



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS.

LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

Degradación del colorante NA210 en agua por medio de un plasma frío

T E S I S

Que Presenta:

Neyfer Sinaí Hernández Matamoros

Para obtener el título de:

INGENIERO QUÍMICO

Directores:

Dr. César Torres Segundo

Dra. Josefina Vergara Sánchez



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



ESCUELA DE ESTUDIOS SUPERIORES DE XALOSTOC
Secretaría de Docencia
Departamento de Servicios Académicos

Ayala, Morelos a 16 de marzo del 2021

DRA. JOSEFINA VERGARA SÁNCHEZ
DIRECTORA DE LA EESX
P R E S E N T E

Por medio del presente, los revisores de la tesis que lleva por título **Degradación del colorante NA210 en agua por medio de un plasma frío**, que ha realizado la pasante de la Licenciatura en **Ingeniería Química**, **Neyfer Sinaí Hernández Matamoros**, otorgamos nuestro voto de aprobación para su impresión por haberse realizado las correcciones consideradas pertinentes de nuestra parte

Atentamente

Por una humanidad culta

Una universidad de excelencia

Dr. César Torres Segundo

Dra. Josefina Vergara Sánchez

M.I. María Lucrecia Díaz Flores

Dr. José Luis Gadea Pacheco

Dr. Pedro Guillermo Reyes Romero

Av. Nicolás Bravo S/N, Interior Parque Industrial Cautla, Ayala, Morelos. C.P. 62715 Tel: (777) 329 7981 Ext. 6500 y 6501
Email: eesxalostoc@uaem.mx



Una universidad de excelencia

RECTORÍA
2017-2023

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

CESAR TORRES SEGUNDO | Fecha:2021-03-16 10:20:08 | Firmante

ACa/+uuq9i0+WWt8OJwW+pwnt8kBoiY2kAq+8UH5azOIQ205HVERKag95ot7izvns1Lv/j9PocsiNfbdSefhvAzLYCqTe0JUCgGMD/P1iXhGx4DbXW8kV7JF
raVhEdEihVn5gZShm6MFD2XR+TiAPCqCFT2W3c1S0m/GybTdWHVQqGv+qlv8JKMfr1V/svxTCpPFEAq/h0WYY0v7xZZIrHUz6xaZ1GGsd/F3nrBKXT5H-
2TuVsmyzn5i/59cdDRcZK4i BmTFLOChOmHK/vGppVj27phiNkm06FR3dMtDcM3c/AmLbyNhiUoUiu+2sh/oaXNLSqcw==

JOSEFINA VERGARA SANCHEZ | Fecha:2021-03-16 10:30:36 | Firmante

IIGM749ECY1Vj+yoMmpYVuzDeZBnEem8tmVO26ad5jVCNd7zbYGEQsRm4Ss2Ywr1LvMKvbiGkJwUtkVZ7rl76adLysQ0i85tyA1CLw4LVMX1Ys7ccnYLc
TliJV9t5xO3b950so3PT/MVsCSaZskkr3ar4AzSVHZf1zLQrbe6L/tsp2bLamiTWFkCFrhWiD/H117jVptS9OF4uDmd2Mipw6VwcSm6ySa5uHwK6oZDjZUz
VULscSajfXC5Ete/l+XgqN1T09K4FrCBEi0XgdAJ52X6TGBu9M7gF3/q7n/z1DwgAV72DrRGJAsQfnKLrBA3udyLtA==

PEDRO GUILLERMO REYES ROMERO | Fecha:2021-03-16 10:32:23 | Firmante

j5829Wz6iTP9HdfgYEMt4AIz5QwO+KZUDcp7Zpv7MDGtIBVTZiWEXVSQILxWbnROed/kkIPjTiIG2PStFeP4xOcmQlsitK8rnZsrB6xDxeJRJUwHcypfDKRLy
CJ3itWXm7tQxMEIXToQPHAReYt85KcQ1+ojqtKJMX1s+KbRZvwGJVPVAPMvf0ALaB2GuHpR7F68kw3gnloiXu6LE3pbdjHx7+WaacZF8ilAvr9DGrQvRls
9vB47dfqsc1xbGohMFb/voeJwW83 cQOSHqolwE9yflU1vAerTQ/+7uyBNwN+Q8Im1nW3T12bejevq+3uSXPnrEDf2/hhg==

JOSE LUIS GADEA PACHECO | Fecha:2021-03-16 12:57:04 | Firmante

fgRmK56s+0XroOE/uLOmCnHqTQnVWEXFpmhdz/GmgnUEUuA71Hq18SPeUirix+nOufktPd53nE4pCc2eiVAqxfgPVQ1YHTRrmpCly1x/hXKIPQ/GQtWj7
HPPrCrEe+HvS9/7WtOGzldadqyTV2CwTA83L8NZpxrSdrdEoipKk5UyTczrX2BaRvl6PfqXxj/Zr06VRMRetRBEPp7CGgWylYcSYrbvt5f58aaZxqmsMmz8ear
XvFijwbBlepA63Wa7u7RJr/vtytavv ymxfsWxQM9jNwQiHxqZViofUOcwhRUB42E7z6cF3Mnis5lsfkXzmRH005roq4cGx9g==

MARIA LUCRECIA DIAZ FLORES | Fecha:2021-03-16 16:31:53 | Firmante

uDVU3pCdv+iWHfEYwKc0IANQBxnhLnk3VD3Z9bAzqbF4sBrhehxh1/Yq6+8liMkftv/RHuJiD/0W94j0y6JgKTB4mDfDfB4BxyDEWhTAVk6WVIGW6dfNas
UgTrnhMTgtxG27G8Dd6KeVYg6pD0J7kvwYSkZO+GHreB9A5Y/NtY37fxYkJKGzjpn/fq8HOSdMAB73N88mILUIJ3RXPU/eWMAqBt/ZSHJMPuPA9Z8b38u
OUv4f0Jmjhwmqo6eiYf1sh5XhvL6BWgjnLYfkHQm5Fw2e6uHku8GHcwwPNDPjeJmei5YnLWqtaTIZ7ealjhM7BN+FqPf6/w==



Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:

QuJo1z

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/BqZs57Rqxb2UxqupqCIEGrpEz5NaZvf>

AGRADECIMIENTOS

Le agradezco a Dios y a mis papas por haberme acompañado a lo largo de mi carrera, por ser mi fortaleza en los momentos de debilidad y brindarme una vida llena de aprendizaje, experiencias y sobre todo por darme la vida y darme la oportunidad de estudiar y terminar una carrera profesional porque sin su ayuda y guía no lo hubiera podido lograr.

Agradezco a la Escuela de Estudios Superiores de Xalostoc (EESuX) y a todas las personas que forman parte de su organización, gracias por su apoyo en mi formación profesional, por haberme facilitado las herramientas para hacer este trabajo posible, por haberme permitido usar las instalaciones que durante mucho tiempo fueron como mi segundo hogar, pero sobre todo un agradecimiento a la Universidad Autónoma del Estado de Morelos por mi formación académica.

A los proyectos PRODEP DSA/103.5/15/6986 y PRODEP CA-5511-6/18-8304 por el apoyo económico en la realización de este trabajo.

RESUMEN

Se realizó el estudio del proceso de degradación del colorante Negro Acido 210 (NA210) con un plasma generado a presión atmosférica, con el objetivo de determinar la eficiencia del proceso de remoción de contaminantes orgánicos presentes en agua por plasma. Se establecieron las condiciones óptimas para la degradación, realizando experimentación a diferentes valores de pH, concentración de catalizador, tratamiento a distintos intervalos de tiempo; además, de determinar el voltaje adecuado para producir el plasma y lograr una mayor remoción; la concentración inicial del colorante es de 0.5 mM. después de cada tratamiento se midió absorbancia, pH, temperatura y conductividad eléctrica.; También se les determino la Demanda Química de Oxígeno (DQO) y el Carbono Orgánico Total (COT) a cada una de las muestras. Los valores de remoción del colorante son del orden de 99% con las condiciones ideales, encontradas en este trabajo.

ÍNDICE GENERAL

Introducción	10
CAPITULO I: ANTECEDENTES	11
1.1 Antecedentes.	11
1.2.1 Hipótesis.....	11
1.2.2 Objetivo general.	11
1.2.3 Objetivos específicos.....	11
CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO	13
2.1 Procesos avanzados de oxidación (PAO's)	15
2.2 Métodos destacados y más utilizados	16
2.3 Plasma	20
2.4 Características de un Plasma	20
2.5 Tipos de plasmas	21
A) Plasma térmico.	21
B) Plasma no térmico	21
2.6 Generación de un plasma no térmico.	22
2.7 Catálisis en el plasma	22
2.8 Efluentes residuales de la industria textil	22
2.9 Definición de contaminante.	23
2.10 Tipos de contaminantes	24
2.11 ¿Qué es un colorante?	25
2.12 Tipos de colorantes	25
A) Colorantes naturales.	27
B) Colorantes artificiales.	27
D) Colorantes básicos.	28
E) Colorantes directos.....	29
F) Colorantes a la tina.....	31
G) Colorantes dispersos.....	31
H) Colorantes sulfurosos.	31
2.13 Descripción del colorante NA210.	32
2.14. Importancia de la demanda química de oxígeno y carbono orgánico total	33

2.15 Transmitancia y absorbancia.....	35
2.16 Espectro de absorción.....	36
CAPITULO 3 SISTEMA EXPERIMENTAL.....	39
3.1 Descripción del sistema.....	39
3.2 Contenedor del reactor del plasma.....	40
3.4 Equipo y reactivos.....	41
3.5 Preparación de soluciones.....	42
3.3 Pruebas iniciales antes del tratamiento.....	45
3.4 Técnicas DQO y TOC.....	47
A) Determinación de la demanda química de oxígeno DQO.....	47
B) Determinación del Carbono Orgánico Total (COT).....	49
CAPITULO 4: RESULTADOS.....	51
CAPITULO 5: CONCLUSIONES.....	60
Bibliografía.....	61

INDICE DE TABLAS

Tabla 2.1	Consumo de agua en L/Kg según el tipo de fibra y acondicionamiento	14
Tabla 2.2	Principales procesos avanzados de oxidación	16
Tabla 2.3	Tipos de contaminantes	24
Tabla 2.4	Longitud de onda de diferentes colores	38
Tabla 3.1	Materiales y equipos	41
Tabla 3.2	Reactivos	42
Tabla 3.3	Porcentaje de limadura de hierro	45
Tabla 4.1	Principales especies identificadas en el espectro óptico de emisión	57

INDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Estructura química de os grupos auxocro y cromóforo	26
Figura 2.2	Composición química del colorante índigo	27
Figura 2.3	Colorante ácido normal	28
Figura 2.4	Estructura de los colorantes azoicos	29
Figura 2.5	Colorantes a la tina	31
Figura 2.6	Colorantes sulfurosos	32
Figura 2.7	Estructura química del Negro ácido 210	33
Figura 2.8	Oxidación de la materia orgánica e inorgánica	33
Figura 2.9	Diagrama de niveles de energía en una molécula	36
Figura 2.10	Espectro electromagnético	37
Figura 3.1	Reactor para tratamiento con plasma a presión atmosférica	39
Figura 3.2	Fuente de voltaje de corriente directa, con la que es generado el plasma a una potencia de 80 W.	39
Figura 3.3	Estructura del sistema	40
Figura 3.4	Muestra problema solamente con colorante y agua destilada, se afora a 250.0 ml	46
Figura 3.5	Se coloca la solución problema en nuestro vaso del reactor.	46
Figura 3.6	Se le agrega el catalizador cuando la muestra se encuentra en el vaso de precipitado	46
Figura 3.7	Muestra para determinar absorbancia.	46
Figura 3.8	Medición de la absorbancia en un espectrofotómetro HACH DR 3900	47
Figura 3.9	Muestras tratadas con hierro	48
Figura 3.10	Parámetro de referencia para medir DQO	48
Figura 3.11	Los viales se colocan en el digestor DRB 200 HACH y se dejan por 120 minutos a una temperatura de 150 °C	48
Figura 3.12	Para las muestras tratadas se colocan 9.0 ml de agua destilada y 1.0 ml de muestra en un matraz.	50
Figura 3.13	Muestras tratadas con hierro	50
Figura 3.14	Cada muestra se debe agitar 10 minutos antes de agregarle el persulfato.	50
Figura 3.15	Se cierra el vial y se lleva al digestor DRB 200 HACH, por 120 minutos	50
Figura 4.1	Curva de calibración del colorante NA210	51
Figura 4.2	Porcentaje de degradación y concentración de limadura de hierro.	52
Figura 4.3	Espectro de absorción	53
Figura 4.4	Resultados de medición de pH y conductividad eléctrica	54
Figura 4.5	Degradación del colorante NA210 utilizando como catalizador limadura de hierro	55
Figura 4.6	Comparación de DQO y COT respecto al tiempo de degradación	56
Figura 4.7	espectro óptico de emisión del plasma observado en el proceso de interacción	57
Figura 4.8	Inicio de tratamiento con plasma	57
Figura 4.9	Solución problema después de 60 minutos de tratamiento.	57
Figura 4.10	Solución problema después de 120 minutos de tratamiento	58
Figura 4.11	Solución muestra después de 180 minutos de tratamiento	58

Introducción

Existen diferentes tipos de procesos avanzados para el tratamiento de aguas residuales provenientes de la industria, de los cuales destaca la degradación por plasma frío. Un plasma es un gas cuasi-neutro de partículas cargadas y neutras que exhibe un comportamiento colectivo (Chen, 1974).

El Plasma frío, en comparación con otros procesos de tratamiento, tienen una alta reactividad química debido a la presencia de iones, radicales y electrones libres, las cuales producen una gran cantidad de especies reactivas que interaccionan con el contaminante favoreciendo el proceso de oxidación.

Desde el punto de vista químico los plasmas pueden ser de tipo homogéneo o heterogéneo; siendo de tipo homogéneo cuando la reacción se lleva a cabo en una fase gaseosa como la síntesis de ozono o la eliminación de sulfuros o nitruros, y de tipo heterogéneo cuando el plasma interacciona con una superficie sólida o líquida.

En este trabajo se estudió la degradación del colorante Negro Ácido 210 (NA210) bajo la interacción de un proceso avanzado de oxidación (PAO), en este caso, un plasma frío a presión atmosférica, además se evaluó la eficiencia del proceso de degradación a diferentes concentraciones de catalizador, diferente pH, a distintos intervalos de tiempo y cambiando la potencia eléctrica para generar el Plasma, obteniendo los valores más favorables para una mayor degradación del colorante.

Dicho colorante es utilizado comúnmente en la industria textil para teñir fibras, las cuales pueden ser lana, seda, nylon, cuero o bien fibras de acrílico; por lo que el colorante presenta una buena solubilidad en agua lo que representa un problema para el medio ambiente, ya que algunas industrias que lo ocupan no tienen un correcto tratamiento del efluente al momento que sale del proceso de tinción, y son vertidas a los mantos acuíferos sin algún tratamiento previo.

