



Universidad Nacional
SAN LUIS GONZAGA



Reconocimiento-CompartirIgual 4.0 Internacional

Esta licencia permite a otras combinar, retocar, y crear a partir de su obra, incluso con fines comerciales, siempre y cuando den crédito y licencia a las nuevas creaciones bajo los mismos términos. Esta licencia suele ser comparada con las licencias copyleft de software libre y de código abierto. Todas las nuevas obras basadas en la suya portarán la misma licencia, así que cualesquiera obras derivadas permitirán también uso comercial.

<http://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/>



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA
UNIVERSIDAD NACIONAL SAN LUIS GONZAGA
EVALUACIÓN DE ORIGINALIDAD

El que subscribe, deja constancia que se ha realizado el análisis con el software de verificación de similitud al documento cuyo título es:

“Diseño de un Proceso utilizando bentonita activada para la remoción de fenoles presentes en las aguas residuales”

Presentado por:

TIPACTI REVATTA, MARÍAEMILIA JHOSNERLY

Autor del Proyecto de Tesis del nivel de PREGRADO de la Facultad de INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA. El Resultado obtenido es 1% (PORCENTAJE DE SIMILITUD) por lo cual, se otorga el calificativo de:

APROBADO, según Reglamento de Evaluación de la Originalidad.

Se adjunta al presente el reporte de evaluación con el software de verificación de originalidad.

Observaciones:

El porcentaje de similitud es menor del 20%, establecido como máximo por Reglamento de Evaluación de originalidad.

Ica, 17 de julio de 2024

UNIVERSIDAD NACIONAL SAN LUIS GONZAGA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA
UNIDAD DE INVESTIGACIÓN

Dra. ROSA LUZ BLINDO PASACHE
DIRECTORA (C)

UNIVERSIDAD NACIONAL “SAN LUIS GONZAGA”
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y PETROQUÍMICA



***“Diseño de un Proceso utilizando bentonita activada para la
remoción de fenoles presentes en las aguas residuales”***

LINEA DE INVESTIGACIÓN:
Ciencias naturales, ingeniería y tecnologías sostenibles

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE INGENIERO QUÍMICO

AUTOR: Bach. TIPACTI REVATTA, Maríaemilia Jhosnerly

ASESOR: Dr. ROSALÍO CUSI PALOMINO

Ica, Perú

2025

DEDICATORIA

A mi madre, por su amor infinito, por los sacrificios silenciosos y por enseñarme que la perseverancia y la honestidad son el camino hacia cualquier meta.

A mi familia, quienes con cada palabra de aliento y cada gesto de apoyo se convirtieron en mi mayor fuente de fortaleza.

Dedico este logro a todos aquellos que, con su cariño y fe en mí, me impulsaron a continuar aun cuando las dificultades parecían imposibles de superar.

AGRADECIMIENTO

A Dios, por darme la vida, la salud y la fortaleza necesarias para culminar este proyecto, y por iluminar cada paso de este camino académico.

A mis docentes y asesores, por su guía y orientación profesional, que me permitieron crecer no solo como estudiante, sino también como persona.

Y, con el corazón lleno de gratitud, a mi familia, por ser mi soporte incondicional y mi mayor inspiración. Este logro es tan mío como suyo.

Índice de Contenidos

	Pág.
Dedicatoria	ii
Agradecimientos	iii
Índice de Contenidos	iv
Índice de Tablas	vi
Índice de Figuras	vii
Resumen	viii
Abstract	x
I. INTRODUCCIÓN	01
II. ESTRATEGIA METODOLÓGICA	03
2.1. Fenol	03
2.1.1. Usos del fenol	04
2.1.2. Fenol como desinfectante	05
2.1.3. Toxicidad del fenol	06
2.1.4. Contaminación ambiental causada por residuos fenólicos	06
2.2. Métodos de tratamiento para la eliminación de residuos fenólicos	07
2.2.1. Métodos fisicoquímicos para la eliminación de fenol	07
2.2.2. Limitaciones de las técnicas de tratamiento de aguas residuales	09
2.3. Técnicas de eliminación de fenoles en aguas residuales industriales	14
2.3.1. Métodos de extracción por disolventes	15
2.3.2. Proceso de adsorción para la extracción de fenol	17
2.4. Técnicas de extracción de fenol con membrana	18
III. RESULTADOS	20
3.1. Determinación de la Absorción Máxima de Fenol	20

