



UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS ESPE-L

INGENIERÍA PETROQUÍMICA

EVALUACIÓN DE LA EFICIENCIA DE REMOCIÓN DE FENOLES EN EL AGUA DEL RÍO CUTUCHI EMPLEANDO UN PROCESO DE OXIDACIÓN QUÍMICA AVANZADA

AUTORA: JIMÉNEZ CHICAIZA, ADRIANA FERNANDA

DIRECTOR: QUÍM. ORBEA HINOJOSA, CARLOS FABIÁN, MSc.





INTRODUCCIÓN

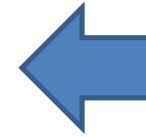
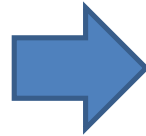
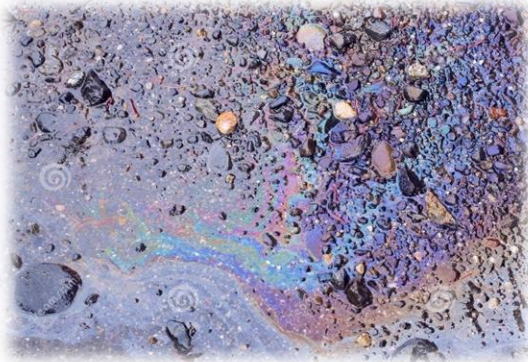
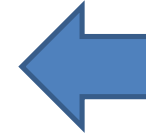
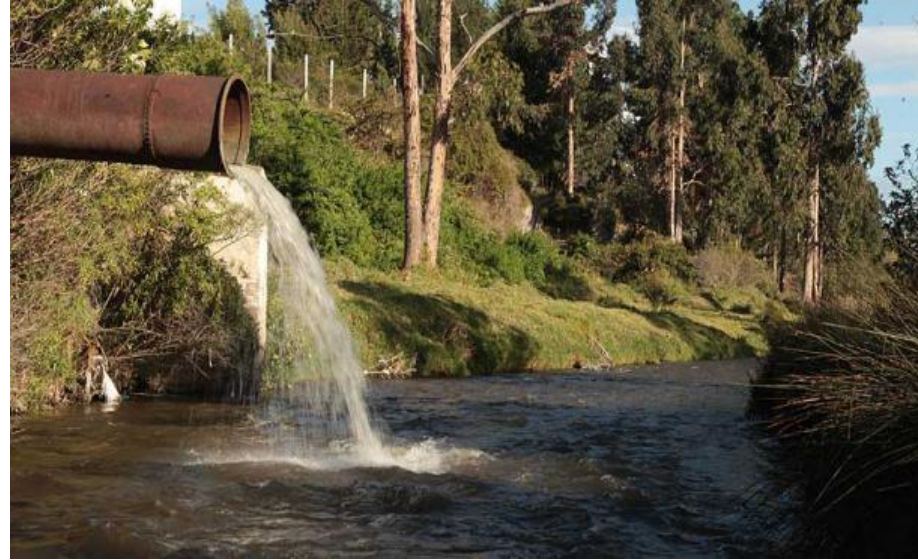
OBJETIVOS

SECCIÓN EXPERIMENTAL

ANÁLISIS DE RESULTADOS

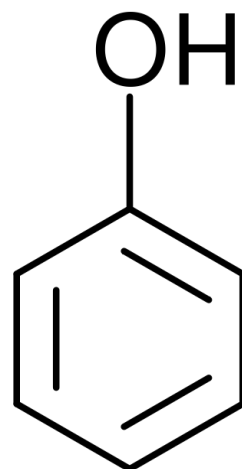
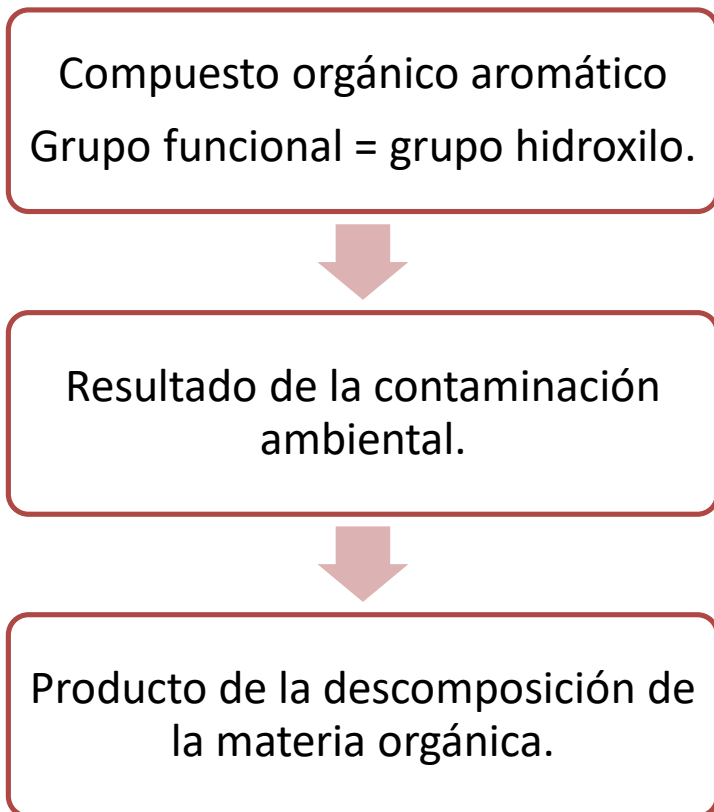
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

