

EVALUACIÓN DE VARIABLES QUE AFECTAN EL PROCESO DE
DEGRADACION OXIDATIVA DE INDIGO UTILIZANDO UN FILTRO TIPO
CARTUCHO CON NANOCOMPOSITOS DE MnO_2 Y FIBRAS DE FIQUE

JHONIS JAVIER PÉREZ BRAVO

SANDRA YURANI TOLEDO CAMACHO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA,

2011

EVALUACIÓN DE VARIABLES QUE AFECTAN EL PROCESO DE
DEGRADACION OXIDATIVA DE INDIGO UTILIZANDO UN FILTRO TIPO
CARTUCHO CON NANOCOMPOSITOS DE MnO_2 Y FIBRAS DE FIQUE

JHONIS JAVIER PÉREZ BRAVO

SANDRA YURANI TOLEDO CAMACHO

Trabajo de grado para optar el título de

INGENIERO QUIMICO

Directora:

MARIANNY Y. COMBARIZA

QUIMICA PhD

Codirectora:

Ing. PAALO MORENO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS

ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA

BUCARAMANGA

2011

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a Dios por brindarnos la oportunidad de concluir esta etapa de nuestras vidas y por tener en sus planes, que nosotros, trabajáramos como compañeros. De corazón, damos gracias a Él, por educarnos en la paciencia, la tolerancia y la perseverancia que nos permitieron soportar, los momentos difíciles en el desarrollo de este proyecto.

Día a día, nuestros amigos y familia vieron el progreso de un trabajo que culminó en satisfacción, por eso, agradecemos a ellos por su apoyo incondicional, en especial a nuestros padres Francys Isabel Camacho Becerra, Diógenes Lobo Celis, Martha Lucía Bravo Rondón y Jhonis Javier Pérez Sánchez ya que sin ellos, éste no hubiese sido posible.

De igual forma agradecemos a nuestros compañeros del grupo de investigación CEIAM, a la química Martha Liliana Chacón Patiño y la Ingeniería Química Paolo Andrea Moreno Yáñez, quienes nos brindaron su amistad y conocimientos, para que este proceso fuera posible. Agradecemos a la doctora Marianny Yajaira Combariza por aprobar nuestra participación en el grupo de investigación y por ofrecernos una magnífica experiencia al trabajar a su lado.

TABLA DE CONTENIDO

1.	INTRODUCCIÓN	14
2.	MARCO TEÓRICO	15
2.1	COLORANTES	15
2.2	CONTAMINACIÓN CON COLORANTES	15
2.3	TRATAMIENTO DE AGUAS CONTAMINADAS CON COLORANTES	16
2.4	NANOPARTÍCULAS EN EL TRATAMIENTO DE AGUAS CON COLORANTES	16
2.5	BIONANOCOMPOSITOS	17
2.6	FILTROS DE CARTUCHO	18
2.6.1	FUNCIONAMIENTO	18
2.7	VARIABLES QUE AFECTAN EL PROCESO DE FILTRACIÓN	19
3.	METODOLOGÍA	21
3.1	REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	21
3.2	SÍNTESIS DEL BIONANOCOMPOSITO	21
3.3	MONTAJE DEL SISTEMA Y PUESTA EN MARCHA	22
3.3.1	FILTRO	22
3.3.2	MONTAJE DEL SISTEMA	22
3.4	SELECCIÓN DE VARIABLES Y SU RANGO	22
3.5	DISEÑO DE EXPERIMENTOS	23
3.5.1	CARACTERIZACIÓN	23
3.5.2	DETERMINACIÓN DE CONDICIONES FAVORABLES	24
4.	RESULTADOS	25
4.1	MONTAJE DEL SISTEMA Y PUESTA EN MARCHA	25
4.1.1	ADECUACIÓN DEL FILTRO	25
4.1.2	MONTAJE DEL SISTEMA	25
4.2	SELECCIÓN DE LAS VARIABLES Y SU RANGO	27
4.2.1	CANTIDAD DE FIBRA:	27
4.2.2	CAUDAL	28
4.2.3	TIEMPO DE OPERACIÓN:	30
4.2.4	BLANCOS	31
4.3	DISEÑO DE EXPERIMENTOS	32
5.	CONCLUSIONES	36
6.	RECOMENDACIONES	37
7.	BIBLIOGRAFÍA	38

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Fibras de fique sintetizadas con nanopartículas de MnO ₂	17
Figura 2. Metodología	21
Figura 3. Filtro modificado	25
Figura 4. Diagrama del sistema	26
Figura 5. Decoloración a los 20 minutos de operación	30
Figura 6. Cartucho con fibras sin sintetizar	32

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Diseño de experimentos	23
Tabla 2. Condiciones en el montaje	27
Tabla 3. Condiciones en el laboratorio	29
Tabla 4. Ensayo para pruebas de caudal	29
Tabla 5. Diseño de experimento con condiciones reales	33
Tabla 6. Optimización	35

LISTA DE GRÁFICAS

Gráfica 1. Comportamiento del % Decoloración con la cantidad de fibra	28
Gráfica 2. Comportamiento del % Decoloración con el caudal	29
Gráfica 3. Blancos	31
Gráfica 4. Diagrama de Pareto estandarizado	33
Gráfica 5. Residuos contra predichos	34

RESUMEN

TÍTULO: EVALUACIÓN DE VARIABLES QUE AFECTAN EL PROCESO DE DEGRADACION OXIDATIVA DE INDIGO UTILIZANDO UN FILTRO TIPO CARTUCHO CON NANOCOMPOSITOS DE MnO_2 Y FIBRAS DE FIQUE.*

AUTOR: JHONIS JAVIER PEREZ BRAVO, SANDRA YURANI TOLEDO CAMACHO.**

PALABRAS CLAVES: FIBRAS DE FIQUE, ÓXIDOS DE MANGENESO, BIONANOCOMPOSITOS, DEGRADACIÓN OXIDATIVA, ADSORCIÓN.

Este trabajo reporta el uso de materiales nanocompuestos, basados en fibras de fique modificadas con nanopartículas de manganeso y su utilización en tecnologías de filtración para la decoloración de una solución acuosa de índigo comercial.

Para su desarrollo, las fibras fueron modificadas, empezando con la limpieza de estas en agua destilada y ultrasonido, posteriormente se sintetizaron con las nanopartículas de manganeso. Después de secadas y pesadas, se empacaron sobre el cartucho, que previamente fue modificado y se acopló al montaje de filtración, diseñado a escala laboratorio, en el cual, las variables de estudio: cantidad de fibra, caudal y tiempo de operación fueron evaluadas y se analizó su efecto sobre el porcentaje de decoloración de una solución 30 ppm de colorante. Finalmente se hizo un diseño de experimentos para observar la significancia de cada una de estas variables sobre la decoloración, además de conocer si existían otras variables significativas que no hubieran sido incluidas en este estudio.

