



UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE INGENIERÍA

CARRERA DE INGENIERÍA AMBIENTAL

Proyecto de Investigación previo a la obtención del título
de Ingeniero Ambiental

TRABAJO DE TITULACION

“REMOCIÓN DE COLORANTES DE EFLUENTES DE PLANTAS TEXTILERAS
USANDO ARCILLA COMO MATERIAL ADSORBENTE DE BAJO COSTO”

AUTORES:

Lidia Ercilia Anilema Pilamunga

Kerly Pamela Martínez Ortiz

TUTOR:

PhD. Víctor J García

Riobamba – Ecuador

2018

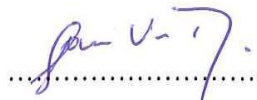
CERTIFICACIÓN DEL TRIBUNAL

Los miembros del Tribunal de Graduación del proyecto de investigación de título: “REMOCIÓN DE COLORANTES DE EFLUENTES DE PLANTAS TEXTILERAS USANDO ARCILLA COMO MATERIAL ADSORBENTE DE BAJO COSTO”, presentada por: Lidia Ercilia Anilema Pilamunga, Kerly Pamela Martínez Ortiz y dirigida por: PhD. Víctor J García.

Una vez escuchada la defensa oral y revisado el informe final del proyecto de investigación con fines de graduación, se constató el cumplimiento de las observaciones realizadas y se remite la presente para uso y custodia en la biblioteca de la Universidad Nacional de Chimborazo.

Para constancia de lo expuesto firman:

PhD. Víctor J García
Tutor del Proyecto



.....
Firma

Dra. Anita Mejía
Miembro del Tribunal



.....
Firma

PhD. Omaira Márquez
Miembro del Tribunal

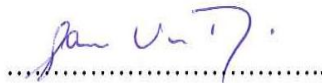


.....
Firma

DECLARACIÓN EXPRESA DE TUTORÍA

Por la presente, certifico que el actual trabajo de investigación previo a la obtención de grado de Ingeniero Ambiental, elaborado por las señoritas Lidia Ercilia Anilema Pilamunga y Kerly Pamela Martínez Ortiz con el tema: “Remoción de colorantes de efluentes de plantas textileras usando arcilla como material adsorbente de bajo costo”, fue analizado y supervisado bajo mi asesoramiento permanente en calidad de Tutor y Guía, por lo que se encuentra apto para ser presentado y defendido.

Es todo lo que se puede informar en honor a la verdad.



PhD. Víctor J García

C.I: 1757244122

AUTORÍA DE LA INVESTIGACIÓN

Nosotras, Lidia Ercilia Anilema Pilamunga, con cédula de identidad N° 060426999-3 y Kerly Pamela Martínez Ortiz, con cedula de identidad N° 060486053-6; hacemos referencia como autores del presente trabajo de investigación, titulada: **“REMOCIÓN DE COLORANTES DE EFLUENTES DE PLANTAS TEXTILERAS USANDO ARCILLA COMO MATERIAL ADSORBENTE DE BAJO COSTO”**, dirigida por el Tutor del Proyecto, PhD. Víctor J García.

En virtud de ello, manifestamos la originalidad de la conceptualización del trabajo, datos obtenidos, interpretación de resultados, y la elaboración de conclusiones, con el aporte de varios autores que se han referenciado apropiadamente en el contenido del documento.

Lidia Ercilia Anilema Pilamunga
C.I: 060426999-3

Kerly Pamela Martínez Ortiz
C.I: 060486053-6

AGRADECIMIENTO

En primera instancia quiero agradecer a Dios por guiar, bendecir mi vida en cada paso que doy, por fortalecer mi corazón e iluminar mi mente, por haberme permitido conocer tu amor y bondad a través de mi familia, amigos, rodeándome de personas buenas en las cuales puedo sentir tu presencia.

A mi familia que gracias a su ayuda y apoyo incondicional me han dado la oportunidad de seguir adelante cumpliendo mis metas, no ha sido sencillo el camino, pero gracias a su amor y comprensión lo complicado se ha vuelto más sencillo. Les agradezco muchísimo y hago presente mi gran afecto a ustedes “Mi hermosa familia”.

A la prestigiosa Universidad Nacional de Chimborazo, y a los docentes de la Carrera de Ingeniería Ambiental que con su aporte académico me han transmitido los conocimientos necesarios para realizarme profesionalmente.

Al PhD. Víctor García y PhD Omaira Márquez, quienes con su ayuda, motivación y orientación profesional han brindado un gran aporte para la realización de este trabajo de investigación.

Al Ing Marco Rodríguez, gracias por su ayuda y por su amistad.

A Kerly, por haber sido una excelente compañera de tesis, una gran amiga y linda persona, gracias por todos los momentos que compartimos juntas a pesar de las dificultades y todo el sacrificio. ¡Lo hemos logrado!

Lidia Anilema Pilamunga

AGRADECIMIENTO

A Dios por permitirme alcanzar esta meta, por darme salud y darme la fuerza para sobreponerme en los momentos difíciles.

Mil gracias queridos padres por ser el pilar fundamental en mi vida y por ser quienes me impulsaron cada día para salir adelante con todo su amor y apoyo incondicional.

A mis hermanas por estar siempre conmigo, por ser mi motivación, por la confianza depositada en mí.

Gracias a mis abuelitos queridos, por ser quienes siempre estuvieron a mi lado, por ser mis confidentes, mis amigos, mis protectores y por ser las personas que jamás dudaron de que cumpliría esta meta.

Gracias a la Universidad Nacional de Chimborazo especialmente a la Facultad de Ingeniería, Carrera de Ingeniería Ambiental por abrirme las puertas de sus aulas y día a día llenarme de conocimientos, experiencias, que me han formado en mi vida profesional.

Gracias a nuestro tutor PhD. Víctor García quien a través de su experiencia y conocimientos fue nuestra guía en el desarrollo de todo este proyecto. Y como no agradecerle a la PhD. Omaira Márquez quien durante todo este proceso estuvo apoyándonos, enseñándonos, brindándonos su amistad desinteresadamente. Muchas gracias querida Doctorita por su paciencia.

Gracia al Ing. Marco Rodríguez por toda su ayuda, pero sobre todo gracias por la amistad y la confianza que me ha brindado.

A mi compañera de tesis y amiga Lidy cuantas veces no estuvimos a punto de rendirnos, pero ya vez ¡Lo Logramos! Gracias por tu comprensión, por tu apoyo, las dos hicimos posible que este sueño en común se haga realidad.

Gracias a mis tíos y a mis primos que siempre estuvieron dándome ánimos para salir adelante.

A mi mejor amiga Patty por siempre contar con su apoyo, con sus consejos por ser incondicional.

Kerly Martínez Ortiz

DEDICATORIA

A Dios, por haberme dado vida y permitirme llegar hasta este momento tan importante en mi formación profesional. A mis Padres, María Pilamunga y Manuel Anilema por darme la vida, quererme mucho, creer en mí y por ayudarme con los recursos necesarios. Me han dado todo lo que soy como persona, mis valores, mis principios, mi carácter, mi constancia para conseguir mis objetivos. A mis hermanas Silvia y Yessenia por estar conmigo y apoyarme siempre las quiero mucho.

Lidia Anilema Pilamunga

DEDICATORIA

A mi papi Milton por todo su apoyo, por ser quien me impulso y me oriento para llegar a culminar mis estudios y ser toda una profesional. ¡Lo hicimos papi!

A mi mami Alicia por confiar y creer en mí, por apoyarme en los buenos y malos momentos, por sus consejos que me motivaron para cumplir esta meta, por todo su esfuerzo y sacrificio para darme lo mejor ¡Gracias Mamita!

A mis ñañas Eyllin & Katheryn por ser una parte fundamental en mi vida y porque quiero que lleguen a cumplir todos sus sueños.

Al amor de mi vida mi Mami Lu no tengo palabras para describir lo importante que es en mi vida y lo dichosa que soy de tenerle a mi lado, para usted con todo mi amor. Le adoro mamita.

A mi Papi Celio por brindarme todo su cariño, su apoyo, y compartirme esas ganas de vivir y luchar, cada día venciendo los obstáculos que existan en nuestras vidas.

A mi ñañito Edwin por todo su apoyo, por ser la persona que me contagia de su alegría y su amor.

Kerly Martínez Ortiz

SIGLAS Y ABREVIACIONES

μm: Micrómetro

Al₂O₃: Oxido de aluminio

CA: Colorante aniónico

Cb: Cobalto

CC: Colorante catiónico

CIC: Capacidad de intercambio catiónico

Cr: Cromo

Cu: Cobre

DBO: Demanda bioquímica de oxígeno

DQO: Demanda química de oxígeno

DRX: Análisis Difracción de rayos-X

EDS: Espectroscopia de la energía de fotones de rayos-x dispersados

Hg: Mercurio

IT: Industria textil

MEB: Microscopia electrónica de barrido

NaOH: Hidróxido de sodio

Ni: Níquel

NTU: Unidades nefelométricas

PCC: Punto de carga cero

pH: Potencial de hidrogeno

PIE: Punto isoelectrico

SS: Sólidos suspendidos

TBA: Tecnologías basadas en la adsorción

ÍNDICE

DECLARACIÓN EXPRESA DE TUTORÍA.....	¡Error! Marcador no definido.
AUTORÍA DE LA INVESTIGACIÓN	¡Error! Marcador no definido.
SIGLAS Y ABREVIACIONES.....	ix
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
ÍNDICE DE TABLAS	xiv
RESUMEN.....	1
INTRODUCCIÓN	3
OBJETIVOS	5
1. General	5
2. Específicos	5
ESTADO DEL ARTE.....	6
1. Industria textil	6
2. Tecnología textil.....	6
3. Colorantes	6
3.1. Origen de los colorantes.....	6
3.2. Clasificación de los colorantes.....	7
4. Parámetros Físico-químicos de las aguas	8
4.1. Parámetros físicos	8
4.2. Parámetros químicos	9
4.3. Límites máximos permisibles de los parámetros físico-químicos.....	10
5. Materiales adsorbentes: la arcilla.....	11
5.1. Arcilla activada	11
5.2. Clasificación de las arcillas	12
5.3. Propiedades físico-químicas de las arcillas	12
6. Técnicas experimentales	14
6.1. Superficie específica	14
6.2. Fluorescencia de rayos X	14
6.3. Difracción de rayos X	14
6.4. Microscopia electrónica de barrido (MEB).....	15
6.5. Espectroscopia de la energía de fotones de rayos-x dispersados (EDS)	15
6.6. Espectrometría de UV- Visible	15
6.7. Potencial de carga cero (PCC) y punto isoeléctrico (PIE)	15
6.8. Adsorción	16
6.9. Evaluación de la adsorción de colorantes	16
METODOLOGÍA	17
1. Análisis de aguas residuales de la Textilera “El Hilario”	17
2. Caracterización de las tres muestras de arcilla en estudio.....	17
3. Caracterización de las arcillas	18
3.1. Superficie específica-Método Azul de metileno.	18

3.2. Curva de calibración	18
3.3. Análisis de composición química elemental usando fluorescencia de rayo-x.	19
3.5. Análisis químico elemental usando espectroscopia de la energía de fotones de rayos-x dispersados.	19
3.6. Análisis de fases minerales, usando difracción de rayos-x.	19
3.7. Determinación del punto de carga cero (PCC).....	19
3.8. Determinación del Punto Isoeléctrico (PIE).....	20
4. Evaluación del potencial de remoción de un colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN” (CC)	20
5. Evaluación del potencial de remoción de un colorante aniónico “Drimaren azul marino CL-R” (CA).....	21
6. Evaluación del potencial de remoción de los colorantes de una muestra de agua de la textilera “El Hilario”.	21
RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	23
1. Caracterización físico – químicas del agua residual textil “El Hilario”	23
2. Caracterización físico-química de las arcillas	24
2.1 Superficie Específica.....	24
2.2 Análisis químico por Fluorescencia de Rayos X.	25
2.3 Análisis con el Microscopia Electrónico de Barrido (MEB) – Espectroscopia de la energía de fotones de rayos X dispersados (EDS).....	27
2.4 Análisis Difracción de rayos-X (DRX).....	28
2.5. Determinación del punto de carga neta cero (PCC).....	30
2.8. Determinación del punto isoeléctrico.....	31
3. Evaluación del potencial de remoción de colorantes catiónicos y aniónicos	33
3.1. Remoción del colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN”.....	33
3.2. Remoción del colorante aniónico “Drimaren Azul Marino CL-R”	36
3.3. Evaluación de remoción de colorantes en la muestra de agua de la textilera “El Hilario”.....	40
CONCLUSIONES	43
RECOMENDACIONES	44
BIBLIOGRAFIA.....	45

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Partes estructurales y grupos funcionales presentes en los colorantes. Fuente: (Martínez, 2017).....	7
Figura 2. Estructura molecular de un colorante azoico de naturaleza aniónica. Adaptado de (Elmoubarki et al., 2015).....	7
Figura 3. Estructura de las arcillas.	11
Figura 4. Representación esquemática de la estructura de las arcillas catiónicas (izquierda) y aniónicas (derecha) (Ledea et al., 2010).....	25
Figura 5. Análisis químico por FRX de las arcillas. Elaborado por: los autores.	26
Figura 6. Micrografías y resultados del análisis EDX de muestras de arcilla natural proveniente de Loja.....	28
Figura 7. Difractogramas de las arcillas de Loja, Guaranda y Cañar. Caolinita (c). Caolinita hidratada (ch). Illita (i). Fayalita (f). Oligoclasa (o). Laumonita (l).....	29
Figura 8. Punto de carga neta cero de las muestras de arcilla: Loja, Guaranda y Cañar. Elaborado por: los autores.....	30
Figura 9. Punto Isoeléctrico de las muestras de arcilla: Loja, Guaranda y Cañar.....	32
Figura 10. Efectividad de la arcilla de Loja en la remoción del colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN”.	33
Figura 11. Efectividad de la arcilla de Guaranda en la remoción del colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN”.	34
Figura 12. Efectividad de la arcilla de Cañar en la remoción del colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN”.	35
Figura 13. Efectividad de la arcilla de Loja, Cañar y Guaranda en la remoción del CC “Basic Azul Marino 2 RN”.	36
Figura 14. Eficacia de la arcilla de Loja en la remoción del colorante aniónico “Drimaren Azul Marino CL-R”.	37
Figura 15. Eficacia de la arcilla de Guaranda en la remoción del colorante aniónico “Drimaren Azul Marino CL-R”.	38

Figura 16. Eficacia de la arcilla de Cañar en la remoción del colorante aniónico “Drimaren Azul Marino CL-R”	39
Figura 17. Efectividad de la arcilla de Loja, Cañar y Guaranda en la remoción del CC “Basic Azul Marino 2 RN” con un tiempo de contacto de 64 minutos.	40
Figura 18. Decoloración relativa de la muestra de la Textilera “El Hilario”	41
Figura 19. Espectros de absorción de la muestra de agua de la Textil era “El Hilario” después de entrar en contacto con la arcilla para remover colorante catiónico (fase 1) y colorante amónico (fase 2).....	42

ÍNDICE DE TABLAS

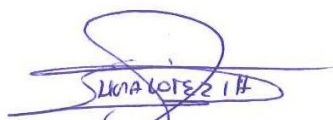
Tabla 1. Clasificación de colorantes y aditivos para colorear por el uso o método de aplicación.....	8
Tabla 2. Límites máximos permisibles en descarga de efluentes en fuentes hídricas.	10
Tabla 3. Clasificación de las arcillas (Ismadji, Soetaredjo, & Ayucitra, 2015).	12
Tabla 4. Capacidad de intercambio catiónico de algunas arcillas (Martínez, 2017).....	13
Tabla 5. Parámetros físico-químicos de la muestra de agua del efluente de la Textilera “El Hilario” y los límites permisibles establecidos.	23
Tabla 6. Parámetros físico-químicos de las arcillas en estudio.....	25
Tabla 7. Análisis químico con fluorescencia de rayos x de las arcillas de Loja, Guaranda y Cañar.	26
Tabla 8. Composición mineralógica de las arcillas.....	29

RESUMEN

El objetivo de este trabajo fue estudiar la remoción de colorantes de efluentes de plantas textileras usando arcilla como material adsorbente de bajo costo. Para lograr el objetivo se estudió la adsorción de dos colorantes azo: un catiónico llamado “Basic Azul Marino 2 RN” y un aniónico llamado “Drimaren Azul Marino CL-R”, empleando como adsorbente tres materiales arcillosos provenientes de la provincia de Loja, Bolívar y Cañar. Las arcillas fueron caracterizadas por difracción de rayos X, fluorescencia, análisis por microscopio electrónico, potencial carga neta cero, potencial isoelectrico y superficie específica. Las cantidades retenidas de los colorantes fueron analizadas utilizando espectroscopia ultravioleta-visible para determinar la longitud de onda de mayor absorción y construir la curva de calibración. De los resultados obtenidos se concluyó que las tres arcillas tienen una naturaleza catiónica y exhiben una eficacia importante para remover el colorante catiónico en más de un 96%. La arcilla de Loja mostró tener una mayor eficacia para remover el colorante aniónico, llegando a remover hasta el 60% del colorante en los ensayos realizados con muestras de agua coloreada. Del ensayo realizado con una muestra de agua de la Textilera y arcilla de Loja, se obtuvo una variación en la absorbancia del 35 % cuando el pH se ajustó por arriba del punto de carga cero (PCC) y el tiempo de contacto fue de 60 min. Sin embargo, cuando el pH se ajustó por debajo del PCC y el tiempo de contacto fue de 60 min, la variación de la absorbancia fue de 56%. Así, los resultados sugieren que la arcilla de Loja tiene un gran potencial para ser usada en plantas textileras en la decoloración de efluentes y de esta manera reducir el impacto ambiental de estos efluentes.