3.2.	Estandarización de la solución madre de fenol (1000 ppm)	21
3.3.	Curva de calibración de fenol	21
3.4.	Aplicación de la bentonita natural	24
3.4.1.	Potencial de hidrógeno (pH)	24
3.4.2.	Humedad	24
3.4.3.	Distribución del tamaño de partícula en seco	25
3.4.4.	Poder de Hinchamiento	26
3.5.	Caracterización química de la bentonita natural	27
3.5.1.	Análisis de metales fundidos por absorción atómica	27
3.5.2.	Análisis gravimétrico de aluminosilicatos	34
3.6.	Capacidad de Intercambio Catiónico	35
3.7.	Activación química de la bentonita natural	37
3.7.1.	Activación ácida	37
3.7.2.	Activación de Sal (HDTMA)	38
3.7.3.	Activación ácida con anclaje salino	39
3.8.	Análisis de Eliminación de Fenol	41
IV.	DISCUSIÓN	43
4.1.	Análisis Estadístico	43
V.	CONCLUSIONES	49
VI.	RECOMENDACIONES	50
VII.	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	51

Índice de Tablas

Tabla 1 Propiedades químicas y físicas del fenol	3
Tabla 2 Concentraciones de fenol en efluentes industriales [10]	7
Tabla 3 Resultados de la concentración real de la solución madre	21
Tabla 4 Curva de calibración de fenol total (ppm - absorbancia: de 0,1 a 1 ppm)	22
Tabla 5 Curva de calibración de fenol total (ppm - absorbancia: de 1 a 20 ppm)	22
Tabla 6 Resultados de la determinación del pH de la bentonita	24
Tabla 7 Resultados obtención del porcentaje de humedad	24
Tabla 8 Resultados de la granulometría de la muestra	25
Tabla 9 Resultados del hinchamiento de la bentonita	26
Tabla 10 Datos curva de calibración de Calcio	29
Tabla 11 Datos curva de calibración de Potasio	30
Tabla 12 Curva de calibración de sodio	31
Tabla 13 Datos de la curva de calibración del hierro	32
Tabla 14 Datos de la curva de calibración de magnesio	33
Tabla 15 Datos determinación del contenido de SiO ₂	34
Tabla 16 Resultados de la determinación de Al ₂ O ₃	35
Tabla 17 Curva de calibración de calcio y análisis de la muestra para la CIC	35
Tabla 18 Caracterización de una muestra natural de bentonita en base seca	36
Tabla 19 Datos recopilados en el análisis de remoción	42
Tabla 20 Contraste de Levene sobre la igualdad de las varianzas	44
Tabla 21 Análisis ANOVA. Pruebas de los efectos inter-sujetos	44
Tabla 22 Fracciones a granel para cada uno de los tratamientos con bentonita	45
Tabla 23 Valores medios para cada tratamiento con bentonita	45
Tabla 24 Componentes múltiples para concentración de bentonita	46
Tabla 25 Promedios de remoción para los tratamientos con bentonita	46

Índice de Figuras

Fig. 1 Estructura del Fenol	4
Fig. 2 Estructuras de compuestos fenólicos de contaminantes prioritarios	14
Fig. 3 Procesos de eliminación de fenol mediante extracción de disolventes	16
Fig. 4 Espectro de absorción	20
Fig. 5 Longitud de onda máxima absorbida	20
Fig. 6 Curva calibración de 0,1-1 ppm expresada en absorbancia vs concentración	22
Fig. 7 Curva calibración 1-20 ppm expresada en absorbancia vs concentración	23
Fig. 8 Rx de 4-aminoantipirina a diferentes concentraciones de fenol	23
Fig. 9 Resultados del poder de hinchamiento	26
Fig. 10 Configuración utilizada para la digestión ácida de una muestra de bentonita	28
Fig. 11 Curva de calibración de Calcio en absorbancia vs concentración	29
Fig. 12 Curva de calibración de Potasio en absorbancia vs concentración	30
Fig. 13 Curva de calibración de Sodio en absorbancia vs concentración	31
Fig. 14 Curva de calibración de Hierro en absorbancia vs concentración	32
Fig. 15 Curva de calibración de Magnesio en absorbancia vs concentración	33
Fig. 16 Análisis IR para del procedimiento de intercambio catiónico	36
Fig. 17 Activación química ácida mediante agitación magnética constante	38
Fig. 18 Activación salina mediante agitación magnética constante	39
Fig. 19 Diferencia de viscosidad entre la activación salina y la activación ácida con anclaje	40
Fig. 20 Comparación entre las arcillas	40
Fig. 21 Prueba de jarras	41
Fig. 22 Reacción para cada una de las muestras de la prueba de jarras	41
Fig. 23 Porcentaje de remoción tratamientos con bentonita y su concentración	47

