A5. Muestras pasando a través de los cartuchos.....	65



## RESUMEN

El lavado de suelos es una tecnología utilizada para remediar suelos contaminados con hidrocarburos, compuestos orgánicos, incluidos los recalcitrantes, así como metales. Una de las desventajas que se consideran para este método, es que sólo es aplicable para suelos con contenidos de finos menor al 10%.

En muchos casos, los suelos contaminados presentan porcentajes mayores a dicho porcentaje de finos, en cuyo caso la literatura recomienda que antes de realizar el lavado de suelos, las partículas finas deber ser separadas para llevarlas a disposición final o darles un tratamiento adicional, pues es en éstas en donde más se adsorbe el contaminante porque presentan una gran área superficial. Este estudio se realizó para un suelo con un contenido de finos mayor al 50%, con dos concentraciones de hidrocarburos de fracción media (A y B). El origen del suelo es una zona industrial donde se surtían combustibles, principalmente diesel, por lo que el trabajo se enfocó a los hidrocarburos de fracción media (HFM). Los suelos se caracterizaron determinándose que ambos excedían el límite máximo permisible establecido en la NOM-138-SEMARNAT/SS-2003 para suelos con este tipo de uso. Para determinar la concentración de HFM en los suelos, se utilizó extracción asistida por microondas para su posterior determinación mediante cromatografía de gases.

El lavado de suelos se realizó en un sistema mezclador o equipo de lavado horizontal con un impulsor helicoidal de baja velocidad (10 rpm), con la adición del agente tensoactivo o surfactante Tween 80 con concentración 1% (w/w). Para el suelo A, la remoción del contaminante lograda fue del 45% y, en general, este suelo mostró una tendencia a disminuir su concentración de HFM con cada lavado. El suelo B mostró muchas inconsistencias en cuanto a su respuesta a la técnica de tratamiento, además de que es un suelo muy heterogéneo y bastante contaminado lo que dio como resultado que, con la concentración de surfactante probada, no es factible de ser remediado mediante la técnica propuesta. Para la separación de las partículas del agua de lavado se utilizó un hidrociclón; sin embargo, la eficiencia fue baja debida al tipo de entrada del fluido al hidrociclón. Los resultados sugieren que se debe probar una concentración de tensoactivo mayor para el suelo B y para el suelo A realizar uno o dos lavados más para cumplir con la normatividad.



## I. INTRODUCCIÓN

México cuenta con gran variedad de recursos naturales, muchos de los cuales se encuentran amenazados por actividades que pueden afectarlos. Uno de estos recursos es el suelo. La importancia del suelo, entre otros muchos factores, se debe a su continua transformación y a la vida que alberga.

La creciente demanda de combustibles a nivel mundial y en el país, ha derivado en una amplia exploración y explotación de yacimientos petroleros. Con frecuencia se presentan efectos negativos a causa de las actividades petroleras que se reflejan en casos de contaminación de suelos. Es común encontrar sitios contaminados a causa de accidentes o manejo inapropiado en las actividades de refinación, petroquímica, transporte, almacenamiento y comercialización (Madrigal, 1998).

Ante un problema de contaminación de suelo es fundamental la elección del método que se utilizará para la remediación del sitio, pues se busca que los factores tiempo y costo sean lo más eficientes posible. Una de las técnicas que tiene ventajas en cuanto a estos factores es el lavado de suelos. En el trabajo de tesis se aborda esta técnica fisicoquímica de remediación asistida por un surfactante. La bibliografía menciona que la técnica de lavado de suelo es aplicable para suelos arenosos o con bajo porcentaje de finos y, que si la cantidad de finos es mayor, éstos deben ser separados previamente al lavado y llevarse a disposición (Riser-Roberts, 1998; Sheets y Bergquist, 1999; Cheng, 2007; Lammers, 2010), lo que ocasiona un incremento de los costos.

En el proceso de lavado se genera una mezcla suelo- solución que necesita ser separada pues al finalizar el lavado el agua residual debe tratarse, por lo cual, es deseable que la mezcla contenga la mínima cantidad de partículas de suelo, lo que se dificulta para cantidades de finos mayor al 10 %. En 2010 se diseñó un hidrociclón (Doroteo, 2010), para el tratamiento del agua efluente del lavado, que separa el agua de las partículas finas en suspensión.

En este trabajo se pretende mejorar la técnica de lavado de suelos mostrando que es factible lavar suelos con alto contenido de finos sin su previa separación.



## II. ANTECEDENTES

El uso actual del suelo utilizado en este trabajo es de tipo industrial ya que está dedicado a dar servicio en el taller de locomotoras así como al despacho de lubricantes para éstas.

La estación donde se encuentra el taller tiene más de 58 años de antigüedad, fue construida en la ladera de un cerro y la zona fue rellenada para facilitar su construcción.

La geología del sitio está representada por un basamento de rocas plutónicas y metamórficas del Paleozoico Superior y una secuencia sedimentaria de tipo flysch. Estas rocas están sobreyacidas por unidades mesozoicas, sedimentos clásticos del Triásico Superior y rocas sedimentarias marinas Jurásicas y Cretácicas. El sitio está constituido por suelos antrópicos (relleno) de 20 cm de espesor. Bajo el relleno se encuentran suelos de tipo limo-arcilloso con fragmentos de rocas volcánicas como tobas pumicíticas y escoria volcánica pobremente consolidadas.



Figura II.1. Zona del ex-taller de donde se extrajo el suelo.

De acuerdo con las características del suelo del sitio, determinadas en un estudio hecho por el Instituto de Ingeniería (IINGEN), de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), en el 2009, se propuso utilizarlo para probar la remediación a través de la técnica de lavado de suelos. La utilización de esta técnica para remediar un suelo arcillo limoso, como lo es el suelo del estudio, no ha sido considerada frecuentemente debido a las limitantes que tiene el lavado



de suelos cuando se enfrenta a un problema de suelos con un alto porcentaje de partículas finas, pues en la bibliografía se menciona que este porcentaje es altamente significativo para la aplicabilidad del tratamiento pues, a menudo, el rendimiento de la tecnología está restringido al tamaño de partículas en el rango de la arena (Dermont et al., 2008).

El lavado de suelos fue desarrollado por la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (USEPA, por sus siglas en inglés). Esta tecnología de tratamiento fue utilizada en dicho país a principios de los 90 en el tratamiento de suelos contaminados con Pb (Dermont et al., 2008). Sin embargo, su aplicación no se ha limitado únicamente a remediación de suelos con contenido de metales sino que también ha sido utilizada para preservación de sitios contaminados con contaminantes orgánicos (Chu, 2003).

La eficiencia del lavado de suelos depende de varias características del suelo como: la distribución del tamaño de partícula, la forma de la partícula, el contenido de arcilla, contenido de agua, la heterogeneidad de la matriz del suelo, la diferencia entre la densidad del suelo y el contaminante y las propiedades de la superficie de la partícula. El tratamiento es difícil o inviable cuando el suelo contiene más del 30-50% de partículas finas, el suelo contiene compuestos orgánicos con alta viscosidad, entre otros (Dermont et al., 2008). El porcentaje de partículas finas será así, un factor limitante. El tratamiento es principalmente apropiado y costeable para suelos con contenido de arena que exceda del 50-70% (US EPA, 1997).

Diversos autores señalan que el proceso de lavado de suelos está generalmente basado en la remoción de las fracciones finas del suelo (Riser-Roberts, 1998; Sheets y Bergquist, 1999; Cheng, 2007; Lammers, 2010), que son las que contienen la mayor concentración del contaminante debido a su gran área superficial (EPA, 1991). Este diseño incluye procesos como cribado y la deshidratación de sólidos (Pomphrey, 2008). El volumen de suelo que comprende los limos y arcillas puede ser tratada con otros métodos, como la incineración o biorremediación, o llevada a disposición final de acuerdo con las leyes ambientales (Khan, 2004).

El proceso de lavado de suelos implica agua o soluciones acuosas de surfactante para desorber y concentrar el contaminante en la fase líquida sin modificarlo químicamente (Mann, 1999). Diversos surfactantes son empleados, uno de los más comúnmente utilizados es el Tween 80 (Volke y Velasco, 2003; Torres et al., 2007; Uhmman y Aspray, 2012).

En trabajos anteriores realizados en el IINGEN, se utilizó el lavado de suelos (López, 2004; Leyva, 2006) en suelos cuyo contenido de finos era relativamente bajo. En dichos trabajos se



encontró que el efluente contenía una gran cantidad de finos que debían ser separados del agua, pero los tiempos de sedimentación eran largos (más de 48 horas). Por ello, el trabajar con suelos con un contenido de finos alto dificultaría aún más esa separación. En 2008, fue diseñado un hidrociclón (Doroteo, 2010) que disminuiría el tiempo de espera en la sedimentación.

Para este trabajo se decidió utilizar el surfactante Tween 80 mismo que ya ha sido utilizado en trabajos anteriores (Leyva 2006; Doroteo, 2010), determinándose una buena relación costo-efectividad. Fue necesaria la utilización de un sistema mezclador o equipo de lavado horizontal con un impulsor helicoidal de baja velocidad (10 rpm). Este equipo lavador también fue probado en otros trabajos de tesis logrando remociones superiores al 70% (Leyva, 2006) para la remoción de hidrocarburos totales del petróleo (HTP) y 40% para la remoción de hidrocarburos fracción pesada (Doroteo, 2010).



### **III. OBJETIVOS**

#### **III. 1 Objetivo general**

Probar el método de lavado para suelos con alto contenido de partículas finas, contaminados con hidrocarburos de fracción media (HFM), y el uso de un hidrociclón para la separación de partículas del agua de lavado.

#### **III. 2 Objetivos específicos**

- Determinar la concentración del contaminante en los suelos del sitio problema.
- Mejorar el método de lavado de suelos contaminados con hidrocarburos, con la utilización del surfactante Tween 80, para un suelo con alto contenido de partículas finas.
- Evaluar la eficiencia de remoción de hidrocarburos al emplearse esta técnica.

#### **III.3 Justificación**

La selección del método de remediación para la contaminación del suelo tiene grandes retos a vencer, uno de ellos es el tipo de suelo al que se enfrenta en cada caso en particular. El lavado de suelos es una de las tecnologías de remediación más empleadas (Volke y Velasco, 2002). Los contaminantes sorbidos en las partículas finas del suelo se remueven con el uso de soluciones acuosas (surfactantes) en un suelo excavado. Para aplicar dicha tecnología, la bibliografía indica que las partículas finas deben ser separadas previamente, para trasladarlos a una disposición final, debido a que se requiere de un largo tiempo para su sedimentación al final del proceso y además los contaminantes usualmente se concentran más en estas partículas.



Por lo que con este trabajo se pretende realizar una contribución al incluir el método de lavado de suelos para suelos con un alto contenido de partículas finas sin la separación previa de las mismas, utilizando un hidrociclón en la etapa final de separación.

#### **III.4 Hipótesis**

Los suelos contaminados con hidrocarburos pueden ser eficientemente lavados, independientemente de su contenido de partículas finas, pues éstas pueden ser separadas utilizando un hidrociclón.



## **IV. MARCO TEÓRICO**

### **IV. 1 El suelo**

El suelo, en la norma mexicana (NOM-138-SEMARNAT/SS-2003) se define como el material no consolidado compuesto por partículas inorgánicas, materia orgánica, agua, aire y microorganismos, que comprende desde la capa superior de la superficie terrestre hasta diferentes niveles de profundidad. La importancia del suelo radica en que es un elemento natural dinámico, vivo y se considera una interfase entre la atmósfera, la litosfera, la biósfera y la hidrósfera. Es pieza clave en el desarrollo de los ciclos biogeoquímicos (ciclo del carbono, nitrógeno, fósforo, entre otros) y tiene capacidad para desarrollar una serie de funciones esenciales en la naturaleza de carácter ambiental, ecológico, económico y social (Macías, 1993). Desde el punto de vista edafológico, se define como una entidad natural dinámica de la superficie de la tierra donde crecen las plantas, compuesto de minerales, materiales orgánicos y organismos vivos (Brady and Weil, 2002).

La mayoría de los componentes del suelo provienen de la meteorización de rocas, descomposición de restos vegetales, y la acción de microorganismos. Sin él, la vida vegetal en la superficie terrestre no existiría y, en consecuencia, no se producirían alimentos ni para la fauna ni para los humanos. Es un medio muy complejo, está compuesto de tres fases principales; la sólida, que es la matriz del suelo constituida por minerales y materia orgánica; la líquida, y la gaseosa que están dispuestas en diferentes formas, tanto macroscópica, como microscópicamente. La composición volumétrica de un suelo ideal es: 45% es el componente mineral, el 5 % la fracción orgánica, un 25% lo constituye el aire y el otro 25% el agua alojada en los poros (Nuñez, 2000).

### **IV.2 Contaminación del suelo**

La contaminación del suelo consiste en la presencia de un contaminante en él, entendiéndose como contaminante a toda sustancia química de origen natural o antrópico que se acumula como resultado de una actividad humana que cambia el equilibrio natural del suelo, produciendo efectos adversos sobre sus funciones que se traducen en la pérdida parcial o total de aptitud para determinado uso. Esta acumulación, también se puede producir de forma natural cuando, al formarse el suelo, se liberan elementos químicos contenidos en las rocas y se concentran en él, alcanzando niveles tóxicos (Macías, 1993).



De este modo, en un suelo contaminado principalmente se reduce la actividad biológica, lo que influye en los ciclos biogeoquímicos; hay destrucción de la función filtro amortiguadora y transformadora por lo que deja de ser eficaz como degradador o contenedor de contaminantes (Macías, 1993).

Todas estas reacciones a los contaminantes están estrechamente controladas por propiedades del suelo como su textura, porosidad, pH, la materia orgánica y su composición químico-mineralógica (Lemiere et al., 2001).