CAPITULO I: ANTECEDENTES

1.1 Antecedentes.

El agua es una parte necesaria de la vida cotidiana pero no es un recurso ilimitado, el 70% nuestro planeta está cubierto por agua de los cuales el 97.5% es agua salada y el 2.5 % restante es de agua dulce, del total de agua dulce en nuestro planeta el 70 % se encuentra en glaciares, nieve o hielo, el 30% son aguas subterráneas de difícil acceso y menos del 1 % de esta agua se encuentra disponible para consumo humano y los ecosistemas; ahora bien de este porcentaje el 69 % es ocupada para el sector agropecuario, el 19 % para el sector industrial y el 12% para el sector municipal (Comisión Nacional del Agua, 2011).

La industria textil es considerada como una de las principales generadoras de contaminantes de agua y desechos peligrosos, debido a que en el proceso de fabricación tiene diversas etapas que provocan una serie de contaminación al medio ambiente por su alto consumo de agua potable y subterránea en sus procesos de teñido. El volumen y la composición de sus efluentes son unos de los más contaminantes y tienen un gran impacto en los cuerpos receptores a los que son descargados, ya que contienen gran cantidad de contaminantes tóxicos.

1.2.1 Hipótesis.

Por medio de la interacción con un Plasma Frío a presión atmosférica es posible degradar el colorante Negro Acido 210 en solución acuosa.

1.2.2 Objetivo general.

Estudiar el proceso de degradación del colorante textil Negro Acido 210 bajo tratamiento por plasma a presión atmosférica usando limadura de hierro como acelerador de la reacción.

1.2.3 Objetivos específicos.

- Analizar por medio de espectroscopia de absorción del proceso de mineralización.
- Determinar las condiciones ideales para llevar a cabo el tratamiento en el reactor tipo Batch.

- Revisar y analizar los resultados obtenidos del tratamiento (COT y espectro de absorción).
- Comparar la efectividad del proceso de degradación del plasma usando limadura de hierro.
- Analizar el espectro óptico de emisión del Plasma Frío usado para el tratamiento.

El tratamiento se llevó a cabo en el Laboratorio de Análisis y Sustentabilidad Ambiental de la Escuela de Estudios Superiores de Xalostoc (EESX), que pertenece a la Universidad Autónoma del Estado de Morelos (UAEM).

CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO

La disponibilidad promedio anual del agua en el mundo es aproximadamente de 1,386 millones de Km³, del agua que técnicamente está disponible para consumo humano, sólo una pequeña porción se encuentra en lagos, ríos, humedad del suelo y depósitos subterráneos.

Existen tres factores que están haciendo presión sobre los recursos hídricos, el rápido crecimiento de la población, la urbanización y el crecimiento industrial aumentando la descarga de agua contaminada. En los países desarrollados las personas padecen enfermedades debido a la contaminación del agua, se estima que el 90 % de las aguas residuales son descargadas directamente a ríos, lagos y océanos sin ningún tratamiento previo afectando así la fauna y la vida de las especies acuáticas, mientras que en los países en desarrollo 842,000 muertes fueron causadas por el consumo de agua potable contaminada, instalaciones inadecuadas para lavarse las manos y servicios de saneamiento inadecuados (Comisión Nacional del Agua, 2011). (UNESCO, 2017)

El agua contaminada puede tener color, olor, sabor, turbidez, materia orgánica, contenido de sustancias nocivas, metales tóxicos y pesados, plaguicidas, residuos radioactivos, sólidos disueltos totales altos, ácidos y aguas residuales domésticas.

Debido a la alta carga de contaminantes la coloración de aguas residuales se produce como consecuencia del proceso industrial de empresas de alimentos (fermentaciones), papeleras e industria textil principalmente, contaminantes típicos como tintes, fertilizantes, pesticidas, productos farmacéuticos, y otros efluentes peligrosos que se filtran en el agua y la contaminan. La presencia de estos contaminantes en el agua es causa de varios efectos en el ser humano como cáncer, mutagenicidad, alteración generativa, alteración endocrina e inmunidad y daño al sistema nervioso, por lo tanto, la eliminación de contaminantes en el agua se ha convertido en una preocupación mundial.

En la actualidad existen diversas sustancias utilizadas para proveer color a diferentes materiales como las fibras textiles. Estos se pueden dividir en dos grupos, los que son solubles en agua y los que son insolubles. Los colorantes se definen como sustancias que tienen la capacidad de impartir color a una fibra, sin ser afectados por factores como la luz, agua o jabones (Scherezeda, 2007).

En la industria textil se utilizan diferentes tipos de colorantes de los cuales algunos son carcinógenos y mutágenos, deterioran estéticamente los cuerpos de agua e impactan a la flora y la fauna. En la tabla 2.1 es posible observar la cantidad de agua que es utilizada en los procesos de tinción dependiendo el tipo de fibra y acondicionamiento (Zaruma P. P., 2018).

<u>Tipo de fibra/ acondicionamiento</u>	<u>Consumo medio de agua en L/kg de material.</u>
<u>Según el tipo de fibra</u>	
Algodón	50 – 120
Lana	75 – 250
Fibras sintéticas	10 – 100
<u>Según el acondicionamiento</u>	
Floca/ hilado	100 – 200
Malla	80 – 120
estampado	0 – 400

Tabla 2.1. Consumo de agua en L/kg según el tipo de fibra y acondicionamiento.

Actualmente existen diferentes tipos de procesos para el tratamiento de aguas residuales provenientes de estas industrias, tales como la biodegradación y métodos de oxidación avanzada, entre estos: Fenton y Fotocatálisis, electro – Fenton, oxidación por aire húmedo ozonización (Pignatello, 2006), (Safarzadeh-Amri, 1996) (Vergara, 2018); de los cuales no se obtienen buenos resultados de decoloración del agua residual, y una desventaja es que su costo de aplicación es mayor en comparación a otros métodos.

Uno de los procesos avanzados de oxidación son los plasmas. Los cuales son generados mediante fuentes de voltaje de corriente directa, radiofrecuencia (RF), microondas o descargas pulsadas. Hay un tipo de plasma especial que se produce con descargas llamadas corona y de barrera dieléctrica, que se genera a presión atmosférica. Cuando los plasmas se encuentran en equilibrio térmico son utilizados en procesos industriales lo que reduce la contaminación y los residuos tóxicos generados (Vázquez F., junio, 2008).

El objetivo de este trabajo es lograr la eficiente mineralización del colorante Negro Acido 210 (NA210) por medio de un tratamiento de plasma frío a presión atmosférica, determinando las condiciones óptimas para realizar el proceso.

2.1 Procesos avanzados de oxidación (PAO's)

Existen diferentes tipos de procesos básicos de degradación, como son: de extracción líquido – líquido, absorción, osmosis inversa, o tratamientos biológicos; pero estos procesos no son la solución debido a que generan una gran cantidad de lodos, es por esta razón que son necesarios usar procesos avanzados de oxidación (PAO), los cuales se aplican a pequeña o mediana escala, por lo general estos procesos pueden usarse solos, o en combinación de ellos y pueden ser utilizados para tratar contaminantes presentes en agua, aire y suelos (Doménech, 2002).

En 1987 Glaze definió el término PAO como el proceso de tratamiento de agua que implica la generación de radical hidroxilo en cantidad suficiente para su purificación. El radical hidroxilo ($\text{OH}\bullet$) es un potente producto químico no selectivo oxidante que reacciona rápidamente con la mayoría de los compuestos orgánicos. Los PAO se caracterizan por la formación del radical hidroxilo altamente oxidativo ($\text{OH}\bullet$) o superóxido (O_2) a temperatura ambiente (Doménech, 2002) (GilPavas, Septiembre 2011).

Los PAO se basan en los principios de la fisicoquímica, ya que provocan cambios en los radicales hidroxilos ($\text{OH}\bullet$) que se encuentran en la estructura química de los contaminantes, debido a que involucran la generación de gran poder oxidante, otros permiten realizar cambios en los contaminantes poco susceptibles como iones metálicos o compuestos halogenados.

Los parámetros que pueden afectar a un proceso de oxidación son: pH, temperatura, el diseño del reactor, la naturaleza del contaminante y la concentración de agentes oxidantes, por lo que es necesario encontrar experimentalmente los parámetros óptimos de degradación (Doménech, 2002).

En la tabla 2.2 se muestran las principales tecnologías de procesos avanzados de oxidación algunas son utilizadas a escala laboratorio y / o en plantas piloto.

Plasma no térmico	Ultravioleta / peróxido de hidrógeno
Ozono / peróxido de hidrógeno	Ultravioleta / ozono
Procesos Fenton	Fotólisis / Fenton
Oxidación electroquímica	Fotocatálisis ultravioleta de vacío (UVV)
Ozonización	

Tabla 2.2: Principales procesos avanzados de oxidación (GilPavas, Septiembre 2011).

2.2 Métodos destacados y más utilizados

A) Métodos físicos

Existen diferentes tipos de procesos físicos como la adsorción, coagulación floculación, membranas de filtración entre otros. En la siguiente tabla se muestra la descripción, ventajas y desventajas de cada uno de ellos (Altunar, 2014) (Torres F. , 2014):

Proceso	Descripción	Ventajas	Desventajas
Adsorción	La eficiencia de este proceso se ve influenciada por diferentes parámetros entre ellos la interacción entre el colorante, el soporte, tamaño de la partícula, pH y temperatura. Su eficacia depende del tipo de soporte ya sea orgánico o inorgánico	Los procesos de adsorción generan efluentes de buena calidad. Pueden ser aplicados para remover diferentes colorantes (ácidos, básicos, reactivos)	Son procesos lentos; debido a la competencia entre las moléculas del colorante y las de otros compuestos. La adsorción es un proceso muy difícil y costoso ya que los adsorbentes suelen ser caros y en ocasiones requieren de un proceso de activación previa.

<p>Coagulación floculación</p>	<p>Este proceso se basa en la adición de sales de aluminio o hierro las cuales forman flóculos con las moléculas de colorante facilitando así su eliminación por sedimentación.</p>	<p>Es un proceso eficiente ya que el equilibrio del sistema se alcanza en tiempos cortos (2 a 4 horas) y tiene un porcentaje alto de remoción del colorante</p>	<p>Este proceso genera lodos y su mejor rendimiento se logra agregando un exceso de coagulante Este proceso no es eficiente para colorantes altamente solubles, colorantes azoicos, entre otros.</p>
<p>Membranas de filtración</p>	<p>En este método se usan tratamientos en los que usan membranas que permiten la separación efectiva de las moléculas de colorante y otros compuestos. Los métodos que usan membranas de filtración son: microfiltración, ultrafiltración, nano filtración, ósmosis.</p>	<p>Es aplicable a muchos colorantes es una combinación de procesos biológicos y de oxidación avanzada</p>	<p>Tienen costos elevados de energéticos, generan lodos tóxicos y se taponean las membranas y la adsorción del colorante sobre la membrana.</p>

B) Métodos químicos

En la siguiente tabla se muestra la descripción, ventajas y desventajas de cada uno de ellos:

Proceso	Descripción	Ventajas	Desventajas
Oxidación Química	Aquí se emplean agentes oxidantes como el ozono (O ₃), peróxido de hidrógeno (H ₂ O ₂) permanganato de potasio (MnO ₄), cloro y reactivo Fenton, estos para cambiar la composición química del o los compuestos	Tienen tiempos de reacción bajos en minutos. Posibilidad de combinación con (POA) y puede ser utilizado como alternativa de pretratamiento económica.	Generan efluentes más tóxicos y tienen costos elevados en la materia prima
Ozonización	Esta consiste en la destrucción del compuesto con una capacidad oxidativa de ozono. La reacción de oxidación es rápida, y puede tratar altos caudales, no se generan residuos ni lodos y se obtiene un efluente incoloro y con baja DQO.	El agua tratada puede ser reusada ya que este método puede llegar a remover el color en su totalidad y el DQO hasta cierto punto	Tiene un tiempo corto de vida aprox. 20 min, lo cual repercute en el costo del proceso. Los compuestos que generan tienen mayor carácter tóxico que los colorantes de partida
Foto - Fenton	Es una combinación de H ₂ O ₂ y sales de Fe (II). El ion ferroso se oxida a férrico mientras que el H ₂ O ₂ produce iones hidróxido y radical hidroxilo. Que estos a su vez ayudan a oxidar el colorante y compuestos formados precipitan con el ion férrico y compuestos orgánicos	Es eficiente en la decoloración de colorantes solubles como insolubles. Tiempo de residencia cortos. Formación de lodo mínima. Aplicación exitosa en procesos a escala piloto y semi - industrial	Generan lodos debido a la floculación de los reactivos con el colorante y tienen elevados costos en los reactivos.

C) Métodos biológicos

Proceso	Descripción	Ventajas	Desventajas
Filtros biológicos (Biodiscos)	Son los procesos de tratamiento biológico que se dan en ausencia del oxígeno. Por lo general los tratamientos aerobios son basados en la unión de muchas bacterias en sistemas convencionales y no son capaces de degradar los colorantes procedentes de las textileras.	<ul style="list-style-type: none"> a) Efluente parcialmente nitrificado. b) Efluente para reúso agrícola c) Menos requerimiento de equipo electromecánico. 	<ul style="list-style-type: none"> a) Altos costos por obra civil, equipamiento y operación. b) Mayor capacitación para operadores. c) Producción de lodos inestables.
Anaerobios	Este proceso se ha empleado en tratamiento de colorantes ya que se ha demostrado su eficiencia de decoloración en compuestos azo que en diversas etapas pueden romper el enlace azo de manera eficiente.	Tienen posibilidad de aplicación de medidores redox para mejorar el porcentaje como la velocidad de decoloración. Factibilidad de bio – aumentación de los cultivos.	<ul style="list-style-type: none"> Generación de subproductos tóxicos. Requerimiento de cepas específicas. Bajas remociones de materia orgánica expresada como DQO. Largos periodos de aclimatación.
Lodos activados	Es un proceso biológico, también conocido como bioproceso, que permite el desarrollo de una depuración de origen natural en la que los microorganismos son capaces de devolver, depurar el agua contaminada a su estado natural.	<ul style="list-style-type: none"> a) Lodos parciamente estabilizados. b) Efluente parcialmente nitrificado. c) Fácil de estabilizar durante arranque. 	<ul style="list-style-type: none"> Altos costos de operación y mantenimiento, se necesita tener mucha capacitación para los operadores y requiere un área de depósito para los lodos residuales.

2.3 Plasma

En 1808, Humphrey Davy desarrollo la descarga de arco eléctrico en estado estable usando una corriente directa. Por su parte Michael Faraday, en 1830, desarrolló el tubo de descarga eléctrica de alto voltaje con corriente directa, lo que dio inicio al estudio de la sustancia que se obtenía como resultado de dichas descargas. Más tarde, en 1879 William Crookes identificó dicha sustancia como el cuarto estado de la materia (Garcia, 2009).

El término plasma fue introducido por Irving Langmuir en 1928, en referencia a una mezcla de átomos, neutrones, iones y electrones que casi presentaban neutralidad eléctrica, esta mezcla tenía la propiedad de ser sensible a la presencia de campos eléctricos y magnéticos. Hoy en día el plasma sigue siendo considerado como el cuarto estado de la materia y representa aproximadamente el 98.5 % de la materia del universo (Garcia, 2009) (Chen, 1974).