AGUA CONTAMINADA



Río Cutuchi
Latacunga-Ecuador

FENOL

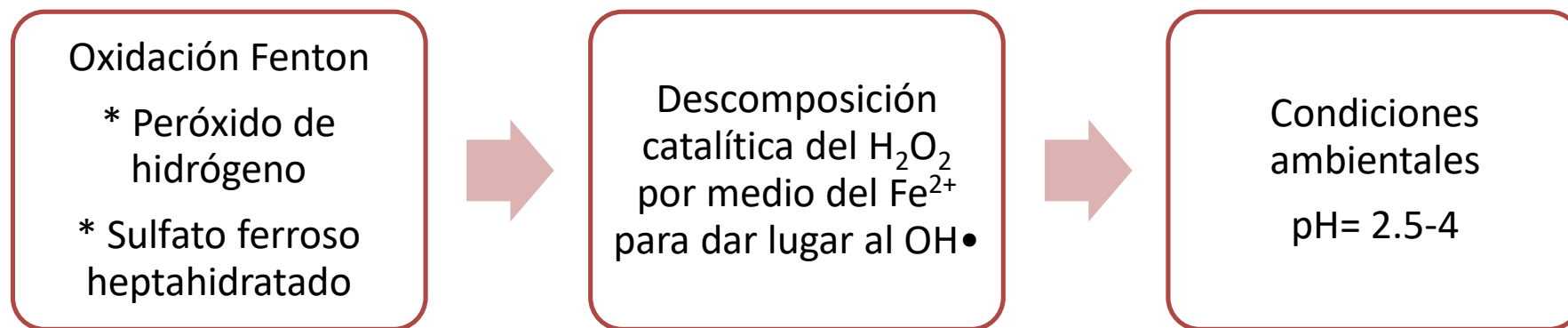


Estructura química del fenol

- Según la EPA es un contaminante no deseable.
- Bajas concentraciones.
- Baja biodegradabilidad.
- Problema estético, desagradable color y olor.

PROCESOS DE OXIDACIÓN AVANZADA (POA)

Constituyentes orgánicos complejos → Compuestos finales más simples





INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

SECCIÓN EXPERIMENTAL

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

- Analizar la eficiencia de la **remoción** de fenoles en el agua del Río Cutuchi de la ciudad de Latacunga, mediante un **proceso de oxidación química avanzada**, utilizando **reactivo Fenton**.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar la **composición química de las muestras** tomadas en el agua del Río Cutuchi mediante la técnica analítica de Espectrofotometría ultravioleta-visible (UV-VIS).
- Determinar las **condiciones óptimas de agente oxidante, catalizador y tiempo de reacción** manteniendo el pH y temperatura constantes durante el POA para alcanzar la mayor remoción de fenoles.
- Determinar la **composición química del agua resultante del tratamiento**, para corroborar que cumple con los límites permisibles del TULSMA , empleando Espectrofotometría ultravioleta-visible (UV-VIS).
- Evaluar el **porcentaje de remoción de fenoles** del agua del Río Cutuchi mediante el análisis de las concentraciones inicial y posterior a la aplicación del POA.
- Evaluar el **comportamiento del agente oxidante y del catalizador** mediante un análisis estadístico ANOVA variando los factores de control como la relación de los mismos y tiempo de reacción.
- Realizar un **análisis económico** del proceso de remoción de fenoles en el agua del río Cutuchi empleando el reactivo Fenton.