En los resultados se obtuvo una relación directamente proporcional de las variables de estudio con el porcentaje de decoloración, además se encontró que la variable más influyente fue el tiempo de operación y la menos influyente la cantidad de fibra debido al tiempo de contacto con los sitios activos y a la perdida de los mismos cuando no se trabaja con la relación de fibra y volumen de la solución de colorante (2 g fibra/ 50 ml solución) dada por el grupo de investigación respectivamente.

Además, se hacen algunas recomendaciones que sirven como punto de partida para futuros proyectos en los que se puedan incluir, un análisis de rentabilidad y estudios sobre el escalamiento de estas tecnologías de remediación a nivel industrial.

*Proyecto de grado.

**Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director Dra. Marianny Yajaira Combariza. Codirector Ing. Paalo Andrea Moreno Yáñez.

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF VARIABLES AFFECTING THE OXIDATIVE DEGRADATION PROCESS OF INDIGO USING A CARTRIDGE FILTER WITH NANOPARTICLES OF MnO₂ AND FIQUE FIBERS.

AUTHOR: JHONIS JAVIER PEREZ BRAVO, SANDRA YURANI TOLEDO CAMACHO.**

KEY WORDS: FIQUE FIBERS, MANGANESE OXIDES, BIONANOCOMPOSITES, OXIDATIVE DEGRADATION, SORPTION.

This work report the use of nanocompound materials, based on Fique fiber modified with nanoparticles of manganese and its use in filtration technology to decolorizing a solution aqueous of commercial indigo.

For its development, the fibers were modified, starting with cleaning in distilled water and ultrasound, then were synthesized with the nanoparticles of manganese. After dried and weighed, the fiber were packed on the cartridge, which was previously modified and this coupled to the assembly filtration design laboratory scale, in which, the study variables: fiber, flow rate and operation time were evaluated and analyzed its effect on percentage of discoloration of a dye solution 30 ppm. Finally, make a design experiment to observe the significance of each variable on the discoloration, besides to knowing whether there were other significant variables that weren't included in this study.

The results obtained, showed a relation directly proportional between the study variables with the percentage of discoloration, also, found that variable the most important was the time of operation and the less important was the fiber due the time of contact with the active sites and the loss of the same when not working with the relation between fiber and volume of dye solution (2 g fiber /50ml solution) given by the research group, respectively.

Besides, given some recommendations that serve as a starting point for future project, which may include a cost benefit analysis and study on the scaling of these technologies of remediation an industrial level.

*Degree Project.

**Universidad Industrial de Santander, Physic-chemical Engineering Faculty, Chemistry Engineering School, Director PhD. Marianny Yajaira Combariza Montañés. Co-director Engineer Paolo Andrea Moreno Yáñez.

1. INTRODUCCIÓN

La contaminación con colorantes es un problema común en una gran variedad de industrias, entre ellas sobresale la textil debido al amplio uso de estas sustancias para el proceso de teñido de sus productos. La presencia de colorantes se percibe fácilmente en grandes volúmenes de agua, aún en bajas concentraciones.

En busca de soluciones a esta problemática, se han planteado numerosos métodos de remediación de aguas contaminadas a escala de laboratorio. Sin embargo, algunos han resultado ineficientes, debido a múltiples razones como la generación de productos más contaminantes, o sus altos costos de operación. Estos inconvenientes hacen que el interés sobre algunas de estas tecnologías se reduzca.

En los últimos años se ha comprobado que los materiales nanoestructurados tienen una amplia gama de aplicaciones dentro de las cuales sobresale su elevada capacidad de degradación de moléculas orgánicas. Estas propiedades hacen posible que los nanomateriales sean usados amplia y efectivamente en la solución de problemas ambientales.

Por esta razón, en el presente trabajo se reporta el uso de materiales nanocompuestos, basado en fibras de fique modificadas con nanopartículas de manganeso y se evalúan variables que afectan la decoloración de una solución acuosa de colorante índigo comercial. Para ello, se realizó un montaje de filtración a escala laboratorio empleando un filtro tipo cartucho modificado en el que se usan los nanocompositos de fibras de fique modificadas.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 COLORANTES

Los colorantes son ampliamente usados en las industrias textil, alimenticia y farmacéutica entre otras. Estas sustancias se pueden clasificar de acuerdo con su origen como naturales o artificiales. Los colorantes naturales son inocuos para la salud y son en su mayoría de origen biológico o mineral; mientras que los artificiales se obtienen por medio de síntesis química [1].

Actualmente el uso de los colorantes artificiales ha aumentado significativamente, debido a su bajo costo, facilidad de producción, y su estabilidad química. Su baja biodegradabilidad, atribuida a la formación de enlaces covalentes con las fibras textiles, les hace apropiados para resistir degradaciones de agentes externos como el sol, lavado, agentes químicos y el paso del tiempo [2].

Actualmente en el mercado se pueden encontrar disponibles más de 100.000 tipos de colorantes artificiales que anualmente suman más de 7×10^5 toneladas de material para uso industrial [3].

2.2 CONTAMINACIÓN CON COLORANTES

Debido a sus propiedades, los colorantes son el contaminante más reconocido en el agua, donde inclusive se pueden detectar a simple vista en concentraciones tan bajas como 1 ppm [3].

Además de la contaminación física, los colorantes generan polución química ya que impiden la penetración de la luz en medios hídricos, retardando la actividad fotosintética e inhibiendo el crecimiento de la biota. La presencia de estas moléculas en aguas naturales genera problemas ambientales como eutrofización progresiva, disminución del oxígeno disuelto y bioacumulación de sustancias cancerígenas [4].

2.3 TRATAMIENTO DE AGUAS CONTAMINADAS CON COLORANTES

Los tratamientos por medio de lodos activados biológicamente, coagulación/floculación, y oxidación química, han resultado ineficientes para la eliminación de colorantes en aguas residuales debido a su baja biodegradabilidad [5].

El carbón activado es ampliamente usado como material adsorbente [6], pero su elevado costo de operación y regeneración ha limitado su aplicación a escala industrial [7].

Otras tecnologías usadas son: oxidación de ozono [8], procesos de oxidación con H_2O_2 activado por luz UV [9], degradación fotocatalítica [10], materiales de desecho de la agricultura y la industria [3], adsorbentes naturales como la turba magallánica [11], arcilla, zeolitas y materiales silíceos [3].

Métodos no convencionales para tratar aguas con colorantes han despertado un gran interés como el uso de materiales nanométricos de manganeso, gracias a sus características de adsorción molecular, propiedades catalíticas, electroquímicas y magnéticas [4].