El plasma puede existir en un amplio intervalo de temperaturas, desde la temperatura ambiente, como, por ejemplo, el plasma en los tubos de luz fluorescentes, hasta temperaturas de millones de grados centígrados como sucede en el interior del sol u otras estrellas (Vázquez F. &., 2008).

2.4 Características de un Plasma

Debido a la gran movilidad de los electrones los plasmas son buenos conductores eléctricos y buenos conductores térmicos. Otra característica de los plasmas es su capacidad de permitir la propagación y transmisión de ondas electromagnéticas y electrostáticas en una gran diversidad de modos. Los plasmas son también buenos emisores de radiaciones en un espectro muy amplio. La capacidad para emitir radiaciones constituye una propiedad importante que permite sondearlo para conocer sus propiedades y establecer un diagnóstico de los parámetros que lo caracterizan, como: densidades y temperaturas de los gases de iones, electrones y neutrones que los componen, frecuencias de oscilación, espesor óptico, entre otras (Garcia, 2009) (Pacheco, 2009).

Uno de los aspectos fundamentales que distingue el comportamiento de los plasmas de otros fluidos o sólidos ordinarios, es que cada partícula cargada interactúa simultáneamente con un número considerable de partículas cargadas (Vázquez F. , junio, 2008).

2.5 Tipos de plasmas.

El plasma puede presentarse en la naturaleza (como por ejemplo en las auroras o los relámpagos), y en la industria haciendo uso de diferentes tipos de reactores de plasma. Hay dos tipos principales de plasma: El plasma en equilibrio térmico y plasma no térmico (Garcia, 2009) (Pacheco, 2009)

A) Plasma térmico.

El plasma térmico se caracteriza por tener todos sus componentes en equilibrio termodinámico. Cuando las energías cinéticas son iguales, se dice que el plasma está en equilibrio. El plasma, es el estado ionizado de la materia, consiste en una mezcla cuasi neutral de especies neutras, iones positivos, negativos y electrones con una energía térmica media, normalmente superior a 0.5 eV. El gas se calienta a una temperatura suficiente para ionizar entre (4,000-20,000K) (Vázquez F. &., 2008). Por lo tanto, todas las especies presentes están en equilibrio térmico.

B) Plasma no térmico

El plasma se puede producir a temperatura ambiente si las moléculas están expuestas a un fuerte campo eléctrico. En los plasmas no térmicos, gran parte de la energía es colocada en electrones excitados con el fin de generar y mantener el plasma, la energía de ionización del gas debe ser superada. En este tipo de plasmas, la temperatura no está en equilibrio térmico, y difiere sustancialmente entre los electrones y las otras partículas como iones, átomos y moléculas.

A estos plasmas también se les conoce como “plasmas fuera de equilibrio” o " plasma frío". Debido que los electrones tienen una masa pequeña se pueden acelerar fácilmente a las energías que son suficientes para ionizar los átomos de gas. Además, el grado de ionización es mucho inferior a la de plasmas térmicos (Vázquez F. , junio, 2008). Cuando este se encuentra en volúmenes grandes, tiene el mismo número de cargas positivas y negativas.

2.6 Generación de un plasma no térmico.

El método más utilizado para la formación de plasma no térmico es por la aplicación de un campo eléctrico externo entre dos electrodos rodeados de un volumen de gas. El plasma puede ser operado, ya sea a bajas presiones (1×10^{-3} Pa) o a presión atmosférica (Pacheco, 2009).

El voltaje aplicado hace que los electrones libres se aceleren en el instante, donde el voltaje de ruptura se alcanza, la corriente aumentará considerablemente debido a la avalancha de electrones intensiva en el espacio de descarga. Estos electrones de alta energía chocan con las moléculas de gas lo que conduce a la formación de nuevas especies de plasma, "activos" que incluyen moléculas excitadas y átomos radicales, iones y moléculas nuevas (Pacheco, 2009) (Vázquez F. &, 2008). (García, 2009) Además, de las especies generadas en la zona del plasma, se generan fotones debido a que un átomo o molécula en su estado meta estable excitado puede espontáneamente volver a su estado base. Esto inicia una cadena de absorción y emisiones de fotones reactivos con moléculas que son excitadas dentro del plasma. En consecuencia, el plasma puede exhibir un brillo visible si las energías de los fotones emitidos están en la región visible del espectro electromagnético. Los electrones, al ser los primeros en recibir la energía del campo eléctrico, distribuyen esta energía a través de colisiones, generando nuevas especies reactivas. (Vázquez F. , junio, 2008)

2.7 Catálisis en el plasma

Una forma de mejorar la eficiencia del tratamiento por plasma es integrar catalizadores. Los catalizadores pueden ser homogéneos o heterogéneos, el efecto de la catálisis en el plasma es causada por la interacción del catalizador sobre las especies activas generadas por el plasma que pueden aumentar el tiempo de vida de las especies activadas (Santos, 2006).

2.8 Efluentes residuales de la industria textil.

La contaminación del agua es una alteración del estado original de su pureza, mediante la incorporación de materia extraña de modo directo o indirecto que perjudican su estado, por lo tanto, no es apta para los diversos usos como: el consumo humano, la industria, agricultura y la vida natural.

Toda el agua que proviene de la lluvia, antes de llegar al suelo recibe su primera carga de contaminación, cuando disuelve sustancias como anhídrido carbónico, óxido de azufre y nitrógeno, convirtiéndola en lluvia acida. Otro factor importante que influye en la contaminación del agua son las actividades humanas, el crecimiento poblacional y el surgimiento de la actividad industrial, aumenta la contaminación de los ríos, lagos y aguas subterráneas (Chen, 1974).

Los componentes presentes en las aguas residuales absorben una cierta longitud de onda de la luz y reflejan las restantes, esto nos indica el color en los ríos. El color interfiere con la transmisión de la luz solar en la corriente, y, por lo tanto, disminuye la acción fotosintética. La contaminación visible frecuentemente causa más problemas a la industria que la contaminación invisible. La contaminación que no se ve y que no produce molestias, es tolerada por los organismos vivos, mientras que el color rojo y café oscuro de las aguas residuales de la industria textil produce la indignación pública sobre la misma (Altunar, 2014) (Comisión Nacional del Agua, 2011).

El principal problema es que contiene productos químicos tóxicos, orgánicos e inorgánicos, que incluso a concentración extremadamente bajas, pueden ser peligrosos para los peces de agua dulce y para diferentes microorganismos acuáticos.

2.9 Definición de contaminante.

Se define como una sustancia o energía introducida en el medio ambiente que tiene efectos no deseados o que afecta negativamente a la utilidad de un recurso. Es decir, un contaminante es una modificación, generalmente provocada por el hombre, haciendo este líquido peligroso para el consumo humano, la industria, la agricultura, la pesca y las actividades recreativas, así como para los animales domésticos y la vida natural. (Encinas, 2011)

Para que exista contaminación, la sustancia debe ser una cantidad relativa suficiente para provocar ese desequilibrio. Las causas por las cuales se pueden contaminar los cuerpos de agua son los contaminantes naturales y contaminantes artificiales (Torres A. , 2017) (Brigden, 2012).

Contaminantes naturales: A través de su ciclo natural, el agua puede entrar en contacto con ciertos contaminantes que se vierten en las aguas, atmósfera y la corteza terrestre, como lo son sustancias

minerales y orgánicas disueltas o en suspensión, tales como el arsénico, cadmio, bacterias entre otras. (Encinas, 2011).

Contaminantes artificiales: Generalmente su origen proviene de los desechos líquidos y sólidos que se vierten en las aguas, estas sustancias pueden ser desechos industriales (grasas, aceites, compuestos químicos entre otros) (Brigden, 2012) (Vergara J., 2019).

Existen diferentes tipos de contaminantes como: químicos, microbiológicos, contaminantes que consumen oxígeno y la materia en suspensión o inmiscible, en el siguiente cuadro se explica cada uno de ellos (Comisión Nacional del Agua, 2011) (Brañez, 2013).

2.10 Tipos de contaminantes.

Tipos de contaminantes.	Descripción
Contaminación química	Se debe a los productos químicos, como metales, disolventes, pesticidas, herbicidas, productos industriales, detergentes, aceites y combustibles que se pueden acumular en el agua.
Contaminación microbiológica	La contaminación microbiológica se refiere a la introducción involuntaria o no intencionada de microorganismos infecciosos como las bacterias, levaduras, mohos, hongos, virus, etc. Algunas enfermedades como el cólera o la malaria tienen su origen en el agua.
Materia en suspensión y sustancias inmiscibles	Indica la cantidad de sólidos (medidos en miligramos por litro mg/l) presentes, en suspensión y que pueden ser separados por medios mecánicos. Son inmiscibles si en alguna proporción no son capaces de formar una fase homogénea por ejemplo agua y aceite son sustancias inmiscibles.

Tabla 2.3 tipos de contaminantes (Gil, 2012)

2.11 ¿Qué es un colorante?

Se define como la sustancia en agua capaz de teñir y dar un nuevo color a un tejido, alimento, entre otros. Estos pueden ser de origen natural o sintético. Cada color es seleccionado de acuerdo con las especificaciones requeridas por el cliente (Marcano, 2018) (Paredes, 2002).

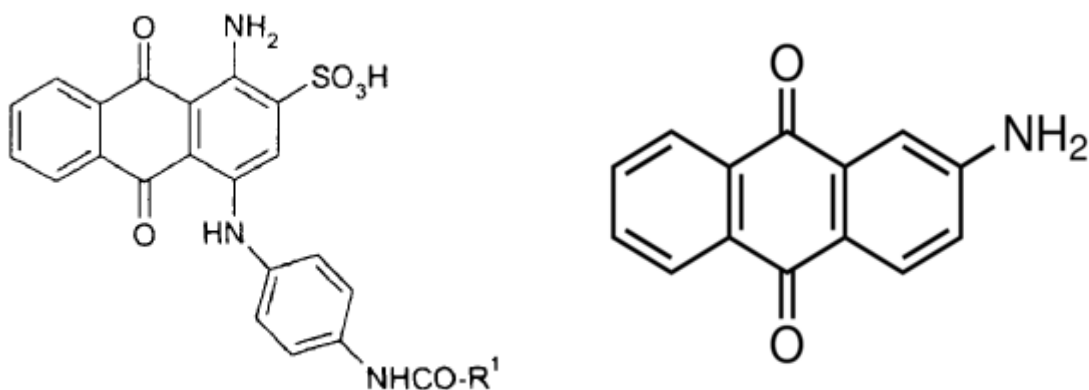
Los colorantes actualmente empleados en la industria textil son los artificiales, en un alto porcentaje. Sin embargo, los colorantes naturales han sido tan importantes en la historia del vestido que resulta imposible ignorarlo (Brigden, 2012).

2.12 Tipos de colorantes.

Se define como colorante, cualquiera de los productos químicos pertenecientes a un extenso grupo de sustancias, empleadas para colorear tejidos, tintas, productos alimenticios y otras sustancias (Sánchez, 2013).

La mayoría de los colorantes textiles utilizados son de origen sintético, es decir poseen una alta solubilidad en el agua, además de ser altamente resistentes a la acción de agentes químicos y poco biodegradables, aproximadamente el 60 % de los colorantes para la industria textil son colorantes reactivos, es decir que se caracterizan por crear una unión éter con la fibra, garantizando un color duradero en el tejido (Scherezeda, 2007).

Las moléculas de los colorantes están constituidas por dos grupos fundamentales como se muestra en la figura 2.1: el grupo cromóforo, responsable de producir el color y auxocromóforo el cual hace que las moléculas sean más solubles y den mayor afinidad hacia las fibras (Marcano, 2018)



Amino antraquinona Naranja.

Antraquinona Amarillo pálido.

Figura 2.1: Estructuras químicas de los grupos auxocro y cromóforo (Marcano, 2018).

Los colorantes usados en la industria textil son de diversos tipos y pueden ser clasificados dependiendo su estructura química, clase de aplicación o uso final. Cada tipo de colorante presenta características físicas, químicas y biológicas diferentes que les atribuyen los efectos tóxicos para el ambiente.

A) Colorantes naturales.

Los colorantes naturales, según la FDA, “aditivos Colorantes Extensos de certificación o N° certificados”, incluyen pigmentos derivados de fuentes naturales tales como vegetales, minerales o animales, y productos derivados de sustancias naturales (Perugachi, 2017).

El colorante natural más utilizado en la industria es el índigo debido a su solidez; resistencia a la luz, lavado, ácidos y álcalis. Se utiliza en teñido textil como colorante a la tina, este colorante es utilizado para el teñido de los jeans y prendas vaqueras azules. Esta sustancia se extrae de las plantas del género *indigofera* (que se da en Asia sur oriental) que lo contienen en forma de glucósido; este se hidroliza por ácidos o por fermentos en glucosa e indoxilo, se oxida de forma natural por el oxígeno del aire y se transforma en el colorante índigo (Sánchez, 2013).

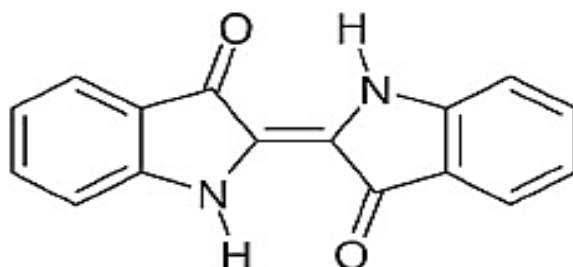


Figura 2.2: Composición química del colorante índigo (Sánchez, 2013)

B) Colorantes artificiales.

Son los más importantes en la industria textil, muchos de ellos proceden de aislar en el laboratorio las sustancias correspondientes a los mismos colorantes en estado natural. A continuación, se enlistan la clasificación de estos (Moldovan, 2016).

C) Colorantes ácidos.

Tiñen directamente las fibras proteicas y el Nylon en baño ácido y algunas de las celulósicas en baño neutro. Comprende cuatro grupos azoicos, Antraquinónicos, triarilmetánicos y otras clases (xanteno, nitrado).

Se caracterizan por la abundancia de grupos sulfónico, en los que les confiere gran solubilidad, cuya fijación sobre la fibra requiere un pH bajo, comprendido entre 2 y 4 (Zaruma P. P., 2018).

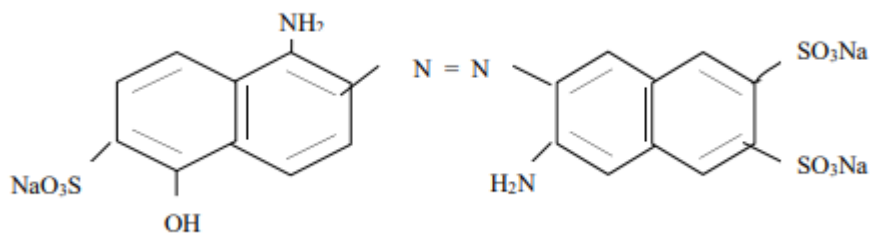


Figura 2.3.: colorante ácido normal (Zaruma P. P., 2018).