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

METODOLOGÍA

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

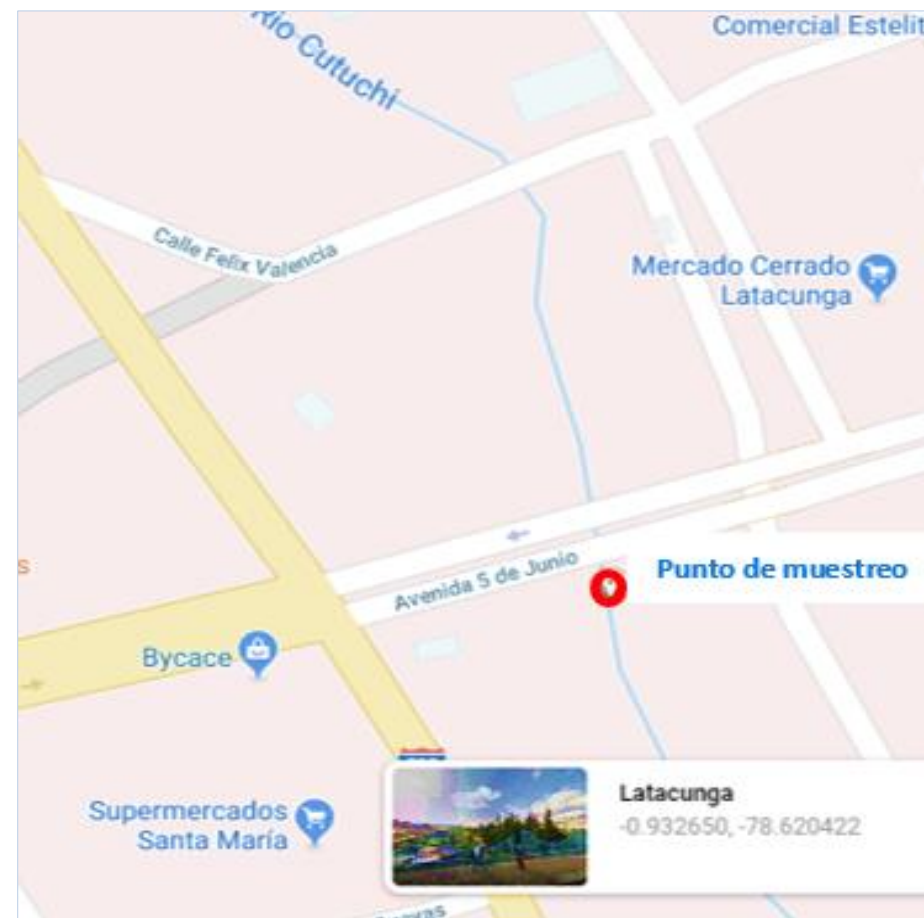
METODOLOGÍA

Ubicación muestreo

Sector La Estación

Puente 5 de Junio

Caudal medio= 5,2 m³/s



Recolección y transporte de muestras

Norma NTE INEN 2169:2013

35 L → Botellas ámbar 1 L

Rotulación y transporte adecuado.

Almacenamiento

Norma NTE INEN 2169:2013

Refrigeró 2-5 °C

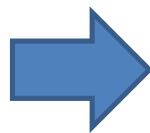
Preservó y acidificó a pH 4 por 3 semanas



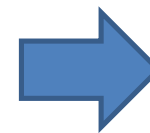
Metodología basada en EPA 420.1 y PE-TP0456



FILTRACIÓN



DESTILACIÓN



CONCENTRACIÓN

PROCESO FENTON



- Muestras de 100 ml → sistema Batch
- Buffer: ácido acético + acetato de sodio, reduce el pH a 3
- Relaciones añadidas (v/v) de 5:1-7.5:1-10:1 de Ag. Ox (H_2O_2 , 50mM): catalizador ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$, 1mM)
- Se realizó en tres tiempos, donde se verificó el pH y la conductividad.

CUANTIFICACIÓN DE FENOLES MEDIANTE EXTRACCIÓN Y MEDICIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA

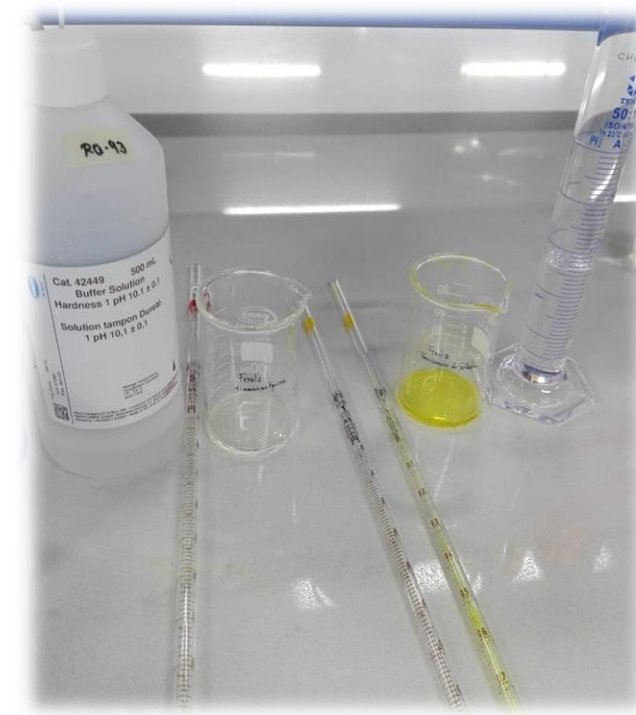
Adición de solución buffer fenol, fenol 1, fenol 2 HACH y cloroformo. Lectura a $\lambda=460$ nm.

Se enceró el equipo con cloroformo según EPA 420.1 y PE-TP0456.

Para la curva de calibración se empleó los estándares: 0.05, 0.1, 0.15, 0.25 y 0.5 ppm de H_3PO_4 .



**Espectrofotómetro
Thermo Scientific™
Genesys 10 UV-Vis**



Análisis estadístico

- Los datos de concentración de fenoles fueron procesados con el software, versión libre, Statgraphics.
- Se aplicó un diseño de superficie de respuesta de tres niveles y se obtuvo el respectivo análisis de varianza (ANOVA) con un nivel de confianza del 95%.
- Se realizaron gráficas que relacionan las variables de control y variable de respuesta.

Análisis económico

- Se tomó como base los **35 L** de agua muestreados en el Río Cutuchi y se expresó el costo final por litro de muestra tratada.
- El análisis se planteó en base a cotizaciones a proveedores especializados.