RESUMEN

La contaminación ambiental es uno de los mayores problemas que enfrenta la sociedad actual, y la contaminación del agua, en particular, se ha convertido en uno de los aspectos más importantes debido a su impacto directo en la vida en el planeta.

Una de las principales maneras de prevenir la contaminación es evitar el vertido de aguas residuales sin tratar en los sistemas de suministro de agua de las ciudades y sus industrias, ya que la diversidad y complejidad de los efluentes requiere procesos específicos para cada caso.

Las aguas residuales industriales contienen numerosos contaminantes orgánicos e inorgánicos, como compuestos fenólicos, metales pesados y colorantes. Los compuestos fenólicos se consideran una fuente importante de contaminación debido a sus efectos nocivos para la salud humana.

Su presencia, incluso en concentraciones muy bajas, en los efluentes industriales representa una grave amenaza para el medio ambiente debido a su posible interferencia con los ciclos naturales; por lo tanto, es necesario su eliminación o reducción a concentraciones tolerables.

El fenol es un compuesto inflamable altamente soluble en agua, aceite, disulfuro de carbono y muchos disolventes orgánicos. Se caracteriza por un olor característico acre, dulce, medicinal o similar al alquitrán [1].

El fenol es un contaminante tóxico producido por la producción de resinas poliméricas, las industrias químicas, las refinerías de petróleo y las plantas de coquización, entre otras. Entre los problemas ambientales que ocasiona se encuentra la toxicidad de este compuesto para los peces en bajas concentraciones (5-25 ppm) [2].

Además, la presencia de fenol en aguas naturales puede provocar la formación de otros compuestos tóxicos sustituidos durante los procesos de desinfección y oxidación [1].

Actualmente, algunas empresas colombianas diseñan y construyen plantas de tratamiento capaces de tratar todo tipo de aguas residuales y equipadas con tratamientos para la remoción de contaminantes fenólicos.

Sin embargo, debido a la alta concentración de fenol presente al final del proceso de tratamiento de aguas residuales, como ocurre en la industria petrolera, la eficiencia de estos procesos se reduce considerablemente, lo que causa importantes problemas ambientales.

Por lo tanto, cabe preguntarse: ¿Existe una alternativa al final del proceso de tratamiento de aguas residuales para utilizar arcilla bentonítica como adsorbente de fenol, utilizándola en su estado natural o activándola para determinar si se puede aumentar la capacidad de remoción de este contaminante con un gran impacto ambiental?

Para abordar esta cuestión, se caracteriza la arcilla utilizada, se activa mediante dos métodos: ácido y sal de amonio cuaternario, y finalmente se adapta para comparar sus eficiencias. Se realizan pruebas en frascos con diferentes grados de bentonita, variando sus concentraciones en cada recipiente para evaluar su influencia en la eliminación de fenol.

Palabras clave: Diseño de procesos, bentonita activada, remoción de fenoles, aguas residuales.

ABSTRACT

Environmental pollution is one of the biggest problems facing today's society, and water pollution, in particular, has become one of the most important aspects due to its direct impact on life on the planet.

One of the main ways to prevent pollution is to avoid the discharge of untreated wastewater into the water supply systems of cities and their industries, as the diversity and complexity of effluents requires specific processes for each case.

Industrial wastewater contains numerous organic and inorganic contaminants, such as phenolic compounds, heavy metals, and dyes. Phenolic compounds are considered a major source of pollution due to their harmful effects on human health.

Their presence, even at very low concentrations, in industrial effluents poses a serious threat to the environment due to their potential interference with natural cycles; therefore, their elimination or reduction to tolerable concentrations is necessary.

Phenol is a flammable compound that is highly soluble in water, oil, carbon disulfide, and many organic solvents. It is characterized by a characteristic pungent, sweet, medicinal, or tar-like odor [1].