### **IV.3 Contaminación del suelo por hidrocarburos en México**

La contaminación de suelos con hidrocarburos es un problema que se ha vuelto muy común en nuestros días, debido principalmente al extensivo uso y consumo de combustibles derivados del petróleo a lo largo del país. Los principales problemas de contaminación de suelos y acuíferos en México son ocasionados por derrames de hidrocarburos como: petróleo crudo, combustóleo, gasóleo, gasolina, diesel y turbosina, así como por la disposición de recortes de perforación, lodos aceitosos y aceites lubricantes gastados, entre otros. Cada uno de estos materiales tiene su propia complejidad química, y la situación se agrava porque en la mayoría de los casos los contaminantes se presentan en forma de mezcla, y además se encuentran intemperizados (Flores et al., 2004).

Los hidrocarburos son las sustancias que con mayor frecuencia están involucradas en emergencias ambientales (PROFEPA, 2011) y éstas son causadas principalmente por fallas humanas.

Las principales fuentes de contaminación del suelo por hidrocarburos son, además de las actividades relacionadas con la explotación, refinación y transporte; las instalaciones como las estaciones de servicio, los talleres de reparación de flotillas de autotransporte, las instalaciones industriales en general y pequeños talleres mecánicos así como la actividad ferroviaria y aeronáutica (SEMARNAT-INE, 2006).

Una las empresas que ha contribuido a la contaminación de aguas y suelos, es Ferrocarriles Nacionales de México en Liquidación y la principal razón por la que esta empresa ha provocado la contaminación de suelos es por el almacenamiento inadecuado de residuos y combustibles (PROFEPA, 2002).



En los talleres mecánicos, las principales actividades que pueden producir contaminación del suelo son (“Guía de buenas prácticas mediambientales”, 2007):

- Desarrollo de actividades, como cambios de aceite, combustibles o sustitución de piezas.
- Almacenamiento de vehículos o piezas directamente sobre el suelo.
- Depósitos de almacenamiento de aceites o combustibles en mal estado que derivan en fugas.
- Lavado de vehículos en zonas no acondicionadas.

En diversos estudios realizados por el grupo de Saneamiento de Suelos y Acuíferos del IINGEN se determinaron los volúmenes de suelo contaminado por diesel en diversos ex talleres de Ferrocarriles Nacionales de México en Liquidación, el resumen de dichos estudios se presenta en la Tabla IV.1:

Tabla IV.1. Resumen de suelos contaminados por diesel en los ex talleres de ferrocarriles en 11 sitios evaluados

Sitio	m <sup>3</sup> afectados	Profundidad afectada (m)
Apizaco	10,775	0 a 3.50
Jalapa	3,163	0 a 7.50
Mérida	237	0 a 2
Orizaba	529	0 a 5
Pachuca	78	0 a 1
Puebla	1,010	0 a 6
Tapachula	235	0 a 3
Tenosique	437	0 a 2
Tepic	NO PRESENTA CONTAMINACIÓN	
Veracruz	54,368	0 a 4.5
Total	70, 832	

Por lo que se puede observar que en estos sitios, 70,832 m<sup>3</sup> de suelo sobrepasan los límites permisibles de concentración de hidrocarburos de fracción media (NOM-138-SEMARNAT/SS-2003). Si se considera que hay más de 70 terminales en el país, con las características de las presentadas en la Tabla IV.1, el volumen de suelo contaminado puede ser de más de 400,000 m<sup>3</sup>, lo que muestra la magnitud del problema que los ex talleres de este tipo provocan.

La norma NOM-138-SEMARNAT/SS-2003, se emitió en el año 2002 y establece los límites máximos permisibles de hidrocarburos en suelos y las especificaciones para su



caracterización y remediación. La Tabla IV.2 ilustra los límites máximos permisibles de hidrocarburos en el suelo de acuerdo con la fracción a la que pertenecen y el uso predominante que se le da.

Tabla IV.2 Límites máximos permisibles para fracciones de hidrocarburos en el suelo (NOM-138-SEMARNAT/SS-2003)

Fracción de hidrocarburos	Uso de suelo predominante (mg/kg) base seca		
	Agrícola	Residencial	Industrial
Ligera	200	200	500
Media	1200	1200	5000
Pesada	3000	3000	6000

#### IV.4 Remediación del suelo

La remediación del suelo implica cualquier operación unitaria o serie de operaciones unitarias que alteran la composición de una sustancia peligrosa o contaminante presente en el suelo a través de acciones químicas, físicas o biológicas de manera que reduzcan la toxicidad, movilidad o volumen del contaminante (EPA 2001). Las posibilidades de éxito y capacidades de las diferentes tecnologías de remediación, pueden variar ampliamente dependiendo de las condiciones específicas de un sitio (Volke y Velasco, 2002).

Con base en el principio de la tecnología se divide en tres tipos de tratamiento: biológico, térmico y fisicoquímico. El lavado de suelos pertenece a esta última categoría (Volke y Velasco, 2002).

##### IV.4.1 Tratamientos fisicoquímicos

Los tratamientos fisicoquímicos utilizan las propiedades físicas y/o químicas de los contaminantes o del medio contaminado para transformar, separar o inmovilizar el contaminante. Involucran una variedad de procesos tales como: mezclado, filtración, neutralización, sorción, absorción, evaporación y floculación, entre otros. Desde hace tiempo, son las técnicas más empleadas para la remediación de sitios contaminados con residuos peligrosos, metales e hidrocarburos. Tienen ventajas económicas y en cuanto al tiempo de desarrollo. La principal desventaja de su aplicación, fuera del sitio es que necesariamente requiere de la excavación del suelo así como de uno o más procesos secundarios de



tratamiento o de disposición final del contaminante lo que eleva los costos del tratamiento (USEPA, 1997).

#### **IV.4.2 Lavado de suelos**

El lavado de suelos es un proceso fuera de sitio que emplea la extracción del suelo contaminado y su lavado para remover un amplio rango de contaminantes orgánicos, inorgánicos y radioactivos del suelo. El proceso implica la excavación del suelo contaminado, el cribado mecánico para remover material de gran tamaño, procesos de separación para generar fracciones secundarias y finas, tratamiento de esas fracciones, y el manejo de los residuos generados. Se trata de un proceso de separación y reducción de volumen, que se utiliza típicamente en conjunto con otras tecnologías (USEPA, 2001).

Los contaminantes superficiales se remueven por medio de una acción de limpieza y depuración usando agua de lavado que por lo general contiene surfactantes y otros agentes. Después, el suelo lavado se separa del fluido de lavado el cual contiene los contaminantes desorbidos (USEPA, 2001).

Los suelos recuperados comprenden la fracción limpia; sin embargo, al intentar separar el agua de lavado del suelo, el agua contiene las partículas finas que no son fácilmente susceptibles de separar por sedimentación. Esta técnica ha resultado ser muy eficiente para suelos contaminados con hidrocarburos (Volke y Velasco, 2002).

El lavado de suelos se considera una tecnología de transferencia de contaminación, en la que el agua procedente de los procesos de limpieza del suelo tendrá que ser tratada mediante la técnica adecuada. Cuando finaliza el lavado del suelo, la fase líquida se envía a una planta de tratamiento de aguas y puede ser reutilizada una vez tratada (Aguirre et al., 2010). Sin embargo, a pesar de este inconveniente, se acepta debido a las buenas eficiencias de remediación.

En general, el lavado de suelos es una alternativa relativamente económica para la remoción de contaminantes, ya que minimiza el volumen del material contaminado y, por consiguiente, disminuye la cantidad a confinar o a tratar. Actualmente, existen sistemas móviles para el lavado de suelos que se pueden transportar al sitio contaminado, disminuyendo costos y el riesgo de dispersar los contaminantes durante el transporte (Van Deuren et al. 2002). Las principales ventajas y limitaciones de este proceso se resumen en la Tabla IV.3 (Van Deuren et al., 2002; USEPA, 2001).



Tabla IV.3. Principales ventajas y limitaciones del lavado de suelo

Ventajas	Limitaciones
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Costos bajos</li> <li>• Efectivo para tratar suelos arenosos o muy permeables.</li> <li>• Disminuye la cantidad de material contaminado.</li> <li>• No requiere infraestructura sofisticada.</li> <li>• Son sistemas cerrados en donde se pueden controlar las condiciones del sistema y las emisiones al ambiente.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Se requiere escavar y manipular el suelo.</li> <li>• Altas cantidades de materia orgánica dificultan el proceso de separación.</li> <li>• No es eficiente para tratar mezclas complejas.</li> <li>• Los contaminantes deben ser solubles.</li> <li>• Requiere grandes cantidades de agua.</li> <li>• Se requieren procesos secundarios para tratar aguas residuales y partículas finas del suelo.</li> </ul>

El uso de un agente químico en la técnica de lavado de suelos es necesario para desorber, remover, trasladar o retener el contaminante de la fase sólida a la fase líquida. Se debe realizar una adecuada elección del surfactante pues sus características van a determinar la remoción del contaminante en el suelo (Chu, 2003). La aplicación de la solución con surfactante es un método rápido de recuperación de contaminantes del subsuelo. La ventaja es la capacidad que tiene para remover grandes cantidades del contaminante en un periodo relativamente corto (Urum et al., 2006).

Las soluciones utilizadas y los disolventes pueden alterar las propiedades fisicoquímicas del suelo; es difícil tratar suelos poco permeables o heterogéneos; los surfactantes usados en el lavado pueden adherirse al suelo y disminuir su porosidad; los fluidos pueden reaccionar con el suelo reduciendo la movilidad de los contaminantes (Volke y Velasco, 2002).

El problema con un suelo de baja permeabilidad, que presenta una cantidad de finos mayor al 50%, es que la técnica de lavado no funciona *in situ* pues se aglutina con el contaminante formando una textura “chiclosa” imposible de someter al sistema de lavado.

#### IV.4.3 Surfactantes

Los surfactantes, son sustancias formadas por moléculas anfipáticas constituidas por dos partes bien diferenciadas, una conformada por grupos polares (cabeza), de carácter hidrófilo y la otra compuesta por largas cadenas carbonatadas hidrofóbicas (cola). Su función es reducir la tensión superficial de un líquido, con lo que permiten una dispersión más fácil



reduciendo la tensión interfacial entre dos líquidos. En soluciones acuosas, los surfactantes forman estructuras esféricas llamadas micelas que tienen la capacidad de solubilizar compuestos hidrofóbicos (Salager y Fernández, 2004).

Los surfactantes actúan como detergentes, forman espuma, son solubilizantes, pueden formar emulsiones, se comportan como humectantes, y actúan como dispersantes. Se pueden clasificar según la naturaleza de la cadena hidrofílica que los conforma en: aniónicos, catiónicos, anfóteros y no iónicos (Schamm, 2000).

La adsorción del surfactante en la superficie de las partículas del suelo es de gran importancia ya que a mayor adsorción, el surfactante podría no tener la capacidad de solubilizar el contaminante del suelo. El grado de adsorción del surfactante en un sistema acuoso depende de la naturaleza del grupo de su cabeza hidrofílica (Lowe et al., 1999).

Dependiendo de las características del suelo y del contenido de materia orgánica, los hidrocarburos de mayor peso molecular y menor solubilidad pueden adsorberse en los microporos de las partículas del suelo, resultando con esto ser inaccesibles como fuentes de carbono y energía para los microorganismos. Ante este escenario los surfactantes actúan logrando incrementar la biodisponibilidad mediante la acción paralela de la desorción y solubilización del contaminante (Riojas et al., 2010). En este trabajo se utilizó un surfactante no iónico, probado anteriormente en trabajos experimentales (Iturbe et al., 2004)

Los surfactantes o tensoactivos no-iónicos son aquellos que al ionizarse, se solubilizan mediante un efecto combinado de un cierto número de grupos solubilizantes débiles (hidrófilos) tales como enlace tipo éter ó grupos hidroxilos en su molécula. Por orden de importancia industrial vienen justo después de los aniónicos, y hoy en día su producción ha aumentado. En solución acuosa forman iones, ya que su parte hidrofílica está formada por grupos polares ionizados como: alcohol, tiol, eteroéster; así, incrementan la solubilidad de los compuestos orgánicos hidrofóbicos (HOC's, por sus siglas en inglés), lo que propicia la desorción de los contaminantes del suelo hacia la fase líquida, lográndose un incremento en la biodisponibilidad de los HOC's (Salager, 2004).

Los surfactantes no iónicos son comúnmente utilizados porque son ambientalmente agradables y rentables, además de ser usados frecuentemente para la desorción de los HOC's (Chi, 2011). También, tienen una tendencia baja para flocular partículas de arcilla en el suelo comparados con los surfactantes iónicos (Volkering et al., 1998; Mulligan et al., 2001). Para un



lavado de suelo efectivo, el surfactante debe tener una alta capacidad para solubilizar al contaminante y una menor sorción al suelo.

El surfactante utilizado en este trabajo fue el Tween 80, que es un líquido de color amarillo ámbar. Es un tensoactivo no-iónico e hidrofílico. Se utiliza para la emulsificación de aceite en agua (O/W), dispersión o solubilización de aceites, tiene un balance hidrofílico-lipofílico (HLB, por sus siglas en inglés) de 15 (Riojas et. al, 2011).

El balance hidrofílico-lipofílico (HLB) es la medida de cuán hidrofílico o lipofílico es un surfactante y se determina calculando valores para diferentes regiones de la molécula (Griffin, 1949). El valor del HLB puede usarse para predecir las propiedades de una molécula del surfactante, la escala de este valor es de 0 a 20, donde un valor HLB igual a 0 corresponde a una molécula completamente hidrofóbica, y un valor de 20 corresponde a una molécula formada completamente por componentes hidrofílicos. En este caso, un valor de 15 indica emulsión de aceite en agua (O/W) donde la fase continua es el agua y es típico de detergentes (Griffin, 1949).