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

SECCIÓN EXPERIMENTAL

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Parámetros Generales

Tabla 1

Análisis inicial del agua del río Cutuchi

| Parámetro | Unidad | Valor obtenido |
|----------------|--------|----------------|
| Fenoles | mg/L | 0.134 |
| Conductividad | μS/cm | 439.7 |
| Temperatura | °C | 18.3 |
| pH | - | 7.47 |

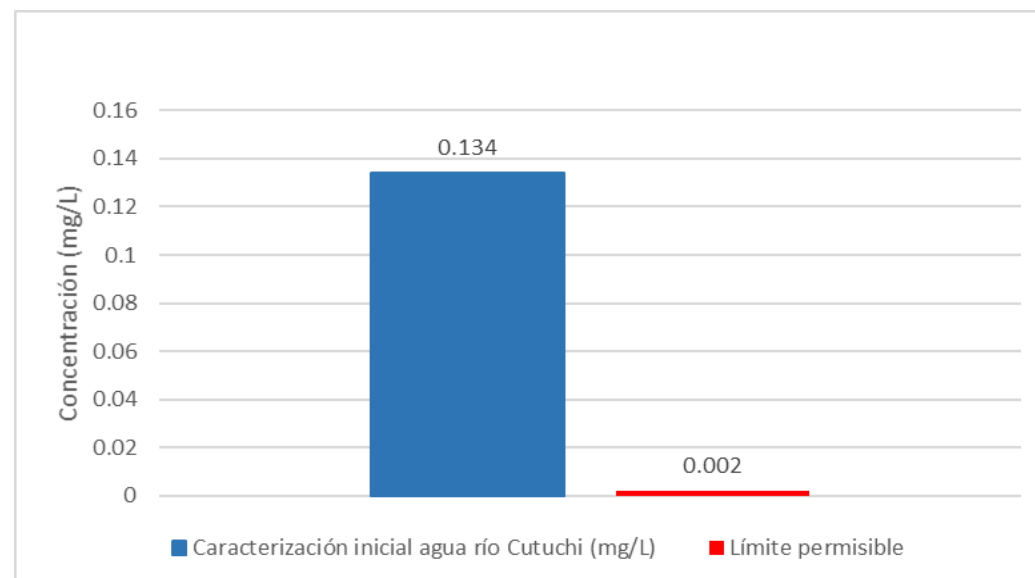


Figura 1. Gráfica de comparación entre valores analizados con los límites permisibles

El valor es 67 veces mayor al permitido en el Anexo 1 del Libro VI del Texto Unificado de Legislación Ambiental Secundaria del Ministerio del Ambiente (TULSMA)

Diseño experimental

Tabla 2*Concentración de fenoles en ppm*

| N° ensayo | Factor de Control | | Factor de Respuesta | |
|-----------|---------------------------------------|--|---------------------|------------------------------------|
| | Agente oxidante | Catalizador | Tiempo (min) | Concentración de Fenoles (mg/l) |
| | H ₂ O ₂ (ml) | FeSO ₄ •7H ₂ O (ml) | | |
| 1 | 5 | 1 | 20 | 0.0389 |
| 2 | 5 | 1 | 30 | 0.0378 |
| 3 | 5 | 1 | 60 | 0.0113 |
| 4 | 5 | 1 | 20 | 0.0343 |
| 5 | 5 | 1 | 30 | 0.0239 |
| 6 | 5 | 1 | 60 | 0.0158 |
| 7 | 5 | 1 | 20 | 0.0308 |
| 8 | 5 | 1 | 30 | 0.0205 |
| 9 | 5 | 1 | 60 | 0.0274 |
| 10 | 7.5 | 1 | 20 | 0.0043 |
| 11 | 7.5 | 1 | 30 | 0.0124 |

| | | | | |
|----|-----|---|----|--------|
| 12 | 7.5 | 1 | 60 | 0.0089 |
| 13 | 7.5 | 1 | 20 | 0.0089 |
| 14 | 7.5 | 1 | 30 | 0.0135 |
| 15 | 7.5 | 1 | 60 | 0.0055 |
| 16 | 7.5 | 1 | 20 | 0.0055 |
| 17 | 7.5 | 1 | 30 | 0.0078 |
| 18 | 7.5 | 1 | 60 | 0.0055 |
| 19 | 10 | 1 | 20 | 0.077 |
| 20 | 10 | 1 | 30 | 0.0447 |
| 21 | 10 | 1 | 60 | 0.0170 |
| 22 | 10 | 1 | 20 | 0.0758 |
| 23 | 10 | 1 | 30 | 0.0701 |
| 24 | 10 | 1 | 60 | 0.0401 |
| 25 | 10 | 1 | 20 | 0.0782 |
| 26 | 10 | 1 | 30 | 0.0597 |
| 27 | 10 | 1 | 60 | 0.0216 |

CONTINÚA

Eficiencia de remoción de fenoles

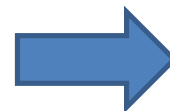
$$ER(\%) = \left(\frac{S_0 - S_f}{S_0} \right) \times 100$$

Ecuación 1. Ecuación para determinación de la eficiencia de remoción

$ER(\%)$: Eficiencia de remoción (%)

S_0 : Carga contaminante de entrada (mg/L)

S_f : Concentración después del tratamiento (mg/L)



$$ER(\%) = 96.75\%$$

Ensayo 10 → La mayor eficiencia de remoción de fenoles.

Se determinó que la mejor relación (v/v, Ag. Ox:Cat) fue 7.5:1
En tiempo de reacción de 20 minutos.