De los colorantes ácidos, los antraquinónicos son los azules de buena solidez a la luz y a tratamientos en húmedo. Corren peligro de volver a oxidarse con la humedad ambiental una vez teñidos. Los triarilmetánicos son los violetas, azules y verdes de tonos muy brillantes y moderadamente sólidos (Manu. B., 2006).

D) Colorantes básicos.

Son sales de bases orgánicas, en las cuales el esquema cromófilo está unido al catión, siendo un anión incoloro pudiéndose presentar como: colorante (+) y anión incoloro (-). en la tintura de estas fibras el proceso con colorantes básicos utiliza agentes, catiónico – aniónico adicionales. Estos agentes son sales de base orgánica que fuerzan al grupo cromóforo a unirse al catión, resultando el anión incoloro. Esta reacción química da como resultados tres grupos de colorantes básicos nuevos:

- Colorantes con carga positiva deslocalizada; derivados del di y trifenilmetano.
- Colorantes con carga catiónica localizada; de tipo antraquinónicos o azoico, que poseen elevada solidez a la luz y buena estabilidad al pH.
- Colorantes con estructura heterocíclica, conteniendo nitrógenos cuaternarios estos son solubles en alcoholes etílicos; menos solubles en agua (Manu. B., 2006).

Tiñen las fibras animales (lana seda) de forma directa; pero de entre las naturales vegetales, solo el yute tiene afinidad por estos colorantes. Dentro de las fibras artificiales celulósicas indirectamente, mordentadas con tanino; solo el rayón nitro – seda tiene afinidad por los colorantes básicos.

E) Colorantes directos.

Se llaman así porque tiñen la fibra sin necesidad de un segundo producto que actúe como mordiente de esta. Existen dos familias de colorantes directos:

- Colorantes azoicos
- Colorantes tiazólicos

Debido a la facilidad de su síntesis, su versatilidad y que son derivados de las aminas del di fenilo, los colorantes azoicos son los más importantes ya que pertenecen a este grupo casi la mitad de los colorantes sintéticos. En la figura 2.4 se puede observar la estructura que tienen los colorantes de tipo azo, la cual está caracterizada por la presencia de uno o más grupos azo: C-N=N-C en su molécula (Marcano, 2018).

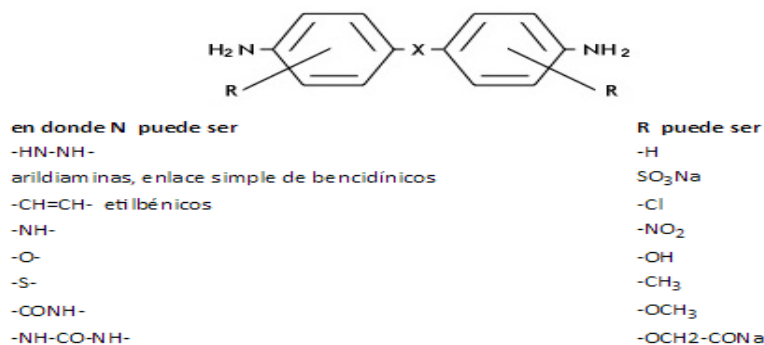


Figura 2.4: Estructura de los colorantes azoicos (Marcano, 2018).

En principio, cualquier amina aromática primaria es capaz de generar azo-compuestos por un proceso llamado acoplamiento. Esta reacción es similar a otras sustituciones electrofilias aromáticas, requiere de una especie positiva (un átomo de nitrógeno de la sal de diazonio) y un sustrato acoplante, receptor de la especie positiva de que debe ser activado por un grupo dador de electrones (que incrementan su densidad electrónica) y además poseer hidrógeno fácilmente sustituibles (Marcano, 2018), (Moldovan, 2016).

En esta clase destacan tres familias: mono-azo, di-azo y tri-azo; cada una de ellas existe con diferentes propiedades. Así, los colorantes azo: ácidos, básicos, reactivos, directos, dispersos y pigmentos, siendo los colorantes monoazo dispersos los que mayor consumo tienen debido a que se usan para teñir fibras e hilos de poliéster, acetato, nylon y acrílico.

Un poco más de la mitad de la producción mundial está destinada a la producción de colorantes textiles y alrededor del 15% a industrias como papel, piel, entre otros. El 25% corresponde a la producción de pigmentos orgánicos. Actualmente, existen cerca de 100 mil diferentes tipos de colorantes en el mercado, de los cuales aproximadamente el 40% son colorantes tipo azo, que son los más comercializados (Vergara J., 2019).

Los colorantes tiazólicos se llaman así porque en su molécula contienen el anillo tiazólico. Estos colorantes son solamente amarillos, anaranjados y pardos (CARLPL, 2002). Las características de los colorantes directos son las siguientes:

- Generalmente son solubles en agua, aunque algunos para ello necesitan la presencia de carbonato sódico.
- Su solubilidad aumenta con el número de grupos sulfónicos y disminuye al aumentar su peso molecular.
- En frío, forman soluciones coloidales.
- Los colorantes directos resisten bien a los ácidos, aunque tienden a enrojecer.
- En presencia de agentes reductores rompen su molécula hacia derivados aminados.

F) Colorantes a la tina.

Son colorantes que tienen entre sí diferente constitución química, son insolubles en agua. Por su reducción en un medio alcalino se transforman en leuco derivados hidrosolubles. El proceso de reducción se fundamenta en la acción reductora del hidrógeno sobre el grupo carbonilo, transfiriéndolo al grupo alcohólico. Una vez realizado el teñido, es fácilmente oxidable por el oxígeno del aire (Perugachi, 2017).

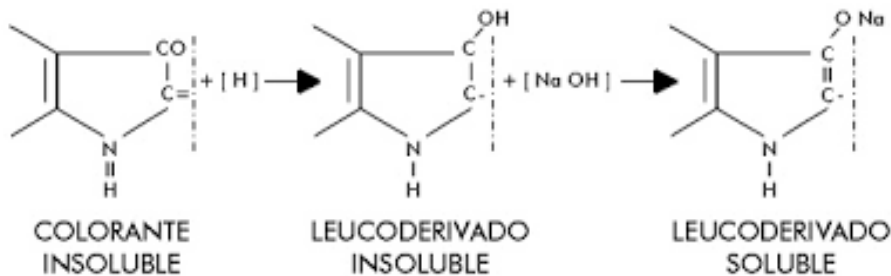


Figura 2.5: Colorantes a la tina (Perugachi, 2017)

G) Colorantes dispersos.

Son colorantes sustancialmente insolubles en agua, originalmente introducidos por la tintura del acetato de celulosa y usualmente aplicados en tinta. Actualmente su uso se ha extendido a la coloración de todas las fibras, sintéticas hidrofóbicas. Son colorantes que para su aplicación necesitan agentes dispersantes como: alcoholes, grasas sulfonadas, aceites solubles y jabones, se caracterizan fundamentalmente porque tienen un alto grado de dispersión (Marcano, 2018).

H) Colorantes sulfurosos.

Se llaman sulfurosos porque en su molécula está presente el azufre, pero no como lo está en los colorantes directos, tiazólicos, sino que aquí este azufre puede ser oxidado con facilidad. Se utiliza principalmente para la tintura de fibras celulósicas como el algodón y el rayón. Son colorantes insolubles en agua, por lo tanto, su procedimiento de teñido se fundamenta en la posibilidad de transformarles en un estado soluble al agua mediante la utilización de agentes reductores, utilizando

principalmente el sulfuro de sodio. Por su aspecto, los colorantes sulfurosos son parecidos a los colorantes de tina y a los sustantivos; ya que tiñen las fibras directamente en un estado reducido y se combinan con los colorantes básicos para formar una laca insoluble, la cantidad de colorante absorbido depende de su porcentaje en la solución, la concentración de sal y la temperatura (Marcano, 2018).

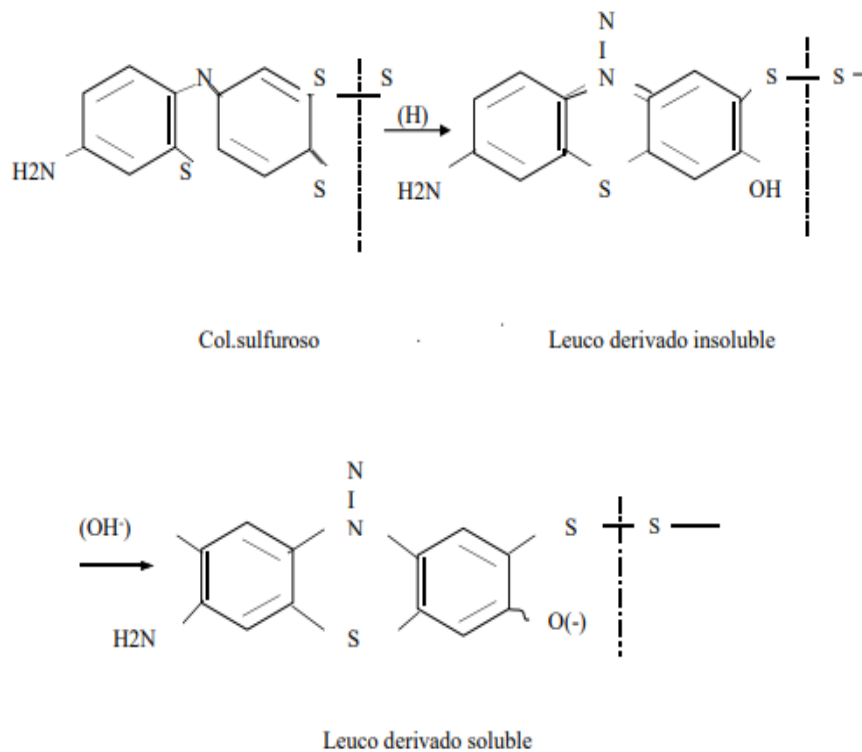


Figura 2.6: Colorantes sulfurosos (Colindres, 2010)

2.13 Descripción del colorante NA210.

El colorante negro ácido 210 (NA210), es un colorante tri-azo usado principalmente para el teñido del cuero, también es usado en diferentes industrias que producen pintura, cerámica, plástico, tinta, además, es muy utilizado en la industria textil, en el teñido de las fibras. Este colorante presenta una alta resistencia al lavado por lo cual su eliminación de aguas residuales no se puede realizar por métodos convencionales, siendo necesario el uso de procesos avanzados de oxidación (PAO). Es un

polvo negro soluble en agua y etanol, su fórmula desarrollada es $C_{34}H_{25}K_2N_{11}O_{11}S_3$, con un peso molecular de 937.38 gr/mol, en la figura 2.7 se muestra su estructura química (Vergara, 2018).

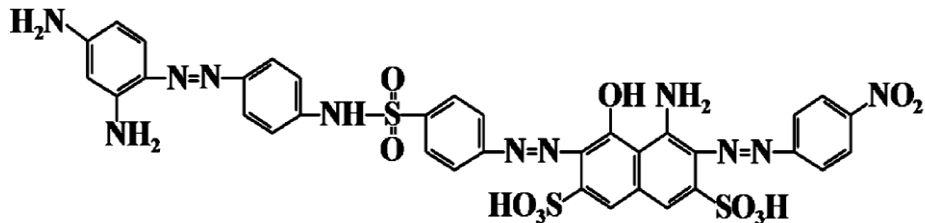


Figura 2.7: Negro ácido 210.

Como se menciona anteriormente los métodos convencionales no son capaces de degradar el colorante presente en el agua, el objetivo era encontrar un método que tuviera un mayor efecto en la degradación de este colorante.

2.14. Importancia de la demanda química de oxígeno y carbono orgánico total.

La demanda química de oxígeno (DQO) es un parámetro químico que representa una medida de toda la materia orgánica e inorgánica presente en disolución y/o suspendida que puede ser químicamente oxidada por la acción de agentes oxidantes, bajo condiciones ácidas y se mide con miligramos de oxígeno equivalentes a la fracción orgánica disuelta y/o suspendida por litro de disolución (Ramírez, 2008).

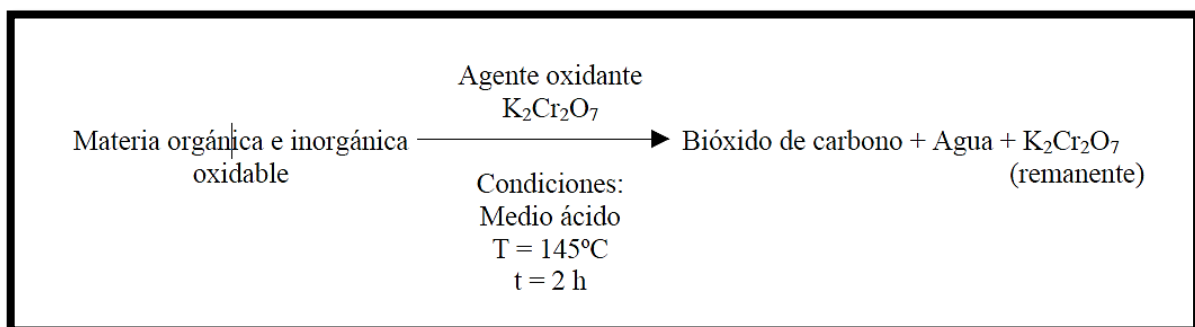


Figura 2.8. Oxidación de la materia orgánica e inorgánica (Ramírez, 2008).

Para determinar la DQO, los métodos más usados, precisos y confiables son el de la oxidación por dicromato. En la figura 2.8 se puede observar el mecanismo de reacción de la materia orgánica e inorgánica utilizando como agente oxidante el dicromato de potasio, este se transforma en bióxido de carbono agua y el sobrante de dicromato de potasio, teniendo en cuenta las condiciones de temperatura y tiempo (Cortinas, 1993).

La DQO es un parámetro importante y lo suficientemente rápido para determinar el grado de contaminación del agua y puede ser empleada para estimar la eficiencia de una planta de tratamiento de aguas residuales (Guire, 2012).

Los compuestos de carbono orgánico varían enormemente. Una de las primeras lecciones de muchos cursos de introducción a la química orgánica explica que el número de compuestos de carbono posibles es prácticamente infinito debido a la capacidad del carbono de formar moléculas largas en forma de cadena.

El carbono orgánico total (COT) no determinará que compuestos se encuentran en las muestras, el COT informará al usuario de la suma de todo el carbono orgánico presente en estos compuestos (Guire, 2012).

El método para determinar el COT se basa en una oxidación catalítica a 680 °C. Entre los cuales, los más habituales de oxidación se encuentran, los agentes químicos (como el persulfato), la combustión (normalmente ayudada por un catalizador), la exposición a radiación ionizante (como la luz ultravioleta), la exposición a calor o alguna combinación de estos métodos (Guire, 2012). Como producto de la combustión se genera agua que se vaporiza y se elimina mediante una posterior condensación, otro producto de la combustión es el carbono (orgánico e inorgánico) que se oxida a (CO₂).este dióxido de carbono se transporta empleando una corriente de aire y se mide mediante un detector de infrarrojos no dispersos (NDIR) (Unidad de Análisis Químico, 2005) .