Este surfactante Tween 80, fue elegido porque en diversos trabajos se menciona su buena relación costo-beneficio (Volke y Velasco, 2003; Torres et al., 2007; Uhmman y Aspray, 2012), su capacidad de desorción del contaminante hacia el efluente del lavado (Uhmman y Aspray, 2012), su fácil biodegradabilidad (Helmy et al., 2009). Además de ya haber sido utilizado en trabajos previos en el IINGEN (Leyva, 2006; Doroteo, 2010).

#### **IV.5 Hidrociclón**

Los ciclones son aparatos diseñados para separar la parte sólida de la fluida e inicialmente fueron diseñados para la industria minera.

El diseño más típico de los ciclones consiste en introducir la mezcla sólido/fluido, en la parte superior de un recipiente de forma cilíndrica, de manera tangencial o axial. La mezcla desciende rotando por el ciclón y, debido a la fuerza centrífuga, la fase sólida es lanzada hacia las paredes exteriores del cilindro o hidrociclón. Al descender, se colecta en la parte inferior, que acaba en un cono o ápice (Kelly y Spottiswood, 1990). En el centro del ciclón se produce un fuerte vórtice y debido a la baja presión, la fase fluida que llegó al fondo, es impulsada hacia arriba, de modo que asciende rotando para almacenarse mediante una tubería situada en el centro del ciclón (Kelly y Spottiswood, 1990).

El rendimiento de un ciclón depende del tamaño de las partículas. En general, cuanto más pequeñas sean las partículas, menor es el rendimiento obtenido, y cuanto más grande es, el rendimiento es mayor. La sencillez de un hidrociclón es una de sus principales ventajas así como su tamaño que puede ser reducido y su bajo costo, en comparación con otros equipos de separación (Hauke, 2011).

En la Figura IV.1 se presenta el hidrociclón utilizado en este trabajo.

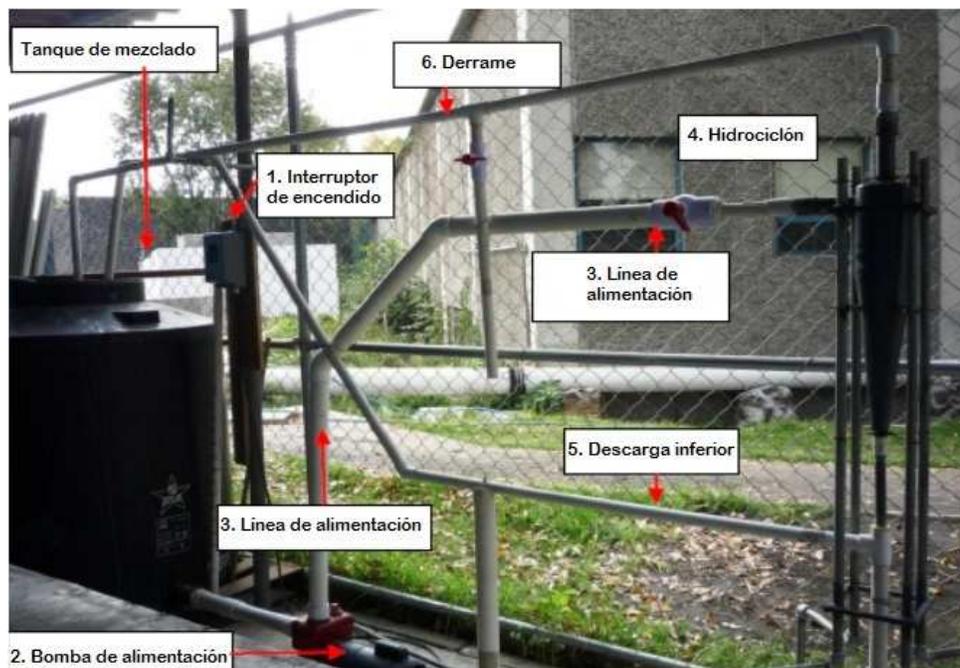


Figura IV.1 Estructura del sistema experimental diseñado por Doroteo, 2010.

Del sistema mostrado en la Figura IV.1, además del hidrociclón, las partes de mayor interés para este trabajo son: el tanque de mezclado, la descarga inferior y el derrame. En la descarga inferior se obtienen las partículas de suelo separadas; en el derrame, el agua, ya sin las partículas separadas por el hidrociclón, se recircula al tanque de mezclado.



## V. METODOLOGÍA

En este capítulo se presentan las técnicas aplicadas para la caracterización y tratamiento del suelo.

### V.1 Origen del suelo

Los suelos utilizados en este estudio provienen de un ex taller de ferrocarriles contaminados con hidrocarburos (fracción media). Su contaminación se debe a derrames de diesel propios a actividades de abastecimiento del mismo en el sitio.

El plan de muestreo de suelo se realizó de acuerdo con lo que se establece en la NOM-138-SEMARNAT/SS/2003. Para asegurar la calidad del muestreo de suelos, el personal del IINGEN que realizó el muestreo, cuenta con la aprobación de la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA) y se siguieron todas las indicaciones que ésta señala. Para tal efecto se llevó una bitácora del muestreo de suelos. Asimismo se llenaron las hojas de campo para cada muestra obtenida así como las cadenas de custodia.

El número y la ubicación de los puntos de muestreo se definieron en campo, por el personal de la UNAM, con base en la información proporcionada por el personal técnico de Ferrocarriles Nacionales de México en Liquidación, y en función de la apreciación visual y organoléptica, principalmente en la zona de abasto y en la zona de talleres. Los puntos de muestreo se ubicaron de manera que se cubrieran más exhaustivamente las áreas con mayores concentraciones de hidrocarburos.

El plan de muestreo consideró la obtención de muestras simples de acuerdo con lo que señala la normatividad y se consideró un muestreo dirigido (Figura V.1). El muestreo se realizó a profundidades variables dependiendo de la apreciación visual y organoléptica, entre la superficie y 2.50 m de profundidad en promedio.



Figura V.1 Punto de muestreo bajo los tanques elevados.

En la Figura V.1, se puede observar uno de los puntos de muestreo donde se observó mayor concentración de hidrocarburos.

Durante los trabajos de campo para la evaluación, se empleó un equipo neumático Long Year, modelo 34, del año 2006, con motor diesel marca Perkins con sistema para evitar la formación de chispa durante el encendido, para obtener muestras entre la superficie y cinco m de profundidad. El motor de velocidad variable de perforación consta de los siguientes accesorios .

Para el trabajo experimental de esta tesis el muestreo se llevó a cabo en la zona de mayor contaminación. En este caso la extracción de las muestras se obtuvo mediante pala y pico debido a las condiciones que presentaba el suelo, a razones económicas y debido a que se extrajeron del orden de 200 kg de suelo en comparación con unos cuantos kg que se obtienen con el equipo neumático (Iturbe et al., 2009).

Durante el muestreo se notaron dos tipos principales de suelo a los que se les denominó A y B. El suelo A, color marrón con olor a hidrocarburo que formaba grandes agregados o cúmulos fáciles de disgregar y el suelo B, de color negro con fuerte olor a hidrocarburo que formaba cúmulos aceitosos, más pequeños, muy difíciles de disgregar.



## V.2 Caracterización del suelo

La caracterización de los suelos seleccionados se realizó determinando los siguientes parámetros: granulometría, densidad real, densidad aparente, materia orgánica, pH y contenido de hidrocarburos de fracción media. Estos parámetros se eligieron para saber que características presentaba cada suelo y como variaban de un suelo a otro.

Las características del suelo del sitio sin contaminar se muestran en la Tabla V.1:

Tabla V.1. Características del suelo sin contaminar

PARÁMETRO	INTERVALO
pH	7.4
Contenido de agua, w (%)	12- 32
Análisis granulométrico	Arcilla limosa

Para el suelo obtenido para este trabajo, también se llevó a cabo una prueba con difracción de rayos X para conocer los minerales que estaban presentes en el suelo y sobre todo el tipo de arcilla lo conformaba.

En el Apéndice 1 se detalla la realización de las determinaciones de densidad real, aparente, materia orgánica y pH.

### V.2.1 Granulometría

Los ensayos de granulometría tienen por finalidad determinar en forma cuantitativa la distribución de las partículas del suelo de acuerdo con su tamaño. Para determinar la granulometría se empleó el método ASTM D422-63 (Standard Test Method for Particle-Size Analysis of Soils, 1998) que utiliza mallas o tamices con distintas “aberturas” lo cual permite que las partículas de distintos tamaños vayan quedando retenidas o continúen pasando, así se define la distribución de tamaño de partícula, y esto contribuye a conocer el tipo de suelo de estudio. En este caso se utilizó previamente el método ASTM C117-95 (Standard Test Method For Materials Finer Than 75  $\mu\text{m}$  Sieve in Mineral Aggregates by Washing) para retirar el material más fino que la malla N<sup>o</sup> 200 (75  $\mu\text{m}$ ) en agregado mineral por lavado, para posteriormente pasarlo por las mallas. Con este método no se pueden clasificar los limos y las arcillas, sin embargo, no es la finalidad de este trabajo clasificarlos sino conocer el porcentaje



de partículas finas que conforman el suelo. La Tabla V.2 muestra la clasificación de las partículas:

Tabla V.2 Tabla de la escala granulométrica (Brady y Weil, 2004)

Dimensión de la partícula elemental (mm)	Sistema Internacional*
<0.002	Arcilla
<0.02	Limo
<0.2	Arena fina
<2.0	Arena gruesa
>2.0	Grava

\*Sociedad Internacional de la Ciencia del Suelo (ISSS, por sus siglas en inglés)

Así, la clasificación que fue de mayor interés es la primera clasificación propuesta por el Sistema Unificado de Clasificación de Suelos (SUCS), la cual clasifica a las partículas como gruesas si son retenidas en la malla #200 y finas si pasan a través de ella (Crespo, 2004).

### V.2.2 Contenido de hidrocarburos

El contaminante de interés es la fracción media de hidrocarburos (HFM) presente en el suelo seleccionado. Para ello se utiliza la técnica de extracción asistida por microondas, que a pesar de que no es el método sugerido por la NOM-138-SEMARNAT-2003, conlleva ventajas en cuanto al tiempo de extracción (Doroteo, 2010). El procedimiento se describe en el Apéndice 1. Se realizaron extracciones por duplicado para conocer la concentración inicial de hidrocarburos de fracción media (HFM), y también se determinaron las concentraciones de HFM en el suelo después del lavado. Los resultados de las concentraciones iniciales permitieron que se determinara que el suelo A se encontraba menos contaminado que el suelo B.

### V.2.3 Difracción de rayos x

Es una técnica que proporciona información detallada acerca de la estructura atómica de sustancias cristalinas. Es una herramienta poderosa en la identificación de minerales en suelos y rocas. La mayor parte de la fracción de arcilla de muchos suelos es cristalina y, por lo tanto, la difracción de rayos x ha sido utilizada por mucho tiempo en la identificación de los minerales presentes en dicha fracción del suelo (Harris y White, 2008). Este análisis se realizó con la finalidad de identificar el tipo de arcilla presente en el suelo, puesto que para un trabajo



de lavado de suelos, los filosilicatos expandibles como la montmorillonita son indeseables debido a su capacidad de absorción. Esta prueba se mandó a hacer en el laboratorio de difracción de rayos x del Instituto de Geología, UNAM a cargo de la Dra. Teresa Pi Puig. El procedimiento se explica en el Apendice 1.

### V.3 Pruebas de lavado preliminares

Para este experimento se trabajarán los tipos de suelo (A) y (B) que, aunque fueron extraídos en el mismo sitio, exhiben diferencias notables a la vista y por ende se trataron de manera separada.

#### V.3.1 Suelo A



Figura V.2. Suelo A.

- En un vial se colocaron 20 g de suelo (Figura V.2) con 20 mL de agua con surfactante al 0.1 y al 0.05%.
- En un agitador de vaivén, se agitaron los viales con suelo por 8 horas y se filtró el contenido con un filtro Whatman No. 44. Esta operación se repitió 3 veces.
- El suelo se dejó secando en el exterior a temperatura ambiente.
- Una vez seco, se realizó la determinación de la concentración de hidrocarburos de fracción media por medio de la extracción asistida por microondas, descrita en el Apéndice 1.

#### V.3.2 Suelo B



Figura V.3. Suelo B.

- En un vial se colocaron 15 g de suelo (Figura V.3) con 15 mL de agua con surfactante al 0.1 y 0.05%. La diferencia con la cantidad de suelo utilizada para el suelo A fue debida a la diferencia de densidades, pues en el vial no cabían 20 g de suelo B con la solución agua-surfactante, por ende se decidió mantener la relación 1 g de suelo : 1 mL de solución.
- En un agitador de vaivén, se agitaron los viales durante 8 horas y se filtró el contenido con un filtro Whatman No. 44. Esta operación se repitió 3 veces.
- El suelo se dejó secando a temperatura ambiente
- Una vez seco, se realizó la determinación de la concentración de hidrocarburos de fracción media por medio de la extracción asistida por microondas, descrita en el Apéndice 1.

Estas pruebas a pequeña escala sólo se realizaron para seleccionar cual de las concentraciones (% w/w) de surfactante sería utilizada. Se consideró que las pruebas a gran escala eran las de mayor importancia y por ello no se realizaron duplicados en estas pruebas preliminares. Las concentraciones de surfactante seleccionadas se mencionan en varios trabajos en los que se usa el Tween 80. (Concentración del 0.5% en: Zamudio, 2010; Torres et al., 2007 y 2012; Uhmman y Aspray, 2012. Concentración del 1% en: Leyva, 2006; Zamudio, 2010; Doroteo, 2010).

#### V.4 Lavado de suelo

El lavado de cada uno de los suelos que fueron tratados en este trabajo se describe a continuación. La metodología planteada se basa en que el lavado es un proceso de mezclado mecánico (Urum y Pekdemir, 2004; Moutsatsou et al., 2006; Ahn et al., 2008; Moon et al.,



2012), y mientras a escala de viales dicho mezclado se realiza por agitación, a escala mayor como en este trabajo, se requiere de un sistema mezclador o equipo de lavado que se muestra en la Figura V.4.