Diagrama De Pareto

Variables de control

A: Relación Ag Ox: Cat (Relación Fenton)

B: Tiempo

Variable de respuesta: Concentración de fenoles

Factores influyentes en la concentración de fenoles

1. Factor cuadrático de A
2. Factor A
3. Factor B
4. Interacción entre factor A y factor B

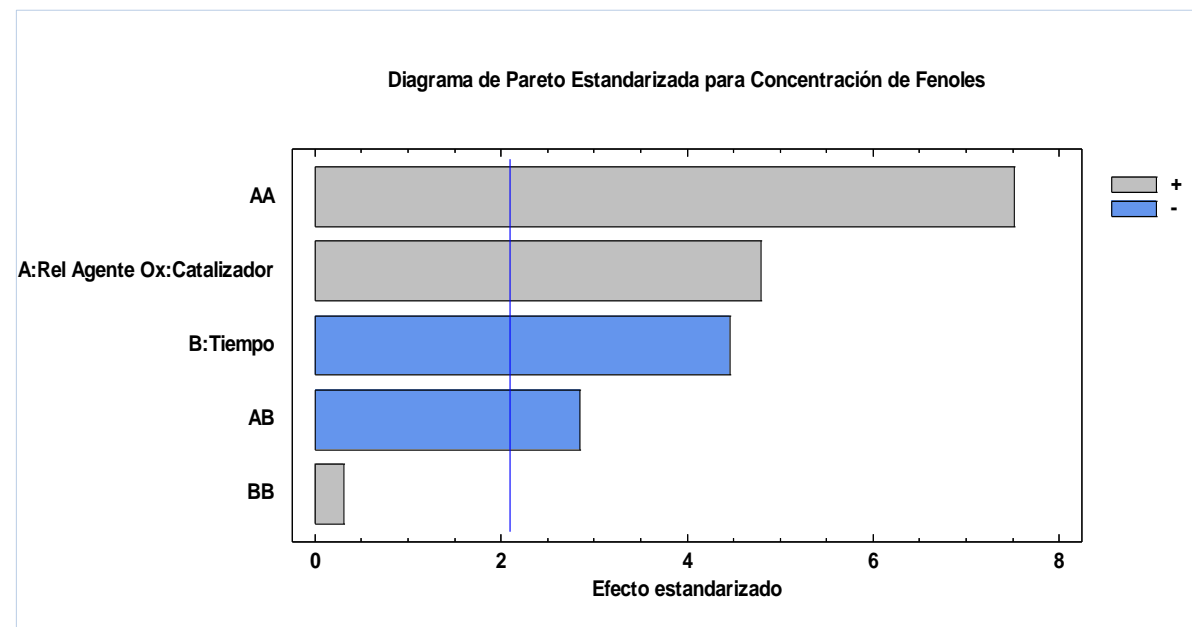


Figura 2. Diagrama de Pareto Estandarizada para Concentración de Fenoles

Gráfico de los Efectos Principales e Interacción

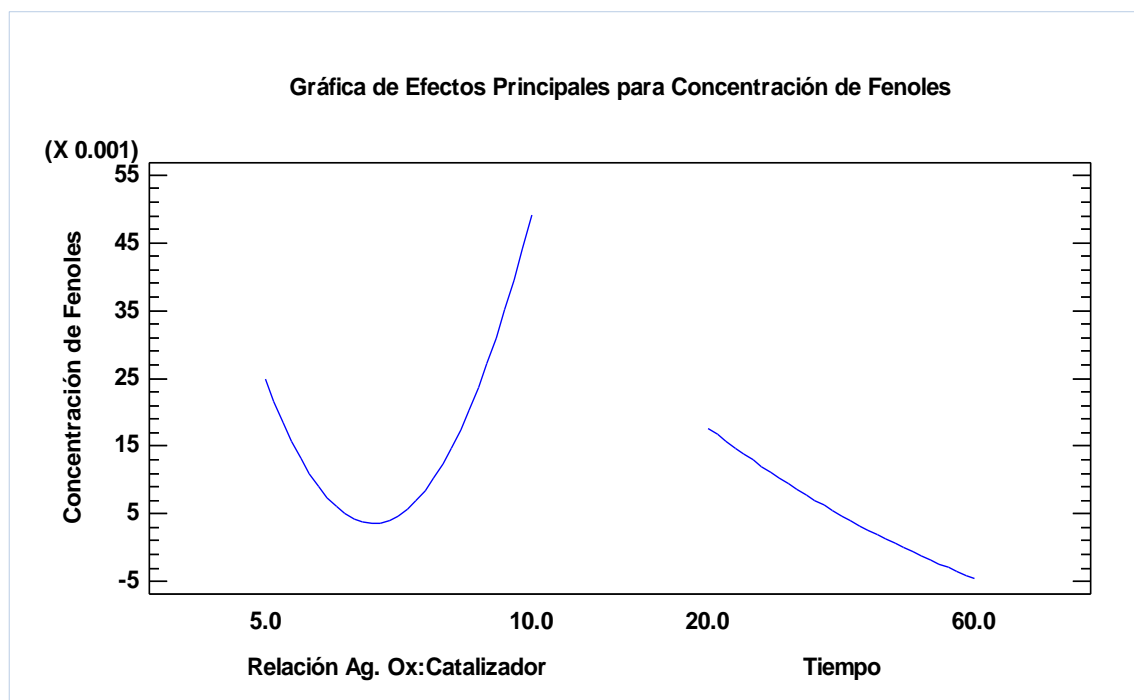


Figura 3. Influencia de los factores de control sobre la variable independientemente.