2.15 Transmitancia y absorbancia.

Cuando un rayo de luz de una determinada longitud de onda de intensidad (I_0) incide perpendicularmente sobre una disolución de un compuesto químico que absorbe luz o cromóforo, el compuesto absorberá una parte de la radiación incidente (I_a) y dejará pasar el resto (I_t), de forma que se cumple: $I_0 = I_a + I_t$

La transmitancia de una sustancia en solución es la relación entre la cantidad de luz transmitida que llega al detector, una vez que ha atravesado la muestra y la cantidad de luz que incidió sobre ella, se representa normalmente en tanto de por ciento: **% T = $I_t/I_0 \times 100$** (Nieves, 2017)

La transmitancia (T) nos da una medida física e la relación de intensidad incidente y transmitida al pasar por la muestra. La relación entre %T y la concentración no es lineal, pero asume una relación logarítmica inversa.

La absorbancia (A) es un concepto más relacionando con la muestra puesto que nos indica la cantidad de luz absorbida por la misma, y se define como el logaritmo de $1/T$, en consecuencia: **A = $\log 1/T = -\log T = -\log I_t/ I_0$** .

Cuando la intensidad incidente y transmitida son iguales, la transmitancia es del 100 % e indica que la muestra no absorbe a una determinada longitud de onda. La cantidad de luz absorbida dependerá de la distancia que atraviesa la luz a través de la solución del cromóforo y la concentración de éste.

Según la ley de Lambert- Beer la absorbancia de radiación electromagnética producida por una especie absorbente es directamente proporcional a la trayectoria de la radiación a través de la disolución y a la concentración de la sustancia que produce la absorción esto también depende de la distancia que recorre la luz por la solución a igual concentración, cuanto mayor distancia recorre la luz por la muestra más moléculas se encontrarán (Arena, 2004). (Serrano, 1998)

2.16 Espectro de absorción.

El fundamento de la espectroscopia se debe a la capacidad de las moléculas para absorber radiaciones, entre ellas las radiaciones dentro del espectro UV- visible. Las longitudes de onda de las radiaciones que una molécula puede absorber y la eficiencia con la que se absorben dependen de la estructura atómica y de las condiciones del medio (pH, temperatura, fuerza iónica y constante dieléctrica), por lo que dicha técnica constituye un valioso instrumento para la determinación y caracterización de biomoléculas.

Las moléculas pueden absorber energía luminosa y almacenarla en forma de energía interna. Esto permite poner en funcionamiento ciclos vitales como: la fotosíntesis en las plantas y bacterias. Cuando la luz (considerada como energía) es absorbida por una molécula se origina un salto desde un estado energético basal o fundamental, E_1 , a un estado de mayor energía (estado excitado), E_2 . y solo se absorberá la energía que permita el salto al estado excitado. Cada molécula tiene una serie de estados excitados que la distingue del resto de moléculas. Como consecuencia, la absorción que a distintas longitudes de onda presenta una molécula esto es, su espectro de absorción constituye una señal de identidad de la misma. Por último, la molécula en forma excitada libera energía absorbida hasta el estado energético fundamental (Nieves, 2017; Arena, 2004).

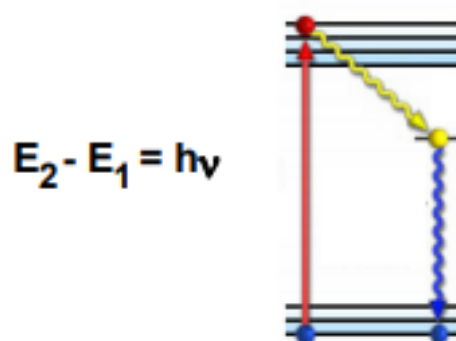


Figura 2.9: Diagrama de niveles de energía en una molécula (Nieves, 2017).

En la figura 2.9 se observa la absorción de energía luminosa que hace que las moléculas pasen de su estado fundamental (E_1) a otro estado excitado (E_2). Posteriormente la molécula relaja su energía mediante distintos mecanismos (vibración, rotación, y fluorescencia) (Arena, 2004).

En espectroscopia el término luz no solo se aplica a forma visible de radiación electromagnética, sino también a las formas UV e IR, que son invisibles. En espectrofotometría de absorbancia se utilizan las regiones del ultravioleta (UV cercano, de 195-400 nm, figura 2.10) y el visible (400-780 nm) (Arena, 2004) (Nieves, 2017)

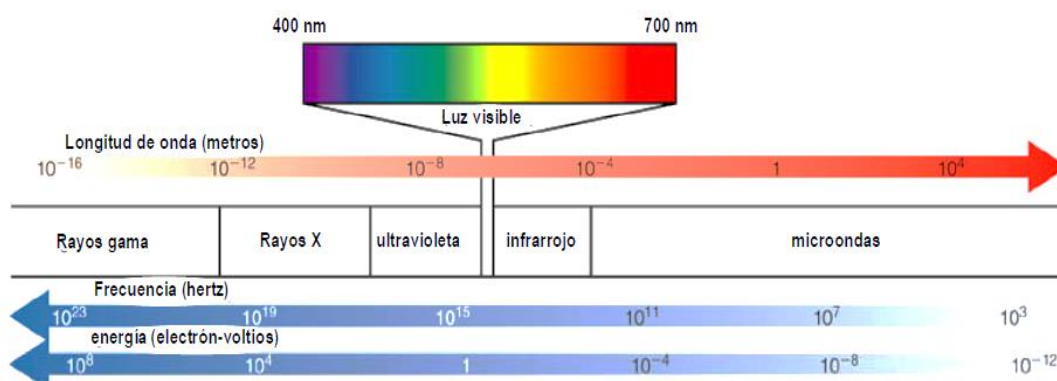


Figura 2.10: Espectro electromagnético (Arena, 2004)

La región UV se define como el rango de longitudes de onda de 195 a 400 nm. Es una región de energía muy alta. Provoca daño al ojo humano, así como quemadura común. Los compuestos con dobles enlaces aislados, triples enlaces, enlaces peptídicos, sistemas aromáticos, grupos carbonilos y otros heteroátomos tienen su máxima absorbancia en la región UV, por lo que ésta es muy importante para la determinación cualitativa y cuantitativa de compuestos orgánicos. Diversos factores como pH, concentración de sal y el disolvente- que alteran la carga de las moléculas, provocan desplazamientos de los espectros UV (Arena, 2004).

En la región visible se aprecia el color de una solución y que corresponde a las longitudes de onda de luz que transmite, no que absorbe. El color que absorbe es el complementario del color que transmite. Por tanto, para realizar mediciones de absorción es necesario utilizar la longitud de onda en la que

absorbe luz la solución coloreada. La fuente de radiación visible suele ser una lámpara de tungsteno y no proporciona suficiente energía por debajo de 320 nm (Nieves, 2017).

<i>Longitud de onda aproximada</i>	<i>Color de luz que se absorbe</i>	<i>Color de luz que se refleja o ve</i>
390-435	Violeta	Amarillo verdoso
235-290	Azul	Amarillo
490-580	Verde	Rojo
580-595	Amarillo	Azul
595-650	Naranja	Azul verdoso
650-780	Rojo	Verde azulado

Tabla 2.4. Longitud de onda de diferentes colores (Torre, 2002).

La espectroscopia estudia la interacción entre la radiación y la materia. Se ocupa por tanto del estudio de los espectros, la forma de obtenerlos, medirlos y su aplicación al análisis químico.

El espectro se define como una representación gráfica de la distribución de intensidades de radiación electromagnética emitida o absorbida por la materia, en función de la longitud de onda de dicha radiación. Los espectros son debidos a transiciones entre estados de energía característicos de la materia.

Estos pueden ser de emisión, que se obtienen excitando adecuadamente la materia para que emita radiación electromagnética y de absorción, obtenidos sometiendo a la materia de una radiación electromagnética continua y representando la proporción de radiación absorbida por la misma en función de la frecuencia o longitud de onda

CAPITULO 3: SISTEMA EXPERIMENTAL.

3.1 Descripción del sistema.

Se utilizó un reactor tipo Batch (Figura 3.1), diseñado y construido en colaboración entre los laboratorios de Física Avanzada (FC-UAEMex) y el Laboratorio de Análisis y Sustentabilidad Ambiental (EESX-UAEMor), para producir plasma sobre la superficie de la muestra líquida. El plasma es generado con una fuente de voltaje (figura 3.2) de corriente directa (HP Mod. 6525A, 4.0 kV-50 mA), a una potencia constante de 80W.

La caja es de acrílico (figura 3.1) la cual debe tener la capacidad de maniobrar el ánodo (barra de tungsteno) que se encuentra dentro de la caja; este nos va a servir para generar el plasma sobre la superficie del líquido.

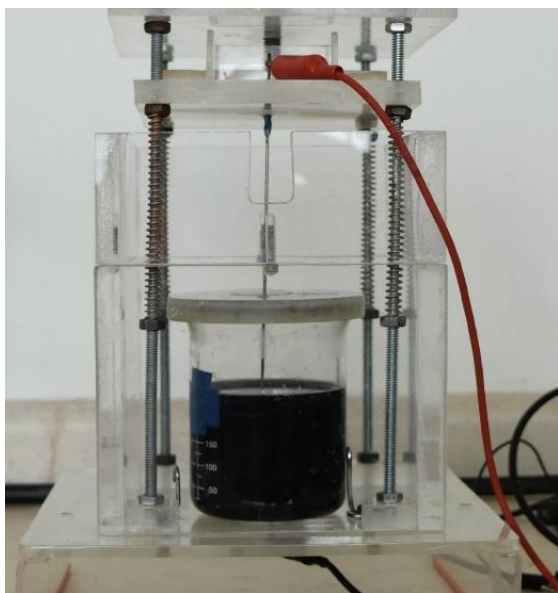


Figura 3.1. Reactor para tratamiento con Plasma a presión atmosférica



Figura 3.2: Fuente de voltaje de corriente directa, con la que es generado el plasma a una potencia de 80 W.

3.2 Contenedor del reactor del plasma.

Dentro del contenedor se encuentra un vaso de precipitado de 400 ml en el cual se realiza el tratamiento. El vaso de precipitado se encuentra cerrado con una tapa de acrílico, en medio de esta, se realizó un orificio para poder introducir el ánodo, el cual se aproxima a la superficie del líquido, si este entra en contacto con el líquido la descarga no se podrá producir. En la parte inferior del vaso se realizó otro orificio en donde se introduce un cátodo, este se encuentra dentro de la solución, y este sellado para evitar derrames.

Para que el plasma pueda ser generado y se mantenga estable, es necesario ajustar el ánodo sobre la superficie del líquido, que a su vez está conectado a una fuente de poder de corriente directa de alto voltaje, así la parte de la corriente positiva es conectada en la parte superior del ánodo, y la corriente negativa es conectada a la parte inferior del cátodo.

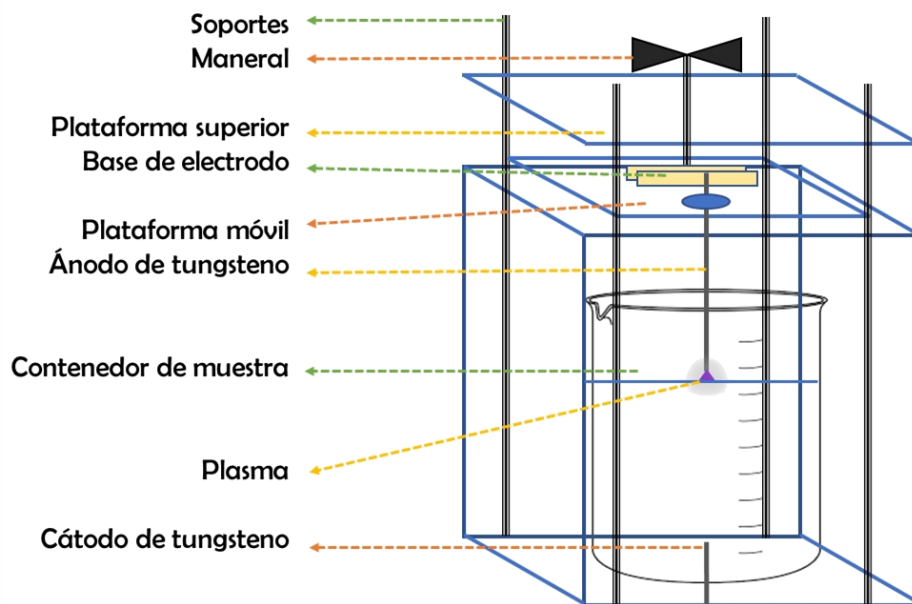


Figura 3.3: Estructura del sistema.

3.3 Metodología experimental

En este capítulo se menciona la descripción física de los equipos, materiales y reactivos que se utilizaron para la realización de este trabajo. Es importante mencionar que al inicio de cada experimento se necesita limpiar la instrumentación que se va a utilizar, esto para evitar que alguna bacteria o contaminante afecte nuestro proceso de degradación.

Para la medición de reactivos se debe ser muy exacto, así que, antes de comenzar a medir se debe de revisar la balanza analítica que se encuentre correctamente calibrada. Cuando se pesa el reactivo primero se coloca el vidrio de reloj y se quita el peso de este, entonces se puede comenzar a medir. Un factor importante en esta experimentación es que primero se debe aforar nuestra muestra con agua y colorante sin el catalizador, ya que al ser un metal es difícil de removerlo del matraz y pasarlo al vaso de precipitado, lo recomendable es agregarlo después justo antes de cerrar el reactor.

3.4 Equipo y reactivos.

A continuación, en la tabla 3.1 se menciona todo el equipo y material de cristalería utilizado en la experimentación para la degradación del colorante Negro Acido 210 (NA210) tratado por plasma frío.

Material de cristalería	Equipo	Modelo.
❖ Pipeta graduada (1.0ml, 5.0 ml y 10.0 ml0).	Espectrofotómetro.	HACH DR6000.
❖ Vaso de precipitado (50.0 ml, 100.0 ml y 1000.0 ml)	Balanza analítica.	CHYO.
❖ Probeta graduada (100.0 ml y 1000.0 ml)	Fuente de poder de corriente directa.	HP Mod. 6525 ^a , 4.0 kV-50 mA
❖ Matraz aforado (25.0 ml, 100.0 ml 250.0 ml y 1000.0 ml)	Potenciómetro.	JENWAY 3510 pH Meter
❖ Vidrio de reloj	Reactor de DQO y COT	DRB 200 HACH
❖ Pro pipeta		
❖ Espátula y piceta		

Tabla 3.1: Materiales y equipos.

Los reactivos utilizados para la decoloración del colorante Negro Acido 210 se mencionan en la tabla 3.2.

Reactivo.	Formula.	Peso molecular
Hierro en limadura de grado analítico	Fe ²⁺	55.85 g/mol
Negro Acido 210	C ₃₄ H ₂₅ N ₁₁ O ₁₁ S ₃	938.0 g/mol

Tabla 3.2: Reactivos

3.5 Preparación de soluciones.

Se prepara una solución de colorante Negro Acido 210 a una concentración de 0.5 mM, es el peso ideal para que este sea totalmente soluble.

Posteriormente se prepararon soluciones con una concentración de 0.5 mM. similares a las empleadas en la industria textil. A concentraciones mayores de 0.5 mM el colorante textil no es totalmente soluble y se puede apreciar una ligera precipitación.