Phenol is a toxic pollutant produced by the production of polymer resins, chemical industries, oil refineries, and coking plants, among others. Among the environmental problems it causes is its toxicity to fish at low concentrations (5-25 ppm) [2].

Furthermore, the presence of phenol in natural waters can lead to the formation of other substituted toxic compounds during disinfection and oxidation processes [1].

Currently, some Colombian companies are designing and building treatment plants capable of treating all types of wastewater and equipped with treatments for the removal of phenolic pollutants.

However, due to the high concentration of phenol present at the end of the wastewater treatment process, as occurs in the oil industry, the efficiency of these processes is considerably reduced, causing significant environmental problems.

Therefore, the question arises: Is there an alternative at the end of the wastewater treatment process to using bentonite clay as a phenol adsorbent, using it in its natural state or activating it to determine whether the removal capacity of this pollutant with a significant environmental impact can be increased?

To address this question, the clay used is characterized, activated using two methods: acid and quaternary ammonium salt, and finally adapted to compare their efficiencies.

Tests are conducted in flasks with different grades of bentonite, varying their concentrations in each container to evaluate their influence on phenol removal.

Keywords: Process design, activated bentonite, phenol removal, wastewater

I. INTRODUCCIÓN

El agua es el recurso natural más valioso de nuestro planeta. Cubre el 70% de la superficie terrestre y, sin este invaluable compuesto, la vida en la Tierra no existiría. Es un hecho ampliamente reconocido: la contaminación de los recursos hídricos es un problema común en la actualidad.

Con la urbanización y la industrialización extensiva, la contaminación del medio ambiente con compuestos orgánicos artificiales (sintéticos) se ha convertido en un problema grave [3].

Las masas de agua naturales están contaminadas por diversos contaminantes tóxicos. La demanda de agua limpia y potable se está convirtiendo en una preocupación apremiante debido al rápido agotamiento de los recursos de agua dulce, ya que muchas fuentes de agua se han agotado debido al aumento de la población mundial y otras corren el riesgo de estar contaminadas.

Por lo tanto, la crisis de agua dulce se enfrenta en todo el mundo. Las actividades industriales y domésticas han contaminado las aguas superficiales y subterráneas en mayor medida [4].

Las aguas residuales de uso doméstico o industrial contienen desechos y contaminantes ambientales graves, generalmente líquidos o sólidos, de naturaleza biológica, química o radiactiva.

Además de sus implicaciones adversas para la salud, la contaminación por aguas residuales también tiene efectos naturales y ecológicos. Se liberan desechos tóxicos al medio ambiente, causando una extensa contaminación ambiental que daña irreparablemente muchas de nuestras reservas naturales de agua [5].

Debido a la descarga de efluentes tóxicos, las consecuencias a largo plazo de la exposición pueden causar cáncer, daño nervioso retardado, malformaciones en niños urbanos, cambios mutagénicos, trastornos neurológicos, etc. [6].

Sin embargo, para garantizar una calidad de vida sostenible, se debe minimizar el impacto ambiental de estas actividades. Si bien la conservación y una mejor utilización de los recursos son fundamentales para la sostenibilidad del planeta, la reducción de la generación de desechos, la mejora de la tecnología de

tratamiento y la utilización de los mismos son las mejores técnicas para mantener la calidad ambiental.

Cuando los efluentes de diversas actividades domésticas e industriales se vierten en los cuerpos de agua, el medio acuático queda expuesto a diversos compuestos tóxicos presentes en ellos.

Algunos de estos compuestos no solo son tóxicos, sino que son parcialmente biodegradables o prácticamente insolubles. Los microorganismos degradan estos compuestos, lo que reduce el contenido de oxígeno disuelto en el agua.

Esta disminución por debajo del nivel crítico causa graves daños a la vida acuática.

II. ESTRATEGIA METODOLÓGICA

2.1. Fenol

Fenol es el nombre común del hidroxibenceno, un compuesto aromático con un grupo hidroxilo unido al anillo bencénico. El fenol también se conoce como ácido carbólico, ácido fénico, ácido fenílico, hidróxido de fenilo u oxibenceno [7].

El fenol es la unidad estructural básica de diversos compuestos orgánicos sintéticos. Es un sólido cristalino blanco, soluble en la mayoría de los disolventes orgánicos. Es moderadamente volátil a temperatura ambiente (se evapora más lentamente que el agua) y bastante inflamable [8].