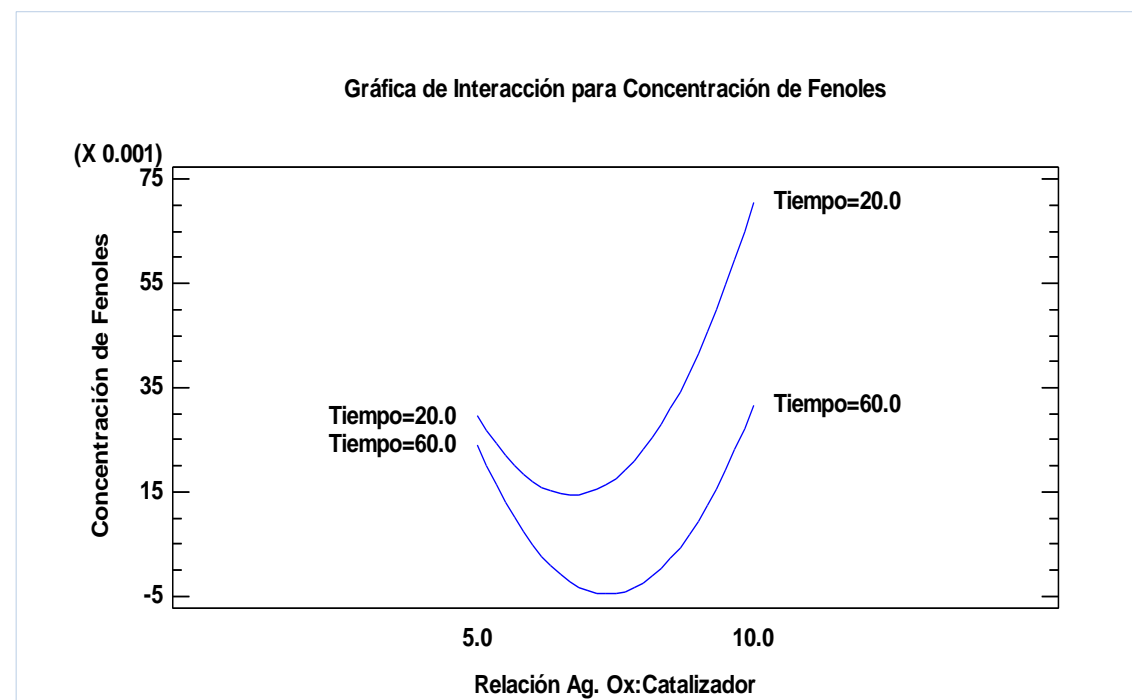


Figura 4. Interacción de los factores de control sobre la variable de respuesta

Superficie de Respuesta

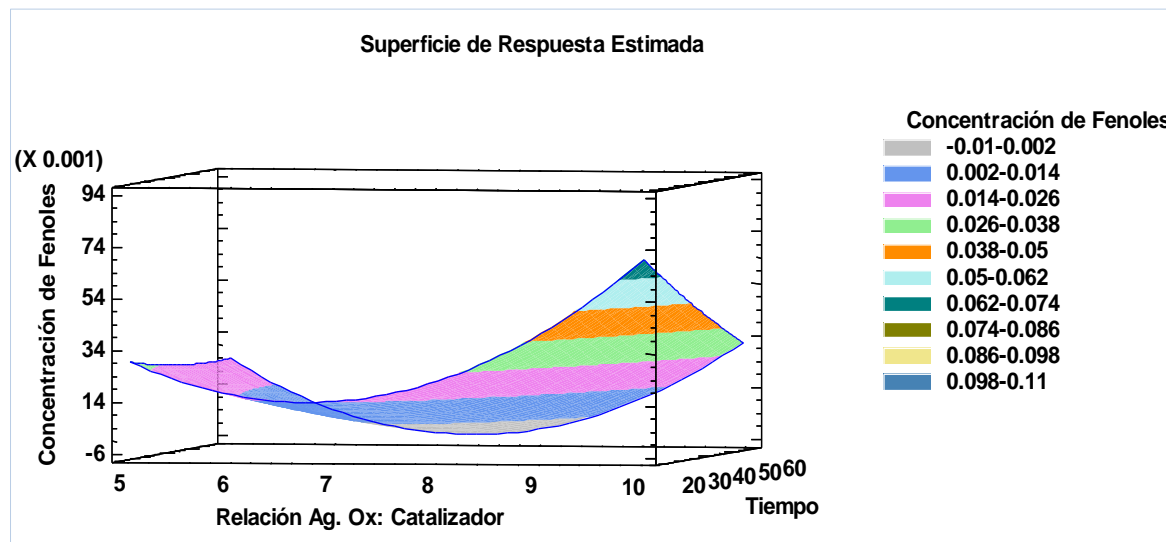


Figura 5. Superficie de Respuesta Estimada

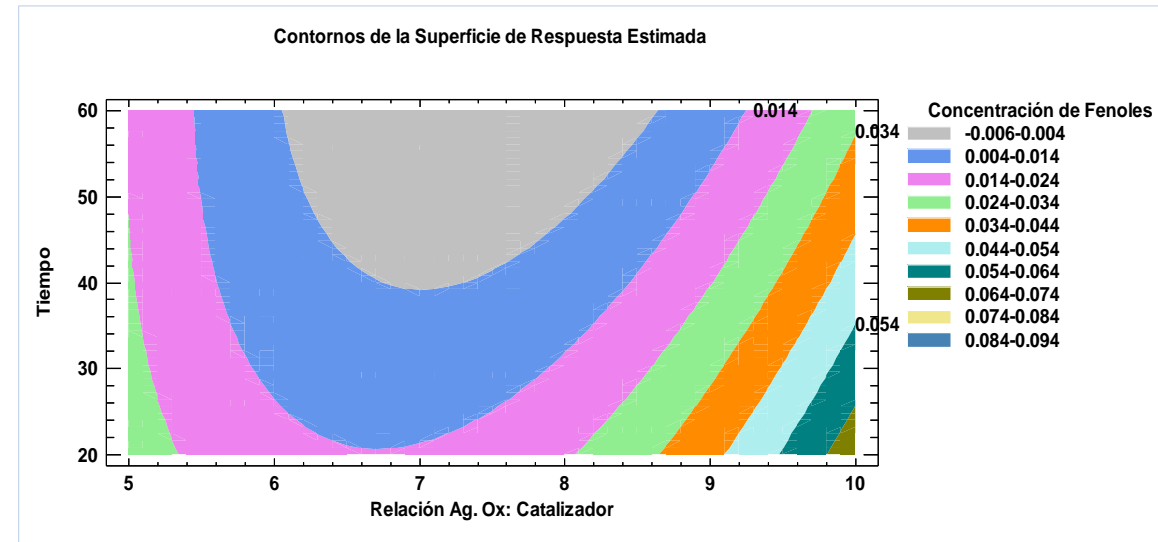


Figura 6. Contornos de la Superficie de Respuesta Estimada