Para poder calcular el peso adecuado del colorante a una concentración de 0.5 mM, es necesario emplear la siguiente formula de molaridad (1) a continuación se muestran los cálculos

$$M = g \div (pm * L) \quad (1)$$

$$g = M * PM * L \quad (2)$$

Donde:

g = gramos de colorante requeridos.

M= Molaridad = 0.5x 10⁻³ M

pm = peso molecular del colorante textil Negro Acido 210= 938 g/mol

L = volumen = 0.25.

Sustituyendo los valores en la formula anterior

$$g = (0.5 \times 10^{-3} M) * \frac{938 g}{Mol} * 0.25 L \quad (3)$$

$g = 0.1172 g/L$ de colorante necesario para la preparación de la solución.

Para que se lleve a cabo la degradación del colorante Negro Acido 210 es necesario adicionar limadura de hierro como catalizador, de lo contrario la degradación no será eficiente.

Para determinar la cantidad ideal del catalizador se realizan los siguientes cálculos:

Se inicia con una solución de sulfato ferroso ($FeSO_4$) a una concentración de 50 mM y se realizan los siguientes cálculos, utilizando las fórmulas descritas a continuación:

$$n = \frac{gr}{pm} \quad (4)$$

Donde:

n.- número de moles.

gr.- gramos de soluto.

pm.- peso molecular del compuesto

$$M = \frac{n}{v} \quad (5)$$

Donde:

M = molaridad.

n = número de moles.

V = volumen del solvente.

Despejando **n (número de moles)** de la fórmula de molaridad, quedando de la siguiente manera:

$$n = M * v \quad (6)$$

Sustituyendo los valores en la ecuación:

$$\mathbf{n = 0.01 M * 0.002 L} \quad (7)$$

$$\mathbf{n = 1 \times 10^{-4} \text{ moles}} \quad (8)$$

La primera ecuación se despeja para determinar la cantidad de gramos presentes que se encuentran en la solución de sulfato ferroso (FeSO_4)

$$\mathbf{gr = n * pm} \quad (9)$$

Sustituyendo los valores en la ecuación:

$$\mathbf{gr = 1 \times 10^{-4} \text{ mol} * 278.01 \text{ gr/mol}} \quad (10)$$

$$\mathbf{gr = 0.0278 \text{ gr de } FeSO_4} \quad (11)$$

Se considera que en la solución se encuentra aproximadamente un 20% de Fe presente, de la cual se expresa de la siguiente manera:

$$\mathbf{Fe = 55.847 \text{ gr/mol}}$$

$$\mathbf{Fe = 20.09 \%}$$

$$\mathbf{gr = 5.585 \times 10^{-3} \text{ g}}$$

La cantidad de hierro presente es de 5.585 mg esto se convierte a la unidad de gramos, dando como resultado 0.0557 g de hierro que se deben ocupar para 100.0 ml de muestra, considerando 2.0 ml de FeSO_4 .

Para este trabajo se utilizaron 250 ml de muestra, considerando 4.5 ml de FeSO_4 en 250.0 ml, la cantidad de catalizador que se debe utilizar es de 0.1392 g de limadura hierro.

El hierro presente en la solución acelera el proceso de degradación del colorante, mediante el aumento de producción de radicales OH.

Para determinar la cantidad ideal de catalizador y que este no fuera desperdiciado fue necesario hacer diferentes evaluaciones en el porcentaje de limadura de hierro, y si se excede la cantidad de catalizador al final de cada tratamiento quedara una ligera capa de limadura al fondo del vaso así que, tendremos

que pasar la muestra por una filtración para dejarla libre de partículas; por lo tanto, las evaluaciones fueron hechas a 50, 80, 100, 120, 150 % de limadura de hierro. La cantidad de catalizador utilizada para cada porcentaje mencionado se muestra en la tabla 3.3.

Porcentaje.	Cantidad en gramos de limadura de hierro (Fe)
50 %	0.0125 gr
80 %	0.015 gr
100 %	0.0139 gr
120 %	0.01 gr
150 %	0.00625 gr

Tabla 3.3: Porcentaje de limadura de hierro.

3.3 Pruebas iniciales antes del tratamiento.

Antes de iniciar el tratamiento, deben efectuar diferentes pruebas para conocer los parámetros específicos, los cuales se ven afectados por el plasma, como lo son: pH y el espectro de absorción. Con estas pruebas se conoce el valor inicial de estos parámetros para que al término del tratamiento se conozcan los resultados que muestren la eficiencia del tratamiento y la degradación del colorante NA210.

Se prepara una solución patrón la cual es nuestra muestra problema (figura 3.4), esta contiene el colorante y agua destilada, después se vacía en el vaso de precipitado del reactor (figura 3.5) y se le agrega el catalizador (figura 3.6), (el catalizador no se le agrega antes, ya que el hierro es un metal pesado, y si se hace, al momento de vaciar en el vaso del reactor este se queda en el fondo del matraz y es difícil de remover, por lo tanto se tendría una pérdida.). Antes de empezar con el tratamiento se miden los valores de pH inicial y la conductividad eléctrica; estos dos se pueden obtener por medio de un potenciómetro. Posteriormente se calcula la absorbancia inicial, añadiendo a la celda 1 ml de solución de colorante, por 2.0 ml de agua destilada (figura 3.7).

Se coloca la celda dentro del espectrofotómetro (figura 3.8) y se procede a la medición de la cantidad de absorbancia inicial de la muestra, de esta forma se construyó el espectro de absorción y el porcentaje de degradación del colorante.



Figura 3.4: Muestra problema solamente con colorante y agua destilada, se afora a 250.0 ml.



Figura 3.5: Se coloca la solución problema en nuestro vaso del reactor.

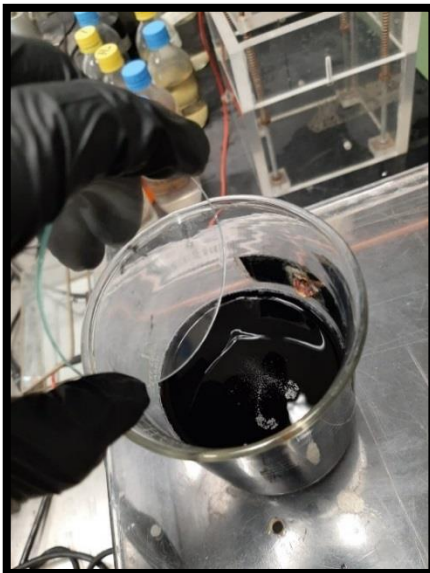


Figura 3.6: Se le agrega el catalizador cuando la muestra se encuentra en el vaso de precipitado

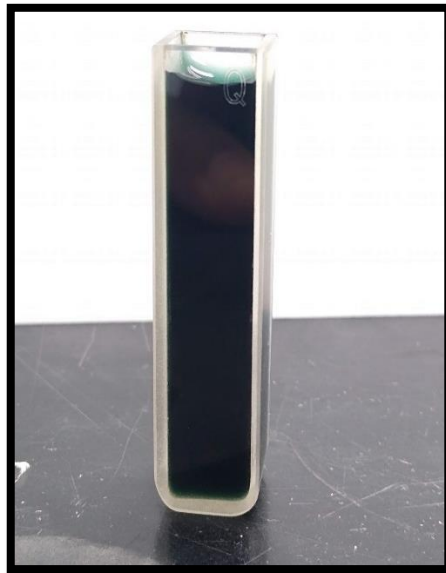


Figura 3.7: Muestra para determinar absorbancia.

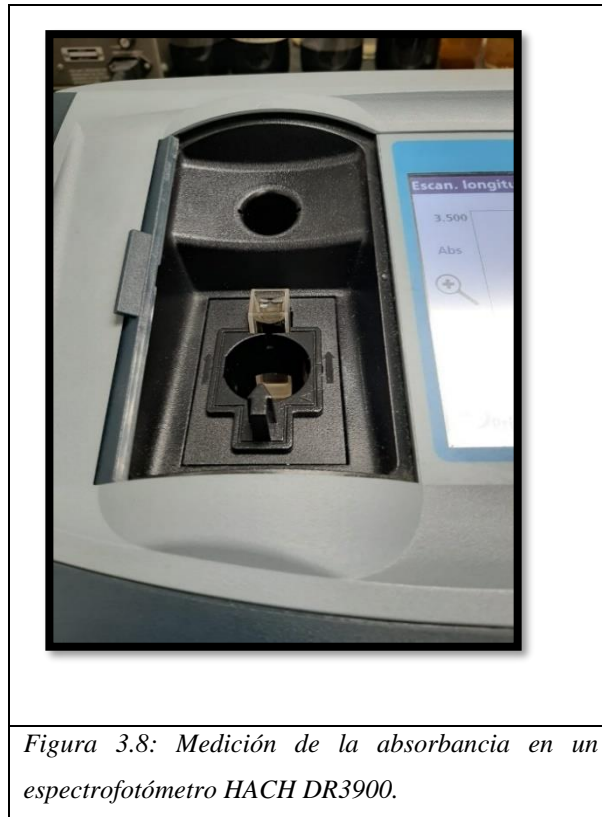


Figura 3.8: Medición de la absorbancia en un espectrofotómetro HACH DR3900.

3.4 Técnicas DQO y TOC.

A) Determinación de la demanda química de oxígeno DQO

La demanda química de oxígeno (DQO) determina la cantidad de oxígeno requerido para oxidar la materia orgánica en una muestra de agua residual, bajo condiciones específicas de agente oxidante, temperatura y tiempo.

En la determinación de la demanda química de oxígeno se utilizan viales de DQO de rango 0 - 150 mg/L, para obtener la cantidad de oxígeno requerido para oxidar la materia orgánica.

El procedimiento para realizar la prueba de DQO por el método HACH es la siguiente:

Se requiere tomar una muestra, como parámetro de referencia, (figura 3.9) el cual se prepara colocando 2.0 mL de agua destilada en el vial (figura 3.10) de DQO, se agita y se introduce al reactor.

De manera similar, se toman 1.9 mL de agua destilada y 0.1 mL de la solución con colorante tratada, se le adicionan a un vial, se agita y se coloca en el reactor. Los viales, se colocan en el digestor DRB 200 HACH (figura 3.11) y se deja por 120 minutos a una temperatura de 150 °C. Una vez transcurrido este tiempo, se espera 30 minutos aproximadamente para que la temperatura del reactor disminuya a 60 °C, y las muestras puedan ser medidas. La muestra se saca del digestor, y se obtiene el valor de la DQO en el espectrofotómetro UV-Vis DR6000 HACH. Este, detecta los cambios de color en el vial y proporciona el valor de DQO en mg/L.

Teóricamente la DQO se calcula usando la siguiente expresión (Guire, 2012).

$$DQO = \frac{(\# \text{ de } O_2)(\text{Peso Molecular del } O_2)}{PM \text{ contaminante}} \left[\frac{mg}{L} \right] \quad (12)$$



Figura 3.9: Muestras tratadas con Fe.



Figura 3.10: Se requiere tomar una muestra como parámetro de referencia



Figura 3.11: Los viales, se colocan en el digestor DRB 200 HACH y se deja por 120 minutos a una temperatura de 150 °C.

B) Determinación del Carbono Orgánico Total (COT)

Para determinar el COT mediante el método de HACH, se prepara una solución blanca adicionando al vial (rango medio 15-150 mg/L) 3.0 mL de agua destilada, 0.4 mL de solución bufer a un pH de 2.0, se le agrega un sobre de persulfato (figura 3.12) y una ampolleta de solución para determinar COT, esta se limpia con agua destilada.

Para las muestras tratadas (figura 3.13), se colocan 9.0 mL de agua destilada y 1.0 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer y se adicionan 0.4 mL de solución bufer (incluida en el kit para dicho análisis), y se deja agitar por 10 minutos (figura 3.14).

Se coloca un sobre de persulfato con un embudo al vial y se adiciona 3.0 mL de la solución preparada en el matraz Erlenmeyer. Además, se le agrega una ampolleta previamente limpia desprendiendo la parte superior de la misma, se cierra el vial y se lleva al digestor (figura 3.15) DRB 200 HACH, se mantiene en el reactor por 120 minutos a una temperatura de 105 °C, se deja enfriar la muestra 60 minutos aproximadamente, se extrae del digestor y se mide en un espectrofotómetro DR6000 HACH en el programa para determinar COT (rango medio) (Guire, 2012).

La fórmula teórica para determinar COT es la siguiente:

$$COT = \frac{\# \text{ de Carbonos (Peso Molecular Carbono)}}{\text{Peso Molecular del contaminante}} \times \left(\frac{mg}{L} \right) \quad (13)$$



Figura 3.12: Para las muestras tratadas, se colocan 9.0 mL de agua destilada y 1.0 mL de muestra en un matraz Erlenmeyer y se adicionan 0.4 mL de solución bufer.



Figura 3.13: Muestras tratadas con Fe.



Figura 1

Figura 3.14. Cada muestra se debe agitar 10 min. Antes de agregarle el persulfato.



Figura 3.15: se cierra el vial y se lleva al digestor DRB 200 HACH, se mantiene en el reactor por 120 minutos a una temperatura de 105 °C

CAPITULO 4: RESULTADOS

La curva de calibración es un método muy utilizado en química analítica para determinar la concentración de una sustancia (analito) en una muestra desconocida, es la representación gráfica que relaciona una señal instrumental en función de un analito y define un intervalo de trabajo.

En la etapa de calibración analítica se realiza mediante un modelo, que consiste en encontrar la recta de calibrado (expresión matemática) que mejor ajuste a una serie de “n” puntos experimentales, donde cada punto se encuentra definido por una variable “x” (variable independiente, generalmente concentración del analito de interés) y una variable “y” (variable dependiente, generalmente respuesta instrumental). La recta de calibrado se encuentra definida por una ordenada al origen (b) y una pendiente (m), mediante la ecuación $y = mx + b$. Conjuntamente, los datos experimentales permiten calcular y justificar la linealidad mediante el coeficiente de determinación (R^2), este último debe ser mayor a 0.995 ($R^2 > 0.995$) (AGQ Labs Chile S.A, 2017).

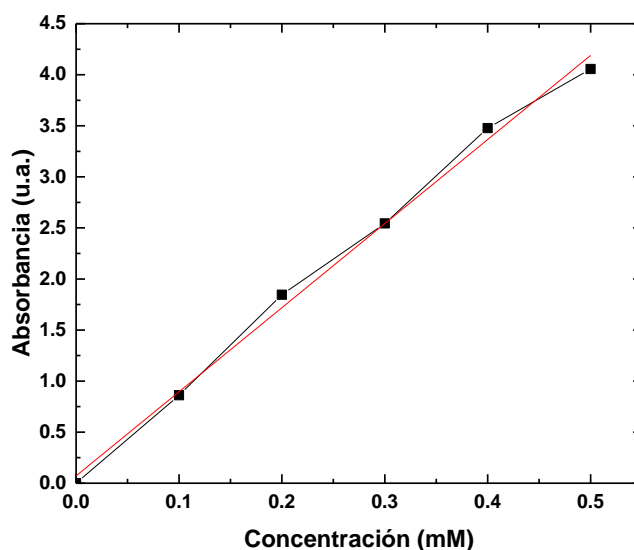


Figura 4.1: Curva de calibración del colorante NA210

En la figura 4.1 se muestra la curva de calibración del colorante NA210; además de la ecuación de ajuste, donde la absorbancia es x, y la concentración en mM.