2.4 NANOPARTÍCULAS EN EL TRATAMIENTO DE AGUAS CON COLORANTES

Óxidos e hidróxidos de Mn^{3+} y Mn^{4+} , pueden oxidar muchos compuestos inorgánicos como Co (II), Cr (III), As (III), Sb (III) and Se (IV) y también oxidan una gran variedad de compuestos xenobióticos orgánicos tales como catecol, quinina, aminas aromáticas, pesticidas y explosivos [12].

En estudios realizados sobre la actividad oxidativa y antibacterial del Mn_3O_4 , se determinó que los procesos de degradación oxidativa de materia orgánica por óxidos de Mn sucede a través de un mecanismo superficial, que involucra la formación de un complejo precursor, mediante la adsorción de compuestos orgánicos sobre la superficie de los óxidos de Mn, seguida por la transferencia

electrónica hacia la superficie de Mn(III, IV) y liberación de los productos de la oxidación orgánica y Mn(II) [12].

Estos mecanismos de degradación también conocidos como procesos de oxidación avanzada, se caracterizan por su alta reactividad y no selectividad [8], pues generan cambios profundos en la estructura química de los contaminantes y los eliminan en lugar de transferirlos de una fase a otra [2].

Las nanopartículas de óxidos de Mn se han utilizado en suspensión en la degradación oxidativa de soluciones de colorantes [4]. Adicionalmente, con el fin de brindarles mayor estabilidad y facilitar su uso y recuperación han sido soportadas sobre diversos sustratos como la sílice, metales u óxidos de metales, carbón, polímeros y fibras naturales. La matriz soporte depende de sus aplicaciones específicas (óptica, electrónica, catalítica, etc).

2.5 BIONANOCOMPOSITOS

Los bionanocompositos son materiales formados por una matriz sintética y refuerzos de fibras naturales con el objetivo de lograr que un material pueda degradarse fácilmente, además de proporcionarle mayor resistencia mecánica.

Actualmente la fibra de celulosa se usa para síntesis *in situ* de nano partículas metálicas debido a que presentan una estructura porosa la cual funciona como nanoreactores, atrayendo y estabilizando cationes o aniones metálicos [13].



Figura 1. Fibras de fique sintetizadas con nanopartículas de MnO₂

Las fibras de celulosa se pueden encontrar en diversos materiales de origen vegetal, tales como el fique y el algodón. Aunque en Colombia el fique se considera como la fibra tradicional, con impacto social y económico fuerte [14], su producción y uso ha disminuido como consecuencia del uso de fibras poliméricas sintéticas.

En la actualidad los grupos de investigación GIFTEX y CEIAM tienen una línea de investigación en la cual las fibras de fique se utilizan para producir nuevos materiales biocompuestos mediante su modificación superficial con diversos nanomateriales de metales nobles y de transición. Estos materiales se han utilizado en diversas aplicaciones, entre las que destacan la degradación de contaminantes orgánicos como colorantes. Adicionalmente se busca extender sus usos como materiales filtrantes en cartuchos.

2.6 FILTROS DE CARTUCHO

Actualmente los filtros más comunes, simples y numerosos, son los filtros tipo cartucho. Este tipo de filtro consta de un cartucho con la forma de cilindro hueco, hecho de un material filtrante, el cilindro está ubicado en el interior de una carcasa que se acopla perfectamente a ella para evitar escapes de agua que no ha sido filtrada [15].

Algunas configuraciones de los cartuchos son:

Cartucho de anillos: los anillos se unen en una pila con espacios estrechos entre ellos.

Cartucho hilado: los hilos, se enrollan sobre el centro con capas continuas.

Cartucho plegado: una hoja de papel o material de una membrana es plegado alrededor del núcleo.

2.6.1 FUNCIONAMIENTO

El líquido a filtrar entra a la carcasa y pasa a través del medio filtrante desde el exterior hacia el interior del cartucho y después es dirigido a la salida del filtro.

La filtración se da gracias a la remoción de sólidos de la suspensión al ser depositados en la superficie del cartucho o en los intersticios del medio filtrante, en caso de operar por filtración profunda

En el comercio, se pueden encontrar los siguientes cartuchos:

- ✓ Cartuchos Polydeth
- ✓ Cartucho de carbón en bloque o cartucho EP
- ✓ Cartucho de carbón granulado

2.7 VARIABLES QUE AFECTAN EL PROCESO DE FILTRACIÓN [16]

Entre las variables más relevantes que afectan el proceso de filtración, se encuentran:

- ✓ Área de la superficie filtrante.
- ✓ Viscosidad de la solución.
- ✓ Temperatura
- ✓ Velocidad de filtración.
- ✓ Resistencia del medio filtrante.
- ✓ Caída de presión en el medio.

Al filtrar sustancias de baja viscosidad y poca cantidad de sólidos disueltos, la presión no es un factor determinante en la filtración, debido a que los sólidos no generan un aumento significativo en la caída de presión a través del medio filtrante como consecuencia del estancamiento o formación de torta sobre el mismo.

La temperatura afecta inversamente la viscosidad de líquidos y es proporcional a la velocidad de filtrado, pero en procesos con fluidos de baja viscosidad y que no generan cambio significativos en la temperatura, no se toma en cuenta.

La velocidad de filtración está ligada con el medio filtrante, el cual ejerce una resistencia específica dependiendo del material que este sea. Por lo tanto, si se desea tener la misma velocidad de filtración y el caudal del fluido cambia, es necesario variar el área de filtración directamente con el caudal.

En este trabajo se realiza la degradación oxidativa del colorante índigo en solución acuosa utilizando un sistema de filtración con un filtro tipo cartucho empacado con bionanocompositos de fibras de fique y óxidos de manganeso como material filtrante.

3. METODOLOGÍA

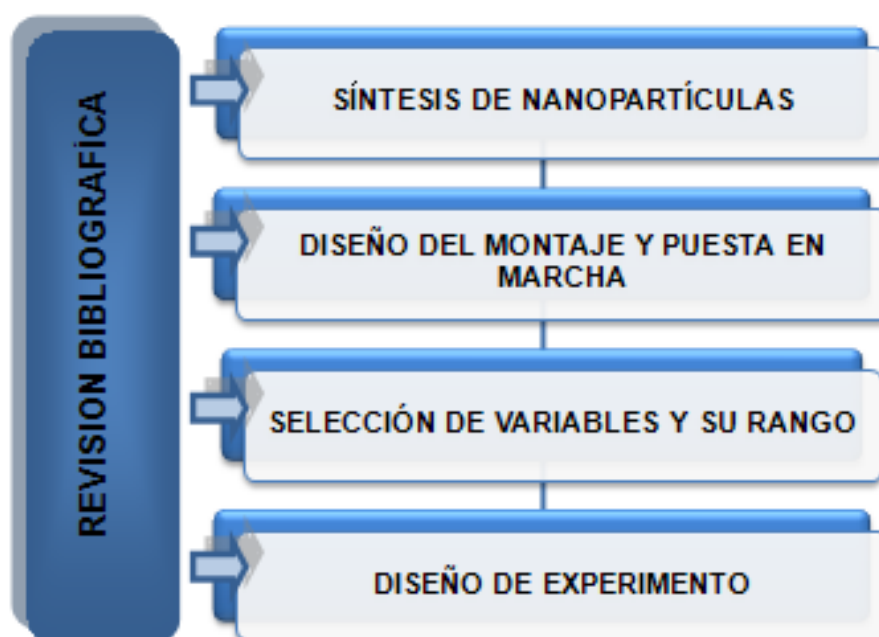


Figura 2. Metodología

3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Se realizó una revisión constante y completa en revistas, libros y documentos con referencia a diseño de experimentos, filtros de cartucho, así como a la eliminación del colorante índigo por medio de nanopartículas de manganeso.