#### V.4.1 Suelo A

1. El suelo se encontraba en cúmulos por lo que fue necesario dispersarlo con un mazo de madera para poder realizar el lavado en el sistema mezclador.
2. El suelo se tamizó por una malla de 50 mm de apertura (grava). Esto fue necesario debido a que las partículas más grandes a esta apertura provocaban que el equipo de lavado se atorara.
3. Se pesaron 4 kg del suelo tamizado y se colocaron en el equipo de lavado, que cuenta con un impulsor helicoidal de baja velocidad (10 rpm), con 4 litros de agua con la concentración de surfactante seleccionada en las pruebas preliminares (Figura V.4). Estas cantidades de suelo y agua se eligieron pues era la capacidad máxima que el equipo de lavado permitía para su óptimo funcionamiento.



Figura V.4. Equipo de lavado con el suelo A.

4. Se mezclaron el suelo y la solución agua-surfactante durante 1 hora 30 minutos. Este tiempo fue elegido pues es un tiempo en el que se considera que todo el suelo fue mezclado con la solución.
5. La mezcla se dejó reposar por 15 minutos con la finalidad de que hubiera una menor cantidad de partículas en el agua que se iba a drenar.
6. Se procedió a sacar el agua del equipo de lavado. Esta agua fue almacenada en el tanque adyacente al hidrociclón.

7. En el equipo de lavado queda la mayor cantidad de suelo que se había colocado al inicio del lavado, a éste se le agregaron 4 litros de solución agua-surfactante, y se mezcló por 1 hora 30 minutos más. Se repitieron los pasos 5 y 6.
8. Una vez más quedó suelo en el equipo de lavado y a éste se le volvieron a agregar 4 litros de solución agua-surfactante y se mezcló durante 1 hora 30 minutos. Al finalizar se repitieron los pasos 5 y 6. De este modo se realizaron 3 lavados para este suelo.

Al proceso realizado del 1-8 se le denominó ciclo de lavado (Figura V.5). Se realizaron 3 ciclos de lavado, de modo que la cantidad de suelo lavada fue en total 12 kg.

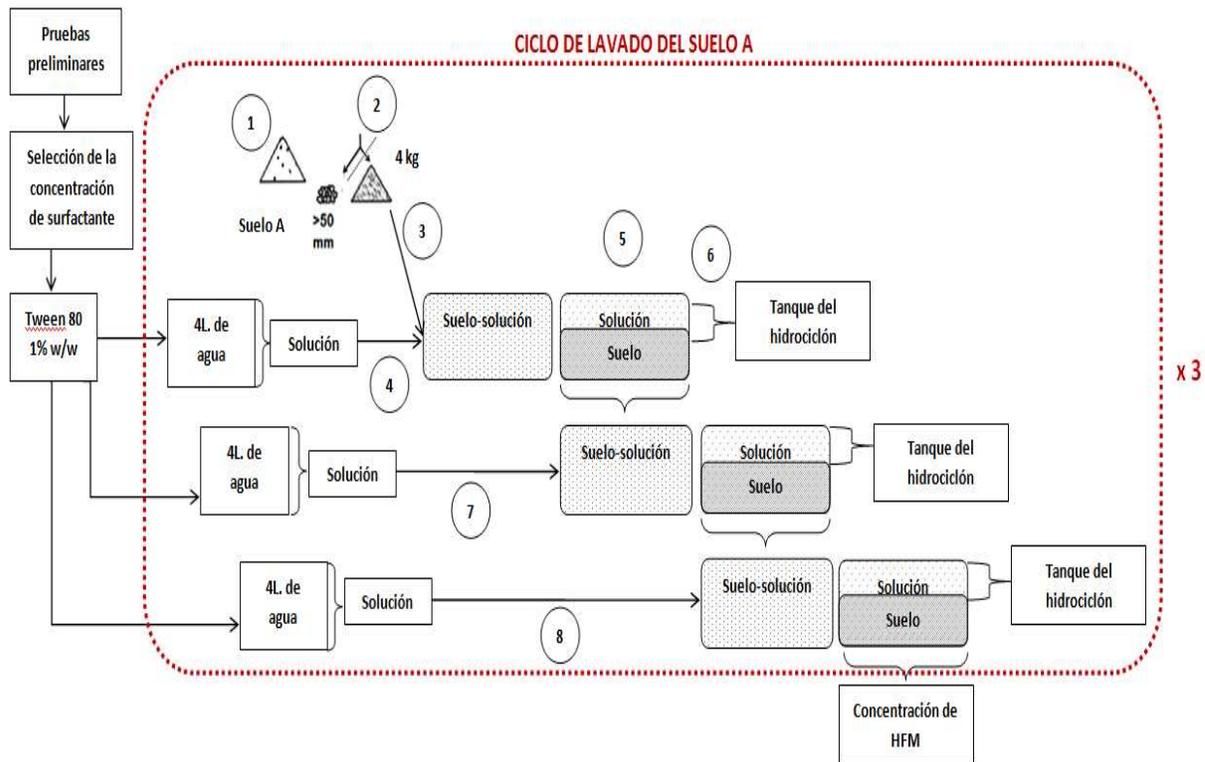


Figura V.5. Esquema del lavado de suelo para el suelo A.

Al final de los lavados, se retiró el suelo y se secó a temperatura ambiente. Una vez seco el suelo se procedió a la extracción con microondas para conocer la concentración de HFM resultante.

#### V.4.2 Suelo B

Este suelo se determinó que estaba más contaminado por lo que fue necesario plantear una variación en la metodología. La variación con respecto al lavado del suelo A es que para el



suelo B fueron necesarios más lavados. Como se puede observar, en la metodología de lavado descrita para el suelo A, los pasos 7 y 8 son iguales. Para el lavado del suelo B se repitieron los pasos del 1 al 6 de la metodología anterior, pero el número 7 se repitió nueve veces de modo que el ciclo de lavado para el suelo B comprendió 10 lavados. También se realizaron 3 ciclos y por ende 12 kg de suelo fueron tratados. El diagrama se muestra en la Figura V.6.

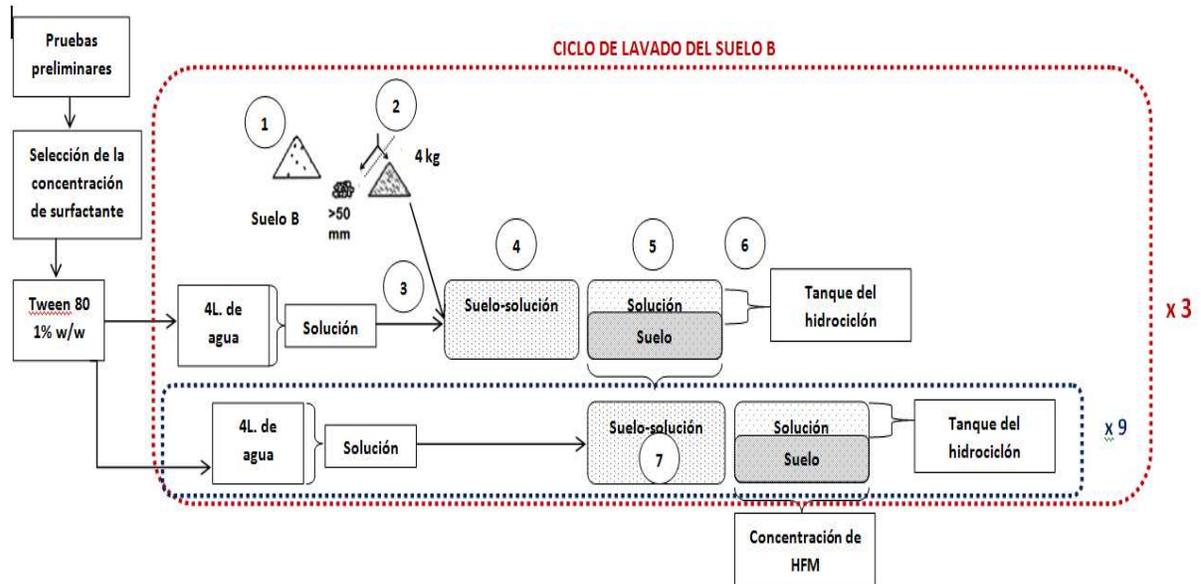


Figura V.6. Esquema del lavado de suelo para el suelo B.



## VI. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados de las pruebas especificadas en el capítulo V.

### VI.1 Caracterización del suelo

Las características de los suelo A y B se presentan en la Tabla VI.1 con el fin de mostrar las diferencias entre ambos.

Tabla VI.1. Caracterización de los suelos A y B

Parámetro	Suelo A	Suelo B
Densidad real (g/cm <sup>3</sup> )	2.21 ± 0.05	1.67 ± 0.12
Densidad aparente (g/cm <sup>3</sup> )	0.97 ± 0.20	0.59 ± 0.24
pH	7.08 ± 0.03	6.83 ± 0.15
Materia orgánica (%)	16 ± 0.4	34.4 ± 0.5

Los valores de densidad tanto aparente como real que aparecen en la Tabla VI.1 reflejan un suelo de muy baja densidad (Cairo, 1995; Ortíz y Ortíz, 1990), con pH neutro y un contenido de materia orgánica muy alto (NOM-021-SEMARNAT-2000).

Comparando los resultados para ambos suelos, la materia orgánica en el suelo B es más del doble que la del suelo A; en cuanto a la densidad, el suelo A es más denso que el suelo B. En general, la densidad real de los suelos está determinada por la naturaleza de sus componentes sólidos, y en particular por sus densidades respectivas. La densidad de los elementos constituyentes de la fracción mineral varía según el tipo de minerales presentes. La de los minerales arcillosos varía entre 2-2.65 g/cm<sup>3</sup>, mientras que la de los minerales primarios, constituyentes de las fracciones limosas y arenosas, está en el orden de 2.5-2.6 g/cm<sup>3</sup>. La densidad real de un suelo disminuye globalmente con el aumento del contenido de materia orgánica. Los suelos orgánicos engloban generalmente todos los suelos que presentan un contenido de MO superior a 30% (Musy y Soutter, 1991). Algunos autores (De Leenheer, 1967; De Boodt, 1965, citados por Rucks et al., 2004) propusieron reducir el valor promedio de la densidad real de 2.65 en 0.02 por cada 1% de aumento en el contenido de materia orgánica, suponiendo que el valor promedio de densidad está basado en un suelo con 1% de MO. La densidad aparente es inferior a la densidad puesto que la masa sólida es referida al volumen total y no sólo al de las partículas sólidas. Así, los valores obtenidos de densidad en



este trabajo coinciden con estas observaciones pues se trata de un suelo clasificado como arcilla limosa (Iturbe et al., 2009) con un alto contenido de materia orgánica.

Aunque el contenido de materia orgánica se considera que es muy alto y dadas las condiciones en el sitio de muestreo, lo más probable es que con el método que se utilizó para su determinación (Apéndice 1), propuesto en la NOM 021-SEMARNAT- 2000, es posible que también se hayan incluido compuestos orgánicos tóxicos, provenientes de las actividades industriales del hombre, como la contaminación de suelos por hidrocarburos del petróleo, que también constituye parte de la materia orgánica del suelo (Etchevers, 1988) y a ello se deba el alto porcentaje resultante.

### VI.1.1 Granulometría

Se determinó la granulometría del suelo A (Figura VI.1) antes de ser lavado, del suelo B no se determinó debido a que el contaminante formaba agregados de modo tal que no fue posible retirar las partículas finas.

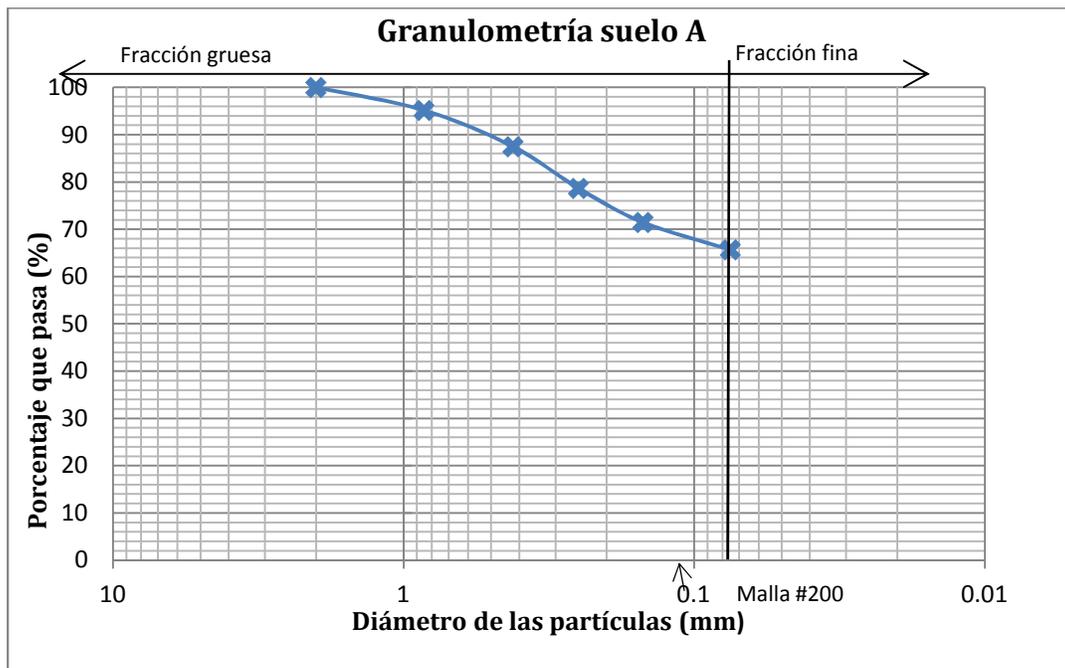


Figura VI.1. Granulometría del suelo A antes de lavarlo

La granulometría de la fracción fina no fue determinada pues lo que se deseaba observar era cómo variaba la cantidad de finos con el tratamiento propuesto, así la curva granulométrica que se muestra en la Figura VI.1 es la de la fracción retenida en la malla No. 200 y también se



se observa que el suelo presenta un porcentaje mayor al 60% de partículas finas, pues son las que pasaron a través de dicha malla.