Gráfico tridimensional con una curvatura que tiene hacia abajo → factor cuadrático de A.

La remoción media esperada se encuentra en un rango más específico:

Relación Fenton 6.5:1 y 8.5:1

Tiempo de reacción 40 a 60 minutos

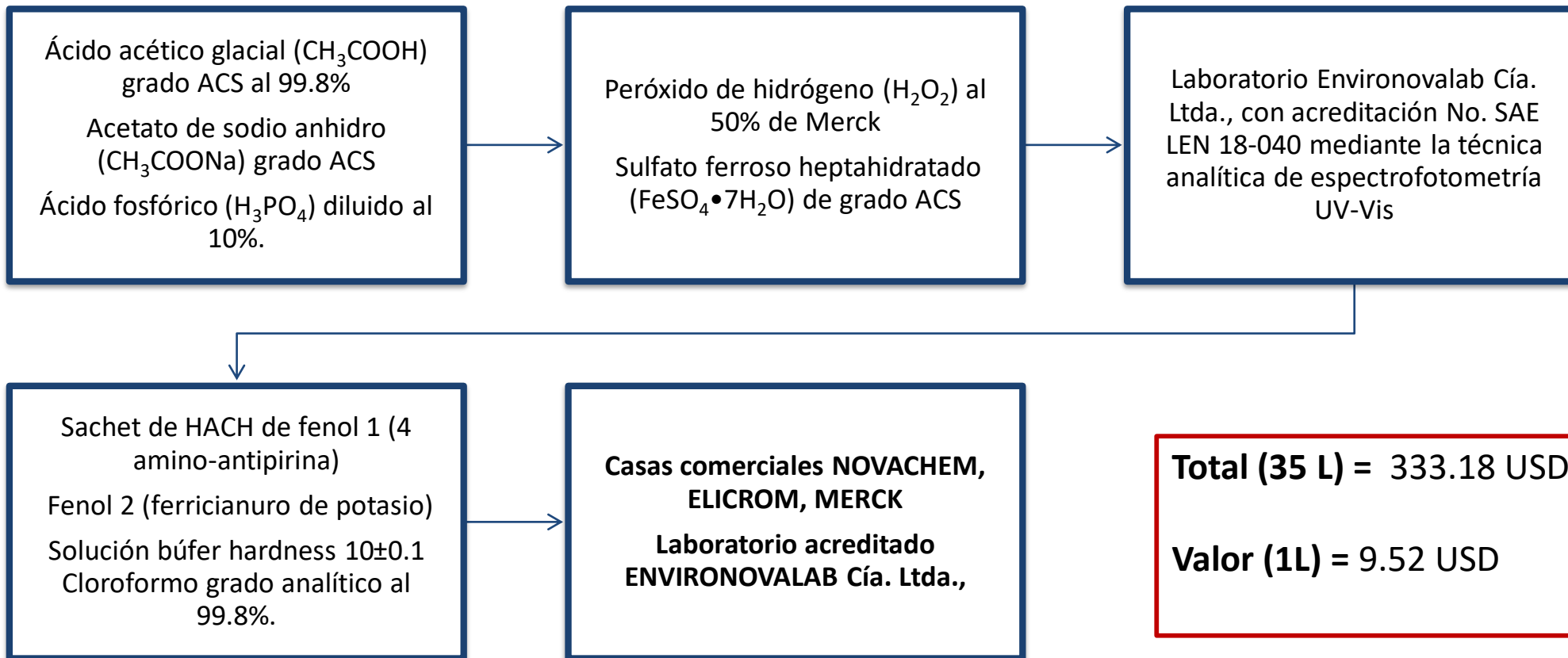


Tabla 4
Inversión económica de los análisis y reactivos empleados para la investigación