ABSTRACT

The objective of this work was to study the removal of coloring from effluents from textile plants using clay as an adsorbing material to a low-cost. To achieve this purpose, the adsorption of two azo dyes was studied: a cation called "Basic Navy Blue 2 RN" and an anionic called "Drimaren Navy blue CL-R", using as an adsorbent three clay materials from the province of Loja, Bolivar and Cañar. The clays were characterized by X-ray diffraction, fluorescence, electronic microscopic analysis, potential zero net load, isoelectric potential and specific surface. The retained quantities of the dyes were analyzed using ultraviolet-visible spectroscopy to determine the wavelength of greater absorption and to construct the calibration curve. From the obtained results it was concluded that the three clays have a cationic nature and exhibit an important efficacy to remove the cationic dye by more than 96%. Loja's clay was more effective in removing the anionic dye, reaching up to 60% of the dye in the tests carried out with colored water samples. From the test carried out with a water sample from Loja's textile and clay, a 35% absorbance variation was obtained when the PH was adjusted above the zero load point and the contact time was 60 min. However, when the PH was adjusted below the zero load point and the contact time was 60 min the absorbance variation was 56%. Thus, the results suggest that Loja clay has a great potential to be used in textile plants in the discoloration of effluents and in this way reduce the environmental impact of these effluents.



Reviewed by: López, Ligia
LANGUAGE CENTER TEACHER



INTRODUCCIÓN

La industria textil (IT) cumple un rol relevante en el desarrollo económico del Ecuador y de la Provincia de Chimborazo, sin embargo, esta es una de las industrias que consume mayor cantidad de agua y los efluentes de agua que produce contienen una diversidad de contaminantes de diferente naturaleza (Rahman, Urabe, & Kishimoto, 2013). Entre los contaminantes que produce la IT se encuentran los colorantes, tinturas y pigmentos utilizados en procesos de teñido de hilos o tejidos. Estos colorantes son tóxicos cuando son ingeridos o inhalados, producen irritación de la piel y de los ojos, y son carcinógenos. Ellos le dan color a las aguas e interfieren en la transmisión de la luz a los medios acuáticos, alterando procesos metabólicos, y esto puede significar la destrucción de la comunidad acuática en el ecosistema (Gupta & Suhas, 2009).

Los colorantes son compuestos altamente resistentes a ser degradados, incluso a la degradación microbiana. Los colorantes tienen tendencias a secuestrar metales y algunos contienen cromo (Cr), cobre (Cu), níquel (Ni), cobalto (Cb), mercurio (Hg), entre otros metales, por lo que resultan difíciles de eliminar de las efluentes de agua de la IT (Gupta & Suhas, 2009). Así, las aguas residuales de la IT representan una amenaza al ambiente y su tratamiento demanda nuevas tecnologías. El eje central de estas tecnologías debe ser la preservación del ambiente de una manera efectiva, y desde el punto de vista económico deben ser eficientes para viabilizar un uso amplio y generalizado.

En la actualidad, los esfuerzos en el desarrollo de nuevas tecnologías se han orientado a las tecnologías basadas en la adsorción (TBA). Esta tecnología implica el uso de un material (adsorbente) que adsorbe los colorantes (absórbato) y que es usado para remover éstos de efluentes de agua contaminada. El carbón activado, es un adsorbente que se ha usado con este propósito en diversos procesos industriales. El carbón activado tiene alta capacidad de adsorción pero su uso en la práctica resulta muy costoso como para que su uso sea generalizado. Así, las investigaciones se orientan al diseño y/o desarrollo de un material adsorbente de bajo costo. En este sentido, las arcillas son materiales que se encuentran en grandes cantidades sobre la superficie de la tierra, además de que se pueden encontrar una gran diversidad de ellas en forma natural. Así, las arcillas son materiales interesantes de estudiar como adsorbentes de colores, pues investigaciones previas sugieren que pueden

exhibir una alta capacidad de adsorción, además de ser funcionalmente efectivas con muy poco o ningún pretratamiento (Grassi, Kaykioglu, & Belgiorno, 2012).

Cuidar el agua para asegurar el futuro de la humanidad es lo que necesitamos hacer ahora. El rápido crecimiento social, científico, tecnológico, entre otros, ha traído como consecuencia una gran disturbancia del ambiente lo que ha originado grandes problemas de contaminación. Se estima que la distribución de la demanda por agua fresca en los sectores de agricultura, industria y domestico es de 70, 22 y 8 % respectivamente (Saladie & Olivares, 2010). Esta distribución de la demanda ha resultado en la generación de volúmenes inmensos de agua con grandes cantidades de contaminantes. Dentro del grupo de contaminantes con una presencia importante se encuentran los colorantes, tintes y pigmentos. En correspondencia con su importancia como contaminantes, igualmente, se ha observado un incremento significativo en la producción y utilización de colorantes, tintes y pigmentos en una diversidad de procesos industriales, principalmente en la IT (Gupta & Suhas, 2009).

Los efluentes de agua de la IT tienen una composición muy variable, son alcalinos, coloreados, con alta concentración de metales pesados; contienen aditivos, que hacen que estas efluentes sean considerados altamente contaminantes y, que si no son tratados adecuadamente pueden llegar a afectar al ambiente y la salud humana (Robinson, McMullan, Marchant, & Nigam, 2001). Así, las efluentes de agua de la IT constituye un problema ambiental, económico y social, ya que el destino final de los efluentes son los recursos hídricos. Aunque, en la actualidad existe diversos tratamientos que son aplicables a estas efluentes y los esfuerzos se orientan a las TBA. Sin embargo, existe la necesidad de realizar más estudios para entender mejor el proceso de adsorción en materiales adsorbentes de bajo costo, así como, para hacer evidente la efectividad de esta tecnología. Varios adsorbentes de bajo costo exhiben una gran eficiencia en la remoción de colorantes. Si los adsorbentes de bajo costo se desempeñan bien removiendo colorantes a un costo muy bajo, ellos se pueden usar ampliamente en las industrias, no solamente para minimizar costos, sino también, para que organismos vivos y el medio se puedan beneficiar de la disminución o eliminación de contaminantes potencialmente tóxicos como colorantes, tintes y pigmentos (Geetha & Belagali, 2013).

De acuerdo a datos bibliográficos la retención de colorantes orgánicos presentes en medios acuosos depende no solo de sus propiedades fisicoquímicas sino también de las propiedades de quien actúa como adsorbente. En el caso particular de este trabajo de titulación se seleccionaron dos colorantes azoicos (uno catiónico llamado Basic Azul Marino 2 RN y uno aniónico llamado Drimaren Azul Marino CL-R) y tres arcillas procedentes de Loja, Guaranda y Cañar. Una caracterización de estos minerales arcillosos: composición química y mineralógica, permitirá evaluar sus propiedades que junto a ensayos de adsorción permitirán evaluar su potencial como adsorbente de colorantes de naturaleza catiónica y aniónica.

OBJETIVOS

1. General

Estudiar la remoción de colorantes de efluentes de plantas textileras usando arcilla como material adsorbente de bajo costo.

2. Específicos

- Caracterización físico-química de muestras agua de la Textilera “El Hilario” del Cantón Guano en la Provincia de Chimborazo.
- Caracterización físico-química de muestras de arcillas procedentes de los cantones de Loja, Cañar y Guaranda provenientes de las provincias de Loja, Cañar y Bolívar, respectivamente.
- Determinación del punto de carga cero (PCC) y punto isoeléctrico (PIE) de las muestras de arcilla en estudio.
- Evaluación del potencial de remoción de colorantes catiónicos y aniónicos que exhiben las muestras de arcillas en estudio.
- Evaluación del potencial de remoción de colorantes de los efluentes de la textilera “El Hilario” que exhiben las muestras de arcillas en estudio.

ESTADO DEL ARTE

1. Industria textil

Es el sector industrial y económico dedicado a la producción y transformación en productos textiles manufacturados de fibras naturales y sintéticas – lino, cáñamo, algodón, lana, seda, cuero, entre otros.

2. Tecnología textil

De los distintos pasos involucrados en el procesamiento de textiles en una fábrica de algodón. Los pasos que involucran un procesamiento húmedo o que requieren agua para su ejecución y que generan grandes volúmenes de aguas contaminadas son: (1) Tejido. (2) Preparación. (3) Desencolado textil. (4) Blanqueamiento o decoloración química. (5) Teñido. (6) Mercerizado – se trata las fibras de algodón con Hidróxido de sodio– (7) Terminado y acabado. En general, alrededor del 50% de agua contaminada se origina en el desencolado o “de-sizing” y estas aguas tiene una inusual alta demanda bioquímica de oxígeno (DBO) (Babu, Parande, Raghu, & Kumar, 2007).

3. Colorantes

Los colorantes son sustancias orgánicas que dan color y apariencia. La estructura química de un colorante es la responsable de su color, y su estructura esta compuestas de *cromógeno* –sustancias coloreadas, como el benceno, anillos aromáticos, entre otros–, *cromóforo* –conjunto de átomos en una molécula responsable de su color– y *auxocromo* – grupo de átomos que aumenta la capacidad de los cromógeno para actuar como colorante– (Martínez, 2017). Para que una sustancia funcione como colorante debe poseer un color adecuado, capacidad de fijación al tejido, resistencia a la acción del agua. Existe más de 100000 tipos de colorantes disponibles comercialmente, y se estima que anualmente se producen alrededor de 7000 tintes nuevos (Robinson et al., 2001).

3.1. Origen de los colorantes

Los colorantes son compuestos generalmente orgánicos que tienen la capacidad de impartir color a fibras de diversos orígenes, ya sea textil, como también cuero, papel, plástico e incluso alimentos (Yagub, Sen, Afroze, & Ang, 2014).

3.2. Clasificación de los colorantes

Se pueden clasificar de acuerdo a su composición o estructura química y por su uso o método de aplicación (Nieto, 2015).

Por su composición o estructura química

Dentro de este grupo los más frecuentes son los colorantes *azoicos*, la parte de la molécula de colorante que proporciona la característica de color es el grupo azo, que consta de dos átomos de nitrógeno unidos a través de un doble enlace (-N=N-), y estos a su vez están unidos a grupos alifáticos o aromáticos (Nieto, 2015). En la Figura 1 se ilustran las partes estructurales y grupos funcionales presentes en colorantes. En la Figura 2 se muestra la estructura molecular de un colorante aniónico.

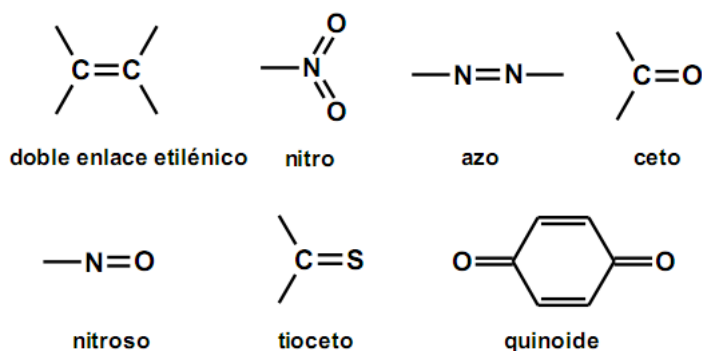
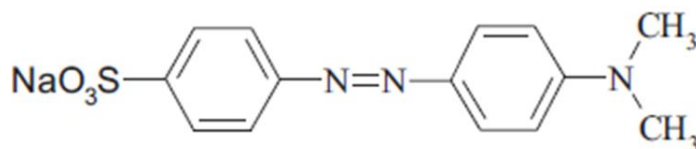


Figura 1. Partes estructurales y grupos funcionales presentes en los colorantes. Fuente: (Martínez, 2017).



Naranja ácido 52, naturaleza aniónica,

Figura 2. Estructura molecular de un colorante azoico de naturaleza aniónica. Adaptado de (Elmoubarki et al., 2015).

Por su uso o método de aplicación

En la Tabla 1, se listan los grupos más comunes de colorantes clasificados según su uso y método de aplicación. Los más comunes son los reactivos, dispersos, ácidos, básicos, directos, tina, entre otros (Martínez, 2017).

Tabla 1. Clasificación de colorantes y aditivos para colorear por el uso o método de aplicación.

Clase	Método de aplicación	Descripción
Acido	Baños neutros	Están constituidos químicamente por moléculas de grupos ácidos, son <i>colorantes aniónicos</i> solubles en agua (Gupta & Suhas, 2009).
Básico	Baños ácidos	Estos colorantes pueden ser disueltos en agua producen cationes por lo que se denomina <i>tintes catiónicos</i> (Gupta & Suhas, 2009).
Directo	Baños neutros o alcalinos	Son <i>colorantes aniónicos</i> solubles en agua debido a la presencia de uno o más grupos ácido sulfúrico salificados (Gupta & Suhas, 2009).
Disperso	En alta temperatura y presión	Son <i>colorantes aniónicos</i> cuyas moléculas tienen un menor tamaño considerados hidrofóbicos y poco solubles (Contreras, 2011).
Mordiente	En conjunción con quelante de sales de Cr.	Son colorantes añadido antes o después de la tinción que realza las propiedades del tinturado (Contreras, 2011).
Reactivo	Reacciona con el grupo funcional de la fibra bajo influencia de calor y pH	Estos colorantes presenta una estructura química simple, pueden formar enlaces covalentes con la fibra y contienen grupos cromóforos (Gupta & Suhas, 2009).
Solventes	Dilución en sustrato	Colorantes son insoluble en agua y generalmente no polar o poco polar (Gupta & Suhas, 2009).
Sulfuro	Sustrato aromático con sulfuro de sodio y se re-oxidan con fibra que contienen azufre	Tienen estructuras intermedias y son de bajo costo (Gupta & Suhas, 2009).