Presenta un olor muy fuerte (acre) con un umbral de olor de 0,04 ppm [9] y un intenso sabor a quemado.

El fenol es un ácido débil y, en su forma ionizada, es muy sensible a las reacciones de sustitución electrofílica y a las oxidaciones. Las propiedades químicas y físicas del fenol se detallan en la Tabla 1.

Tabla 1 Propiedades químicas y físicas del fenol

PROPIEDAD	FENOL
Fórmula	C ₆ H ₅ OH
Peso Molecular (g/mol)	94.14
Solubilidad en agua (g/L at 25 °C)	87
Punto de fusión (°C)	43
Punto de ebullición (°C)	181.8
Temperatura de Auto ignición	715 °C
Flash point (open cup)	87 °C
<i>pKa</i>	9.89 X 10 ⁻¹⁰

El fenol se produce tanto de forma natural como sintética mediante procesos químicos. De forma natural, el fenol se extrae de la destilación del alquitrán de hulla. De forma sintética, la oxidación del cumeno representa el 95 % de la producción mundial de fenol.

Industrias como la del cuero, la pintura, la farmacéutica, la petroquímica de plantas de coque, la refinería de petróleo, el plástico, los explosivos, el acero, los pesticidas, etc., y la de desinfectantes utilizan el fenol y sus compuestos derivados como productos y materias primas [10].

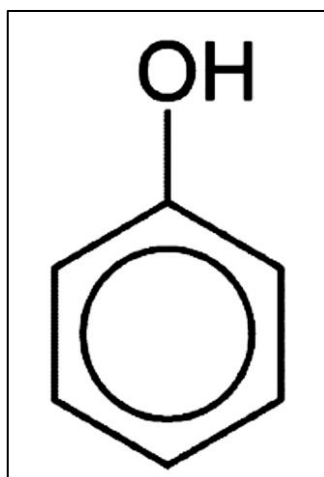


Fig. 1 Estructura del Fenol

2.1.1. Usos del fenol

Como sustancia pura, el fenol se utiliza en la producción de antimoho, desinfectantes, antisépticos y preparados medicinales como gotas para oídos y nariz, enjuagues bucales y pastillas para el dolor de garganta.

El fenol se utiliza en la preparación de algunas cremas y jabones de afeitar por sus propiedades germicidas y anestésicas locales; en medicina veterinaria, como antiséptico interno y anestésico gástrico; como agente peptizante en pegamentos; como disolvente de extracción en refinerías y la producción de lubricantes; como agente bloqueador de monómeros de isocianato bloqueados; como reactivo en análisis químicos; y como intermediario petroquímico primario. Industrialmente, el fenol se utiliza para la producción de resinas fenólicas, como las resinas de fenol-formaldehído (baquelita), que son resinas termoendurecibles de bajo costo que se utilizan como adhesivos para madera contrachapada, en las industrias de la construcción, automotriz y de electrodomésticos. Incluso en la producción de diversas resinas epóxicas, el fenol actúa como compuesto precursor.

Mediante reacción con acetona, también puede convertirse en bisfenol A, un monómero para resinas epóxicas. Se utiliza también para producir ciclohexanona y mezclas de ciclohexanona-ciclohexanol mediante hidrogenación catalítica selectiva.

Posteriormente, la ciclohexanona se convierte en su oxima y, posteriormente, en caprolactama, el monómero del nailon 6. La mezcla de ciclohexanona-

ciclohexanol se oxida con ácido nítrico a ácido adípico, uno de los monómeros para la producción de nailon-6,6. El fenol también se utiliza para producir polímeros de polifenoxi y polisulfona, poliéster resistente a la corrosión y polioles de poliéster.

El fenol es también un componente básico para la síntesis de productos farmacéuticos, como, por ejemplo, la aspirina [10]. El fenol se utiliza junto con el cloroformo (una mezcla común en biología molecular para la purificación de ADN y ARN a partir de proteínas) y también para la disrupción y lisis celular [11].

2.1.2. Fenol como desinfectante

El fenol es probablemente el desinfectante más antiguo conocido, introducido por Lister como "ácido carbólico". Hoy en día, los desinfectantes se utilizan ampliamente en los sectores sanitario, alimentario y farmacéutico para prevenir que los microorganismos indeseables causen enfermedades.