| Producto | Cantidad | Concentración (%) | Casa Comercial | Precio de Venta (USD) | Precio total (USD) |
|----------------------------------|----------|-------------------|---------------------|-----------------------|--------------------|
| Botellas ámbar vidrio | 35 | - | La Casa del Químico | 0.95 | 33.25 |
| Ácido acético glacial ACS 2.5 L | 1 | 99.80 | Novachem | 46.81 | 46.81 |
| Acetato de sodio anhidro ACS (g) | 7.179 | - | Novachem | 1.44 | 10.33 |
| Ácido fosfórico diluido (mL) | 11.75 | 10.00 | La Casa del Químico | 0.35 | 4.11 |
| Peróxido de hidrógeno (mL) | 0.36 | 50.00 | Merck | 0.1 | 0.03 |

CONTINÚA



| | | | | | |
|--|-----------------|---------------------------|-------------------------------|------------------------|---------------------|
| Sulfato ferroso heptahidratado ACS (500 g) | 1 | - | Novachem | 45.09 | 45.09 |
| Sachet Fenol 1 | 35 | - | Elicrom | 1.16 | 40.75 |
| Sachet Fenol 2 | 35 | - | Elicrom | 0.64 | |
| Solución búfer hardness (100 mL) | 1 | - | Elicrom | 25.20 | 25.20 |
| Cloroformo (L) | 1.2 | 99.80 | Novachem | 71.74 | 86.09 |
| Análisis | Cantidad | Técnica Analítica | Laboratorio Acreditado | Precio de Venta | Precio Total |
| Fenoles | 1 | Espectrofotometría UV-Vis | Environovalab | 19.0 | 19.0 |

Costo total del proceso 333.18



INTRODUCCIÓN

OBJETIVOS

SECCIÓN EXPERIMENTAL

ANÁLISIS DE RESULTADOS

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Conclusiones

- El río Cutuchi se encuentra contaminado con fenoles, y no cumple con la normativa ambiental vigente, debiéndose a descargas de aguas residuales sin tratamiento.
- La concentración inicial de fenoles antes del tratamiento con reactivo Fenton es 0.134 mg/L, que es 67 veces mayor al valor permitido según la Normativa de Calidad Ambiental: Recurso Agua.
- En base a literatura previa se trabajó con agente oxidante 50 mM y catalizador 1 mM con relaciones (v/v, H_2O_2 : Fe^{2+}) de 5:1, 7.5:1 y 10:1; reportados como mejores resultados para reactivo Fenton, la aplicación de los tratamientos con réplicas en los tiempos: 20, 30 y 60 minutos determinaron que la condición experimental 7.5:1 (H_2O_2 : Fe^{2+}) resultó la más eficiente para remover la mayor cantidad de fenoles en el agua de río.

Conclusiones

- El AOP empleado por reactivo Fenton tiene un limitado poder de degradación que se demuestra en el desarrollo de la investigación. Siendo el máximo grado de remoción del 96.75% que corresponde al tratamiento 10 en la tabla del diseño experimental.
- De lo anterior, se removieron los fenoles de las muestras del agua del río Cutuchi alcanzando una concentración mínima de 0.0043 mg/L, se concluye que la concentración todavía es 2.15 veces mayor que el valor permitido en el Texto Unificado de Legislación Ambiental Secundaria del Ministerio del Ambiente.
- El análisis de varianza aplicado a los datos de concentración de fenoles en el agua de río estudiada permitió concluir que existe una diferencia significativa en el valor óptimo del tiempo de reacción hallada experimentalmente, mientras que la relación Fenton no posee diferencia significativa.

Conclusiones

- Los valores óptimos teóricos de reactivo Fenton obtenidos fueron de 7.35:1 (v/v, H_2O_2 : Fe^{2+}) y tiempo de reacción de 60 minutos, para alcanzar la mínima concentración de fenoles en el agua.
- El costo total aproximado de la aplicación del tratamiento con reactivo Fenton fue de 333.18 USD equivalente a un costo de 9.52 USD/L de muestra tratada.

Recomendaciones

- Para una mayor efectividad en los tratamientos se recomienda establecer como punto de comparación las temporadas, y las condiciones climáticas en que se toma la muestra para una mejor análisis en el proceso de degradación de fenoles.
- Como un estudio complementario para los Procesos de Oxidación Avanzada aplicada a éste tipo de agua contaminada con compuestos orgánicos tóxicos, se recomienda evaluar un nuevo factor y determinar eficiencias de remoción, así como la velocidad de agitación y la utilización de un mayor tiempo de reacción.

Recomendaciones

- Emplear balones de 3 bocas de fondo plano para que exista facilidad en la adición de los reactivos, verificación del pH y conductividad de la muestra tratada.
- Mejorar el equipamiento de laboratorios, para la utilización de técnicas más sensibles, como la cromatografía de gases, cromatografía líquida de alta eficiencia u otras, que permitan determinar de manera más detallada la composición inicial de muestras de agua, para establecer técnicas más puntuales en el tratamiento de contaminantes.

GRACIAS