3.2 SÍNTESIS DEL BIONANOCOMPOSITO

Se hizo un pre-tratamiento de cepillado y limpieza a la fibra con un cepillo metálico y se dejaron en un baño de agua destilada e irradiadas con ultrasonido por 90 minutos para luego secarse en una estufa a 60°C.

Posteriormente se sumergieron en una solución 10 mM de KMnO_4 [4], por 30 minutos y se añadieron 15 ml de etanol gota a gota durante 15 minutos y se dejaron en reposo por 2 horas. Finalmente se lavaron y secaron, logrando la

deposición del 2,7% de manganeso en la fibra. Se utilizó este método ya que permitía mayor capacidad de síntesis.

En estudios previos [4], se demostró la actividad degradativa de las nanopartículas de óxidos de manganeso sobre el colorante índigo carmín donde al analizar sus productos de degradación por espectrometría de masas con ionización por electrospray se evidencio un rompimiento de la molécula del colorante.

3.3 MONTAJE DEL SISTEMA Y PUESTA EN MARCHA

3.3.1 FILTRO

Se trabajó con un filtro tipo cartucho modificado para soportar las fibras de fique modificadas con nanopartículas de manganeso, de acuerdo con estudios previos [4].

3.3.2 MONTAJE DEL SISTEMA

Se planteó un sistema que permitiera controlar las variables de estudio, con el fin de observar el porcentaje de decoloración que se obtenía al trabajar el filtro en continuo, dentro un sistema con reciclo total.

3.4 SELECCIÓN DE VARIABLES Y SU RANGO

De acuerdo a la literatura consultada y a las pruebas realizadas por el grupo de investigación [4], las variables que afectan el proceso de decoloración son: cantidad de fibra sintetiza con nanopartículas de MnO_2 , caudal, turbulencia, tiempo de retención en el filtro y factor de reciclo.

Con el fin de seleccionar las tres variables que más afectan el proceso y sus rangos de operación, se realizaron experimentos preliminares y se seleccionaron las condiciones de operación en las que se obtuvo mayor decoloración.

3.5 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Se llevó a cabo un diseño de experimentos 2^3 donde cada ensayo se realizó por duplicado con su respectivo blanco, obteniendo un total de 24 experimentos.

En la tabla 1, los factores A, B y C son las variables a estudiar y, sus índices 1 y 2 son los niveles del diseño de experimentos que se seleccionaron en ensayos posteriores.

Tabla 1 Diseño de experimentos

			Factor A		
			A ₁	A ₂	
Factor C	C ₁	Factor B	B ₁	✓	✓
		B ₂	✓	✓	
	C ₂	B ₁	✓	✓	
		B ₂	✓	✓	

3.5.1 CARACTERIZACIÓN

Con el fin de medir el factor de respuesta del diseño experimental, se realizó una caracterización física y química de las soluciones.

3.1.1.1 pH: El equipo empleado fue un pH metro digital Hanna Instrument pH 211.

3.1.1.2 Espectrofotómetro: Se usó un espectrofotómetro Spectro quant ® Pharo 300 MERCK para medir la absorbancia de las soluciones.

Se realizó una curva de calibración específica para el equipo a 9 puntos desde una concentración de 3 ppm hasta 40 ppm de colorante índigo.

3.5.2 DETERMINACIÓN DE CONDICIONES FAVORABLES

Se analizaron los datos obtenidos en el diseño de experimentos y con el uso de STATGRAPHICS Centurion, se seleccionó la mejor combinación de variables entre las propuestas.

4. RESULTADOS

4.1 MONTAJE DEL SISTEMA Y PUESTA EN MARCHA

4.1.1 ADECUACIÓN DEL FILTRO

Para las pruebas de filtración se partió de un filtro comercial con un cartucho de carbón activado macizo, el cual se removió y reemplazó por una malla de acero inoxidable numero 40, sobre la cual se hilo el biocomposito de fibras de fique modificadas con óxido de manganeso, como se muestra en la figura 3.



Figura 3. Filtro modificado

4.1.2 MONTAJE DEL SISTEMA

De acuerdo con la capacidad de la bomba, el volumen del filtro y las características de las tuberías y accesorios disponibles, se diseñó un sistema en el que el filtro opera de forma continua con recirculación total. Este diseño permite manipular las variables a estudiar y obtener la variable respuesta. La figura 4 muestra un esquema general del sistema de filtración.

La bifurcación que existe después de la bomba, se hizo para reducir la presión del fluido que atravesaba el filtro y así disminuir el riesgo de colisión del sistema debido a la gran capacidad de la bomba para un sistema tan pequeño. La válvula se instaló después de la división para permitir la manipulación del caudal.

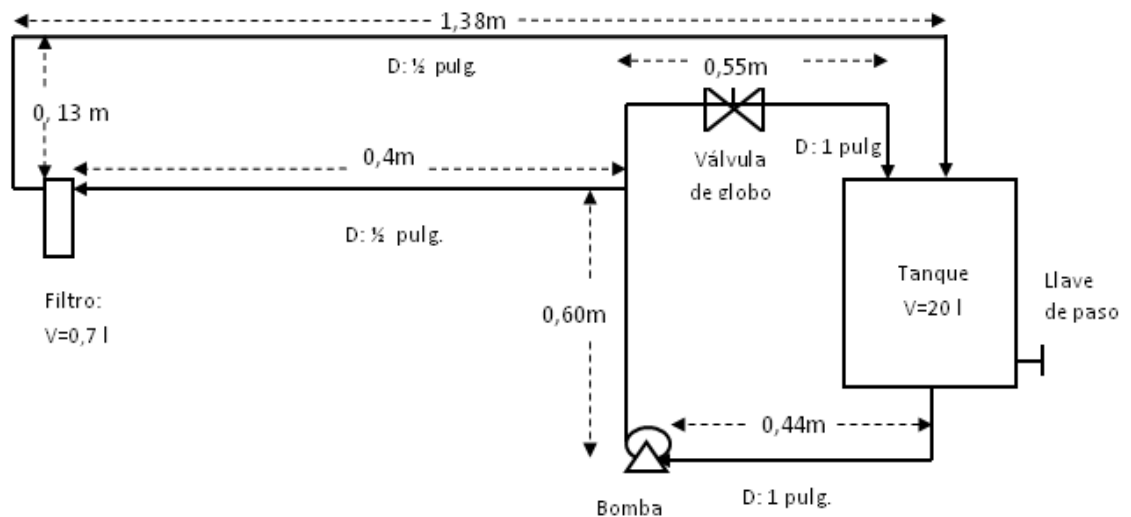


Figura 4. Diagrama del sistema

4.1.2.1 DESCRIPCIÓN DE LOS EQUIPOS Y ACCESORIOS:

Filtro: Filtro tipo cartucho con una capacidad de 700 ml, con una entrada y salida de $\frac{1}{2}$ pulgada de diámetro.