Elaborado por: Los autores

4. Parámetros Físico–químicos de las aguas

4.1. Parámetros físicos

Temperatura

Es una medición que se requiere para la interpretación de solubilidad de las aguas residuales, sobre las velocidades en el metabolismo, difusión y reacciones químicas y bioquímicas. La tasa de transferencia de oxígeno y por consiguiente el valor del oxígeno

saturado, ya que al incrementar la temperatura la solubilidad del oxígeno disuelto disminuye. Su valor se expresa en grados centígrados (Suarez, 2015).

Turbidez

Sirve para cuantificar el grado de transparencia que tiene un líquido debido a la presencia de sólidos suspendidos. Las partículas suspendidas absorben la radiación solar y hacen que el agua turbia se caliente, reduciendo así la concentración de oxígeno en el agua, entre otras cosas. La turbidez se expresa en unidades nefelométricas que se designa con la siglas en ingles de NTU (Suarez, 2015).

Color

Un material que al ser expuesto a radiación electromagnética en la región del visible absorbe una parte de las ondas y refleja las restantes. Las ondas reflejadas son captadas por el ojo e interpretadas por el cerebro como distintos colores en concordancia con sus longitudes de onda. Así, el color es una experiencia sensorial que captamos a través de los ojos y se genera en el cerebro de los humanos y algunos animales. El color es una propiedad física que puede describir el origen y las propiedades del agua. La coloración indica la posible presencia de óxidos metálicos y óxido férricos. El color se expresa en Unidades de cromo/platino (Suarez, 2015).

4.2. Parámetros químicos

Potencial de hidrógeno (pH)

Es una métrica que sirve para establecer el nivel de acidez o alcalinidad de una sustancia. El pH indica la concentración de iones hidrógeno H^+ presentes en una disolución. Se define como: $pH = \log_{10} [c_{H^+}]$; donde c_{H^+} representa la concentración molar del ion H^+ . Por ejemplo, un pH de 7 corresponde con una concentración de 1×10^{-7} M de iones H^+ y la disolución se considera neutra. La escala de pH varía, típicamente, de 0 a 14. Son alcalinas las disoluciones con pH mayores que 7 (la concentración de iones es menor a 1×10^{-7} M). Por otro lado, las disoluciones ácidas tienen un pH menor a 7 (la concentración de iones es mayor 1×10^{-7} M). Es una propiedad primordial que afecta a muchas reacciones químicas y

biológicas, es decir que un aumento o disminución significativos de este parámetro puede causar pérdida de biota nativa, cambios en las funciones fisiológicas (Oram, 2011).

Demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅)

Es la cantidad de oxígeno necesaria para descomponer mediante la acción bioquímica aerobia la materia orgánica presente (Suarez, 2015). Se utiliza para medir el grado de contaminación y se mide transcurridos cinco días de reacción. Se expresa en miligramos de oxígeno diatómico por litro (mg O₂/l). El ensayo consiste en medir la cantidad de oxígeno diatómico disuelto en un medio de incubación al comienzo y al final de un período de cinco días, durante el cual la muestra se mantiene al abrigo del aire, a 20°C y en la oscuridad.

Sólidos en suspensión (SS)

Son sólidos que pueden ser retenidos por filtración, suelen estar en cantidades menores a 1 mg/l (INEM, 2009).

Demanda química de oxígeno (DQO)

Cuantifica la cantidad de sustancias susceptibles de ser oxidadas por medios químicos y que hay disueltas o en suspensión en un muestra líquida. Se expresa en mg O₂/l consumido en la oxidación química de las sustancias reductoras (Suarez, 2015).

4.3. Límites máximos permisibles de los parámetros físico-químicos

En la Tabla 2 se listan los límites máximos permisibles de los descriptores (Suarez, 2015, Ministerio del Ambiente, 2015) más importantes del nivel de contaminación de efluentes de agua.

Tabla 2. Límites máximos permisibles en descarga de efluentes en fuentes hídricas.

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Color	Color	Pt/Co	Inapreciable en dilución: 1/20
Demanda bioquímica de Oxígeno	DBO ₅	mg/l	100
Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	250
Potencial de hidrogeno	pH		5 – 9
Sólidos suspendidos	SS	mg/l	100
Sólidos totales		mg/l	1600
Temperatura		°C	< 35°

Elaborado por los autores

5. Materiales adsorbentes: la arcilla

La arcilla son agregados de silicatos de aluminio hidratados cuya fórmula es: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, que resultan de la descomposición de rocas sedimentarias. Se encuentran con diversas coloraciones según las impurezas que contiene, desde el rojo anaranjado hasta el blanco cuando es pura. La arcilla roja debe su color a los componentes férricos que contiene. Físicamente las arcillas son consideradas un coloide, son partículas extremadamente pequeñas con superficie lisa y un diámetro inferior a $2 \mu\text{m}$.

La arcilla es un material natural que posee la propiedad de endurecer al secarse y/o calcinarse. Las arcillas poseen una estructura laminar, constituida por grupos tetraédricos y grupos octaédricos (Martínez, 2017). En la Figura 2 se ilustra la estructura de las arcillas.

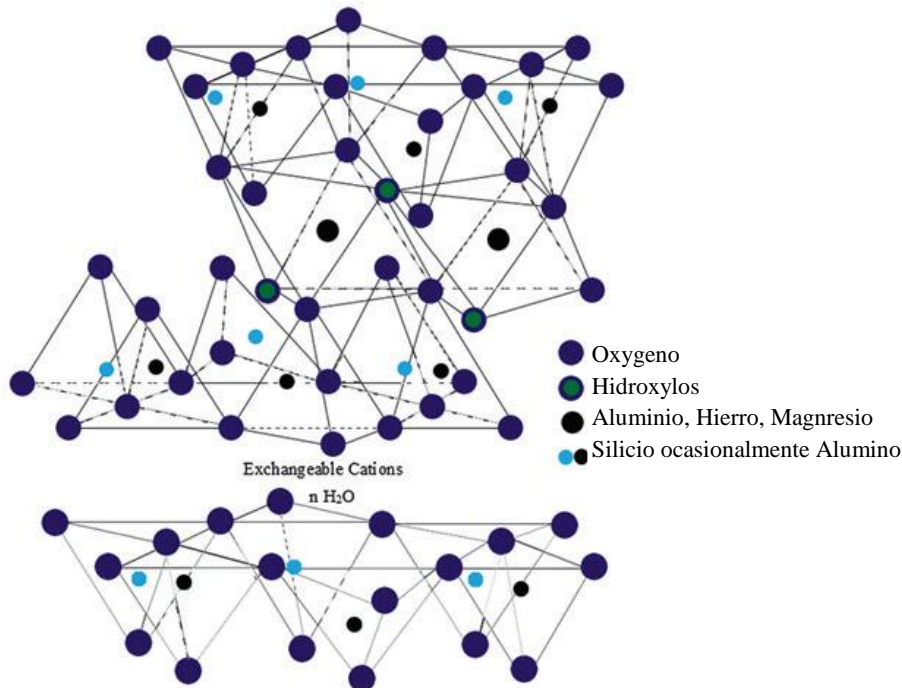


Figura 3. Estructura de las arcillas.

5.1. Arcilla activada

La capacidad de adsorción de las arcillas se puede mejorar, aumentando el área expuesta y modificando la polaridad de la superficie mediante un tratamiento ácido-térmico. Este tratamiento permite, además, eliminar carbonatos y otros óxidos que se pueden encontrar como impurezas, y generar centros ácidos (H^+ y/o H_3O^+). La idea es

generar nuevos espacios vacíos o poros. Las arcillas activadas con ácido que se colocan en medios orgánicos polares son generalmente utilizadas para remover colorantes aniónicos y catiónicos (Gupta & Suhas, 2009).

5.2. Clasificación de las arcillas

Las arcillas se clasifican de acuerdo a su estructura laminar en: a) Grupo 1:1. Conocido como la familia de los caolines, están compuestos por una capa tetraédrica y una octaédrica. b) Grupo 2:1. Familia de las esméctitas, están formadas por dos capas tetraédricas y una octaédrica (Nieto, 2015). En la Tabla 3, se lista grupos de arcillas según su estructura laminar.

Tabla 3. Clasificación de las arcillas (Ismadji, Soetaredjo, & Ayucitra, 2015).

Grupo	Descripción	Grupo estructural
Caolinita	Son arcillas producto de meteorización del feldespato, ortoclasa se encuentra comúnmente en suelos formados por sedimentos	1:1
Illita	Resultan de la meteorización de las micas, estas poseen menos cantidad de potasio y más agua en su composición. Debido a que tiene un enlace de láminas más débil que la caolinita, lo que resulta en partículas pequeñas y delgadas	2:1.
Esmectita	Este mineral es el resultado de la meteorización del feldespato plagioclasas en depósitos de cenizas volcánicas, lo cual les confiere la capacidad de absorber moléculas de agua, lo cual hace que el volumen aumente	2:1
Vermiculita	Este mineral tiene una similitud con la estructura esmectita, se puede diferenciar por que posee mayor contenido de magnesio en la estructura	2:1

Elaborado por los autores

5.3. Propiedades físico-químicas de las arcillas

Las propiedades más relevantes de las arcillas son: tamaño de partículas menor a 2 μm , morfología laminar, hidratación e hinchazón, plasticidad y la capacidad de poseer cargas en su superficie. Poseen una gran superficie específica y una gran capacidad de intercambio iónico.

La capacidad de captación de iones varía de una arcilla a otra y se relaciona directamente con su estructura laminar. En las arcillas del grupo 1:1 las láminas se encuentran fuertemente enlazadas (mediante enlaces del tipo puente de hidrogeno entre

grupo OH) y *no* pueden incorporar cationes entre las capas. Por el contrario, en las arcillas del grupo 2:1, se confrontan capas tetraédricas y no son posible enlaces tipo puente de hidrógeno entre capas. En este caso, la estructura laminar que se encuentra descompensada eléctricamente se compensa atrapando cationes en los espacios entre láminas, por ejemplo K en la illita. De esta manera, se permite la entrada de agua y otras moléculas en los espacios entre láminas y se produce un incremento de la distancia entre láminas (“hinchamiento” de la arcilla). Con el agua vienen cationes disueltos, que su vez, pueden ser adsorbidos en dicho espacio.

La capacidad de intercambio catiónico (CIC) se define como la suma de todos los cationes que un mineral puede adsorber a un determinado pH. La CIC es equivalente a la medida del total de cargas negativas del mineral. Estas cargas negativas pueden ser generadas de tres formas diferentes, por: (1) Sustituciones isomorfas dentro de la estructura. (2) Enlaces incompletos en los bordes y superficies externas. (3) Disociación de los grupos hidroxilos accesibles. El primer tipo de carga recibe el nombre de *carga permanente* y supone hasta el 80 % de la carga neta de la partícula; además es independiente del pH y de la actividad iónica del medio. Los dos últimos tipos de carga varían en función del pH y de la actividad iónica, estos corresponden a bordes en la superficie de la partícula que son cristalinos, químicamente activos y representan hasta el 20 % de la carga total de la lámina. En la Tabla 4 se lista la capacidad de intercambio catiónico (en meq/100 g) de un grupo representativo de arcillas.

Tabla 4. Capacidad de intercambio catiónico de algunas arcillas (Martínez, 2017).

Arcilla	Capacidad de intercambio catiónico, expresada en meq/100 g	Superficie específica, expresada en m²/g
Caolinita 1:1	3-5	15-50
Halloisita 1:1	10-40	60
Illita 2.1	10-50	100
Montmorillonita 2:1	80-200	800
Vermiculita 2:1	100-200	750
Bentonita	60-170	150-800
Alófanos	10-150	700-1100

Elaborado por los autores.

6. Técnicas experimentales

6.1. Superficie específica (SE)

Se define como el área de la superficie externa *más* el área de la superficie interna de las partículas, por unidad de masa, expresada en m^2/g . En la Tabla 4 se listan valores de la superficie específica de algunas arcillas (Malagon, 1979). La superficie específica se determina en este estudio mediante el ensayo de adsorción de azul de metileno, el cual se basa en la adsorción de la molécula de azul de metileno para determinar la capacidad de intercambio que tiene las arcillas.

Para calcular la superficie específica se usa la ecuación 1 (ec. 1).

$$Se = \frac{W_{AM}}{V_{SAM}} * \frac{1}{W_{muestra}} * V_{AM} * A_{AM} * \frac{1}{P_{AM}} * N_{av} \quad (ec.1)$$

Donde, Se = Superficie específica (m^2/g), W_{AM} = Masa de Azul de metileno (g), V_{SAM} = Volumen de la solución de azul de metileno (ml), $W_{muestra}$ = Masa de la muestra (g), V_{AM} = Volumen de azul de metileno añadido (ml), A_{AM} = Área cubierta por un catión de azul de metileno ($m^2/molécula$), P_{AM} = Peso molecular del azul de metileno (g/mol), y N_{av} = Número de Avogadro (molécula/mol). Valores constantes: $W_{AM} = 0,80g$; $V_{SAM} = 250ml$; $W_{muestra} = 0,50 g$; $V_{AM} = 0,5ml$; $A_{AM} = 1,3 \times 10^{-18} m^2/molécula$; $P_{AM} = 319,79g/mol$; $N_{av} = 6,022e^{+23}$ moléculas/mol.

6.2. Fluorescencia de rayos X

La muestra se expone a un haz de rayos-x y se analiza la energía de fotones de rayos-x dispersados desde la muestra. Esta técnica permite el análisis químico elemental de muestras solidas (Garcia, 2014).

6.3. Difracción de rayos X

Se hace incidir sobre la muestra un haz de rayos-x y se registra los rayos-x dispersados en función de la posición angular. Esta técnica permite realizar un análisis cualitativo y cuantitativo de las diferentes fases minerales que componen la muestra (García, 2014).

6.4. Microscopia electrónica de barrido (MEB)

Se hace incidir sobre la muestra un haz de electrones y se registran los electrones secundarios que son producidos en la superficie de la muestra en función de la posición. Logrando de esta manera microfotografías muy precisa de la superficie y morfología de la muestra (Ledea et al., 2010).

6.5. Espectroscopia de la energía de fotones de rayos-x dispersados (EDX)

Se analiza la energía de los fotones de rayos-x que han sido producidos en la muestra después que un haz de electrones interacciona con la muestra. Se fundamenta en el hecho que el patrón de energías de estos fotones es único para cada elemento de la tabla periódica. Así, esta técnica permite realizar un análisis químico elemental específico de áreas muy pequeñas de la muestra (García, 2014).

6.6. Espectrometría de UV- Visible

Se fundamenta en la absorción de radiación electromagnética que puede exhibir un medio. Se hace incidir un haz de luz y se registra el número de fotones que pasa a través de la muestra en función de su longitud de onda (espectro). El uso de la relación de Beer-Lambert-Bouguer permite construir una curva de calibración fundamentada en la relación que existe entre el número de fotones absorbidos con la concentración de absorbentes presentes en el medio (García, 2014). Para construir la curva de calibración se registra la absorbancia en la longitud de onda de los fotones con mayor absorbancia y se grafica como una función de la concentración de los absorbentes (Nieto, 2015).

6.7. Potencial de carga cero (PCC) y punto isoeléctrico (PIE)

El punto de carga cero está especificado por el valor de pH en donde las partículas sólidas están eléctricamente neutras, en este punto, las partículas no atrae iones positivos o negativos. Al incrementar el pH por arriba del valor de pH correspondiente al PCC, las cargas de las partículas de arcilla en el medio líquido se hacen negativas y la capacidad de adsorber cargas positivas incrementa. Al disminuir el pH por debajo del pH correspondiente al PCC las partículas se cargan positivamente y la capacidad de adsorber cargas negativas (aniones) aumenta (Martínez, 2017).

El PIE, corresponde al valor de pH en el cual la molécula tiene un potencia zeta igual a cero (Amaringo & Hormaza, 2013), es decir la suma de todas las cargas positivas es igual a la suma de las cargas negativas.