En una determinación hecha previamente por el grupo Saneamiento de Suelos y Acuíferos, el suelo se clasificó como arcilla limosa (Iturbe et al, 2009).

### VI.1.2 Concentración de hidrocarburos

Cuando se caracterizó el suelo se determinó la concentración inicial de hidrocarburos fracción media (HFM). En la Tabla VI.2 se muestran los valores obtenidos.

Tabla VI.2. Concentración inicial del suelo A y del suelo B

	Suelo A	Suelo B
	Concentración HFM (mg/kg)	Concentración HFM (mg/kg)
Muestra 1	10 517	21 848
Muestra 1d	10 084	19 386
Promedio	10 301 ± 306	20 617 ± 1 741

En la Tabla VI.3 se observa que los valores de concentración de HFM excede, tanto para el suelo A como para el suelo B, los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-138 para suelos de uso industrial como lo es este caso, para el suelo A excede por aproximadamente 5000 (mg/ kg) y para el suelo B alrededor de 15000 (mg/ kg), por lo que se trata de suelos muy contaminados.

### VI.2 Difracción de rayos x

Los resultados de la difracción se vieron afectados por la presencia de hidrocarburos y gran cantidad de materia orgánica en el suelo. La fase identificada en ambos suelos, A y B, fue la halloysita.

La halloysita se forma generalmente por la alteración hidrotermal de minerales aluminosilicatos (Kerr, 1952), es un filosilicato de aluminio y presenta la siguiente composición:  $Al_2(OH)_4Si_2O_5$ . Tiene una estructura laminar y cuando se humedece se plastifica y se puede moldear. Pertenece al grupo de la caolinita, debido a que su patrón de difracción de rayos-X y su comportamiento térmico son muy parecidos. Aparece en depósitos secundarios, como



resultado del transporte y sedimentación a través de las aguas superficiales. Es un componente importante de arcillas y suelos (Piña et al., 2000). En cuanto a su composición se presenta de dos formas: anhidra e hidratada.

La Halloysita en su estado hidratado consiste de dos unidades 1:1 de celdas en capas separadas por una sola capa de moléculas de agua. Las partículas son tubos huecos. La capa de agua se elimina irreversiblemente por secado y también como posible resultado de la presión, con un colapso a una estructura similar a la caolinita (Rowe, 2001).

### **VI.3 Pruebas preliminares de lavado**

Las pruebas preliminares de lavado se realizaron en viales, a pequeña escala, con la finalidad de conocer la concentración de surfactante más adecuada para remover el contaminante.

#### **VI.3.1 Suelo A**

De acuerdo con las pruebas preliminares realizadas para este suelo, se determinó que con el 1% de concentración en peso del surfactante Tween 80, la concentración de HFM había disminuido más de 90% (de 10301 a 506 [mg/kg]), estableciendo así la concentración de surfactante que se utilizaría en el lavado.

#### **VI.3.2 Suelo B**

De acuerdo con las pruebas preliminares realizadas, para este suelo, se determinó que con el 1% de concentración en peso del surfactante Tween 80, la concentración de HFM había disminuido aproximadamente 25% (de 20617 a 15400 [mg/kg]), por lo que esa concentración de surfactante sería la utilizada en el lavado.

### **VI.4 Lavado del suelo**

Como ya se mencionó en el capítulo V, los suelos tuvieron metodologías muy parecidas para realizar el lavado de suelo, sin embargo varían entre sí debido a que el suelo B se encuentra más contaminado y por ello requiere de más lavados

#### **VI.4.1 Suelo A**



Al final de cada ciclo de lavado para este suelo, se registró la cantidad de suelo lavado, ya seco, resultante, que se sacó del equipo de lavado. Cabe recordar que al inicio de cada ciclo fueron puestos 4 kg de suelo en el equipo. Los resultados se muestran en la Tabla VI.3 que se presenta a continuación:

Tabla VI.3. Suelo A resultante en cada ciclo

Ciclo de lavado	Suelo resultante (kg)	% de recuperación
A1	2.5	62.5
A2	2.4	60
A3	2.5	62.5

En la Tabla VI.3 se puede observar que los porcentajes de recuperación, en comparación con la cantidad de suelo puesta al inicio de cada ciclo, son del aproximadamente del 60 % . Si se considera que el suelo sin lavar tiene un 60% de partículas finas, el suelo resultante del lavado tiene partículas finas y por ende no todas se encuentran en el agua de lavado que fue colocada en el tanque del hidrociclón.

A los suelos resultantes, lavados, en cada ciclo se les realizaron los análisis de cromatografía correspondientes para determinar su concentración de HFM después del lavado, los resultados se presentan en la Tabla VI.4:

Tabla VI.4. Concentración HFM del suelo A después del ciclo de lavado

Ciclo de lavado	Concentración HFM después del lavado por duplicado (mg/kg)		Concentración promedio (mg/kg)	Coefficiente de variación (%)
A1	6 341	6 743	6 542 ± 284	4
A2	7 956	4 928	6 442 ± 2 141	33
A3	6 586	5 972	6 279 ± 434	7

En la Tabla VI.4 se observa que las concentraciones promedio disminuyeron en los tres casos.

El coeficiente de variación es una medida de la dispersión relativa, cuanto más próximo a cero se encuentre este valor, menor será la dispersión relativa y mejor la representatividad de la media (Esteban et al., 2005). En la Tabla VI.4 se muestran los coeficientes de variabilidad para cada ciclo de lavado, y tanto para el ciclo de lavado A1 como para el A3 los coeficientes de



variabilidad son menores del 10% lo que nos indica una dispersión de los datos baja (Esteban et al., 2005), sin embargo, para el ciclo A 2 la dispersión si es alta.

En la Tabla VI.5 se muestran las diferencias con la concentración inicial y los porcentajes de disminución de acuerdo a ésta.

Tabla VI.5. Diferencias de concentración de HFM en el suelo A y porcentaje de remoción

Ciclo de lavado	Diferencia con la Concentración HFM inicial (mg/kg)	Porcentaje de remoción (%)
A1	3 759	36
A2	3 859	37
A3	4 022	39

Se realizó una prueba más para el suelo A resultante en los ciclos A1, A2 y A3, se juntaron 4 kg y se les sometió a 2 lavados más. El resultado se muestra en la Tabla VI.6.

Tabla VI.6. Concentración HFM después de 5 lavados

Ciclo de lavado	Concentración HFM después del lavado por duplicado (mg/kg)		Concentración promedio (mg/kg)	Porcentaje de remoción (%)	Coefficiente de variación (%)
A4	5 402	5 705	5 554	46	3.8

La Tabla VI.6 muestra que con los últimos dos lavados, la remoción aumenta del 39% al 45% y aunque aún no se obtienen las concentraciones permisibles establecidos en la normatividad, se observa que con cada lavado, la concentración disminuye. El coeficiente de variación para este ciclo es menor al 5%, lo que nos indica una buena representatividad de la media

En el efluente del equipo de lavado, el agua resultante de los ciclos A1, A2, A3, y A4, que contenía partículas finas, se dejó sedimentar por 72 horas y así, se obtuvieron 2.6 kg más de suelo. A éste también se le midió la concentración de HFM. Los resultados se muestran en la Tabla VI.7.

Tabla VI.7. Concentración de HFM en el suelo sedimentado

Concentración HFM inicial (mg/kg)	Concentración HFM por duplicado (mg/kg)	Concentración promedio (mg/kg)	Coefficiente de variación (%)
-----------------------------------	---	--------------------------------	-------------------------------



10 301	8 736	8 456	8 596	2.3
--------	-------	-------	-------	-----

De acuerdo con la Tabla VI.7, el suelo que estuvo un mayor tiempo en contacto con la solución agua-surfactante tiene una concentración de HFM menor que la inicial, pero mayor en comparación con la del suelo lavado que se obtuvo en los ciclos A1, A2 y A3. Debido al valor del coeficiente de variación se puede decir que los datos difieren en un grado bajo.

### Granulometría después del lavado

Al suelo lavado en el ciclo A4 se le realizó la prueba de granulometría y el resultado se presenta en la Figura VI.2 así como la granulometría del suelo al inicio del lavado.

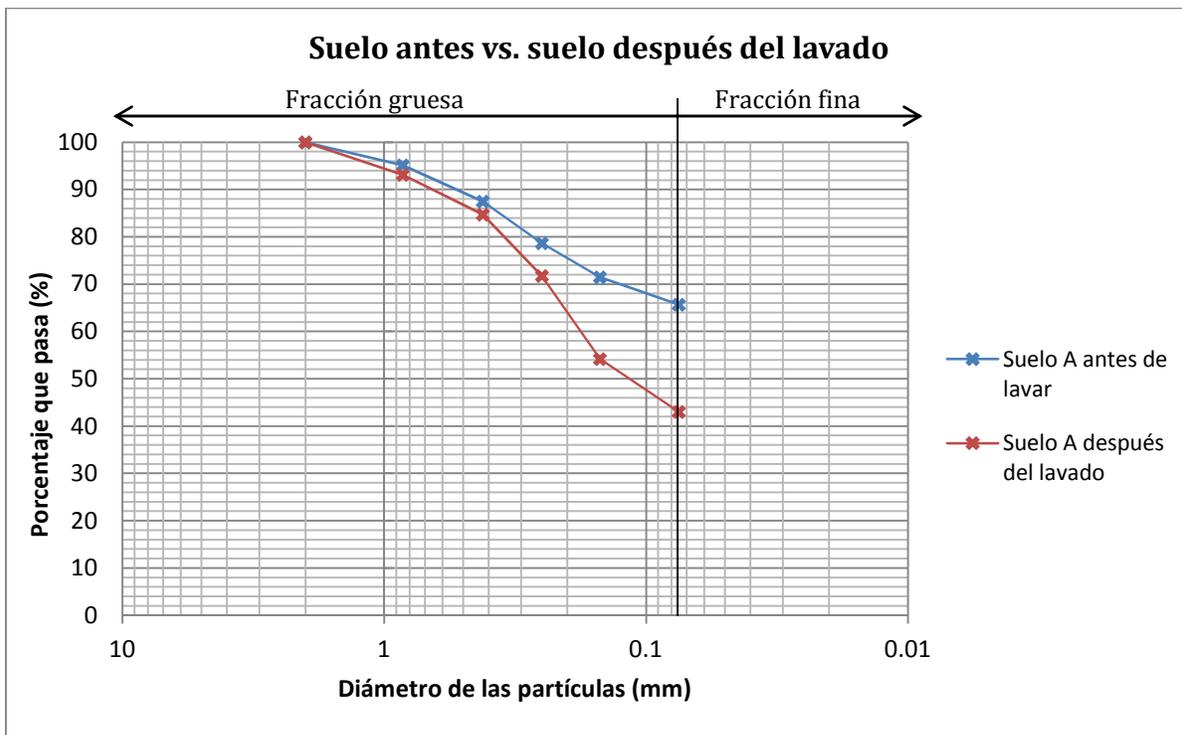


Figura VI.2 Granulometría del suelo después del tratamiento.

En la Figura VI.2 se observa que la cantidad de finos que contiene el suelo después de ser lavado 5 veces es de aproximadamente 40 %, el porcentaje faltante probablemente puede encontrarse tanto en las partículas suspendidas en el agua, pues son aproximadamente el 17 % del total del suelo, y también en el suelo que sedimentó en las 72 horas después de terminados los ciclos ( $\approx 22\%$ ).



#### VI.4.2 Pruebas con el hidrociclón

Para las pruebas con el hidrociclón, se colocaron en el tanque de alimentación del hidrociclón (señalado en la Figura IV.1 como tanque de mezclado) aproximadamente 36 L de agua resultante de los ciclos de lavado A1, A2 y A3. En esta agua se encontraban en suspensión aproximadamente 2 kg de suelo. Para poder operar el hidrociclón se requirió agregar 110 L más de agua limpia al tanque para que la bomba que traslada la mezcla suelo-agua al hidrociclón pudiera extraerla. La separación obtenida se observa en la Figura VI.3.



Figura VI.3. Mezcla resultante en el derrame y mezcla resultante en la descarga inferior.

Los frascos que se muestran en la Figura VI.3 tienen un litro de capacidad. El frasco de la izquierda muestra la mezcla resultante en el derrame, y como se menciona en el capítulo IV.5, el efluente de este tubo debe tener una mayor parte de agua que de suelo. El frasco de la derecha muestra el efluente obtenido del tubo de la descarga inferior, éste debe tener una mayor parte de suelo que de agua y, como se puede ver en la parte inferior de los frascos, la cantidad de sólidos no varía suficientemente entre la descarga y el derrame como se esperaba, lo que indica un mal funcionamiento del hidrociclón.

A pesar del mal funcionamiento, las pruebas se realizaron durante 2 semanas tratando de recuperar la mayor cantidad de suelo posible, sin embargo, se recuperaron únicamente 250 g de suelo lo que representa únicamente el 12.5% de lo que se buscaba recuperar.

Después de analizar el funcionamiento del hidrociclón se encontró una falla en el diseño de la entrada tangencial que provoca que no se forme completamente el vórtice, lo que implica que



no se separen los sólidos con el porcentaje esperado. Después de este análisis se rediseñó el hidrociclón; sin embargo, por cuestión de tiempo ya no fue posible repetir las pruebas.

Al suelo recuperado con el hidrociclón también se le hizo análisis de HFM y se obtuvieron los valores mostrados en la Tabla VI.8:

Tabla VI.8. Concentración HFM en el suelo recuperado con el hidrociclón

Concentración HFM por duplicado (mg/kg)		Concentración promedio (mg/kg)	Coefficiente de variación (%)
18 735	18 931	18 833 ± 138	0.73

El valor promedio de la concentración de HFM para suelo recuperado con el hidrociclón es mucho mayor a la concentración obtenida para el suelo lavado, lo que muestra que el suelo, al pasar un tiempo mayor en contacto con la solución agua- surfactante, está adsorbiendo el contaminante. Para esta prueba el coeficiente de variación es cercano al 1% lo que indica la alta representatividad de la media obtenida.