Bomba: Bomba de agua marca *Wolfgang* WF-110 con una cabeza de 35 metros, 3450 r.p.m y potencia máxima de 430 W.

Debido a las dimensiones del sistema, y condiciones de temperatura y presión constante entre la salida del tanque y la bomba, se puede asegurar que el fluido no alcanzara la presión de vapor, evitando la cavitación en la bomba.

Tuberías: Se eligieron tubos de PVC, por ser resistentes, económicos y de fácil instalación además, de generar pocas perdidas. Para el montaje se instalaron tubos de dos diámetros diferentes: media ($\frac{1}{2}$) pulgada de diámetro para la entrada y salida del filtro y una (1) pulgada de diámetro para la salida del tanque, y entrada y salida de la bomba.

Tanque: Botella plástica de 20 litros, la cual se perforó en el fondo, para facilitar la entrada del reciclo y la salida del filtro, además, su boquilla se adecuó para conectarla con la tubería, evitando filtraciones.

Válvula: Válvula de globo de una (1) pulgada, para el ajuste del caudal a través del filtro.

Llave de paso: Llave de media ($\frac{1}{2}$) pulgada, entre la salida del tanque y la entrada de la bomba para evacuar el agua retenida en el sistema después de realizar cada ensayo y facilitar su limpieza.

Además de los accesorios mencionados, también se utilizaron codos y adaptadores de diferentes diámetros para acoplar el sistema de tubería con los diferentes equipos.

4.2 SELECCIÓN DE LAS VARIABLES Y SU RANGO

Se realizaron experimentos específicos para cada una de las variables:

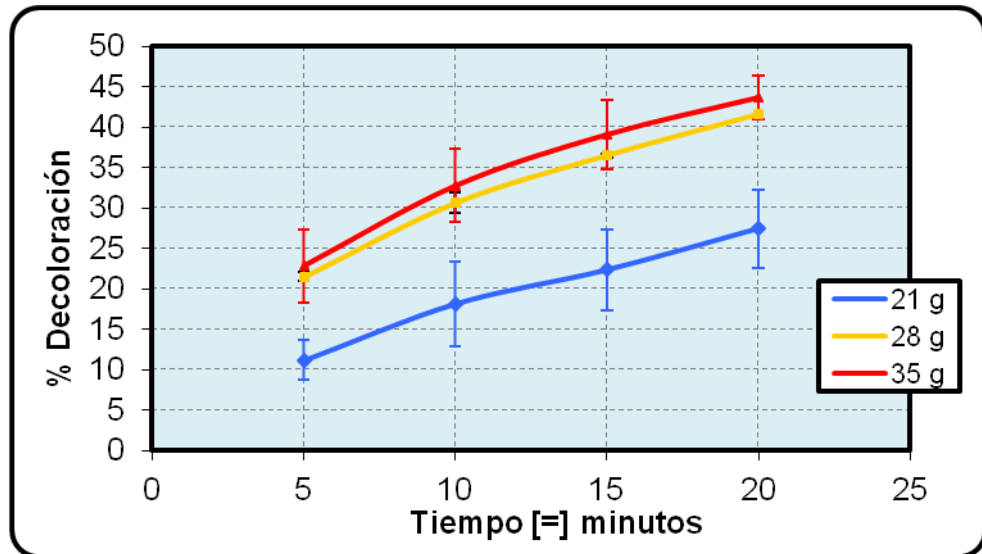
4.2.1 CANTIDAD DE FIBRA:

El aumento de la cantidad de fibra proporciona mayor área de contacto como consecuencia del incremento en el número de nanopartículas depositadas, y el número de sitios activos para degradación del colorante. En otras palabras a mayor cantidad de fibra mayor decoloración.

Para determinar la cantidad de fibra en el filtro se utilizó la relación experimental hallada a nivel de pruebas de laboratorio [4], 2 g de fibra por cada 50 ml de solución. Con base a esta información se estableció que para un filtro de 700 ml la cantidad de fibra base era de 28 g. Se tomaron muestras 7 g por encima (35 g) y por debajo (21 g) de este valor para empacar el filtro y se dejaron las demás variables constantes (tiempo y caudal).

Tabla 2. Condiciones en el montaje

CONDICIONES	
Q [=] L/s	0,335
V [=] L	10
pH	2,8



Gráfica 1. Comportamiento del % Decoloración con la cantidad de fibra

De la Grafica 1 el tiempo se refiere al tiempo de operación de la bomba. En esta gráfica se observa el comportamiento del sistema de filtración para un cartucho empacado con 21, 28 y 35 gramos de biocomposito. Con base en la grafica se concluye que aunque a mayor cantidad de biocomposito mayor remoción del color, cuando se utilizan 28 g y 35 g de material filtrante no hay diferencias significativas en la variable respuesta. Este comportamiento se puede atribuir a que el aumento del número de sitios activos de 28 g a 35 g, no es suficiente para aumentar significativamente el porcentaje de decoloración. Consecuentemente para el diseño de experimentos, se decidió trabajar con 28 y 42 gramos de fibras, ya que para este último, se obtuvo mayor decoloración.

4.2.2 CAUDAL:

De acuerdo con estudios previos [4], y ensayos preliminares se observó la importancia de la agitación en el sistema para obtener mayores porcentajes de decoloración, en el sistema propuesto la turbulencia se obtuvo modificando el caudal. Por lo tanto, se probaron tres valores de caudal, iniciando con el

máximo de 0,335 l/s (válvula completamente cerrada), y posteriormente disminuirlo.

Se seleccionaron dos caudales, con los cuales se observó mayor decoloración de la solución, manteniendo constante la cantidad de fibra (28 gramos), y el pH.