Para determinar la cantidad ideal del catalizador que se debe de usar, es necesario hacer un tratamiento a diferentes porcentajes del catalizador, para que los resultados sean favorables a nuestra degradación. Al término de cada tratamiento se observó que la mejor degradación se lleva a cabo con un tiempo de 180 minutos y un porcentaje de 80 % de catalizador como se muestra en la figura 4.2, dando como resultado una decoloración de 99.86 %, dejando el agua completamente transparente, sin color y sin ningún residuo o precipitado de hierro. Cuando el porcentaje de catalizador aumenta o disminuye del porcentaje mencionado, se forma al término de cada tratamiento un precipitado, por lo tanto, la muestra debía ser pasada por un filtro para quitar el exceso de este.

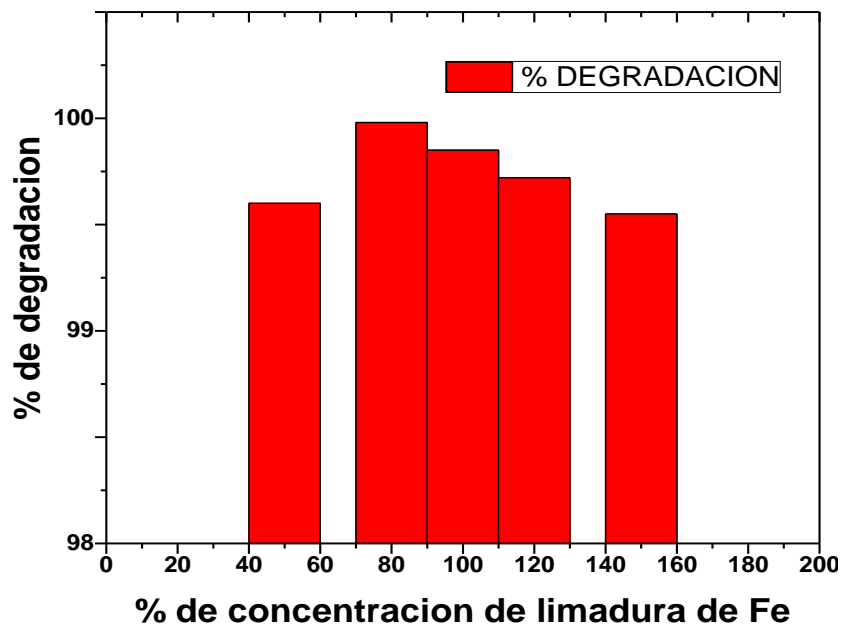


Figura 4.2: Porcentaje de degradación y concentración de limadura de hierro.

En la figura 4.3 se presenta el espectro de Absorción del Negro Acido 210 durante el tratamiento (cada 15 min) en el intervalo visible (320-800 nm), identificando 3 picos característicos, a 323, 465 y 607 nm, debido al triple enlace tipo azo (-N=N-) del contaminante; en este estudio se monitoreo el pico a 607 nm.

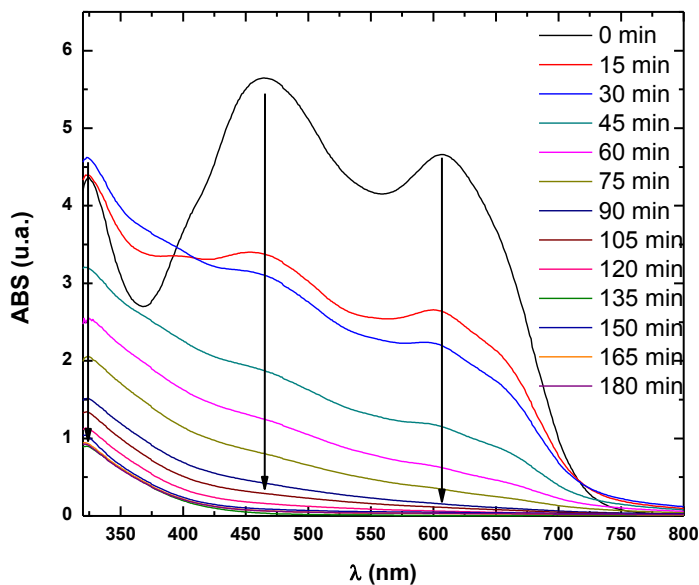


Figura 4.3: Espectro de absorción

De acuerdo con la figura anterior se observa que las bandas características disminuyen en función del tiempo de tratamiento con plasma y limadura de hierro, hasta quedar totalmente degradado.

Otros parámetros que se monitorean en la degradación del colorante NA210 son: pH y conductividad eléctrica, en la figura 4.4 se observa el comportamiento del pH es decir en un principio la muestra tiene un pH de 6.0, considerado un rango normal de pH en agua destilada, y mientras transcurre el tiempo de tratamiento este disminuye considerablemente terminando con un pH ácido de 3.0. (MAPSA, 2007).

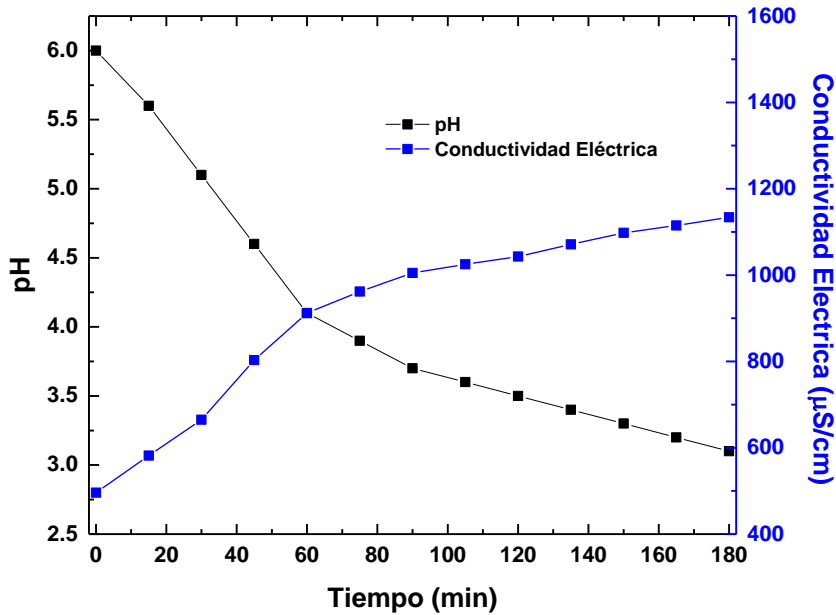


Figura 4.4: Resultados de medición de pH y Conductividad eléctrica.

En esta misma figura también se puede observar la conductividad eléctrica que a lo contrario del pH, esta tiene un comportamiento diferente, es decir en cada tratamiento se inicia con una conductividad eléctrica de 600 $\mu\text{S/cm}$, lo cual nos indica que es un agua blanda y conforme avanza el tiempo el tratamiento termina con una conductividad eléctrica entre 1400 $\mu\text{S/cm}$, estos datos fueron medidos con un multímetro HACH modelo HQ40d. El agua al final del tratamiento es ligeramente dura. Si bien es cierto, la dureza es uno de los componentes en el agua que genera la conductividad eléctrica. Según la organización mundial de la salud (OMS) indica que las aguas duras pueden generar incrustaciones en los sistemas de distribución y que, por el contrario, las aguas blandas pueden corroerlos. (Solís, 2017)

Es posible observar en la figura 4.5 que el tratamiento de degradación del NA210 con plasma tiene una efectividad del 99.86 %, y con estos resultados se puede decir que es efectivo utilizar la limadura de hierro, como acelerador de reacción, y al término del tratamiento se puede remover mediante una filtración.

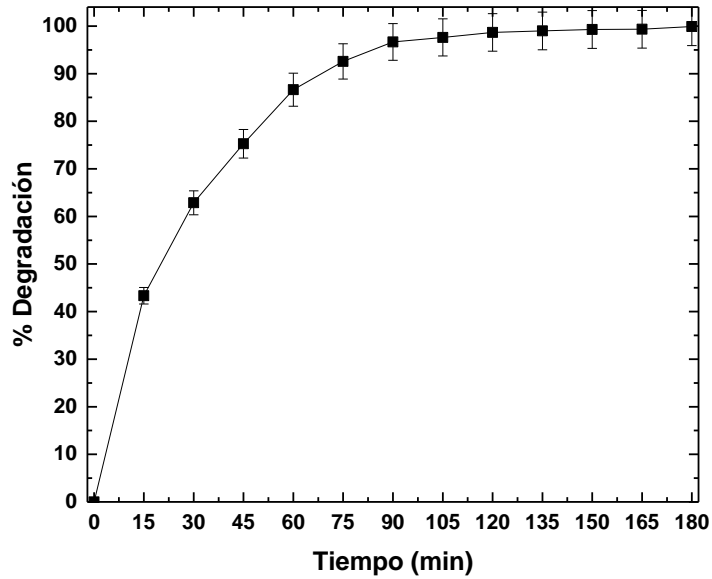


Figura 4.5: Degradación del colorante NA210 utilizando como catalizador limadura de hierro

La Demanda Química de Oxígeno (DQO) y Carbono Orgánico Total también fueron un factor importante en esta investigación por lo cual fueron medidos con un espectrofotómetro HACH DR3900 y se obtuvieron resultados favorables. En la figura 4.6 se presenta el comportamiento de ambos, la curva es decreciente respecto al tiempo de tratamiento lo que indica que el compuesto orgánico se elimina por efecto de la interacción con el plasma y no por calor, esto se deduce debido a que la muestra también fue tratada a los mismos tiempos, pero sin plasma solamente con calor y lo que sucedió es que la muestra se concentró más y no hubo ninguna degradación.

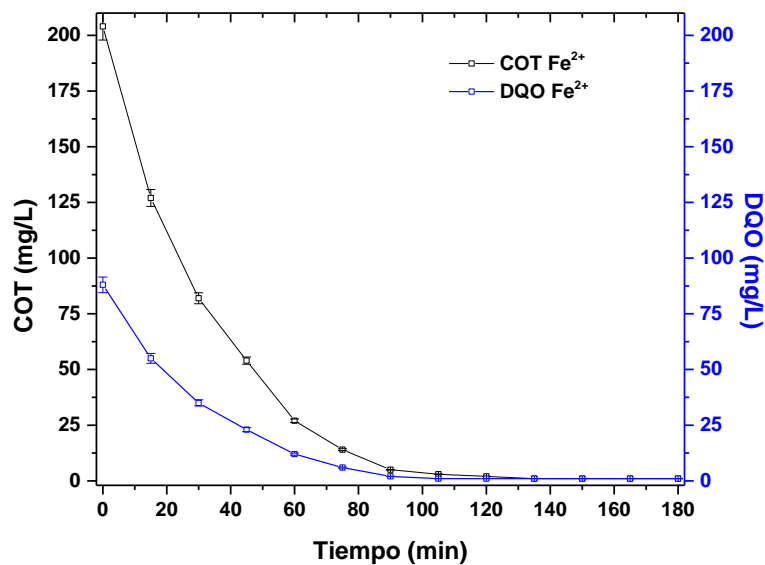


Figura 4.6: Comparación de DQO y COT respecto al tiempo de degradación.

El plasma genera un aumento en la concentración de H^+ , en la solución, debido al proceso de disociación de moléculas de agua, teniendo como consecuencia una disminución del pH e incremento en la conductividad eléctrica (figura 4.4). El porcentaje de degradación a 180 min tiene un valor de 99.9%. Los valores iniciales de DQO y COT son 88 y 204 mg/L, según la escala de clasificación de calidad del agua de la comisión nacional del agua (CONAGUA) esta se encuentra en color naranja lo que nos indica que el agua está contaminada pero estos valores disminuyen respectivamente, a una mayor velocidad usando Fe en el tratamiento, el colorante es mineralizado y los valores de DQO (1.0 mg/L) y COT (1.0 mg/L) disminuyen significativamente (figura 4.6), terminando en un color amarillo que según la clasificación de la (CONAGUA) es aceptable, esto permite inferir que la presencia del

plasma en el tratamiento descompone la materia orgánica, convirtiéndola en CO₂ y H₂O. En la tabla 4.1 se muestran las especies identificadas en el espectro de emisión óptico de la descarga corona, utilizada para el tratamiento

El espectro óptico de emisión se normalizó con respecto al nitrógeno, ya que es el gas más abundante en la atmosfera. En la figura 4.7 se muestra el espectro de emisión obtenido de la luminiscencia de la descarga corona, se identifican bandas de OH y N₂, características de un plasma a presión atmosférica sobre agua. El espectro óptico de emisión de la descarga se obtuvo usando un Espectrómetro StellarNet Modelo EPP2000.

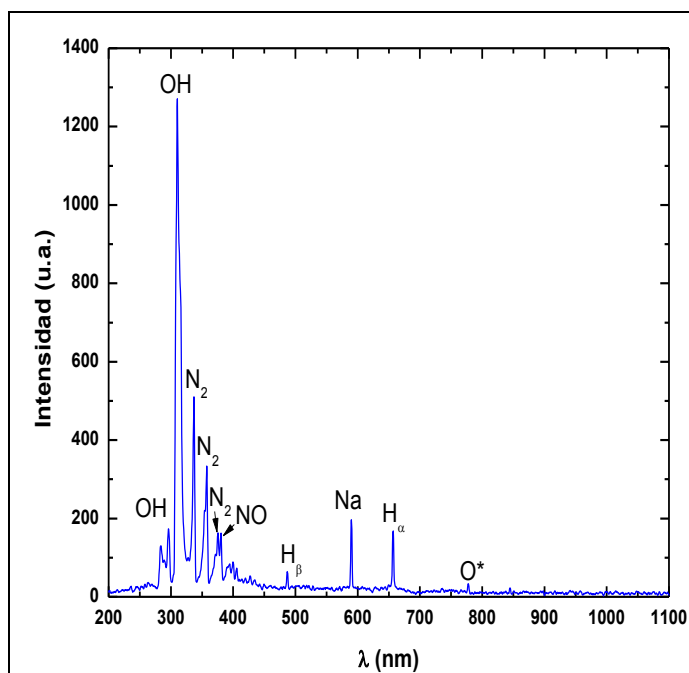


Figura 4.7: Espectro Óptico de Emisión del Plasma observado en el proceso de interacción.

Tabla 1

Especie	λ (nm)
H _α	656.5
H _β	487.0
OH	284.0 309.5
N ₂	337.0 357.5 375.5
Na	590.0
NO	380.5
O*	778

Tabla 4.1: Principales especies identificadas en el espectro óptico de emisión.

Las bandas de emisión de OH son mayores que las de nitrógeno, esto es posible debido a la gran cantidad de oxígeno presente en la solución. Durante el tratamiento la emisión más intensa era la correspondiente al OH, encontrando el pico más alto a 309.5 nm como lo muestra la figura 4.7, lo que aumenta su intensidad durante el tiempo de tratamiento, ya que el plasma hace que las moléculas del agua se disocien debido la ionización, y eso a su vez favorezca al proceso de eliminación (Vergara J., 2019).