#### VI.4.3 Balance de masa

Se realizó un balance de masa para determinar si el contaminante estaba transfiriéndose al agua, para ello fue necesario calcular la concentración de contaminante en el agua, el método con el que se efectuó, se especifica en el Apéndice 1. La ecuación de balance de masa puede escribirse relacionando la concentración del contaminante en el suelo antes y la concentración en el suelo después del lavado así como también con la concentración en el agua resultante en el lavado (Kuo, 1999):

$$(C_i)(M_s) = (C_f)(M_s) + C_wV \dots\dots\dots \text{ecuación VI.1}$$

Donde:

$C_i$  = Concentración inicial de HFM en el suelo (mg/kg)

$C_f$  = Concentración final de HFM en el suelo (mg/kg)

$M_s$  = masa del suelo lavado (kg)

$C_w$  = Concentración en el agua de lavado (mg/L)

$V$  = volumen de agua utilizada para lavar (L)



Tomando en cuenta las cantidades de suelo y su concentración de HFM se procede a sustituir en la fórmula de acuerdo con los valores presentados en la Tabla VI.9.

Tabla VI.9. Cantidades de suelo y su concentración

Concentración	Cantidad	Especificación
6 421 (mg/kg)	7.4 (kg)	Suelo lavado
8 596 (mg/kg)	2.6 (kg)	Suelo sedimentado
32.18 (mg/L)	146 (L)	Agua de lavado

Realizando la sustitución en la ecuación VI.1:

$$\underbrace{\left(10301 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right)}_{\text{Ci}} \underbrace{(12 \text{ kg})}_{\text{Ms}} = 123612 \text{ mg}$$

$$\left(6421 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right)(7.4 \text{ kg}) + \left(8596 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right)(2.6 \text{ kg}) + \left(32.18 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right)(146 \text{ L}) = 74563.3$$

$$123612 \text{ mg} - 74563.3 \text{ mg} = 49048.7 \text{ mg} = 49 \text{ g de contaminante de diferencia}$$

Sin embargo, si se considera que los 2 kg de suelo en suspensión en el agua tienen la misma concentración que el suelo que fue recuperado con el hidrociclón (Tabla VI.8).

$$\left(18833 \frac{\text{mg}}{\text{kg}}\right)(2 \text{ kg}) = 37666 \text{ mg}$$

$$74563.3 \text{ mg} + 37666 \text{ mg} = 112229.3 \text{ mg}$$

Si este valor se sustituye en la fórmula el resultado varía:

$$123612 \text{ mg} - 112229.3 \text{ mg} = 11382.7 \text{ mg} = 11.38 \text{ g de contaminante faltante}$$

Esta diferencia puede deberse a que en las paredes de la lavadora queda pegado el suelo con el contaminante. Este comportamiento de la mezcla suelo-agua-surfactante (Tween 80) ya había sido reportado con anterioridad por Leyva (2006).



Cabe mencionar que debido a la falla con el hidrociclón, cuando se hizo el análisis del agua, las partículas ya habían estado un mayor tiempo en contacto con el agua y por lo tanto pudieron adsorber nuevamente el contaminante lo que resulta en una alteración de dicho resultado.

Otra alteración pudo haberse presentado en el proceso para la determinación de la concentración de HFM en el agua por medio de cromatografía, porque como se describe en el punto A.8 del Apéndice 1, la muestra de agua tuvo que ser filtrada en repetidas ocasiones para poder ser pasada por los cartuchos, de lo contrario los hubiera tapado, lo que probablemente significó una pérdida de hidrocarburos.

#### VI.4.4 Suelo B

Al igual que para el suelo A, al final de cada ciclo de lavado para el suelo B, se registraron las cantidades de suelo, ya seco, resultante al final de los ciclos de lavado B1, B2 y B3. Cabe recordar que al inicio de cada ciclo fueron puestos 4 kg de suelo en el equipo de lavado. Los resultados se muestran en la Tabla VI.10 que se presenta a continuación:

Tabla VI.10. Suelo B resultante en cada ciclo

Ciclo de lavado	Suelo resultante (kg)	% de recuperación
B1	3.1	77.5
B2	2.9	72.5
B3	3.2	80.0

El la Tabla VI.10 se muestra que la cantidad de suelo que queda en el equipo de lavado es de más del 70% del puesto al inicio y en comparación con el suelo A, se recuperó más suelo en cada ciclo. Al suelo resultante de los ciclos B1, B2 y B3 se le determinó la concentración de HFM, los resultados se presentan en la Tabla VI.11:

Tabla VI.11. Concentración de HFM después del ciclo de lavado en el suelo B

Ciclo de lavado	Concentración HFM después del lavado por duplicado (mg/kg)		Concentración promedio (mg/kg)	Coefficiente de variación (%)
B1	32 026	58 191	45 108.5 ± 18 501	41.0
B2	30 590	24 594	27 592 ± 4 240	15.3



B3	57 954	56 348	57 151 ± 1 136	1.9
----	--------	--------	----------------	-----

En la Tabla VI.11 se puede apreciar que los resultados de las extracciones fueron muy variables e incluso todos fueron mayores a la concentración inicial determinada. Para el ciclo B1 el coeficiente de variación entre los datos es muy grande lo que indica una mala representatividad de la media, para el ciclo B2 es aceptable, y para el ciclo B3 la variación es muy baja. Estos valores tan dispares reflejan que no se alcanza una buena homogeneización de la muestra de suelo B.

Del suelo B resultante de los ciclos B1, B2 y B3 se juntaron 4 kg y se realizaron 5 lavados más, calculando las concentraciones de HFM al inicio y al final del tratamiento. Los resultados se muestran en la Tabla VI.12.

Tabla VI.12. Concentración de HFM en el suelo B después de 15 lavados

	Concentración HFM por duplicado (mg/kg)		Concentración promedio (mg/kg)	Coeficiente de variación (%)
Inicio	27 926	27 779	27 825 ± 103	0.3
Final	17 107	16 945	17 026 ± 114	0.6

Con base en los datos mostrados en la Tabla VI.12 se observa que hubo una disminución en la concentración de HFM, además, los datos presentan coeficiente de variación muy cercano a cero que como ya se dijo anteriormente, indican una buena representatividad de la media (concentración promedio). Se realizaron 5 lavados más a este suelo, completando un total de 20, con la finalidad de que la concentración continuara con la tendencia a disminuir y así saber si pudiera ser posible que cumpliera con los valores permisibles de la normatividad. Los resultados se muestran en la Tabla VI.13.

Tabla VI.13. Concentración de HFM en el suelo B después de 20 lavados

Concentración HFM por duplicado (mg/kg)		Concentración promedio (mg/kg)	Coeficiente de variación (%)
42133	43859	42996	2.8

Como se observa en la Tabla VI.13 el coeficiente de variación de los datos es muy aceptable, sin embargo la concentración de HFM aumentó una vez más, de este modo se determinó que el tratamiento de lavado de suelos no funciona para este tipo de suelo, pues se encuentra muy



apelmazado por los hidrocarburos intemperizados difíciles de disgregar. y con los lavados no se logran desorber.

Se realizaron pruebas con el hidrociclón para este suelo pero como el funcionamiento del mismo no fue el óptimo ya no se incluyó en este trabajo.

Debido a la falta de tiempo ya no se continuó con más lavados o con un aumento en la concentración del surfactante que fue la siguiente etapa planeada.



## VII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Los suelos extraídos del ex taller de ferrocarriles, denominados en este trabajo como A y B, presentaron características diferentes. El suelo A es de color marrón, tiene olor a hidrocarburo y es más denso. El suelo B presenta una coloración negra, tiene un olor a hidrocarburo muy penetrante, es menos denso y tiene una concentración de hidrocarburos de fracción media mayor. La granulometría del suelo A indicó que tenía más de un 60 % de partículas finas y para el suelo B no fue posible realizar la granulometría pues formaba grumos muy difíciles de disgregar.

El análisis de difracción de rayos X indicó que las arcillas que conforman ambos suelos están compuestas de halloysita, lo que fue un resultado importante pues si el mineral formador de arcillas hubiera sido la montmorillonita, debido a sus características expansivas, hubiera sido un impedimento para la realización del lavado de suelo.

La concentración inicial de hidrocarburos de fracción media determinada fue de 10 301 mg/kg para el suelo A y 20 617 mg/kg para el suelo B aunque para éste último después se constató que este valor no era correcto y que no se había logrado determinar una concentración inicial fiable. Ambos valores estuvieron por arriba del límite máximo permisible que indica la NOM-138-SEMARNAT/SS-2003 para suelo de uso industrial.

Se decidió realizar el lavado con la adición del surfactante Tween 80 debido a la eficiencia obtenida en trabajos anteriores. Se realizaron pruebas de lavado a pequeña escala, con una concentración de surfactante al 0.5 y 1% y fue con esta última que se obtuvieron remociones del 90% y 25% para los suelos A y B, respectivamente, lo que mostró una baja remoción para el suelo B.

En la aplicación de la técnica de lavado de suelos mediante el proceso planteado, se realizaron 3 lavados para el suelo A y se obtuvo una remoción del contaminante del 37% aproximadamente; con 5 lavados la remoción aumentó a 46%. Estos resultados, difieren en aproximadamente un 50% de las pruebas de lavado realizadas en viales, lo que muestra que a una escala mayor la eficiencia del lavado es menor, muy posiblemente porque a pequeña escala es fácil disgregar el suelo. Se concluye que no es representativo trabajar a pequeña escala para este tipo de suelos que presentan muy alta contaminación.

De acuerdo con los resultados del lavado para el suelo A no es posible concluir que se cumple la hipótesis pues aunque los resultados muestran que se obtienen concentraciones cercanas al



límite permisible establecido en la normatividad, el balance de masa indica una pérdida de hidrocarburos que puede estar en las partículas finas en el agua de lavado .

Con respecto al balance de masa se considera que una posibilidad es que parte del hidrocarburo “perdido” se quedó en las paredes del equipo de lavado y otra parte en el proceso de filtración para el análisis de cromatografía, además de que un problema para determinar HFM en el agua de lavado es la interferencia provocada por el surfactante en dicho análisis.

En cuanto al lavado del suelo B, los resultados obtenidos indican mala eficiencia de remoción. Esto puede deberse a la baja homogenización de la muestra debida a la presencia de hidrocarburo muy intemperizado.

La eficiencia del hidrociclón para separar las partículas contenidas en el agua de lavado fue muy baja debido a una falla del equipo. Después de analizar el hidrociclón, la falla fue localizada en el diseño de la entrada tangencial. Después de este análisis se rediseñó el hidrociclón; sin embargo, por cuestión de tiempo ya no fue posible repetir las pruebas.

## **RECOMENDACIONES**

Para el suelo A se recomienda realizar dos lavados más con el fin de asegurar que la concentración de HFM cumpla con la normatividad.

Para el suelo B se sugiere probar una concentración diferente de surfactante o probar otros surfactantes porque con las pruebas realizadas en este trabajo el método fue ineficiente para limpiarlo.

Se recomienda para trabajos futuros de lavado de suelos plantear, desde un principio, las pruebas necesarias para realizar el balance de masas, con el fin de no haya retrasos en el proceso y que dichas interferencias no incidan en los resultados

Una vez rediseñada la entrada del hidrociclón, probar nuevamente su eficiencia para la separación de sólidos, para ambos tipos de suelo.



## VIII. REFERENCIAS

*Aguilera, N., 1989.* Tratado de Edafología de México, Tomo I, Laboratorio de Investigación de Edafología, Departamento de Biología, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional Autónoma de México.

*Ahn, C., Kim, Y., Woo, S. y Park J., 2008.* Soil washing using various nonionic surfactants and their recovery by selective adsorption with activated carbón, *Journal of Hazardous Materials* 154, pp. 153–160.

*Brady, N., y Weil, R., 2004.* The Nature and Properties of Soils, Thirteenth Edition. Upper Saddle River, New Jersey, Prentice Hall.

*Cairo, P., 1995.* La Fertilidad Física de suelo y la Agricultura Orgánica en el Trópico. UNA - Managua, Nicaragua. 228 p.

*Cheng, S., Chang, J. y Huang, C., 2007.* Particle Separation to Enhance the Efficiency of Soil Acid Washing - Case Study on the Removal of Cadmium from Contaminated Soil in Southwestern Taiwan, *Environmental Technology*, Vol. 28 (10), pp. 1163-1171.

*Chi, F., 2011.* Remediation of Polycyclic Aromatic Hydrocarbon-Contaminated Soils by Nonionic Surfactants: Column Experiments, *Environmental Engineering Science.*, Vol. 28 (2), pp.139-145.

*Chu, W., 2003.* Remediation of Contaminated Soils by Surfactant-Aided Soil Washing, *Practice Periodical of Hazardous, Toxic, and Radioactive Waste Management*, Vol. 7 (1), January, pp. 19-24.

*Clark, C., y Delfino, J., 2003.* Correlation between PID and FID field analytical instruments in the analysis of soil contaminated with diesel fuel., *Soil and Sediment Contamination*, Vol. 12 (2), pp. 151–164.

*Crespo, C., 2004.* Mecánica de suelos y cimentaciones, 5° edición, Limusa, México.



*De Boodt, M., 1965.* Soil physics. International Centre for Post-Graduate Soil Scientist, Gante Bélgica.

*De Leenbeer, L., 1967.* Considerations critiques sur la valeur des resultats de la determination de la porosité totale et de la distribución des pores du sol, *Pedologie* 17 (2).

*Doroteo, E., 2010.* Diseño y operación de un hidrociclón para mejorar la técnica de lavado de suelos, Tesis de Maestría en Ingeniería Ambiental, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, México.