6.8. Adsorción

La adsorción es un fenómeno físico-químico que hace que aumente la concentración de del material (adsorbato) en la superficie de cuerpos sólidos. Se utiliza para la eliminación de contaminantes orgánicos disueltos como los colorantes procedentes de aguas residuales industriales. Cuando una solución que posee un soluto absorbible, también conocido como adsorbato, se pone en contacto con un sólido, llamado adsorbente y que tiene una estructura superficial altamente porosa, las fuerzas de atracción intermoleculares líquido - sólidas hace que el soluto se concentre en la superficie sólida (Kandisa & Saibaba, 2016). El estudio del proceso de adsorción usualmente implica una serie de experimentos empleando diferentes parámetros como la concentración inicial, la temperatura, la dosis de adsorbente inicial y pH.

6.9. Evaluación de la adsorción de colorantes

Para evaluar la efectividad de las arcillas en la remoción de colorantes, se realizaron medidas de absorbancia óptica en un Espectrofotómetro de UV-visible HACH DR 5000. Para convertir medidas de absorbancia en valores de concentración, se determinó la curva de calibración, empleando soluciones con diferentes concentraciones conocidas de colorantes (Nieto, 2015).

El porcentaje de remoción se determinó con la ecuación (ec. 2)

$$\% \text{ remoción} = \frac{(C_0 - C_{sol})}{C_0} * 100 \% \quad (\text{ec. 2})$$

Donde, C_0 = concentración inicial del colorante en la solución expresada en ppm, C_{sol} = concentración de colorante en la solución con material adsorbente una vez transcurrido el tiempo de contacto.

METODOLOGÍA

1. Análisis de aguas residuales de la Textilera “El Hilario”

- Toma de muestra.
Se recolectaron muestras de agua del efluente de la industria Textilera el “Hilario” ubicada en la provincia de Chimborazo cantón Guano.
- Se determinaron los parámetros físico-químicos de las muestras.
Se realizaron análisis de: pH, conductividad, turbidez, color, demanda química de oxígeno (DQO), demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅), sólidos suspendidos, temperatura, sólidos totales, con la muestra de agua residual tomada en la Textilera “El Hilario”.

2. Caracterización de las tres muestras de arcilla en estudio

- Recolección de muestras
Las muestras de arcilla que se utilizaron en el proyecto de investigación fueron tomadas de las bodegas de almacenamiento de la empresa “Cemento Chimborazo” en las cuales existen tres tipos de arcillas las mismas que provienen de las minas de Guaranda, Loja y Cañar.
- Pretratamiento de las arcillas.
Las arcillas fueron trituradas, pulverizadas y tamizadas usando un tamiz de 50 µm.
- Activación de las arcillas.

La arcilla se sometió al contacto con una solución de ácido sulfúrico H₂SO₄ (2N), en una relación de 10 ml de ácido/g de arcilla, en una cabina extractora de gases, manteniendo la muestra de arcilla en permanente agitación y a una temperatura constante de 90 °C por 2 horas. Luego se lava el material hasta que se logra la eliminación de sulfuros (verificado mediante la conductividad) y se deja secar en estufa a 60 °C por 12 h (Wu, Tseng, & Juang, 2001)

3. Caracterización de las arcillas

3.1. Superficie específica–Método Azul de metileno.

- Se pesó 0.50 g arcilla, se le agrego 10 ml de agua desionizada.
- Adicionó 15 ml de una solución de H_2O_2 (peróxido de hidrógeno) al 3 %.
- Adicionó 0.5 ml de la solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) a 5N.
- Se aforó con agua destilada hasta alcanzar un volumen final de 50 ml.
- Se calentó la suspensión a una temperatura de 40 °C durante 10 minutos con agitación constante.
- Se preparó una solución de azul de metileno pesando 0,80 g de azul de metileno y aforando 250 ml.
- Llenar una bureta de 50 ml con la solución de azul de metileno.
- Se adicionó 0,5 ml de la solución de azul de metileno a la suspensión de arcilla, manteniendo la mezcla en agitación constante.
- Después de transcurrido 1 minuto se tomó una alícuota de la mezcla con un tubo capilar y se colocó una gota en un papel filtro N° 40.
- Se repitieron los dos pasos anteriores hasta que, en la mancha del papel filtro apareció un halo alrededor de ésta. Cuando esto ocurrió, se midió el volumen total de la solución de azul de metileno que ha sido dispensada a la muestra (en términos del número de veces que se dispensaron porciones de 0,5 ml)

3.2. Curva de calibración

Para la calibración se utilizó un Espectrofotómetro de UV-visible HACH DR 5000, donde se realiza un barrido completo de longitudes de onda donde se identifica la máxima absorbancia tanto en colorantes catiónicos, aniónicos y muestra de agua textil.

Tomando como referencia la longitud de onda de máxima absorbancia del colorante usando el mismo espectrofotómetro, se midieron absorbancias a diferentes concentraciones con el que obtuvo una ecuación de línea recta para calcular la concentración presente en una muestra determinada (Nieto, 2015).

3.3. Análisis de composición química elemental usando fluorescencia de rayo-x.

El análisis químico de las muestras (expresado en porcentaje en peso de óxidos) se ejecutó usando un espectrómetro de fluorescencia de rayos-x (S1 TURBOSD handles XRF analyzer, Bruker).

3.4. Análisis de morfológico de las arcillas usando el Microscopio Electrónico de Barrido.

La morfología y tamaño se realizó el Microscopio Electrónico de Barrido VEGA3 TESCAM (TESCAN ORASYA HOLDING, a.s., Libusina tr.21, 623 00 Brno – Kohoutivice, Ceska Repubika).

3.5. Análisis químico elemental usando espectroscopia de la energía de fotones de rayos-x dispersados.

La morfología y tamaño y el análisis químico elemental se realizó el Microscopio Electrónico de Barrido VEGA3 TESCAM (TESCAN ORASYA HOLDING, a.s., Libusina tr.21, 623 00 Brno – Kohoutivice, Ceska Repubika).

3.6. Análisis de fases minerales, usando difracción de rayos-x.

Las fases cristalinas fueron analizadas con el difractómetro de rayos-x (D8 Advance, Bruker) equipado con un ánodo de cobre ($\lambda=1,5418 \times 10^{-10}$ m) y un detector lineal (LynxEye compound silicon strip detector, Bruker). Los difractogramas fueron colectados en un rango de 4 a 100 grados, con un paso de 0,02 grados y un tiempo de medida de 2 segundos por paso. El análisis del difractograma se realizó a través de su comparación con espectrogramas estándar usando el software DIFFRAC.SUITE EVA de Bruker.

3.7 Determinación del punto de carga cero (PCC)

Se prepararon seis soluciones con un pH inicial de 2, 4, 6, 8, 10 y 12; partiendo de 50 ml de agua destilada en un Erlenmeyer de 100 ml y a estas soluciones, se le añade 0,50 g de arcilla, luego se ajustó el pH de cada solución al valor que se desea, adicionando las cantidades adecuadas de H₂SO₄ (0.1 M) y NaOH (0.1 M). y se dejó por 48 horas bajo agitación y a temperatura ambiente. Se registró el valor del pH en el momento inicial y

después de 48 horas. El PCC corresponde con el punto donde la curva de pH final en función del pH inicial corta la diagonal que sustenta un ángulo de 45° con la horizontal.

3.8. Determinación del Punto Isoeléctrico (PIE)

El PIE se determinó mediante medidas del potencial zeta. En un Erlenmeyer de 100 ml se adicionó 50 ml de agua destilada, a estas soluciones se agregó 0,50 g de arcilla, ajustando el pH de cada solución entre 2 y 12 unidades, adicionando las cantidades adecuadas de H₂SO₄ (0.1 M) y NaOH (0.1 M). y se sometió a agitación por 2 horas. Transcurrido este tiempo se midió el potencial zeta usando el pH-metro con el electrodo de potencial.

3.9. Determinación del pH en H₂O y pH en KCL

La medición del pH de las partículas de arcilla en H₂O y KCL permite determinar la cantidad de cargas que predominan en su superficie. Si pH en KCL menos pH en H₂O es positivo las arcillas adsorben aniones y si es negativo adsorben cationes.

El pH se determinó en H₂O y KCl 1N utilizando una relación arcilla:agua de 1:2,5.

4. Evaluación del potencial de remoción de un colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN” (CC)

- Se prepararon soluciones coloreadas con el CC “Basic Azul Marino 2 RN” con un pH de 2, 4, 6, 8, 10 y 12; un volumen de 50 ml. La concentración del colorante fue 40 ppm y se mantuvo a una temperatura ambiente constante.
- Se dispensó en cada solución una cantidad de 0,30 g de arcilla.
- Se mantuvo en agitación y se midió la absorbancia óptica de cada una de las soluciones una vez transcurrido 2, 4, 8, 16, 32, 64 min. Se analizó la concentración en la solución sobrenadante usando un espectrofotómetro UV-Vis, monitoreando los cambios de absorbancia a la longitud de onda de 650 nm. Las curvas de calibración se obtuvieron con soluciones estándares de “Basic Azul Marino 2 RN”. Se emplearon soluciones blanco para cada serie de experimentos.
- Este procedimiento se repitió con las tres muestras de arcilla en estudio.

- Con los valores de absorbancia se determinan los nuevos valores de la concentración a través de la curva de calibración. Con estos valores de concentración y el valor de concentración inicial se calculó el porcentaje de remoción (ecuación 2).

5. Evaluación del potencial de remoción de un colorante aniónico “Drimaren azul marino CL-R” (CA)

- Se prepararon soluciones coloreadas con un CA “Drimaren azul marino CL-R” con un pH de 2, 4, 6, 8,10 y 12; un volumen de 50 ml. La concentración del colorante fue de 40 ppm y la temperatura se mantuvo constante a la TA.
- Se dispuso en cada solución una cantidad de 0,50 g de arcilla.
- Se mantuvo en agitación y Se midió la absorbancia óptica de cada una de las soluciones una vez transcurrido 10, 15, 30, 60 y 90 min. Se midió la cantidad de color remanente en la solución sobrenadante usando un espectrofotómetro UV-Vis, monitoreando los cambios de absorbancia a la longitud de onda de 600 nm. Las curvas de calibración se obtuvieron con soluciones estándares de “Drimaren Azul Marino CL-R”. Se emplearon soluciones blanco para cada serie de experimentos.
- Este procedimiento se repitió con las tres muestras de arcilla en estudio.
- Con los valores de absorbancia se determinaron los nuevos valores de la concentración a través de la curva de calibración. Con estos valores de concentración y con el valor de concentración inicial se calculó el porcentaje de remoción. (ecuación 2).

6. Evaluación del potencial de remoción de los colorantes de una muestra de agua de la textilera “El Hilario”.

Se seleccionó la arcilla de Loja para evaluar su potencial de remoción de colorantes presentes en el agua de la textilera “El Hilario”. La arcilla de Loja exhibió mayor efectividad en la remoción de CC y CA. Sin embargo, en el caso de la muestra de agua de la textilera “El Hilario” no se conoce ni la concentración ni los colorantes que predominan en la muestra. Así que para la evaluación del potencial de remoción:

Se tomaron 50 ml de agua residual procedente de la textilera.

- Se diluyó hasta conseguir una absorbancia medible por el espectrofotómetro.
- Se registró el espectro de absorción, con el propósito de identificar la longitud de onda más conveniente para realizar las siguientes medidas de absorción. Consiguiendo que a una longitud de onda de 612 nm ocurre la máxima absorción óptica de la muestra de aguas de la textilera.
- Se ajustó el pH por *arriba* del PCC de la arcilla de Loja, con el propósito de crear condiciones para remover el CC (con carga positiva).
- Se midió la absorbancia óptica de la solución una vez transcurrido 15, 30, 60 y 120 min.
- Se ajustó el pH por *debajo* del PCC de la arcilla de Loja, con el propósito de crear condiciones para remover el CA (Con carga negativa).
- Con los valores de absorbancia se determinaron las variaciones relativas en la absorbancia de la solución.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

1. Caracterización físico – químicas del agua residual textil “El Hilario”

En la Tabla 5, se listan los resultados de los análisis físicos-químicos de las muestras de agua provenientes de la Textilera “El Hilario”. También, se listan los valores máximos permisibles establecidos en el Texto Unificado de Legislación Secundaria del Ministerio del Ambiente (Ministerio del Ambiente, 2015).

Tabla 5. Parámetros físico-químicos de la muestra de agua del efluente de la Textilera “El Hilario” y los límites permisibles establecidos.

Parámetros	Unidades	Valor Textilera “El Hilario”	Límites permisibles a cuerpo de agua dulce	Cumple norma
Físicos				
Color	Pt/Co	3650	Inapreciable en dilución: 1/20	-
Temperatura	°C	25	< 35	Si
Turbidez	NTU	57	-	-
Químicos				
Conductividad	us/sm	2790	-	-
Demanda bioquímica de oxígeno	mg/l	220	100	No
Demanda química de oxígeno	mg/l	685	250	No
Potencial de hidrógeno	Ph	11,03	5 – 9	No
Sólidos suspendidos	mg/l	212	100	No
Sólidos totales	mg/l	1000	1600	Si

Fuente: TULSMA libro VI Anexo 1 Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes: recurso agua (Ministerio del Ambiente, 2015). Elaborado por los autores.

En la tabla 5, se evidencia que de los 9 parámetros seleccionados para realizar el análisis físico-químico, 3 de ellos (color, conductividad y turbidez) no tienen máximos permisibles establecidos en la norma, 2 (sólidos totales y la temperatura) cumplen con lo establecido en la norma, y 4 (Demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅), potencial de hidrogeno, Demanda química de oxígeno (DQO) y sólidos suspendidos) superan el máximo permitido en la norma.

De acuerdo con los datos obtenidos de la muestra de agua de la textilera “El Hilario” la Demanda química de oxígeno triplica el valor máximo establecido de 250 mg/l. Valores altos de la DQO impiden la oxidación y la degradación de la materia orgánica e inorgánica,

y conduce a que en un cuerpo de agua dulce se produzca la eutrofización de igual manera el pH supera los límites permisibles alterando la flora y fauna del ecosistema acuático (Saldarriaga, Hoyo, & Correa, 2011).

Otro de los parámetros que se encuentra duplicando del rango máximo permitido de 100 mg/l son los sólidos en suspensión lo que trae como consecuencia problemas de color, turbidez, olor, y limita la capacidad de auto depuración de un cuerpo de agua (Argandoña & Macías, 2013).

2. Caracterización físico-química de las arcillas

2.1. Superficie Específica.

La superficie específica (SE) de una arcilla, es el cociente que resulta de dividir la superficie (interna + externa) de una partícula entre su masa. Es la cantidad de superficie que hay por unidad de masa y es una propiedad importante de los adsorbentes. Los valores de la SE de las arcillas estudiadas se muestran en la Tabla 6. Se encontró que la arcilla que exhibe una mayor SE es la arcilla de Loja seguida por la de Guaranda y estas duplican en SE a la arcilla de Cañar.

En la Tabla 6, también podemos observar que las arcillas tanto naturales como activadas, tienen valores de pH en KCL menores que pH en H₂O y el Δ pH es negativo, este resultado sugiere que las arcillas a pH de campo poseen cargas negativas en su superficie y que poseen una capacidad intrínseca de atraer cargas positivas (cationes) (Gillman & Uehara, 1980), la condición inversa ocurre cuando el Δ pH es positivo y la arcilla exhibe capacidad de atraer cargas negativas (aniones) (Fassbender & Bornemisza, 1987).