Las muestras tratadas tienen un volumen inicial de 250 mL con colorante NA210 a una concentración de 0.5 mM. El análisis se llevó a cabo cada 15 minutos, durante 3 horas, en la figura 4.8 se puede observar el inicio de nuestra muestra problema del tratamiento usando como catalizador limadura de Fe. En la figura 4.9 se observa la solución con 60 minutos de tratamiento y se puede apreciar una ligera decoloración. Después de 2 horas se comienza a observar una mayor decoloración del NA210 por medio del plasma (figura 4.10). Después de 3 horas nuestro colorante está en 99.86 % degradado (figura 4.11). Lo que nos indica que nuestro tratamiento es efectivo.

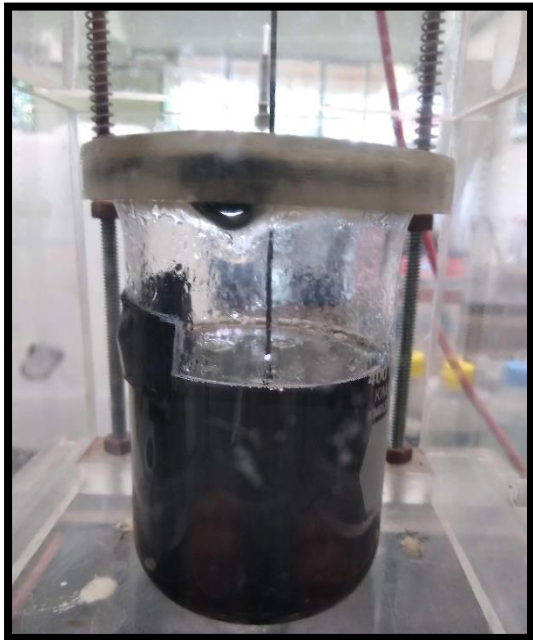


Figura 4.8: Inicio de tratamiento con plasma.

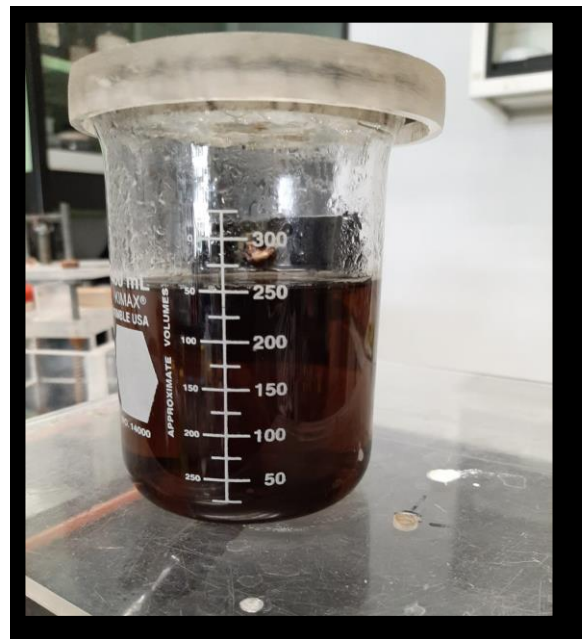


Figura 4.9: Solución problema después de 60 min. de tratamiento.

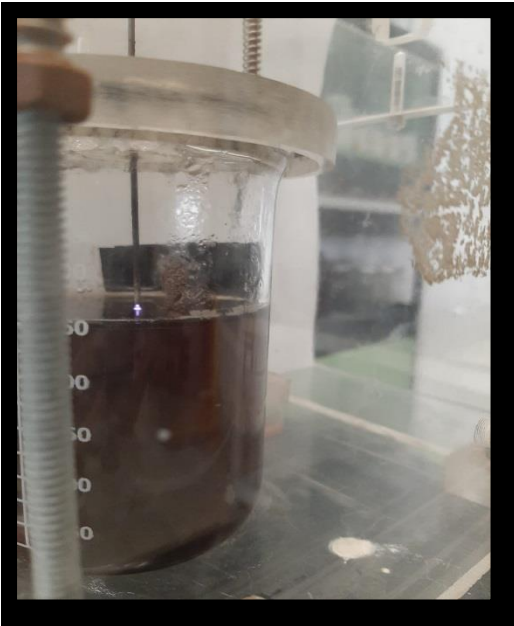


Figura 4.10: Solución problema después de 120 min. de tratamiento.

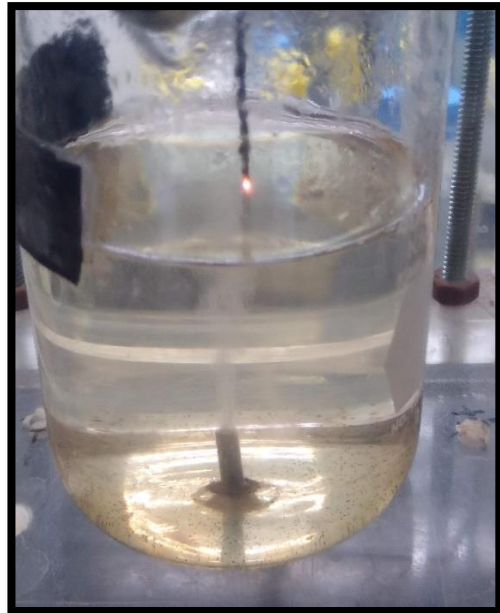


Figura 4.11: Solución muestra despues de 180 min. de tratamiento.

CAPITULO 5: CONCLUSIONES

5.1 Conclusiones

A lo largo de este trabajo experimental se llevó a cabo la degradación y la decoloración del colorante Negro Acido 210, por medio del plasma a presión atmosférica se partió desde los cálculos estequiométricos para determinar las cantidades de colorante y reactivos necesarios para preparar la solución, además de la determinación de los parámetros necesarios para poder producir el plasma y realizar las pruebas.

Las mediciones mediante espectroscopia UV/Vis indican que, el colorante se degrada satisfactoriamente en función del tiempo de tratamiento, siendo eficiente el uso de Hierro como catalizador. Los análisis de DQO muestran una disminución en el nivel de contaminante. El comportamiento de COT indica la mineralización del colorante y sus subproductos, dando como resultado valores significativos de eliminación del colorante, ya que al término de cada tratamiento se observó el agua parcialmente cristalina. Mientras que el análisis de *pH* y conductividad eléctrica mostraron resultados que sugieren un pre tratamiento del agua tratada, antes de poder ser utilizada para cualquier fin.

Con estos resultados se infiere que el tratamiento por plasma frío a presión atmosférica ha reducido la cantidad de colorante en función del tiempo de tratamiento de un 99.86 % en 180 min., este tiempo se puede reducir a 120 min, ya que el tratamiento alcanza una tasa de degradación del 96.82 % a este tiempo. Los resultados obtenidos permiten conocer un nuevo panorama para el tratamiento de aguas residuales y dejan la puerta abierta a nuevas investigaciones, que a la larga podrían convertirse en una solución para eliminar los contaminantes del agua.

Esta investigación fue publicada como artículo en la revista internacional *Desalination and Water Treatment* que está incluida en web of Science, SCI-E y current contents, Scopus. En la cual los autores me hacen un reconocimiento por mi asistencia técnica en laboratorio; también este artículo fue exposición en el congreso de la Academia Mexicana de Investigación y docencia en Ingeniería Química (AMIDIQ) en el año 2017.

Bibliografía

- AGQ Labs Chile S.A. (2017). *Análisis químico, medir es comparar*. Chile: área salud y seguridad.
- Altunar, P. (2014). *El tratamiento físico - químico como metodología para control de contaminantes en aguas residuales en la industria textil*. Torreón, Coahuila.
- Arena, I. &. (2004). *Espectrofotometría de absorción*. Cuernavaca, Morelos.
- Brañez, M. G. (2013). Contaminación de los ambientes acuáticos generados por la industria textil. pp. 130 - 142.
- Brigden, K. C. (2012). Hilos tóxicos al desnudo "Exponiendo el papel de la industria textil en la contaminación de los ríos de México". *Greenpeace*, pp. 5 -25.
- CARLPL. (2002). Prevención de la contaminación en la industria textil en los países del mediterráneo. *CARL/PL*, pp. 11 -22.
- Chen, F. F. (1974). *Introduction to plasma physics and controlled fusion*. New York: Plenum Press.
- Colindres, P. (2010). Sistemas de clasificación de los colorantes textiles. En C. B. Pablo, *tratamiento de residuales líquidos textiles mediante oxidación con ozono*. (págs. pp. 9 - 22). México, D.F.
- Comisión Nacional del Agua. (2011). Agua en el mundo. *Estadísticas del agua en México*, pp. 113 - 119.
- CONAGUA. (s.f.). *Indicadores de calidad del agua*. México.
- Cortinas, C. &. (1993). Residuos peligrosos en el mundo y en México. En C. d. Cristina, *Residuos peligrosos en el mundo y en México*. (págs. pp 20 -86). México, D.F.
- Doménech, X. W. (2002). Procesos avanzados de oxidación para eliminación de contaminantes. p. 8.
- Encinas, M. (2011). Contaminación del agua. En E. M. Dolores, *Medio ambiente y contaminación principios básicos* (págs. pp. 43 - 47). España.
- García Tsai, M. M. (s.f.).
- García, T. M. (2009). Plasma: una tecnología de gran potencial para la industria y la ciencia. *INGENIUS*, pp 67 - 69.
- Gil, M. S. (2012). Contaminantes emergentes en aguas, efectos y posibles tratamientos. *Producción + Limpia*, pp. 53- 61.
- GilPavas, E. (Septiembre 2011). Procesos avanzados de oxidación para tratamientos de residuos líquidos peligrosos procedentes de los laboratorios de ingeniería de procesos. *Procesos Ambientales y biotecnológicos (GIPAB)*, pp. 17 - 21.
- Guire, G. (2012). *Medición de DQO y nutrientes en tratamiento de ríos*. Argentina: HANNA, instruments.

- Lucas, M. &. (2006). Decolorization of the azo dye Reactive Black 5 by Fenton y photo- Fenton oxidation. *Dyes y pigments*, pp. 236 - 244.
- Manu. B., &. C. (2006). Decolorization of indigo and azo dyes in semi continuous reactors with long hydraulic retention time. *Process Biochem. vol. 136*, pp 95-102.
- MAPSA, R. (2007). *determinación de pH*. México.
- Marcano, D. (2018). Constitución química de los colorantes. En D. Marcano, *Introducción a la química de los colorantes* (págs. pp. 26 - 33). Venezuela.
- Moldovan, S. (2016). Colorantes Naturales. En M. Simona, *Investigación del proceso de tintura sobre tejidos de algodón con colorantes naturales extraídos de micro y micro algas*. (págs. pp. 5 - 24). Valencia.
- Nieves, A. B. (2017). Espectrofometría: espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas. *Departamento de Bioquímica y biología molecular*, pp 2 - 7.
- Pacheco, J. (2009). El plasma ee universo de todos tan desconocido. *Contacto nuclear*, pp. 3 - 5.
- Paredes, B. (2002). Colorantes. En P. M. Irene, *Análisis y obtención de colorante natural a partir de la baccharis latifolia (chilca)* (págs. pp. 4 - 13). Ibarra - Ecuador.
- Paula Eliana Arbeláez Castaño, J. D. (2017). tratamiento de aguas residuales en la industria textil mediante coagulación química. *Rev. Int. Contam. Ambien*, 11.
- Perugachi, C. (2017). Procedimiento de tintura. En P. V. Javier, *optimización del proceso de tintura de algodón 100 % con los colorantes tina bezathren a nivel laboratorio en la empresa teditil "quimicolours S.A."* (págs. pp. 17 - 22). Ibarra- Ecuador.
- Pignatello, J. O. (2006). "Advanced Oxidation Processes For Organic Contaminant Destruction Based on the Fenton Reaction y Related Chemistry. *Critical Reviews in Environmental Science y technology*, pp. 1-84.
- Ramírez, I. M. (2008). Significado de la demanda química de oxígeno. En R. B. Irene, *Demanda química de Oxígeno de muestras acuosas*. (págs. pp. 11-14). México, D.F: UNAM, Facultad de Química, PIQA y QA.
- Safarzadeh-Amri, B. J. (1996). The use og Iron in Advnced Oxidation Processes. *J. Adv. Oxid. Technol.*, 1, pp. 18 - 25.
- Sánchez, R. (2013). La química del color en los alimentos. *QuímicaViva*, pp. 238 - 245.
- Santos, E. S. (2006). Características de los catalizadores. En E. S. Soledad, *Bases Químico - Físicas de la catálisis* (págs. pp. 18 - 20).
- Scherezeda, M. (2007). Decoloración biológica del colorante azul directo 2 en un filtro anaerobio/aerobio. En M. Scherezeda, *Decoloración biológica del colorante azul directo 2 en un filtro anaerobio/aerobio* (págs. pp 9- 12). Ciudad de México: Instituto de ingeniería UNAM.
- Serrano, J. (s.f.). El espectro electromagnético. Absorción visible ultravioleta. *UNAM*, pp1-9.

- Solís, Y. Z. (2017). La conductividad como parámetro predictivo de la dureza del agua en pozos. *Tecnología en marcha*, pp 37 - 39.
- Torre, F. (2002). *Apuntes de espectrofotometría*. Girona.
- Torres, A. (2017). Análisis de contaminates en aguas residuales industriales mediante espectrofotometría de absorción molecular atómica. pp. 3- 5.
- Torres, F. (2014). Procesos convencionales y avanzados de oxidación en el tratamiento de aguas. En T. A. Francisco, *Tratamiento de aguas residuales mediante la combinación de técnicas avanzadas de oxidación y biofiltros*. (págs. pp. 41 - 59). España.
- UNESCO. (2017). Las aguas residuales. El recurso desaprovechado. *Un Water*, pp. 2-12.
- Unidad de Análisis Químico. (2005). *Analizador de carbono orgánico total*. Madrid, España: UAQ 05.
- Vázquez, F. &. (2008). Plasmas. *Instituto de astrofísica de andalucía IAA-CSIC*, pp. 70 - 73.
- Vázquez, F. (junio, 2008). Plasmas fríos. *investigaciòn y ciencia*, pp. 1-10.
- Vergara J., T. C. (2019). Elimination of AB210 dye in residual textile water by glow - discharge plasma application. *Desalination and water treatment*, pp 364 - 365.
- Vergara, J. T. (2018). Degradatiop of azo dye acid black 210 by advanced oxidation processes. *Revista Latinoamericana el ambiente y las ciencias*, pp 1260 - 1268.
- Zaruma, P. P. (2018). Los colorantes textiles industriales y tratamientos òptimos de sus efluentes de agua residual. *Revista de la facultad de ciencias Químicas.*, pp. 38 - 42.
- Zaruma, P. P. (2018). Textilr industrial dyes and optimal wastewater effluents treatments. *Revista de la facultad de Ciencias Químicas*, pp. 38 - 42.