*Esteban, J., Ivars, A., Bachero, J, Blasco, O., Coll, V., Diez, R., López M., Rojo, C. y Ruiz, F., 2005.* Estadística Descriptiva y Nociones de Probabilidad, 1º edición, Thomson, España.

*Etchevers, J., 1988.* Análisis químico de suelos y plantas. Centro de Edafología. Colegio de Posgraduados, Chapingo, Estado de México.

*Flores, M., Torras, S. y Téllez, R., 2004.* Medidas de mitigación para uso de suelos contaminados por derrames de hidrocarburos en infraestructura de transporte terrestre, Secretaría de Comunicaciones y Transportes, Publicación Técnica No. 25, México.

*Griffin, W., 1949.* Classification of Surface Active Agents by HLB, *Journal of the Society of Cosmetic Chemists* 1, pp. 311-326.

*Hauke, G., Vidal, P. y Blasco, J., 2011.* Separación de partículas mediante hidrociclón. Área de Mecánica de Fluidos. Centro Politécnico Superior. Universidad de Zaragoza, España.

*Harris, W. y White, G., 2008.* X- Ray Diffraction Techniques for Soil Mineral Identification, *Methods for Soil Anlysis, Part 5- Mineralogical Methods, Soil Science Society of America Book Series, Madison*, pp. 81-116.

*Helmy, Q., Kardena, E. y Wisjnuprpto , 2009.* Performance of petrofilic consortia and effect of surfactant Tween 80 addition in the oil sludge removal process, *Journal of Applied Sciences in Environmental Sanitation, Vol.4 (3)*, pp. 207-218.



*Iturbe, R., Flores, C., Chávez, C., Ramírez, A. y Torres, L., 2004.* In situ flushing of contaminated soils from a refinery : organic compounds and metal removals, Remediation, Vol. 14 (2), pp. 141-152.

*Iturbe, R., Flores, C., Pérez, G., López, J., Corona, L., Castro, A. y Flores, R., 2009.* Estudios de Caracterización de Suelo, Subsuelo y Manto Freático en las Áreas de Talleres y Abasto en las Terminales Ferroviarias de Jalapa, Ver. Informe realizado por el Instituto de Ingeniería para Ferrocarriles Nacionales de México en Liquidación.

*Kerr, P., 1952.* Formation and Occurrence of Clay Minerals, Clays and Clay Minerals, Vol. 1, pp.19-32.

*Kelly, E. y Spottiswood, D., 1990.* Introducción al Procesamiento de Minerales, Noriega-Limusa, México, pp. 227-260.

*Khan, F., Husain T. y Hejazi R., 2004.* An overview and analysis of site remediation technologies, Journal of Environmental Management 71, pp. 95-122.

*Kuo, J. 1999.* Practical design calculations for groundwater and soil remediation, Lewis Publishers, Boca Raton.

*Lammers, B., 2010.* Sustainable re development with a close mass balance, Soil Washing Hazardous Materials Management Magazine, Canadá.

*Lemiere, B., Seguin, J., Le.Guern. C., Guyonnet, D., Barange, P., Darmendrail, D., Conil, P., 2001.* Guide sur le comportement des polluants dans les sols et dans les nappes. Application dans un contexte d'évaluation détaillée des risques pour les ressources en eau., Editions BRGM, N°300, Orléans.

*Leyva, D., 2006.* Comparación de técnicas de saneamiento en un suelo contaminado con hidrocarburos del petróleo en Tabasco, Tesis de Maestría en Ingeniería Ambiental, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, México.

*López, J., 2004.* Cambios físicos, químicos y biológicos en un suelo contaminado con hidrocarburos debido al saneado con la técnica de lavado de suelos, Tesis de Maestría en



Ingeniería Ambiental, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, México.

*Lowe, D., Oubre C. y Ward C., 1999.* Surfactants and cosolvents for NAPL remediation: a technology practices manual. Lewis Publishers. Boca Raton, Florida.

*Macías, F., 1993.* Contaminación de suelos: algunos hechos y perspectivas. En: Ortiz Silla, R., (Ed.), Problemática Geoambiental y Desarrollo, Tomo I, pp. 53-74. V Reunión Nacional de Geología Ambiental y Ordenación del Territorio, Murcia.

*Madrigal, M., 1998.* Alternativas para la rehabilitación de suelos contaminados con hidrocarburos en México. Tesis de Maestría. Facultad de Ingeniería, UNAM. México,

*Mann, M., 1999.* Full-scale and pilot-scale soil washing, Journal of Hazardous Materials 66, pp.119–136.

*Moutsatsou, A., Gregou, M., Matsas, D. y Protonotarios, V., 2006.* Washing as remediation technology applicable in soil heavily polluted by mining-metallurgical activities, Chemosphere 63, pp.1632–1640.

*Moon, D., Lee, J., Wazne, M. y Park, J., 2012.* Assessment of soil washing for Zn contaminated soils using various washing solutions, Journal of Industrial and Engineering Chemistry 18, pp. 822–825.

*Mulligan, C., Yong, R. y Gibbs, B., 2001.* Surfactant-enhanced remediation of contaminated soil: a review, Engineering Geology 60, pp.371–380.

*Musy, A. y Soutter, M., 1991.* Physique du sol, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (PPUR), Colección: Gérer l'environnement, París, Francia.

*Narsilio, G. y Santamarina J., 2000.* Clasificación de suelos: Fundamento físico, Prácticas actuales y Recomendaciones. Fi UBA.

*Norma Oficial Mexicana, NOM-138-SEMARNAT/SS-2003,* Límites máximos permisibles de hidrocarburos en suelos y las especificaciones para su caracterización y remediación, Secretaria de Medio Ambiente y Recursos Naturales.



*Norma Oficial Mexicana, NOM-021-SEMARNAT-2000.* Especificaciones de fertilidad, salinidad y clasificación de suelos, estudio, muestreo y análisis, Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales.

*Nuñez, J., 2000.* Fundamentos de edafología. Segunda edición, San José, Costa Rica.

*Ortiz, V. y Ortiz, S., 1990.* Edafología. Editora V. Gómez Cueva. Universidad Autónoma de Chapingo. Texcoco, México.

*Ortiz, B., Sanz, J., Dorado, M. y Villar, S., 2006.* Técnicas de recuperación de suelos contaminados, CITME, CEIM, Universidad de Alcalá, Comunidad de Madrid. Madrid, España.

*Piña, M., Sandoval, L., Sánchez L. y Montellano L., 2000.* Análisis mediante microscopía electrónica y difracción de rayos x de los lodos generados en la potabilización del agua durante su tratamiento, IMTA, Presentado en: Congreso Nacional de Ingeniería Sanitaria y Ciencias Ambientales, 12, Morelia, Federación Mexicana de Ingeniería Sanitaria y Ciencias Ambientales; AIDIS. Ciencia y conciencia compromiso nacional con el medio ambiente: memorias técnicas. México, D.F, FEMISCA. pp.1-14.

Procuraduría Federal de Protección al Medio Ambiente, 2002. Informe Anual 2002.

Procuraduría Federal de Protección al Medio Ambiente, 2011. Informe Anual 2010.

*Riojas, H., Torres, L., Mondaca, I., Balderas, J. y Gortáres, P., 2010.* Efectos de los surfactantes en la biorremediación de suelos contaminados con hidrocarburos. Química Viva, Vol. 9 (3), Universidad de Buenos Aires Argentina pp. 120-145.

*Riojas, H., Gortáres, P., Mondaca, I. y Balderas, J., 2011.* Aplicación de Tween 80 y D-Limoneno en la bioremediación de suelocontaminado con hidrocarburos , Ide@s CONCYTEG, Vol. 6 (71), pp. 571-584.

*Riser-Roberts, E., 1998.* Remediation of Petroleum Contaminated Soil: Biological, Physical, and Chemical Processes, Lewis Publishers, Boca Raton, Florida.



Rowe, R., 2001. Geotechnical and Geoenvironmental Engineering Handbook, Springer edition, "Physicochemistry of Soils for Geonvironmental Engineering", Chapter 23, Kluwer Academic Publishing, Norwell, U.S.A.

Salager, J. y Fernández, A., 2004. Surfactantes, Cuaderno FIRP S301-PP, Facultad de Ingeniería, Universidad de los Andes, Venezuela.

Schamm, L., 2000. Surfactants: Fundamentals and applications in the petroleum industry. Cambridge University Press, 1° Edición.

Semple, K., Reid, B. y Fermor, T., 2001. Impact of composting strategies on the treatment of soils contaminated with organic pollutants. Environmental Pollution 112, pp.269-283.

Sheets R. y Bergquist A., 1999. Laboratory treatability testing of soils contaminated with lead and PCBs using particle-size separation and soil washing, Journal of Hazardous Materials, Vol. 66, Issues 1-2, pp 137-150.

Torres, L., Climent, M., Saquelares, J., Bandala, R., Urquiza, G. e Iturbe, R., 2007. Characterization and treatability of a contaminated soil from an oil exploration zone, International Journal of Environmental. Science Technology, Vol. 4 (3), pp.311-322.

Torres, L., López, R. y Beltrán, M., 2012. Removal of As, Cd, Cu, Ni, Pb, and Zn from a highly contaminated industrial soil using surfactant enhanced soil washing, Physics and Chemistry of the Earth 37-39, pp. 30-36.

Uhmman, A. y Aspray, T. 2012. Potential benefit of surfactants in a hydrocarbon contaminated soil washing process: Fluorescence spectroscopy based assessment, Journal of Hazardous Materials 219- 220, pp. 141- 147.

Urum, K. y Pekdemir, T. 2004. Evaluation of biosurfactants for crude oil contaminated soil washing, Chemosphere 57, pp.1139-1150.

Urum, K., Grigson, S., Pekdemir, T. y McMenemy, S., 2006. A comparison of the efficiency of different surfactants for removal of crude oil from contaminated soils, Chemosphere 62, pp.1403-1410.



US, EPA 1993. Innovative Site Remediation Technologies Soils Washing/Soil Flushing.

US, EPA, 1997. Technology Alternatives for the Remediation of Soils Contaminated with As, Cd, Cr, Hg, and Pb.

US, EPA, 2001. U.S. Environmental Protection Agency. Citizens Guide to Soil Washing.

Van Deuren, J., T. Lloyd, S. Chetry, R. Liou y J. Peck. 2002. Remediation Technologies Screening Matrix and Reference Guide, 4th Edition. Technology Innovation Office, EPA Platinum International, Inc.

Volkering, F., Breure, A., Rulkens, W., 1998. Microbiological aspects of surfactant use for biological soil remediation, Biodegradation 8, pp 401–417.

Zamudio, E., 2010. Tratamiento biológico de las aguas residuales generadas en el lavado de suelos contaminados con hidrocarburos del petróleo. Tesis de Maestría en Ciencias en Bioprocesos, Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología, Instituto Politécnico Nacional, México.

### Sitios Web

Cano, A., 2011. Manual de prácticas de la materia de edafología. Fecha de consulta: 20 de mayo 2012, Universidad Tecnológica de la Selva, Chiapas:  
<http://www.sagan-gea.org/hojaredsuelo/paginas/15hoja.html>

Clasificación de tensoactivos, 2009. Fecha de consulta: 23 de febrero 2011. Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México:  
<http://depa.fquim.unam.mx/~tunda/Clasificatensoa.html>

Duque-Escobar, G., Escobar-Potes, C., 2002. Geomecánica. Fecha de consulta: 16 de julio del 2012, Universidad Nacional de Colombia, Manizales:  
<http://www.galeon.com/geomecanica/cap3.pdf>

Guia para citas y referencias bibliográficas (n.d.). Fecha de consulta: 17 de julio 2012, Facultad de Comunicación, Universidad de Piura, Perú:  
[http://www4.ujaen.es/~emilioml/doctorado/guia\\_rapida\\_de\\_citas\\_apa.pdf](http://www4.ujaen.es/~emilioml/doctorado/guia_rapida_de_citas_apa.pdf)



*Maderey, R., 2005. Principio de Hidrogeografía. Estudio del ciclo Hidrológico. Fecha de consulta: 16 de julio 2012, Instituto de Geografía, Universidad Nacional Autónoma de México. Serie textos universitarios, N°1., México:*

<http://www.igeograf.unam.mx/instituto/publicaciones/libros/hidrogeografia/cp4.pdf>.

*Mann, M., Dahlstrom, D., Esposito, P., Everett, L., Peterson, G., Traver, R., 2003. Innovative Site Remediation Technology: Soil Washing/Soil Flushing, Volume 3. Fecha de consulta: 19 marzo 2012, USEPA:*

[http://www.clu-in.org/download/contaminantfocus/dnapi/treatment\\_technologies/soil-washing-soil-flushing.pdf](http://www.clu-in.org/download/contaminantfocus/dnapi/treatment_technologies/soil-washing-soil-flushing.pdf).

*Pomphrey, G., 2008. Remediation Trial at The Avenue Using Soil Washing, CSB 7. Fecha de consulta: 30 de julio 2012, CL:AIRE (Contaminated Land: Applications in Real Environments), Londres*

[http://www.claire.co.uk/index.php?option=com\\_resource&controller=article&article=22&category\\_id=10&Itemid=61](http://www.claire.co.uk/index.php?option=com_resource&controller=article&article=22&category_id=10&Itemid=61)

*Rucks, L., García, F., Kaplán, A., Ponce de León, J. y Hill, M., 2004. Propiedades físicas del suelo, Fecha de consulta 3 de agosto 2012, Facultad de Agronomía, Universidad de la República, Uruguay.*

<http://www.fagro.edu.uy/~edafologia/curso/Material%20de%20lectura/FISICAS/fisicas.pdf>

*Vélez, L., 2009. Suelos y rocas. Fecha de consulta: 5 de octubre 2010, Material de clase, Instituto Tecnológico Metropolitano, Medellín, Colombia:*

<http://www.fortunecity.es/expertos/profesor/171/suelos.html>

*Guía de buenas prácticas medioambientales para talleres de mantenimiento y reparación de vehículos, 2007. Fecha de consulta: 30 de agosto 2012, MAPFRE, España:*

[http://www.mapfre.com/documentacion/publico/i18n/catalogo\\_imagenes/grupo.cmd?path=1030535](http://www.mapfre.com/documentacion/publico/i18n/catalogo_imagenes/grupo.cmd?path=1030535)

*Volke, T. y Velasco J.A, 2002. Tecnologías de remediación para suelos contaminados, Fecha de consulta: 14 de noviembre 2010, INE- SEMARNAT, México*

[http://www2.ine.gob.mx/publicaciones/consultaPublicacion.html?id\\_pub=372](http://www2.ine.gob.mx/publicaciones/consultaPublicacion.html?id_pub=372).