Las arcillas con predominio de cargas negativas se han denominado arcillas catiónicas, ya que exhiben capacidad de adsorber colorantes catiónicos (Figura 7). En la naturaleza las arcillas aniónicas no son tan frecuente como las catiónicas. Sin embargo, son económicas y fáciles de sintetizar (Aid et al., 2017). De los valores de la Tabla 6, podemos concluir que las tres arcillas tienen una naturaleza catiónica ya que están cargadas negativamente con lo cual tendrían un gran potencial para remover colorantes catiónicos.

Tabla 6. Parámetros físico-químicos de las arcillas en estudio.

Arcilla	Superficie específica (m ² g ⁻¹)	Arcillas Activadas			Arcillas Naturales		
		pH KCl	pH H ₂ O	ΔpH	pH KCL	pH H ₂ O	ΔpH
Loja	164,51	3,00	3,95	- 0,95	5,22	5,70	- 0,48
Guaranda	148,84	3.02	3,97	- 0,95	5,84	6,39	- 0,55
Cañar	78,34	3,39	4,42	- 0,87	5,49	6,36	- 0,87

Elaborado por: Los autores

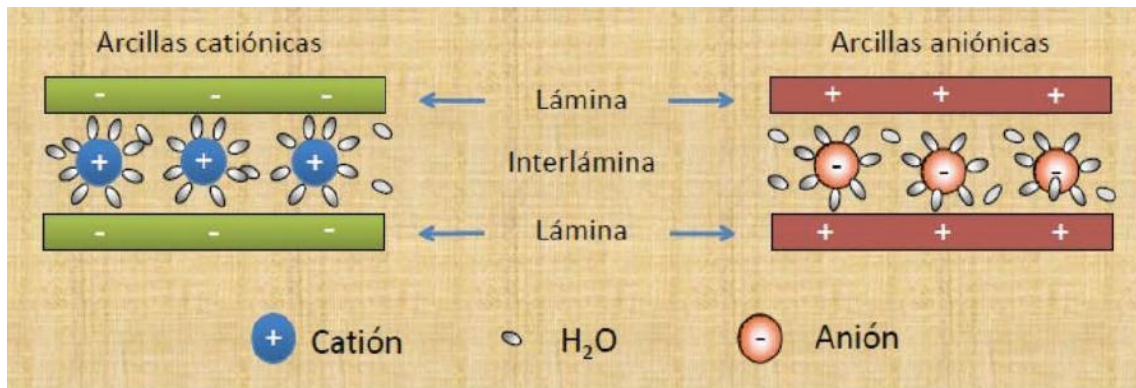


Figura 4. Representación esquemática de la estructura de las arcillas catiónicas (izquierda) y aniónicas (derecha) (Ledea et al., 2010).

2.2 Análisis químico por Fluorescencia de Rayos X.

Las arcillas fueron sometidas a análisis de Fluorescencia de Rayos X (FRX) para conocer su composición química, los resultados obtenidos se observan en la Tabla 7. El contenido de SiO₂ de 36,5% – 35,6% de las arcillas de Loja y Guaranda, es mayor que en Cañar, que se registró un 25,5%. Sin embargo, la cantidad de Al₂O₃ de la arcilla de Loja (24,5%) es mayor que la de Guaranda (15,2%) y la de Cañar (13,9%). Se detectó mayor contenido de MgO (4,19%) y CaO (1,16%), en la arcilla de Loja respecto a Guaranda y Cañar, la presencia de estos elementos se relaciona con que ellos generalmente remplazan al aluminio presente en la capa octaédrica (Shafia et al., 2016) y funcionan como posibles cationes de intercambio.

Tabla 7. Análisis químico con fluorescencia de rayos x de las arcillas de Loja, Guaranda y Cañar.

	Loja	Guaranda	Cañar
Valores expresados en % p			
MgO	4,19	0	0
Al ₂ O ₃	24,50	15,20	13,90
SiO ₂	36,50	35,60	25,50
K ₂ O	0,23	0,59	0,09
CaO	1,16	0,41	0,52
TiO ₂	1,90	0,75	0,94
V ₂ O ₅	0,05	0,03	0,02
Cr ₂ O ₃	0,13	0,06	0,07
MnO	0,49	0,34	0,23
Fe ₂ O ₃	18,20	8,33	9,06

Elaborado por: los autores

De igual manera, se observa un mayor contenido de hierro (18,2%) en la arcilla de Loja con respecto a la arcilla de Guaranda y Cañar (Figura 5), esto sugiere la presencia de óxidos de hierro tales como goethita, ilmenita o nontronita. El contenido de K₂O en la arcilla de Guaranda, en general, podría ser atribuido a su presencia en el espacio interlaminar como catión de intercambio del tipo de arcilla presente o a un contenido levemente superior de feldspatos potásicos en la arcilla de Guaranda.

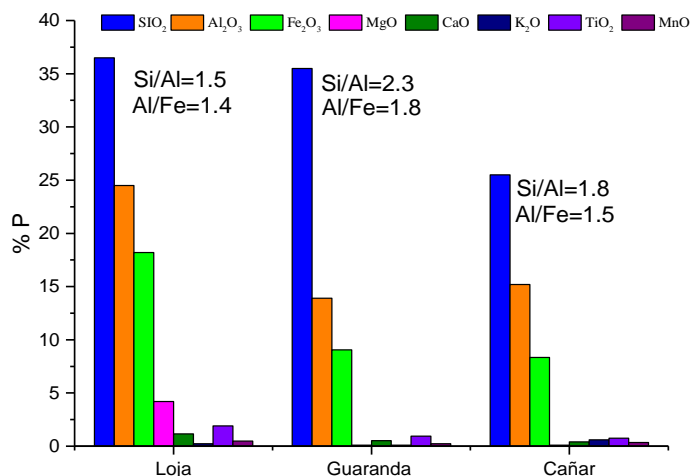


Figura 5. Análisis químico por FRX de las arcillas. Elaborado por: los autores.

La relación de Si/Al controla la capacidad de intercambio catiónico, ya que si el Si es sustituido por Al aumentan las cargas negativas en las partículas de arcilla y estas pueden

atraer cationes (cargas positivas) (Carretero & Pozo, 2007; Fassbender & Bornemisza, 1987). En los análisis realizados, observamos que la relación $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ es mayor en Guaranda > Cañar > Loja. Lo que nos permite concluir que la arcilla de Loja tiene más cargas negativas por la sustitución isomorfica que ocurre cuando el Al^{+3} sustituye al Si^{+4} , con respecto a la de Guaranda y Cañar.

2.3 Análisis con el Microscopia Electrónico de Barrido (MEB) – Espectroscopia de la energía de fotones de rayos X dispersados (EDX)

El análisis con el Microscopio Electrónico Bruker Vega 3 TESCAN, que tiene acoplado un detector de Energía dispersiva de rayos-x para realizar análisis químico-puntuales. Para cada muestra, se observó la morfología, en las condiciones de mayor aumento que permite el microscopio, y se realizó el análisis químico en varios puntos de la muestra. En la Figura 6 se muestran micrografías representativas de la arcilla de Loja y los resultados del análisis EDX. En esta figura se pueden observar que las partículas de mayor tamaño tienen dimensiones alrededor de 100 micras y existen un gran número de partículas con un tamaño menor a 10 micras. Las partículas exhiben forma irregular y vértices angulares, con pequeñas partículas adheridas a ellas. La relación Si/Al de la partícula identificada como M1 es aproximadamente 1 y esto sugiere que se trata principalmente de una partícula de caolinita, mientras que en la partícula M2 se registran grandes cantidades de hierro lo que se interpreta como perteneciente a un ferrosilicato. Los resultados del EDX de M3 sugieren que se trata principalmente de un silice (relación O/Si = 2) y de pequeñas partículas de caulinita (relación Al/Si = 1).

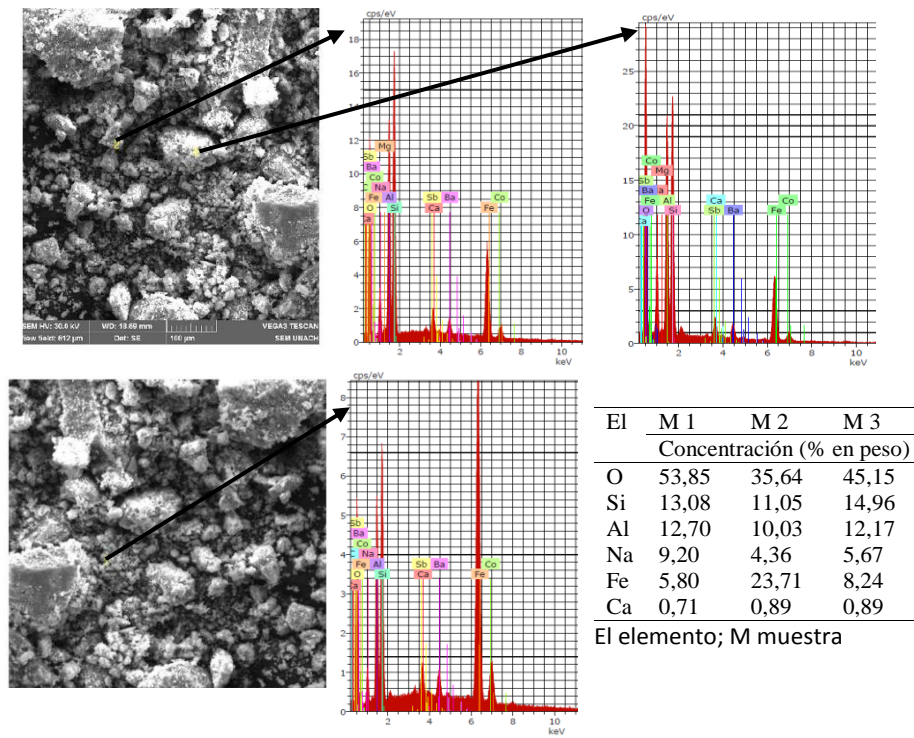


Figura 6. Micrografías y resultados del análisis EDX de muestras de arcilla natural proveniente de Loja.

2.4 Análisis Difracción de rayos-X (DRX)

En la Figura 7 se muestran los difractogramas de las tres muestras en estudio y en la Tabla 8 se listan los resultados del análisis semi-cuantitativo de la composición mineralógica de las tres muestras. Se puede apreciar que las muestras están constituidas por una mezcla de una variedad de compuestos. Sin embargo, la arcilla de Loja contiene mayores cantidades (alrededor de 60%) de arcilla tipo 1:1 (Caolinita), en contraste con el contenido de arcilla tipo 2:1 (Illita) que es de 33%. La muestra de Guaranda está conformada por un 33% de arcilla tipo 1:1 (Caolinita), un 45% de arcilla tipo 2:1 (Illita) y un 22% de oligoclasa –un feldespato. La muestra de Cañar exhibe mayor cantidad (43%) de arcilla tipo 2:1 (Illita) y un 66% de fase minerales primarias.

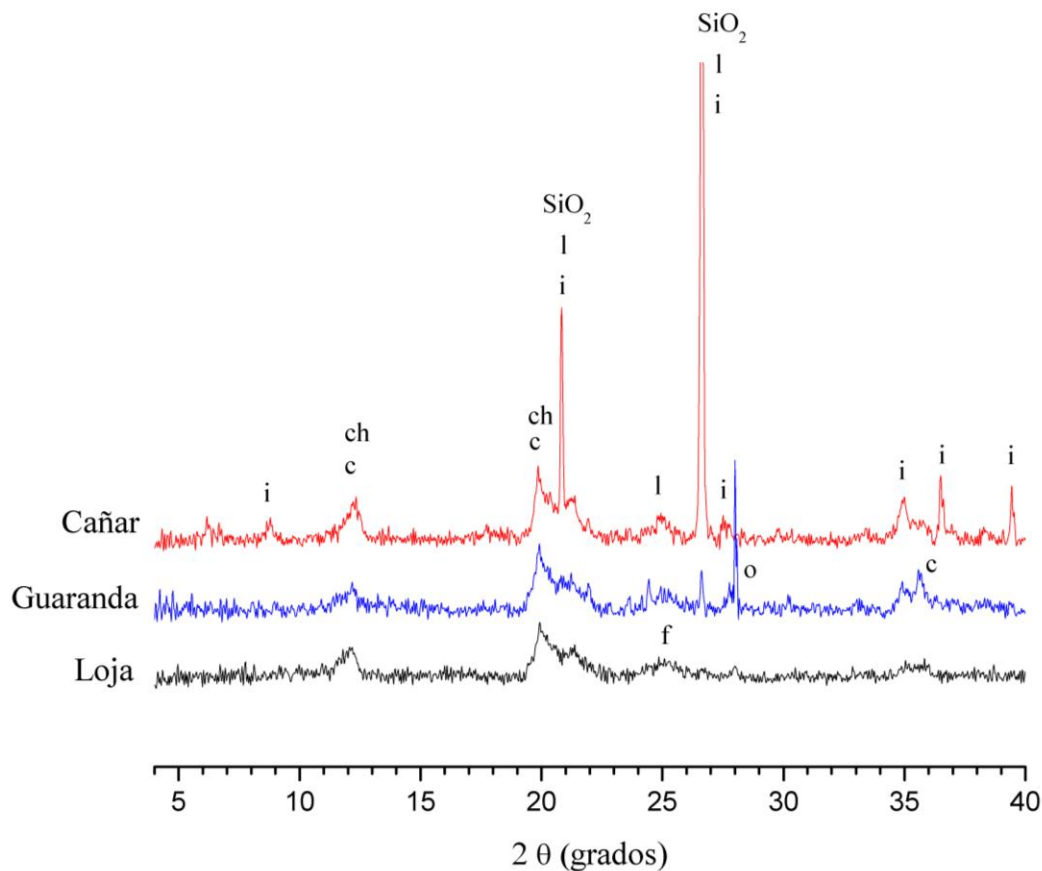


Figura 7. Difractogramas de las arcillas de Loja, Guaranda y Cañar. Caolinita (c). Caolinita hidratada (ch). Illita (i). Fayalita (f). Oligoclasa (o). Laumonita (l).

Tabla 8. Composición mineralógica de las arcillas.

Nombre del compuesto	Loja (%)	Guaranda (%)	Cañar (%)
$Al_2H_4O_9Si_2$ (Caolinita)	46,1	13,8	
$Al_2Si_2O_5(OH)_4$ (Caolinita hidratada)	15,3	18,9	
$Al_4KO_{12}Si_2$ (Ilita)	33,2	45,2	43,2
$(Fe^{+2})_2SiO_4$ (Silicato de hierro, alfa Fayalita)	5,5		
$Al_{1,179}Ca_{0,179}Na_{0,821}O_8Si_{2,821}$ (Oligoclasa)		22,1	
$Al_2CaH_{9,4}O_{17,77}Si_4$ (Laumonita) (zeolitas)			25,4
SiO_2			21,2
$Al_{0,49}Fe_{0,5}KO_8Si_{3,01}$			10,3

2.5. Determinación del punto de carga neta cero (PCC)

La Figura 8, muestra el PCC de cada de una las arcillas en estudio. Cuando se evaluá el PCC, se quiere entender el comportamiento de la arcilla para determinar el número de cargas positivas y negativas dependientes del pH. La Figura 8, muestra que las arcillas de Loja y Cañar tienen la capacidad de cargarse positivamente si el pH de la suspensión es menor a 5,3 y de cargarse negativamente si el pH es mayor a 5,3. La arcilla de Guaranda exhibe un comportamiento diferente teniendo un PCC por debajo de pH 2, y la arcilla de Loja tiene otro PCC cercano a un pH 2.