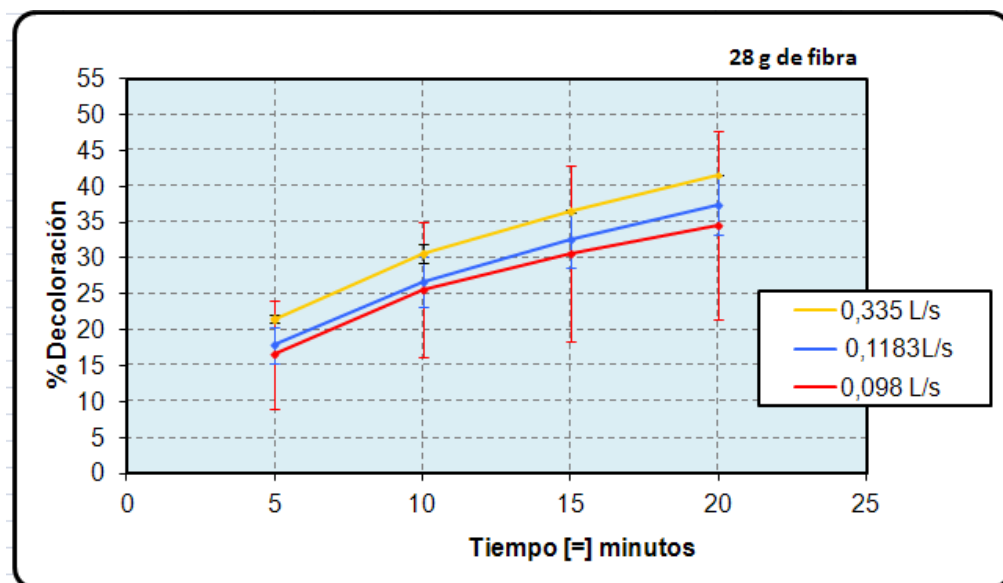
Tabla 3. Condiciones en el laboratorio

CONDICIONES	
V[=] mL	50
Concentración[=]ppm	30
Tiempo de reacción [=] min.	5
Fibra [=] g	2
pH	2,8

Tabla 4. Ensayo para pruebas de caudal

SIN AGITACION	
% Decoloración	21,41
CON AGITACION	
% Decoloración	98

La agitación del ensayo para las pruebas de caudal mostrado en la tabla 4, se obtuvo con agitadores magnéticos.



Gráfica 2. Comportamiento del % Decoloración con el caudal

En esta gráfica se muestra una relación directamente proporcional entre el caudal y el porcentaje de decoloración, ya que el aumento de la turbulencia permite obtener mejores porcentajes de la variable respuesta.

Los considerables errores estándar de la variable de respuesta en los datos mostrados en las gráficas 1 y 2 se atribuyen principalmente a la poca homogeneidad del filtro como consecuencia del empaquetamiento manual del cartucho. La forma como se empacó el cartucho puede conducir a la formación de espacios o regiones vacías o con menos cantidad de fibra lo que conduce al paso libre del fluido y la disminución de la superficie de contacto de las moléculas de colorante con los sitios activos del material biocompuesto.

4.2.3 TIEMPO DE OPERACIÓN:

Por tiempo de operación se entiende el periodo de operación de la bomba. Debido a las dimensiones del sistema, esta variable se relaciona con el número de veces que una misma porción de agua atraviesa el filtro y con el rendimiento de reutilización de las fibras en el sistema. El seguimiento de esta variable permite determinar si hay saturación en la fibra o acanalamiento del sistema.



Figura 5. Decoloración a los 20 minutos de operación

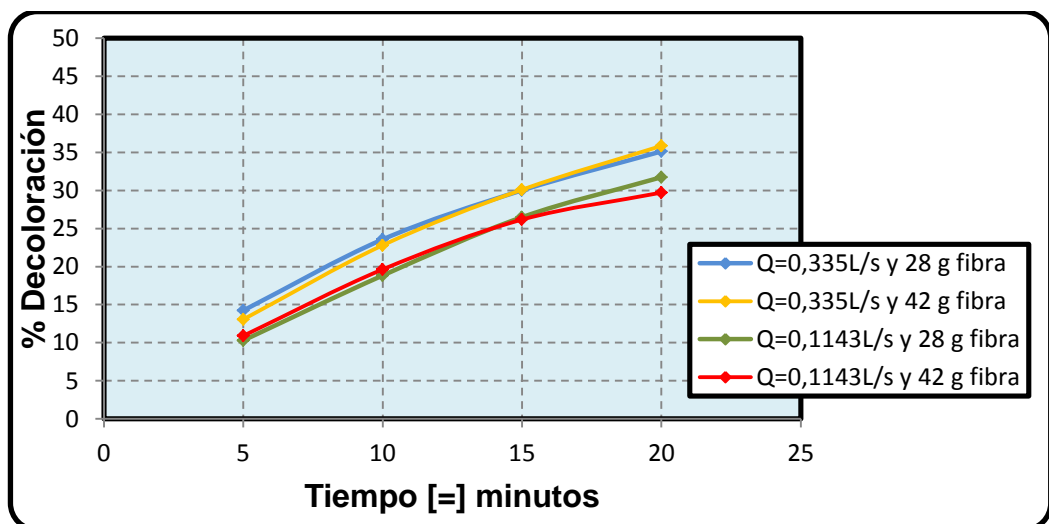
Como se observa en las Gráficas 1 y 2, a medida que aumenta el tiempo de operación, el cambio del porcentaje de decoloración por cada 5 minutos es menor, lo cual indica la posibilidad de saturación del empaque. Este efecto puede ser causado por la presencia de impurezas o mordientes (sustancias usadas para fijar el color en la tela) en el colorante índigo comercial, que

causan obstrucción de los poros en donde se encuentran las nanopartículas y reducen el número de sitios activos al paso repetido de una misma porción de agua a través de las fibras. También se puede especular que el aumento del tiempo de circulación puede inducir acanalamiento del sistema como consecuencia del reordenamiento de las fibras.

Los tiempos de operación seleccionados para observar el comportamiento de la saturación de las fibras fueron: 5 minutos (debido a que en ese tiempo se obtuvo un cambio significativo en la variable respuesta) y 20 minutos (debido a que a mayor tiempo mayor remoción del colorante como se puede ver en la figura 5).

4.2.4 BLANCOS

Se realizaron blancos para observar la capacidad de la fibra limpia como adsorbente del colorante índigo comercial, además de tener una referencia de comparación de los resultados obtenidos con las fibras sintetizadas.



Gráfica 3. Blancos



Figura 6. Cartucho con fibras sin sintetizar

Como se puede observar en la figura 6 y gráfica 3, las fibras de fique limpias en medio ácido, presentan una elevada capacidad adsorbente de colorante índigo, lo cual se debe a su superficie altamente porosa, permitiendo que las moléculas del colorante se depositen en ellas.

Aunque la diferencia en el porcentaje de decoloración medido por las fibras de fique sintetizadas con nanopartículas de óxidos de manganeso y las fibras limpias son cercanas, vale la pena aclarar que la reducción en la concentración del colorante se debe a fenómenos completamente diferentes, ya que la primera se relaciona con un fenómeno químico de degradación del colorante y la segunda a un fenómeno físico de adsorción, este último no elimina el contaminante sino que lo transfiere de una fase a otra.