Volke, T. y Velasco, J., 2003. Biodegradación de hidrocarburos del petróleo en suelos intemperizados mediante composteo, Fecha de consulta: 28 de mayo 2012 , INE-SEMARNAT, México

[www2.ine.gob.mx/dgcenica/descargas/composteo2003.pdf](http://www2.ine.gob.mx/dgcenica/descargas/composteo2003.pdf)



## Apéndice 1

### A.1 Método para determinación de la materia orgánica, AS-07 NOM 021-SEMARNAT- 2000

- Pesar 0,5 gr de suelo seco y pasado por un tamiz de 0.5 mm, colocarlo en un matraz Erlenmeyer de 500 mL
- Adicionar exactamente 10 mL de dicromato de potasio ( $K_2Cr_2O_7$ ) 1 N, girando el matraz cuidadosamente para que entre en contacto con todo el suelo.
- Agregar cuidadosamente con una bureta de 20 mL de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) concentrado a la suspensión, girar nuevamente el matraz y agitar de esa forma durante un minuto.
- Dejar reposar durante 30 minutos sobre una lámina de asbesto o sobre una mesa de madera, evitando mesas de acero o cemento.
- Añadir 200 mL de agua destilada.
- Añadir 5 mL de ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) concentrado.
- Adicionar de 5 a 10 gotas de indicador de difenilamina.
- Titular con la disolución 1 M de sulfato ferroso gota a gota hasta un punto final verde claro.
- Preparar un blanco de reactivos sin suelo.

Cálculos:

$$\% \text{C Orgánico} = \left( \frac{B-T}{g} \right) (N)(0.39) \text{ mcf}$$

Donde:

B= Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar el blanco de reactivos (mL).

T= Volumen de sulfato ferroso gastado para valorar la muestra (mL).

N = Normalidad exacta del sulfato ferroso (valorada po separado al momento de analizar las muestras).

g= Peso de la muestra empleada (g).

mcf = factor de corrección de la humedad ( en México se suele utilizar 1.298).

$$\% \text{Materia orgánica} = \% \text{C Orgánico} \times 1.724$$

### A.2 Método para determinación de la densidad real, AS-04 NOM 021-SEMARNAT-2000



- Para preparar la muestra se destruye la materia orgánica. Para esto si el suelo es fino se pesan 60 g de suelo y si es grueso 120 g, se colocan en un vaso de precipitados y se agregan 40 mL de agua oxigenada al 30% y se observa la reacción. Se evapora a sequedad. Repetir hasta que no haya efervescencia al agua oxigenada.
- Pesarse un picnómetro limpio y seco (1).
- Colocar 5 g de suelo en el interior del picnómetro usando un embudo plástico.
- Anotar el peso del matraz con suelo, manteniendo el matraz completamente limpio (evitar humedad y/o grasa en las manos) (2).
- Adicionar agua destilada hervida recientemente y fría hasta la mitad del volumen del matraz; girar éste entre los dedos con mucha suavidad y colocarlo en el desecador de vacío.
- Hacer vacío durante 15 minutos para eliminar todo el aire retenido en el suelo. La succión de la bomba deberá aumentarse paulatinamente para evitar pérdidas de material por formación de espuma.



Figura A1 Picnómetros en el desecador al vacío para obtener la densidad real

- Dejar reposar dentro del desecador por 30 minutos aproximadamente y eliminar el vacío del desecador paulatinamente, sacar el matraz y llenar hasta el aforo con agua destilada hervida y fría, secar perfectamente el exterior y pesar en la balanza analítica (3).
- Tomar la temperatura de la suspensión.
- Vaciar el matraz, enjuagarlo perfectamente y llenarlo hasta el aforo con agua destilada, hervida y fría.
- Pesarse el matraz con agua y tomar la temperatura, anotarla (4).

Cálculos:



Peso de las partículas del suelo (ps):

$$ps = (2) - (1)$$

Volumen de las partículas del suelo (Vs)

$$Vs = \frac{(4)-(1)}{\rho_w} - \frac{(3)-(2)}{\rho_w} = \frac{\text{Peso del agua desplazada por partículas del suelo}}{\text{Densidad del agua}}$$

$$\text{Densidad real } (\rho_s) = \frac{ps(g)}{Vs(cm^3)}$$

### A.3 Método para determinación de densidad aparente

- Pesar una probeta vacía de 10 mL (m1).
- Agregar suelo hasta los 10 ml y golpear ligeramente diez veces, sobre una franela.
- Agregar más suelo, hasta completar nuevamente los 10 ml.
- Pesar la probeta con el suelo (m2).
- Restar el peso de la probeta y calcular la densidad.

Cálculos

Peso del suelo:

$$Ws = m2 - m1$$

$$\text{Densidad aparente} = \frac{Ws(g)}{\text{Volumen de la probeta (mL)}} = \frac{g}{cm^3}$$

### A.4 Método para determinación del pH, AS-02 NOM 021-SEMARNAT- 2000

- Pesar 10 g de suelo en un frasco de vidrio o plástico de boca ancha.
- Adicionar 20 mL de agua destilada al frasco conteniendo el suelo.
- Con una varilla de vidrio, agitar manualmente la mezcla de suelo: agua a intervalos de 5 minutos, durante 30 minutos.
- Dejar reposar durante 15 minutos.
- Calibrar el medidor de pH con las soluciones reguladores según el suelo, enjuagando con agua destilada los electrodos antes de iniciar las lecturas de las muestras. El pH del suelo se mide con un electrodo específico, combinado o de cristal, por medio del método potenciométrico que consiste en mezclar una parte de suelo en una parte de agua



destilada en un recipiente, agitándolo, permitiendo que las partículas finas del suelo sedimenten (Willard et al., 1974; Bates, 1983).

- Agitar nuevamente la suspensión e introducir el electrodo en la suspensión.
- Registrar el pH al momento en que se establezca la lectura.

### A.5 Método de extracción por microondas

La extracción de hidrocarburos de fracción media (HFM) por medio de microondas se realiza de la siguiente manera:

- Se pesan 3 g de suelo y se colocan los vasos de teflón limpios y secos, exclusivos para el horno de microondas, , tratando que el suelo no se pegue en las paredes.
- Se agregan 30 mL de una mezcla 1:1 de acetona:hexano a cada uno de los vasos para posteriormente ser tapados y colocados en cada uno de los cartuchos del rack de extracción del microondas.
- Se debe tomar en consideración que el cartucho no.1 es el control. En él se introduce un termopar que mide la temperatura, pues ésta controlara el proceso.
- Teniendo los vasos en sus respectivos racks se colocan en el carrusel del horno, colocándolos en el orden indicado por números. El recipiente control se coloca al final pues se debe conectar el termopar y se debe evitar que se enrede durante el proceso de extracción.
- Habiendo colocado los vasos dentro del horno se procede a determinar la potencia, según la tabla A1, y el programa para llevar a cabo la extracción.

Tabla A1. Potencia en el microondas de acuerdo con la cantidad de recipientes

No. de recipientes	Potencia (W)
1-3	300
3-10	600
10-14	1200

- El programa de extracción que se debe elegir se llama HFP, el cual cuenta con 3 etapas en el proceso. La primera es un calentamiento en una rampa de 10 minutos hasta alcanzar la temperatura de 110°C; la segunda comprende un calentamiento constante a esa



temperatura por 10 minutos.; y la tercera es la etapa de enfriamiento por 20 minutos (Figura A1).



Figura A2. Etapa 1 de la extracción con microondas.

- Al finalizar la extracción, se procede a sacar los recipientes, para ser enfriados en la campana de extracción de vapores por otros 20 minutos, aproximadamente.
- Cuando los recipientes ya están a temperatura ambiente se procede a abrirlos recipientes para la posterior filtración de los extractos.
- Para realizar la filtración es necesario tener matraces bola de base plana de una capacidad de 250 ml.
- Se procede a realizar la filtración a presión atmosférica (755 mm Hg), con papel filtro Whatman No. 44.
- Al terminar de vaciar la fase acuosa del extracto se enjuaga con 2 ml de mezcla acetona:hexano, dos veces tanto el recipiente de teflón, el papel filtro y el embudo filtrador.
- Después de esto se procede a evaporar la mezcla acetona-hexano en el rotavapor a fin de que solo quede el extracto que contiene los hidrocarburos de interés (Figura A2).



Figura A3. Muestra en el rotavapor para quitar el hexano.

- Se agregan aproximadamente 3 mL de hexano a los matraces que contienen los extractos.
- Se colocan los cartuchos SUPELCO en el manifold y se humectan con hexano. El contenido de los matraces cada uno por un cartucho y se recoge el filtrado en viales (figura A3). Se registra la cantidad de extracto recogida en los viales y su contenido se lleva al cromatógrafo para la determinación de la concentración de HFM.



Figura A4. Cartuchos SUPELCO en el manifold para la filtración de muestras.



## A.6 Método para determinación de Granulometría, ASTM D422-63

Previo a este método se realizó el procedimiento del “Ensayo estándar para material más fino que la malla n° 200 en agregado mineral por lavado” (ASTM C 117 – 95). El suelo utilizado contenía gran cantidad de finos así que fue necesario asegurarse que ninguna partícula fina estuviera adherida a partículas de otros tamaños., este proceso consistió en :

- Secar una muestra de suelo a una temperatura de  $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ .
- Pesar una cantidad de suelo.
- Después de secado y determinada la masa, colocar la muestra de ensayo en el recipiente y adicione suficiente agua para cubrirla. Agite la muestra con suficiente vigor para que resulte en la separación completa de las partículas más finas que la malla N° 200 de las partículas gruesas, y llevar el material fino en suspensión.
- Montar el tamiz N° 16 sobre la malla N° 200
- Inmediatamente vaciar el agua de lavado conteniendo los sólidos suspendidos y disueltos sobre los tamices montados. Evitar, en la medida de lo posible, la decantación de las partículas gruesas de la muestra.
- Adicionar una segunda carga de agua a la muestra en el recipiente, agitar y decantar como antes. Repetir esta operación hasta que el agua de lavado sea clara.
- Regresar todo el material retenido en la serie de mallas echando agua para limpiar la muestra lavada.
- Secar el agregado lavado a masa constante a una temperatura de  $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$  y determinar la masa.

Después de secado el suelo, se procede a determinar la granulometría por el método ASTM D422-63.

- La separación se efectúa por medio de mallas con una abertura de  $1 \frac{1}{2}$ , 1,  $\frac{3}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{3}{8}$ ,  $\frac{1}{4}$  pulgadas para la separación de las fracciones gruesas y medias del suelo. Los tamices número 10, 20, 40, 60, 80, 100 para la separación de fracciones finas del suelo.
- Las mallas se acomodan de la de mayor abertura a la de menor abertura.
- Se coloca una cantidad de suelo determinada en la malla superior y se comienza a agitar el arreglo de mallas por 15 o 20 minutos.
- Retirar las mallas una por una y depositar el contenido en recipientes o bolsas por separado, cuidando no tener pérdidas durante el trasvase.



- Pesar el suelo retenido por cada malla.
- Trazar la curva de distribución granulométrica.

#### **A.7 Procedimiento para realizar el estudio de difracción de rayos x en el suelo**

Se eliminó la materia orgánica de la muestra con peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) diluido al 10%.

Los difractogramas se obtuvieron en un Difractómetro Shimadzu XRD-6000 equipado con monocromador y tubo de cobre.

Las muestras se analizaron en fracción no orientada y utilizando un portamuestras de aluminio en el intervalo angular  $2\theta$  de 4° a 70° y velocidades de 1° por minuto.

#### **SEPARACIÓN DE LA ARCILLA**

Se separó la fracción menor a 2 micras y se prepararon las muestras para ser analizadas por DRX según la metodología que se describe a continuación:

- Las muestras se dispersaron y homogenizaron en agua destilada durante 24 h.
- Se decantó la fracción fina.
- Se centrifugó la fracción fina a 6000 rpm.
- Se recuperó la fracción fina.
- Se prepararon tres agregados orientados para cada muestra en portamuestras de vidrio .
- Se dejaron secar a temperatura ambiente (24 h aprox.)
- Se comprobó por pesada que los agregados orientados tienen más de 2.5 mg/cm<sup>2</sup> de muestra.

De cada muestra se analizaron tres fracciones orientados por DRX: una fracción sin tratamiento, una fracción tratada con etilenglicol y una fracción calentada a 450 y 550°C

#### **A.8 Método para determinación de hidrocarburos en agua**

La determinación de los hidrocarburos se realizó mediante extracción en fase sólida (SPE, Solid Fase Extraction)

- Se agregaron 10 mL de una mezcla 50:50 de metanol:agua a 100 mL de muestra (agua de lavado).
- Se utilizaron cartuchos C-18 de 500 mg y 6 mL.



- Acondicionamiento de la columna: 6 mL de metanol, después 6 mL de agua. No dejar secar la columna.
- La muestra preparada se pasa a través del cartucho por presión al vacío (figura A4).
- Lavado de impurezas: 3mL de metanol:agua (10:90, v/v).
- Elución: se eluyen los analitos con 2 x 2 mL de hexano.



Figura A5. Muestras pasando a través de los cartuchos.