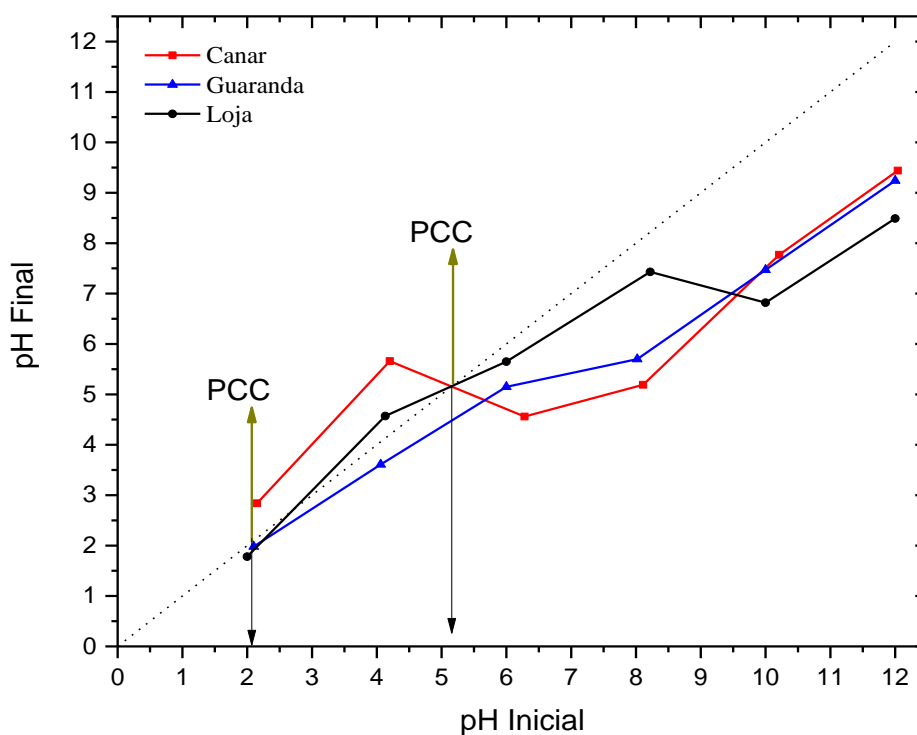


Figura 8. Punto de carga neta cero de las muestras de arcilla: Loja, Guaranda y Cañar.
Elaborado por: los autores

Es importante resaltar que los coloides del suelo responsables por los fenómenos de adsorción son las arcillas y los óxidos de hierro y aluminio, sin embargo, ellos pueden poseer diferentes tipos de cargas. Los autores (Fassbender & Bornemisza, 1987) Fassbender propusieron los siguientes grupos de arcilla según su capacidad de adsorción:

- Arcillas con capacidad de adsorción de cationes, debido a cargas negativas constantes que no dependen del pH del suelo.
- Arcillas con capacidad de adsorción de cationes, debido a cargas negativas variables y que depende del pH.
- Arcillas con capacidad de adsorción de aniones, debido a carga positiva constante que no depende del pH.
- Arcillas con capacidad de adsorción de aniones, debido a la carga positiva variable, que depende del pH.

La carga permanente es el tipo de carga que predomina en los silicatos laminares de tipo 2:1, estando prácticamente ausente en los de tipo 1:1. La carga variable es la que predomina en los minerales silicatados de tipo 1:1 y en los sesquióxidos de hierro y aluminio. En general las arcillas de tipo 1:1 tienen en su mayoría cargas en la superficie externa, mientras que las arcillas de tipo 2:1 tienen cargas en la superficie externa e interna (Carretero & Pozo, 2007).

2.8. Determinación del punto isoeléctrico

Este parámetro es muy valioso para determinar la afinidad de un determinado adsorbente por un adsorbato específico (Amaringo & Hormaza, 2013; Babić, Milonjić, Polovina, & Kaludierović, 1999; Menéndez, Illán-Gómez, y León, & Radovic, 1995). El punto isoeléctrico fue determinado por el método de potencial zeta para las muestras de arcilla, considerando un intervalo de pH entre 2,0 y 12,0; encontrándose que el valor de pH en el cual el potencial zeta es cero (el PIE) en las arcillas de Cañar, Loja y Guaranda fue de 7,61, 7,38 -7,61 y 7,38, respectivamente (Figura 9). Varios autores han sugerido que el PIE se relaciona con cargas externas (C_e) en la superficie de la partícula de arcilla ($PIE \sim C_e$), mientras que el PCC está relacionado con cargas externas e internas (C_i), $PCC \sim C_e + C_i$. Por lo tanto la $PCC - PIE$ está relacionada con la carga internas. Mientras que $PCC/PIE = 1 - C_i/C_e$ se interpreta como un indicador de la proporción de cargas en la superficie externa. En la Tabla 8, se puede apreciar que en todos los casos $PCC-PIE$ conduce a un valor negativo, sin embargo el más negativo lo exhibe la arcilla de cañar, sugiriendo la arcilla de

cañar tienen una mayor proporción de arcillas tipo 2:1. Mientras que la proporción relativa de cargas en la superficie externa PCC/PIE es igual a 0,69 en las arcillas de Loja y Guaranda, lo que sugiere un predominio de arcillas tipo 1:1 en estas muestras.

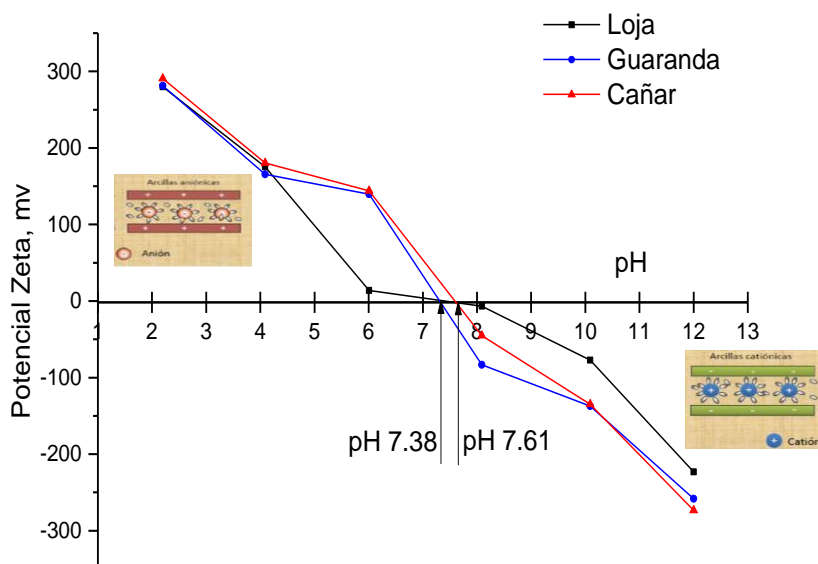


Figura 9. Punto Isoeléctrico de las muestras de arcilla: Loja, Guaranda y Cañar

Elaborado por: los autores

Tabla 8. Propiedades electroquímicas de las arcillas investigadas.

Arcilla	Superficie específica (m ² g ⁻¹)	Arcillas activadas			
		PCC	PIE	PCC-PIE ~ Ci	PCC/PIE ~ Ce
Loja (1:1 Caolinita)	164,51	5,3	7,38	-2,08	0,72
Guaranda (1:1 Caolinita)	148,84	2,0	7,38	-5,38	0,27
Cañar (2:1 Illita)	78,34	5,3	7,61	-2,31	0,70

3. Evaluación del potencial de remoción de colorantes catiónicos y aniónicos

3.1. Remoción del colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN”

La Figura 10 ilustra los resultados obtenidos en la remoción del CC con la arcilla de Loja, en esta Figura se aprecia que la arcilla de Loja exhibe una efectividad del 96 al 99 % en la remoción del CC cuando el valor de pH es menor a 10 y el tiempo de contacto es mayor a 2 minutos. Sin embargo, a un pH igual a 2 y un tiempo de contacto de 2 minutos, se logra remover hasta un 99,9 % del colorante. Cuando el valor del pH es 10 la remoción es de 98% en los primeros 2 minutos y luego disminuye a 96 % después de los 20 minutos. A un pH de 12, la remoción es de un 96% en los primeros 2 minutos y se reduce a un 91 % a partir de los 30 minutos. Así, la arcilla de Loja es muy eficaz removiendo el CC “Basic Azul Marino 2 RN” en solución –con un porcentaje de remoción superior al 96%– cuando el valor del pH se encuentra entre 2 y 12, y esto lo hace cuando el tiempo de contacto es de al menos 2 minutos.

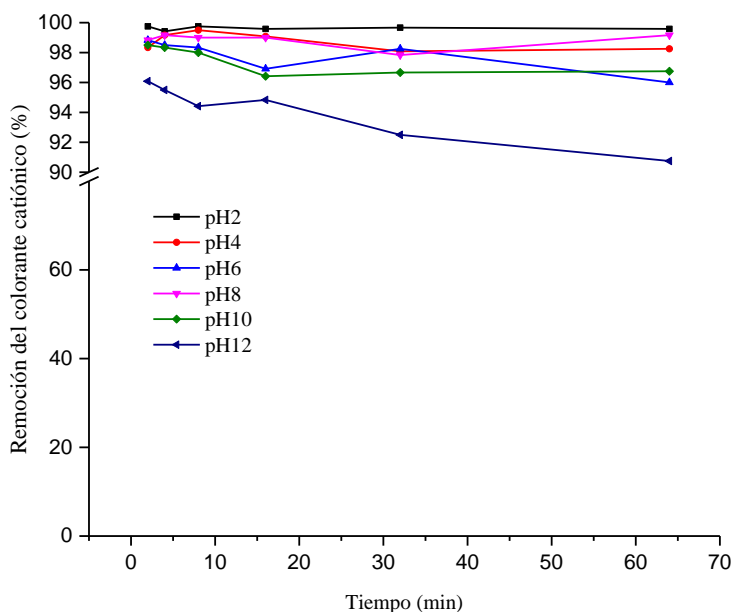


Figura 10. Efectividad de la arcilla de Loja en la remoción del colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN”.

La Figura 11 muestra los resultados obtenidos en la remoción del CC “Basic Azul Marino 2 RN” con la arcilla de Guaranda. En esta figura, se observa que la arcilla de Guaranda exhibe una eficacia en la remoción del CC que resulta ser mayor al 96% cuando el pH es igual a 2, 4, 6 y 8; y el tiempo de contacto es de 2 minutos. Sin embargo, cuando el valor del pH es de 10 y 12, la eficacia en la remoción disminuye a 91% y 95%, respectivamente. Estos resultados permiten concluir que la arcilla de Guaranda puede remover del CC “Basic Azul Marino 2 RN” de manera eficiente en un rango de pH menor a 12.

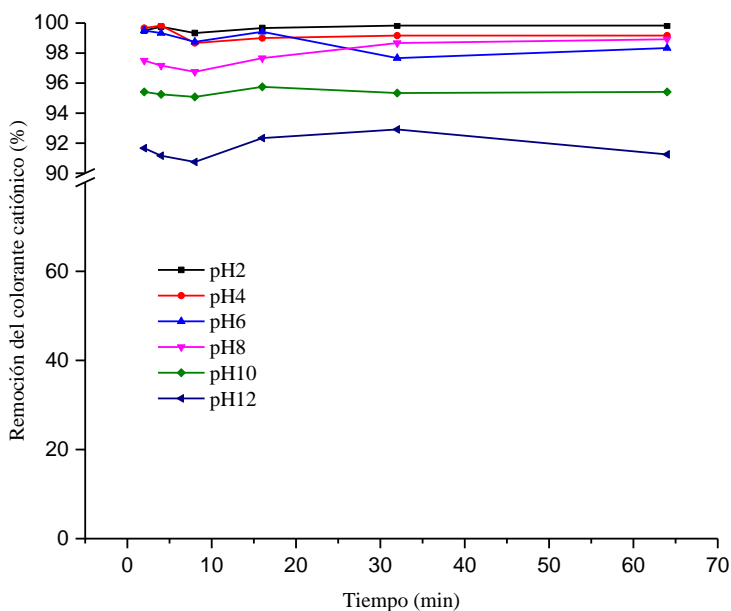


Figura 11. Efectividad de la arcilla de Guaranda en la remoción del colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN”.

La Figura 12 muestra los resultados obtenidos en la remoción del CC “Basic Azul Marino 2 RN” con la arcilla de Cañar. En esta Figura, se puede apreciar que la arcilla de Cañar exhibe una eficacia de 96% cuando el valor del pH es menor a 10 y el tiempo de contacto es de 2 minutos. Sin embargo, la eficacia en la remoción disminuye a un 75% cuando el valor del pH es igual a 12. Así, este resultado sugiere que la arcilla de Cañar tiene una eficacia en la remoción del CC “Basic Azul Marino 2 RN” superior al 96% cuando el valor del pH es menor a 10 y el tiempo es de al menos 2 minutos.

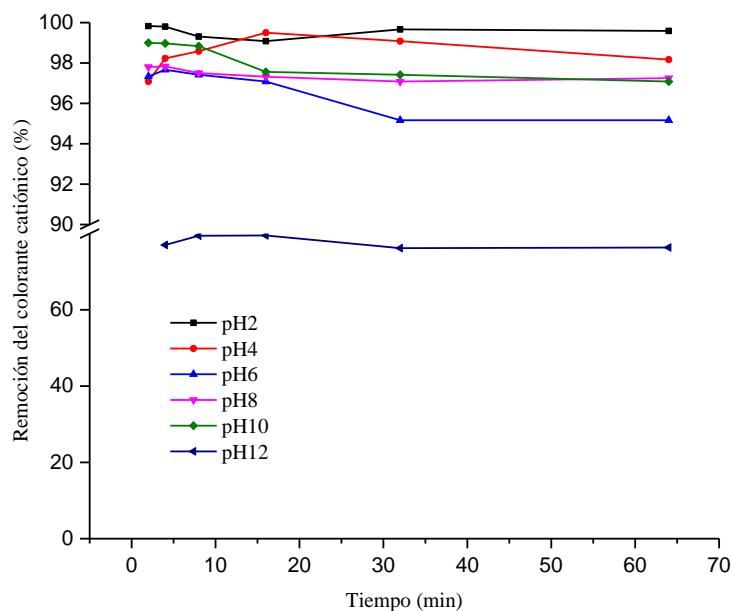


Figura 12. Efectividad de la arcilla de Cañar en la remoción del colorante catiónico “Basic Azul Marino 2 RN”.

En la Figura 13 se compara la eficacia en la remoción de CC “Basic Azul Marino 2 RN” que exhiben las arcillas de Loja, Guaranda y Cañar, cuando el tiempo de contacto fue de 64 minutos y la concentración inicial del colorante fue 40 mg L^{-1} (40 ppm). En esta Figura, se observa que las tres arcillas son eficaces removiendo el CC (remueven entre el 95 al 99%) cuando el valor del pH se encuentra entre 2 y 8. Sin embargo, la eficacia de las tres arcillas en la remoción del CC disminuye cuando el valor del pH es igual 10.

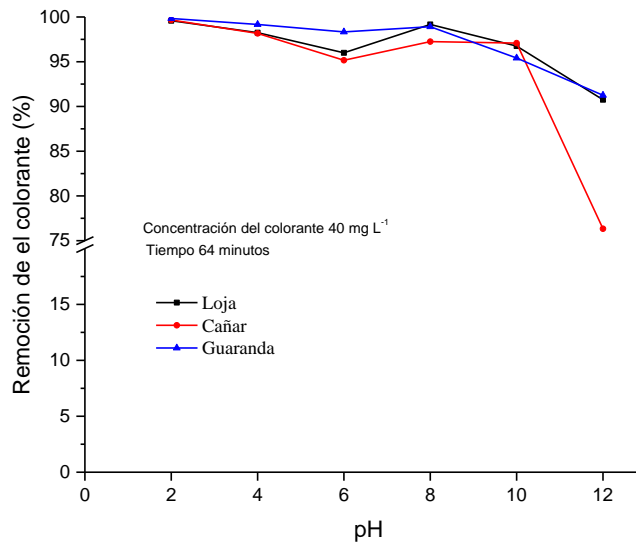


Figura 13. Efectividad de la arcilla de Loja, Cañar y Guaranda en la remoción del CC “Basic Azul Marino 2 RN”.