4.3 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Los factores del diseño fueron:

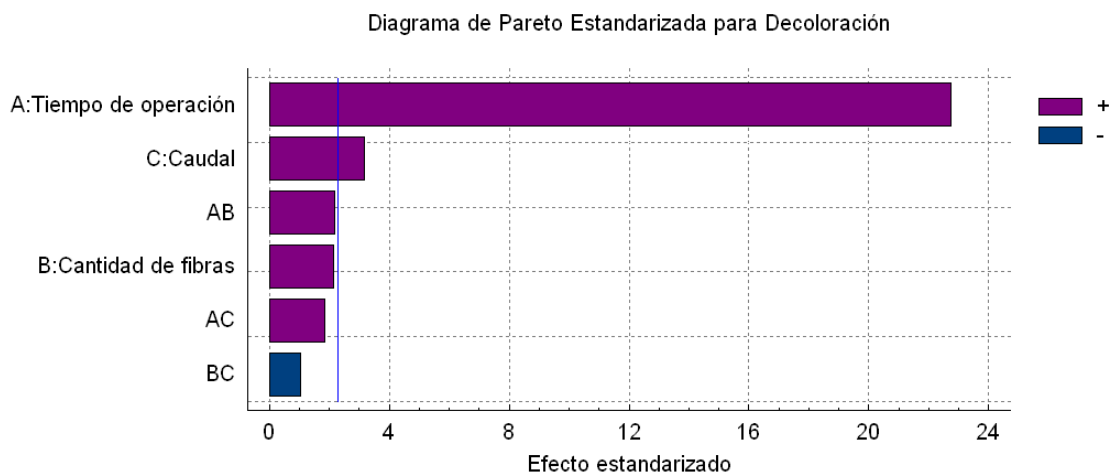
- **Factor de respuesta:** porcentaje de decoloración del colorante índigo en el agua.
- **Factores de entrada:** tipo de filtro, diámetro de tubería, pH, temperatura, presión.

- **Factores de ruido:** Condiciones ambientales, cantidad de nanopartículas depositadas, empaquetamiento de las fibras y porosidad.
- **Factores estudiados:** cantidad de fibras, caudal y tiempo de operación.

Tabla 5. Diseño de experimento con condiciones reales

				Tiempo de operación	
				5 min	20 min
CAUDAL	0,335 l/s	CANTIDAD DE FIBRA	28 g	✓	✓
			42 g	✓	✓
	0,1183 l/s		28 g	✓	✓
			42 g	✓	✓

Al ejecutar el diseño de experimento en el paquete estadístico STATGRAPHICS Centurion, se obtienen los siguientes resultados:



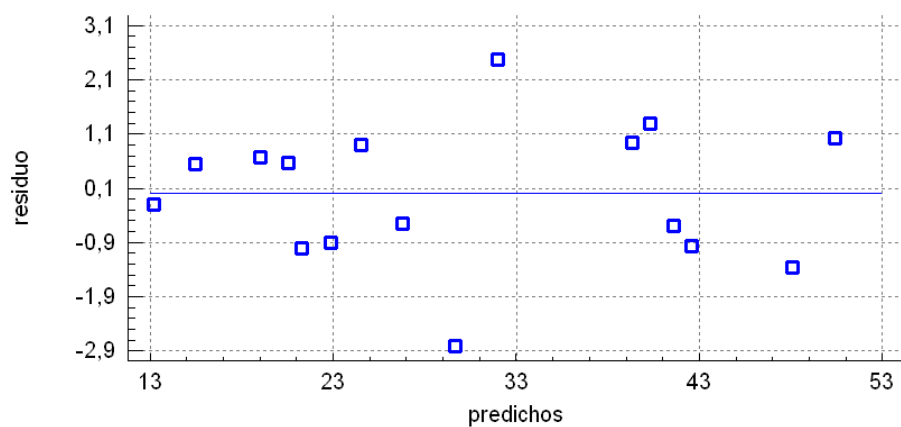
Gráfica 4. Diagrama de Pareto estandarizado

El Diagrama de Pareto (gráfica 3) indica que 2 de las 3 variables estudiadas tienen un efecto significativo en la variable de respuesta. La variable que más afecta el proceso es el tiempo de operación, seguida por el caudal lo cual es consistente con los resultados observados en las graficas 1-2.

El estadístico R^2 ajustado es 98,0489%, con una desviación estándar de los residuos de 1,76346. La ecuación resultante del diseño de experimento es la siguiente:

$$\begin{aligned} \% \text{ Decoloración} = & -5,69749 + 0,00782034t + 0,396857x + 46,2293y \\ & + 0,000304631tx + 0,0166818ty - 0,615714xy \end{aligned}$$

t :Tiempo de operación[s] x :Cantidad de fibra [g] y :Caudal $\left[\frac{l}{s}\right]$



Gráfica 5. Residuos contra predichos

Como se puede observar en la Gráfica 5, existe una distribución aproximadamente normal de los residuos, sin encontrarse violación de la homocedasticidad o de linealidad del modelo, lo que permitió conocer la inexistencia de otras variables significativas que no fueron incluidas dentro del mismo, indicando que el modelo de regresión presentado es un buen ajuste al sistema.

De acuerdo con el diagrama de Pareto (Grafica 4) es posible eliminar algunas variables o conjunto de variables contenidas en el modelo anterior al no ser significativas en el sistema, obteniéndose la siguiente ecuación:

$$\begin{aligned} \% \text{ Decoloración} = & -5,69749 + 0,00782034t + 0,396857x + 46,2293y \\ & + 0,000304631tx \end{aligned}$$

Tabla 6. Optimización

Valor óptimo = 32,5451

<i>Factor</i>	<i>Bajo</i>	<i>Alto</i>	<i>Óptimo</i>
Tiempo de operación	300,0	600,0	600,0
Cantidad de fibras	28,0	42,0	39,4098
Caudal	0,1183	0,335	0,334875

La tabla 6 muestra el valor óptimo del % de decoloración para un tiempo de 10 minutos, con las demás variables en los límites trabajados en el sistema, alcanza un valor óptimo de 32,5451%.

La decoloración en 5 minutos, obtenida en vasos con soluciones de 50 ml, fue mayor al 90%, mientras que la decoloración en el montaje a escala laboratorio, con soluciones de 10L, no superó el 51%, estas diferencias indican la adición de variables de ruido que ocasionan la pérdida de la eficiencia del bionanocomposito. Entre estas el bajo control del proceso con el diseño planteado a dichos factores, además del cambio generado al pasar de un sistema tipo batch a uno continuo.