Los resultados mostrados en las Figuras 11, 12 y 13 sugieren que las arcillas de Loja, Guaranda y Cañar son eficaces removiendo el CC cuando el pH es menor a 10. Sin embargo las tres arcillas exhiben una capacidad de remoción cercana al 99% cuando el valor del pH es igual a 2.

3.2. Remoción del colorante aniónico “Drimaren Azul Marino CL-R”

En la Figura 14, se muestran los resultados de los ensayos realizados con la arcilla de Loja en la remoción del CA “Drimaren Azul Marino CL-R”. A un pH 2, la remoción es de un 45 % a los dos minutos y aumenta a un 62 % a los 90 minutos. A pH de 4, se observa que el porcentaje de remoción es de 44 a un 49%. A pH 6 y 8, se observa que la máxima remoción ocurre 30 minutos con un porcentaje de 49% y disminuye a los 90 minutos a 36%. A pH 10 y 12, la remoción disminuye a un 30% en todo el rango de pH estudiado. Así, la arcilla de Loja exhibe mayor eficacia en la remoción del CA cuando el valor del pH es igual a 2 y 4, y su capacidad de remoción aumenta con el tiempo de contacto.

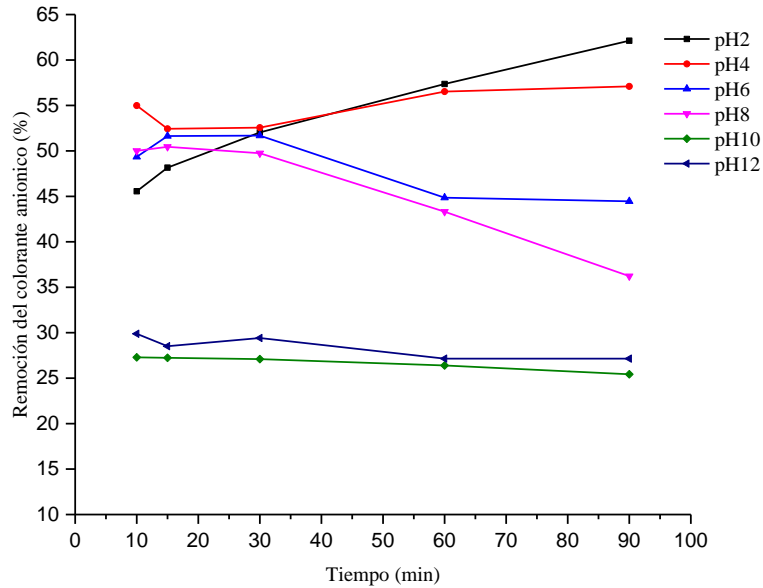


Figura 14. Eficacia de la arcilla de Loja en la remoción del colorante aniónico “Drimaren Azul Marino CL-R”.

En la Figura 15, se observan los datos obtenidos de las pruebas realizadas con la muestra de arcilla proveniente de Guaranda en la remoción de CA. A pH 4 y 6 se observa la misma tendencia de la curva, un ligero aumento desde los dos minutos a los 90 minutos pasando de aproximadamente 38%, 41% a un 42% y 46%, respectivamente. A pH 8 muestra una remoción de un 32% en los primeros 30 minutos y luego disminuye a un 27 % a partir de los 60 minutos. A pH 2, se observa un aumento de la curva más pronunciado desde un 28% de remoción en los primeros 30 minutos hasta alcanzar su máximo de 37% a los 90 minutos. En el caso de Guaranda el color se degrado a partir del pH 10.

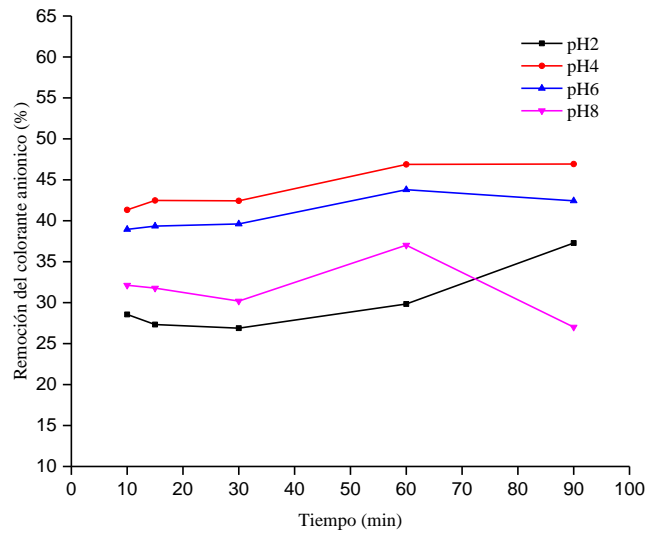


Figura 15. Eficacia de la arcilla de Guaranda en la remoción del colorante aniónico “Drimaren Azul Marino CL-R”.

En la Figura 16, se observan los resultados de las pruebas realizadas con la muestra de arcilla proveniente de Cañar. A pH de 2 se logra la mayor remoción, la cual es de 33% a los dos minutos y presenta un ligero aumento hasta un 39% a los 90 minutos. A pH 4 y 6 presenta una remoción del 28% en los primeros 30 minutos y luego aumenta progresivamente hasta un 34% a los 90 minutos. A pH 8 y 10 se reduce el porcentaje de remoción a un 25 – 27%. A pH 12, el colorante se degradó y el espectro de absorción no fue similar al registrado en los otros casos.

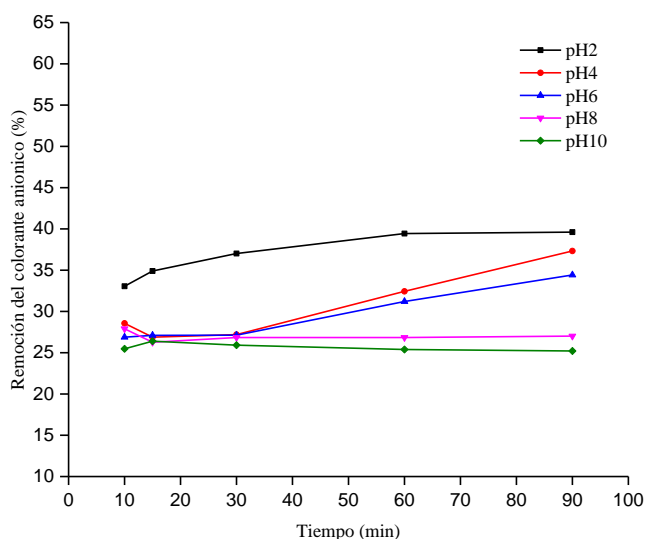


Figura 16. Eficacia de la arcilla de Cañar en la remoción del colorante aniónico “Drimaren Azul Marino CL-R”.

En la Figura 17, se muestran los resultados obtenidos en la remoción del CA por las tres arcillas en estudio y cuando el tiempo de contacto fue de 90 min, y en un rango de pH entre 2 y 8. Se observa claramente que a medida que el pH aumenta, disminuye la eficacia en la remoción de CA de las tres arcillas en estudio. Sin embargo, la arcilla de Loja exhibe una mayor eficacia en la remoción del CA (62%), seguida por la arcilla de Cañar (48%) y Guaranda (39%) a pH 2. Estos valores guardan una relación con el PCC de las arcillas de Loja y Cañar, que al exhibir un PCC a un pH mayor de 2, tienen mayor cantidad de cargas positivas en su superficie y puede adsorber colorantes aniónicos (con carga negativa).

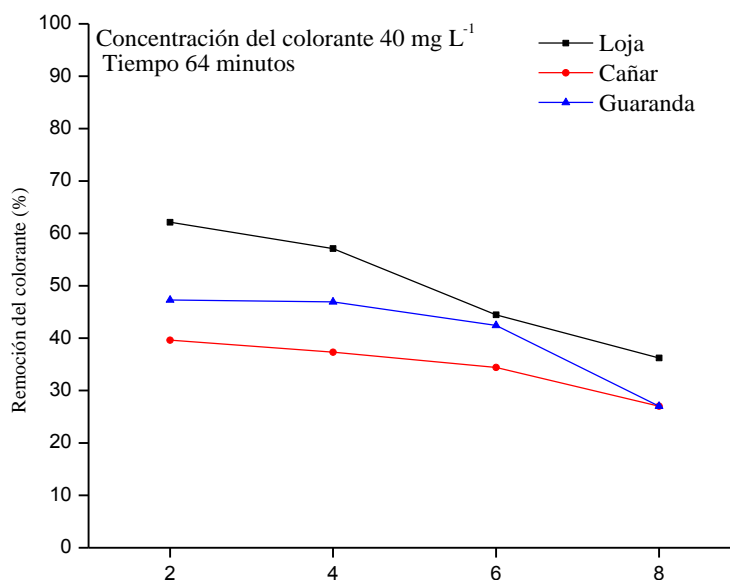


Figura 17. Efectividad de la arcilla de Loja, Cañar y Guaranda en la remoción del CC “Basic Azul Marino 2 RN” con un tiempo de contacto de 64 minutos.

3.3. Evaluación de remoción de colorantes en la muestra de agua de la textilera “El Hilario”

Para esta fase de la investigación, se seleccionó la arcilla de Loja para realizar los ensayos de adsorción de los colorantes del agua de la textilera, ya que esta arcilla fue la que mostró mayor eficacia en la remoción de colorantes catiónicos y aniónicos.

En la Figura 18, se muestra el comportamiento de la arcilla de Loja cuando entra en contacto con agua coloreada de la textilera “El Hilario”, el agua de la textilera tiene un pH de 10,8 en su condición natural y una proporción desconocida de colorantes catiónicos y aniónicos. En la primera fase de este experimento tratamos de investigar el comportamiento de la arcilla a un pH por encima del PCC, para lo cual le agregamos 1g arcilla y medimos el pH, el cual resultó ser 8,08. Recordemos que a este pH la arcilla de Loja se encuentra cargada negativamente y tiene la capacidad de remover el CC (cargas positivas) que se

encuentre en la muestra de agua residual. En la Figura 18, observamos que la arcilla de Loja exhibe una disminución relativa de la absorbancia de aproximadamente 35 % del CC en un tiempo de contacto de 60 minutos.

En la segunda fase del experimento, pasamos el sobrenadante a otro tubo de ensayo, le agregamos 1gr de arcilla y ajustamos el pH a 2, por debajo del PCC, esto para asegurarnos que la arcilla tiene cargas positivas y pueda adsorber los CA (cargas negativas).

En la Figura 18, podemos observar que al agregar más arcilla al sobrenadante obtenido de la fase 1, se activa la remoción de CA y que ocurre una variación relativa de la absorbancia de aproximadamente un 55% con un tiempo de contacto de 75 minutos.

De la Figura 18 podemos concluir que el agua de la textilera contiene en su mayoría CA, ya que se observa que a pesar que la arcilla tenía un gran potencial para remover colorantes catiónicos, ella solamente removió el 35% de los colorantes presentes en el agua de la textilera, pero fue más efectiva removiendo CA cuando el pH se ajustó a un valor igual a 2.

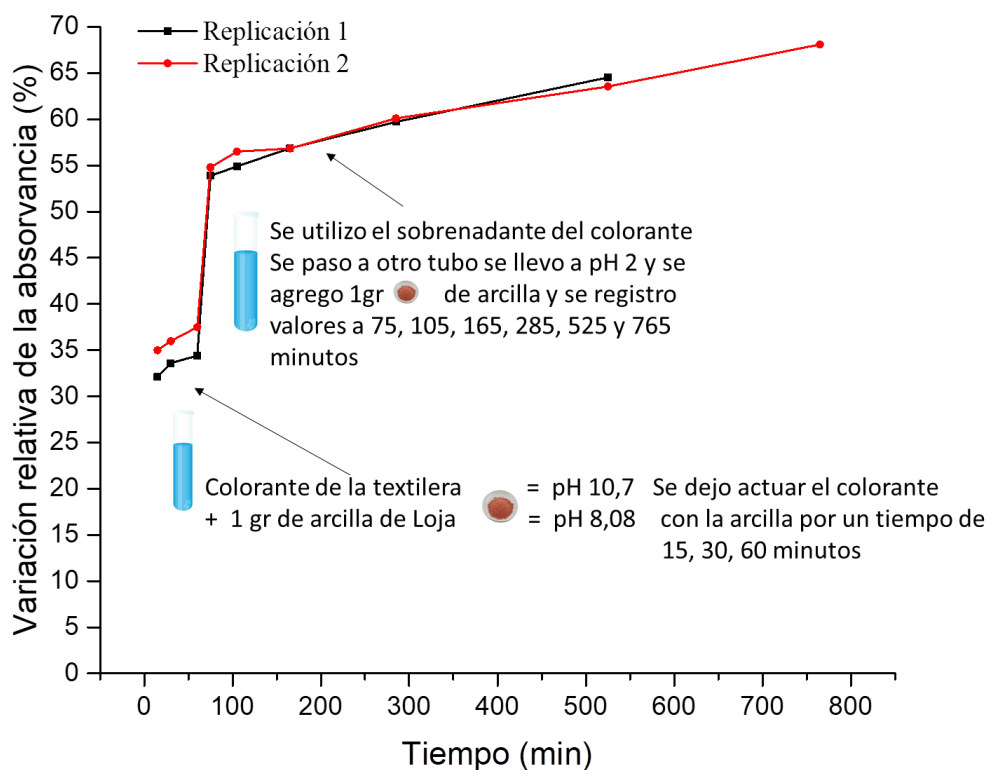


Figura 18. Decoloración relativa de la muestra de la Textilera “El Hilario”

En la Figura 19, se observan los espectros de absorción de muestra de agua de la textilera una vez que ha entrado en contacto con arcilla de Loja a un pH superior al PCC (fase 1) y a un pH menor al PCC (fase 2). En estos espectros se observan dos picos prominentes de absorbancia, uno alrededor de 300 nm y el otro de 600 nm.

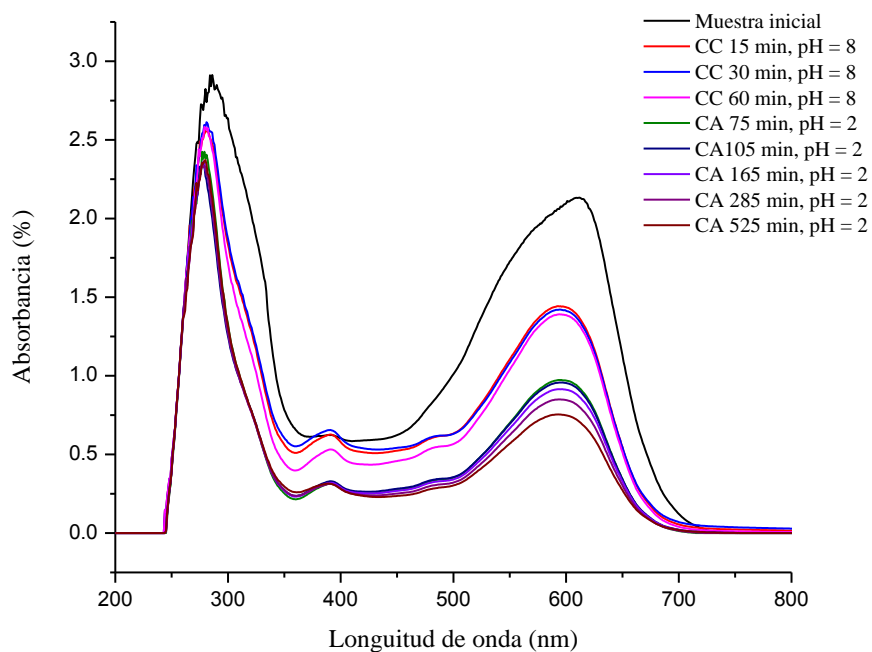


Figura 19. Espectros de absorción de la muestra de agua de la Textilera “El Hilario” después de entrar en contacto con la arcilla para remover colorante catiónico (fase 1) y colorante amónico (fase 2).

CONCLUSIONES

1. La arcilla de Loja, Guaranda y Cañar exhibieron gran eficacia removiendo el colorante catiónico.
2. La arcilla de Loja mostro tener una mayor eficacia para remover el colorante aniónico.
3. La arcilla de Loja exhibió mayor eficacia en la remoción de colorantes catiónicos y aniónicos del agua de la textilera.
4. Las arcillas pueden ser usadas para remover colorantes catiónicos y aniónicos de una manera efectiva, requiriendo solo que se ajuste el pH de la solución en concordancia con la naturaleza del colorante que se desea remover.

RECOMENDACIONES

1. Estudiar la cinética de adsorción en la remoción de los colorantes usando arcillas naturales. Esto nos permitirá conocer las constantes cinéticas de la adsorción necesarias para un escalamiento de los experimentos a situaciones reales en campo.
2. Estudiar con mayor profundidad la activación de las arcillas y así dilucidar cuándo es conveniente y económico realizar este pretratamiento.
3. Realizar más estudios orientados al diseño e implementación de una planta piloto de bajo costo que pueda usarse en pequeñas y medianas textileras.
4. Realizar el análisis económico de la implementación, puesta en marcha y operación de un sistema de decoloración de efluentes de textileras que use arcilla para la remoción de colorantes.

BIBLIOGRAFIA

- Aid, A., Andrei, R. D., Amokrane, S., Cammarano, C., Nibou, D., & Hulea, V. (2017). Ni-exchanged cationic clays as novel heterogeneous catalysts for selective ethylene oligomerization. *Applied Clay Science*, 146(June), 432–438. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.06.034>
- Amaringo, A., & Hormaza, A. (2013). Determinación del punto de carga cero y punto isoeléctrico de dos residuos agrícolas y su aplicación en la remoción de colorantes. *Revista de Investigación Agraria Y Ambiental*, 4(2), 27–36.
- Argandoña, L., & Macías, R. G. (2013). “Determinación De Sólidos Totales, Suspendidos, Sedimentados Y Volátiles, En El Efluente De Las Lagunas De Oxidación Situadas En La Parroquia Colón, Cantón Portoviejo, Provincia De Manabí, Durante El Período De Marzo a Septiembre 2013,” 211.
- Babić, B. M., Milonjić, S. K., Polovina, M. J., & Kaludierović, B. V. (1999). Point of zero charge and intrinsic equilibrium constants of activated carbon cloth. *Carbon*, 37(3), 477–481. [https://doi.org/10.1016/S0008-6223\(98\)00216-4](https://doi.org/10.1016/S0008-6223(98)00216-4)
- Babu, B. R., Parande, a K., Raghu, S., & Kumar, T. P. (2007). Cotton Textile Processing : Waste Generation and Effluent Treatment. *The Journal of Cotton Science*, 153(11:141), 141–153. <https://doi.org/http://journal.cotton.org>
- Carretero, M. I., & Pozo, M. (2007). *Mineralogía aplicada: salud y medioambiente*. Madrid: Thomson. 2007, 406 pp. ISBN: 978-84-9732- 487-8
- Contreras, R. (2011). *El origen del color en la naturaleza*. Primera edición, 2007 © Universidad de Los Andes Vicerrectorado Académico codepre Mérida.
- Elmoubarki, R., Mahjoubi, F. Z., Tounsadi, H., Moustadraf, J., Abdennouri, M., Zouhri, A., ... Barka, N. (2015). Adsorption of textile dyes on raw and decanted Moroccan clays: Kinetics, equilibrium and thermodynamics. *Water Resources and Industry*, 9, 16–29. <https://doi.org/10.1016/j.wri.2014.11.001>
- Fassbender, H. W., & Bornemisza, E. (1987). Química de Suelos con énfasis en suelos de América Latina. *Colección de Libros Y Materiales Educativos N° 81. IICA*.
- García, V. (2014). Física de moléculas - Física de estado sólido, Volumen 5. Editorial del Vicerrectorado de la Universidad de los Andes. Mérida, Venezuela.
- Geetha, K. S., & Belagali, S. L. (2013). Removal of Heavy Metals and Dyes Using Low Cost Adsorbents from Aqueous Medium-, A Review. *IOSR Journal Of Environmental Science, Toxicology And Food Technology (IOSR-JESTFT)*, 4(3), 56–68.
- Gillman, G. P., & Uehara, G. (1980). Charge Characteristics of Soils with Variable and

- Permanent Charge Minerals: II. Experimental. *Soil Science Society of America Journal*, 44, 252–255.
- Grassi, M., Kaykioglu, G., & Belgiorno, V. (2012). Emerging Compounds Removal from Wastewater, 15–38. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-3916-1>
- Gupta, V. K., & Suhas. (2009). Application of low-cost adsorbents for dye removal - A review. *Journal of Environmental Management*, 90(8), 2313–2342. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2008.11.017>
- INEM. (2009). *Instituto Ecuatoriano de Normalización*. http://www.normalizacion.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2013/11/rte_055.pdf
- Ismadji, S., Soetaredjo, F. E., & Ayucitra, A. (2015). *Clay Materials for Environmental Remediation*. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-16712-1>
- Kandisa, R. V., & Saibaba KV, N. (2016). Dye Removal by Adsorption: A Review. *Journal of Bioremediation & Biodegradation*, 7(6). <https://doi.org/10.4172/2155-6199.1000371>
- Ledeá, O., Castro, H., Gonzáles, R., Farina, M., Linhares, A., & Oliveira, M. (2010). Application of Scanning Electron Microscopy on Poliapatita. *Revista CENIC. Ciencias Químicas*, 1–6.
- Malagon, D. (1979). *Fundamentos de Mineralogía de Suelos*. (C. I. De & D. I. de A. y Tierras., Eds.) (Primera). Mérida.
- Martinez, S. (2017). “ *Evaluación sobre el uso de arcillas para la adsorción de colorantes utilizados en la industria textil* .” Universidad Nacional de la Plata.
- Menéndez, J. A., Illán-Gómez, M. J., y León, C. A. L., & Radovic, L. R. (1995). On the difference between the isoelectric point and the point of zero charge of carbons. *Carbon*, 33(11), 1655–1657. [https://doi.org/10.1016/0008-6223\(95\)96817-R](https://doi.org/10.1016/0008-6223(95)96817-R)
- Ministerio del Ambiente. (2015). *Norma de calidad ambiental y descarga de efluentes: Recurso agua. Texto Unificado de Legislación Ambiental Secundaria del Ministerio del Ambiente*. Quito.
- Nieto, A. (2015). *Adsorción del colorante amarillo básico 13 en una arcilla tipo montmorillonita*. Instituto Politecnico Nacional. <http://tesis.ipn.mx/handle/123456789/17404>.
- Oram, B. (2011). *Calculating NSF Water Quality INdex*. Water Research Center: *Monitoring the Quality of Surface waters*.
- Rahman, A., Urabe, T., & Kishimoto, N. (2013). Color Removal of Reactive Procion Dyes

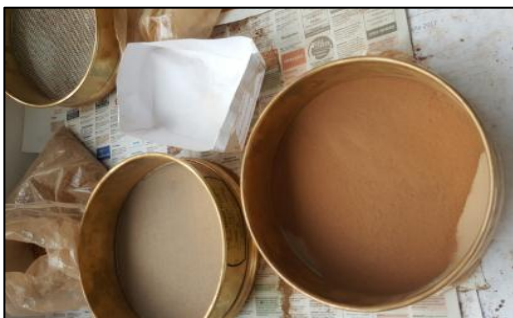
- by Clay Adsorbents. *Procedia Environmental Sciences*, 17, 270–278. <https://doi.org/10.1016/j.proenv.2013.02.038>
- Robinson, T., McMullan, G., Marchant, R., & Nigam, P. (2001). Remediation of dyes in textile effluent: A critical review on current treatment technologies with a proposed alternative. *Bioresource Technology*, 77(3), 247–255. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(00\)00080-8](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(00)00080-8)
- Saladie, O., & Olivares, J. (2010). *Desenvolupament sostenible*. (Taragona, Ed.) (1era ed.).
- Saldarriaga, J. C., Hoyo, D. Á., & Correa, M. Á. (2011). Evaluación De Procesos Biológicos Unitarios En La Remoción Simultánea De Nutrientes Para Minimizar La Eutrofización. *Dialnet.Unirioja.Es*, 15(1974–1237), 129–140. Retrieved from http://dialnet.unirioja.es/servlet/dfichero_articulo?codigo=3711223
- Shafia, E., Esposito, S., Armandi, M., Manzoli, M., Garrone, E., & Bonelli, B. (2016). Isomorphic substitution of aluminium by iron into single-walled alumino-silicate nanotubes: A physico-chemical insight into the structural and adsorption properties of Fe-doped imogolite. *Microporous and Mesoporous Materials*, 224(2016), 229–238. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2015.11.044>
- Suarez, G. (2015). *Escuela Superior Politécnica Del Litoral. Fosfatos*. Escuela Superior Politecnica Superior del Litoral.
- Wu, F. C., Tseng, R. L., & Juang, R. S. (2001). Kinetics of color removal by adsorption from water using activated clay. *Environmental Technology (United Kingdom)*, 22(6), 721–729. <https://doi.org/10.1080/09593332208618235>
- Yagub, M. T., Sen, T. K., Afroze, S., & Ang, H. M. (2014). Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: A review, 209, 172–184. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2014.04.002>

ANEXOS

RECOLECCIÓN DE MUESTRAS DE LAS BODEGAS DE LA EMPRESA CEMENTO CHIMBORAZO



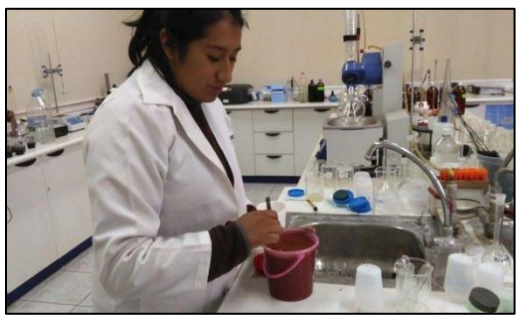
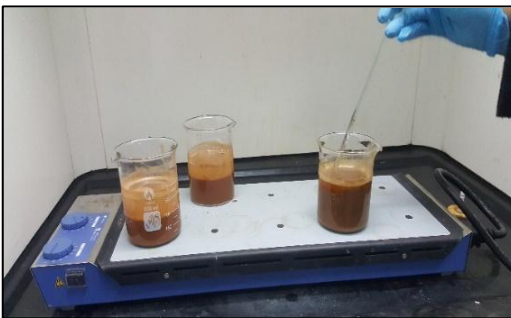
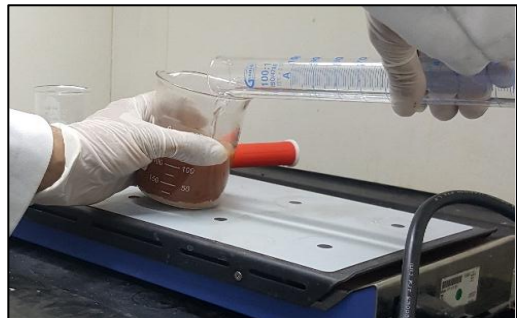
PRETRATAMIENTO DE LAS MUESTRAS



CARACTERIZACION DE MUESTRAS DE LA TEXTILERA “EL HILARIO”



ACTIVACIÓN Y LAVADO DE ARCILLAS



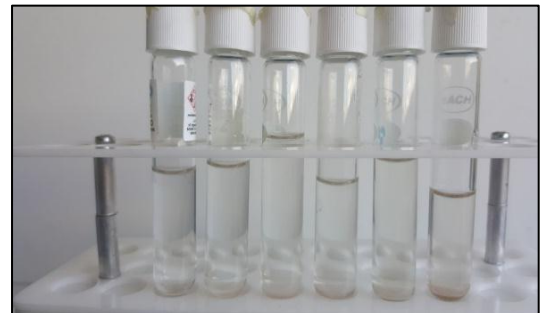
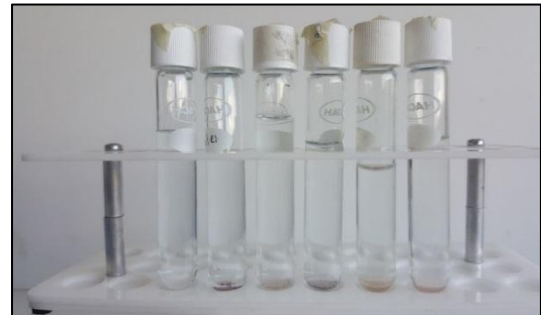
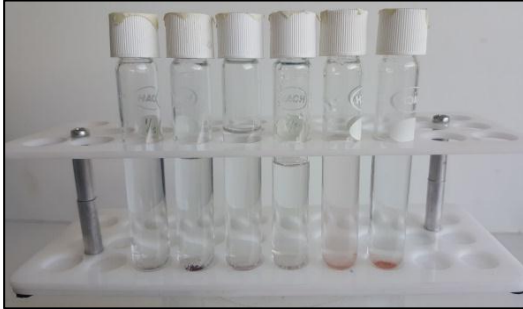


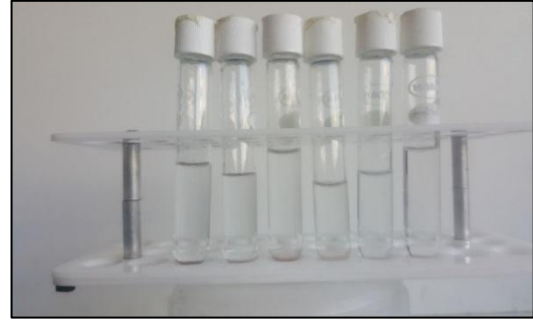
DETERMINACIÓN DEL PUNTO DE CARGA CERO Y PUNTO ISOELÉCTRICO



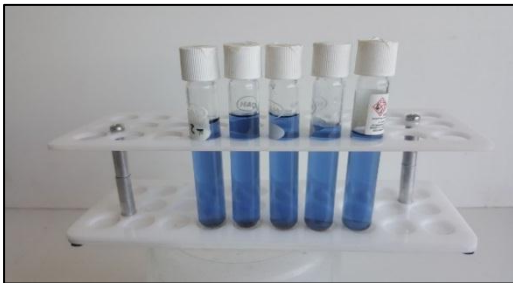
EVALUACIÓN REMOCION DE COLORANTES

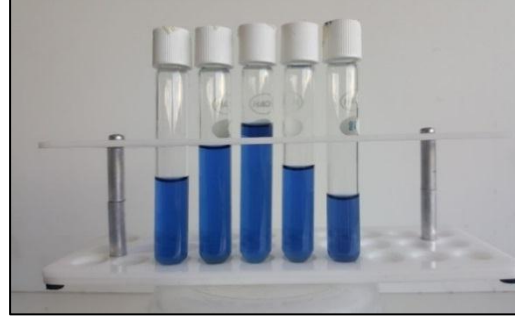
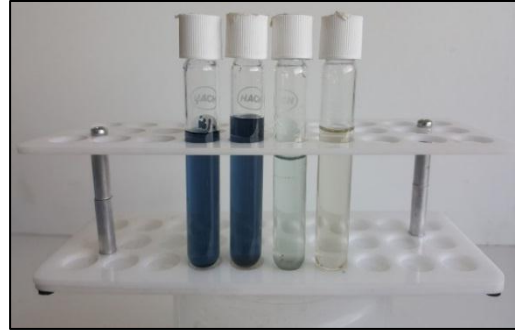
CATIÓNICO





ANIÓNICO





REMOCIÓN DE COLORANTES EN AGUA DE TEXTILERA