5. CONCLUSIONES

- Los resultados permiten observar una relación directa entre la cantidad de fibra, caudal y tiempo de operación con el porcentaje de decoloración. Esta observación se puede explicar por el aumento de sitios activos, turbulencia y contacto del fluido con el material filtrante, respectivamente.
- La variable más influyente en la remoción del colorante es el tiempo de operación del sistema de filtración. El efecto observado resulta de la relación entre esta variable y el reciclo del fluido, ya que a mayor tiempo de operación mas reciclo y más tiempo de contacto del agua con las nanopartículas de manganeso. De esta forma se obtienen porcentajes de decoloración más altos.
- La variable menos influyente es la cantidad de fibra para el intervalo estudiado (28g a 42g) lo cual indica que aunque haya mayor numero de sitios activos al aumentar la cantidad de material filtrante, la cantidad de colorante que interactúa con la misma no varía significativamente para el volumen del filtro (700 ml) lo cual confirma la validez de la relación experimental (2 g de fibra/ 500ml de solución) en el sistema estudiado.
- Los resultados de este trabajo permitieron observar el efecto de la variación de parámetros experimentales en un sistema de filtración que utiliza un filtro tipo cartucho empacado con fibras de fique modificadas con nanopartículas de óxidos de manganeso para la remoción del colorante índigo comercial. Las observaciones hechas son útiles como punto de partida para futuros proyectos y además permiten realizar análisis económicos preliminares para establecer los costos de esta tecnología a escala industrial y su aplicación para la solución de problemas ambientales.

6. RECOMENDACIONES

Este trabajo hace parte de un macro proyecto que aún se encuentra en proceso de desarrollo, por lo tanto los resultados obtenidos se pueden tomar como el inicio de una línea de investigación sobre el escalamiento de tecnologías de remediación basadas en el uso de biocompositos de fibras de fique. Para trabajos futuros es necesario tener en cuenta las siguientes recomendaciones:

- Operar el sistema con varios filtros conectados en serie para observar cual sistema permite mayor porcentaje de remoción del color, (como mínimo, un 95%) en menor tiempo. Además es necesario instalar manómetros que permitan calcular las caídas de presión para realizar el balance de energía necesario para hallar el gasto energético en un sistema a escala piloto que sirva para un análisis de rentabilidad a escala industrial.
- Asegurar un empaquetamiento más eficiente de las fibras, para obtener un empaque uniforme y mayor número de cartuchos hilados que permitan respectivamente reducir el error generado por el empaquetamiento manual y aumentar la productividad de esta tecnología.
- Probar con otras tecnologías de filtración, diferentes a los filtros de cartucho.

7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] FRANCO, Miriam Elizabeth. Caracterización parcial del pigmento rojo del fruto de la jiotilla (*Escontria chiotilla*); una cactácea subexplotada. Trabajo de grado de maestra en biotecnología. México D.F: Universidad Autónoma Metropolitana. División de ciencias biológicas y de la salud. 2004. 32p
- [2] PEY, Jaime. Aplicación de procesos de oxidación avanzada (Fotocatálisis solar) para tratamiento y reutilización de efluentes textiles. Trabajo de grado Ingeniero textil y papelerero. Valencia: Universidad politécnica de Valencia. Departamento de Ingeniería textil y papelera, 17-49p.
- [3] RAFATULLAHA, Mohd, SULAIMANA, Othman, HASHINA, Rokiah, AHMABD, Anees. Adsorption of methylene blue on low-cost adsorbents: A review. En: Elsevier. June-December, 2009.
- [4] CHACÓN, Martha Liliana. Síntesis in situ y caracterización de nanopartículas de óxidos de manganeso en fibras de fique y su aplicación en el tratamiento de agua contaminada con colorantes. Trabajo de grado Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Escuela de Química, 2011.
- [5] C.A.P. Almeida, N.A. Debacher b, A.J. Downsc, L. Cotteta, C.A.D. Mello. Removal of methylene blue from colored effluents by adsorption on montmorillonite clay. En: Elsevier Science, September-December, 2010, p 46-53
- [6] WENG, Chih-Huang, LIN, Yao-Tung Lin, TZENG, Tai-Wei. Removal of methylene blue from aqueous solution by adsorption onto pineapple leaf powder. En: Elsevier Science. August, 2008, April, 2009, p 417-424.
- [7] PAVAN, Flavio Andre, MAZZOCATO, Ana Cristina, GUSHIKEM, Yoshitaka. Removal of methylene blue dye from aqueous solutions by adsorption using yellow passion fruit peel as adsorbent. En: Elsevier. Science, April, 2005, May 2007, p 3162-3165.
- [8] VALDES, Hector, TARDON, Rolado, ZAROR, Claudio. eliminación de colorantes catiónicos usando ozono, zeolita natural y ozono/zeolita. Revista Chilena de Ingeniería, Vol 17 No 3 Junio-September, 2009, p 260-264.

- [9] ARSLAN, Idil, AKMEHMET BALCIOGLU, Isil, BAHNEMANN, Detlef. Advanced chemical oxidation of reactive dyes in simulated dyehouse e.uents by ferrioxalate Fenton/UV-A and TiO₂/UV-A processes. En: Elsevier Science. October 1999-September 2000. P 207-218.
- [10] PERALTA, Patricio. Photoelectrochemical or Electrophotochemical Processes. Artículo, Sociedad de Química Brasileira, Departamento de Química, Universidad Federal de Paraná, Brasil. Vol. 21, No 9, 2010, p 1621-1625.
- [11] SEPULVEDA, Luisa, CONTRERAS, Elsa, PALMA, Carolyn. MAGELLAN PEAT (*Sphagnum magellanicum*) AS NATURAL ADSORBENT OF RECALCITRAN SYNTHETIC DYES. Artículo Departamento de Ingeniería Química de la Universidad de Santiago de Chile. Vol. 2. 2008, p 31-43.
- [12] CHOWDHURY, Al-Nakib, Md. Shafiul Azam, Md. Aktaruzzaman, RAHIM, Abdur. Oxidative and antibacterial activity of Mn₃O₄. En: Elsevier. June-July, 2009. 1229-1253p.
- [13] DONG, Hong, HINESTROZA, Juan P. Metal Nanoparticles on Natural Cellulose Fibers: Electrostatic Assembly and In Situ Synthesis. En: Univ. Massachusetts Amherst, August 25, 2009.
- [14] CADEFIQUE. El fique, agronomía y transformación. En: Guía ambiental del subsector figuero. Segunda edición. Panamericana Formas e Impresos S.A. Colombia, 2006, 21-55 p.
- [15] SUTHERLAND, Ken. Filtration and separation technology: What's new with cartridge filters? En: Filtration+Separation. Marzo-Abril. 2009, p. 34-36
- [16] J.P. Escudero L., M.A. Londoño Z., J.D. Martelo V. FILTRO A PRESIÓN. 2002