Entre los desinfectantes fenólicos se incluyen O-Syl, Matar, Septicol, Hexaclorofeno, Environ, One-Stroke, Lysovet, Tek-Trol, Lysol, Pantek, Discan, Pine-sol y Staphene.

Los desinfectantes a base de fenol, como Wex-cide, ProSpray y Birex, son germicidas, fungicidas, virucidas y tuberculocidas; es decir, son eficaces contra numerosas bacterias, hongos y algunos virus, disponibles a un precio moderado [12].

Los fenoles son especialmente eficaces contra bacterias grampositivas y virus envueltos, como el virus de la rubéola, la diarrea viral bovina (DVB), el coronavirus, la rinotraqueítis infecciosa bovina (RIB), la leucemia, el virus de la poliomielitis infecciosa aviar (PI3), la viruela bovina (PXB), la rabia y la estomatitis.

Los compuestos fenólicos se utilizan como desinfectantes de nivel intermedio para tratar dispositivos médicos no críticos que presentan el menor riesgo de transmisión de infecciones y que, por lo general, solo entran en contacto con la piel intacta.

Mantienen una mayor actividad en presencia de materia orgánica que los desinfectantes que contienen yodo o cloro. Se utilizan comúnmente en unidades de producción animal comercial, incluyendo criaderos, saneamiento de equipos y pediluvios [13].

Los desinfectantes fenólicos (incluidos los cresoles y el aceite de pino) son generalmente seguros, pero la exposición prolongada a la piel puede causar irritación.

2.1.3. Toxicidad del fenol

El fenol es un contaminante importante incluido en la lista de la EPA (1979), según lo informado por Agarry et al. (2008) [14]. El fenol es tóxico incluso en bajas concentraciones y se ha investigado su toxicidad para las células microbianas [15].

Por lo tanto, se han reportado a nivel mundial los efectos ambientales inaceptables de la contaminación de los desechos [16] y los efectos adversos del fenol para la salud están bien documentados [17].

La exposición aguda al fenol causa trastornos del sistema nervioso central. La exposición aguda al fenol por vía oral provoca daños en la sangre, el hígado, los riñones y toxicidad cardíaca, incluyendo pulso débil, depresión cardíaca y disminución de la presión arterial. Se ha reportado que la ingestión de 1 g de fenol es letal para los humanos [18].

Algunos de los efectos reportados por los investigadores incluyen hipotermia, depresión miocárdica, ardor en la piel, irritación ocular y trastornos gastrointestinales [19].

Además, el consumo de agua con alto contenido de compuestos fenólicos puede provocar cáncer, ya que es un carcinógeno susceptible. La exposición al fenol y sus derivados en humanos y animales causa daño hepático y renal, deterioro del sistema nervioso central, diarrea y orina oscura [20].

Debido a estos efectos adversos para la salud de los compuestos fenólicos, según las normas de la Organización Mundial de la Salud, el nivel máximo permisible de fenol en el medio ambiente es de 0,1 mg/l [18]

2.1.4. Contaminación ambiental causada por residuos fenólicos

El fenol y sus compuestos sustituyentes son contaminantes característicos en las aguas residuales generadas por refinerías de petróleo crudo, plantas cerámicas, acerías, procesos de conversión de carbón, unidades de fabricación de resinas fenólicas, pesticidas y explosivos, etc.

La Tabla 2 enumera las diversas operaciones industriales y la concentración de fenol en los efluentes generados por ellas.

Tabla 2 Concentraciones de fenol en efluentes industriales [10]

Industria	Concentración de fenol (mg L ⁻¹)
Operaciones de coquización	28 – 3900
Procesamiento de carbón	9 – 6800
Petroquímica	2.8 – 1220
Pulpa y papel	0.1 - 1600
Producción de gas	4000
Refinerías	6 – 500
Productos farmacéuticos	1000
Fabricación de benceno	50

2.2. Métodos de tratamiento para la eliminación de residuos fenólicos

Dada la amplia prevalencia de fenoles en diversas aguas residuales y su toxicidad para la vida humana y animal, incluso en bajas concentraciones, es fundamental eliminarlos antes de su vertido a cuerpos de agua.

Por lo tanto, es fundamental implementar estrategias adecuadas de tratamiento de aguas residuales para contrarrestar estos crecientes problemas ambientales. Se han empleado diversas tecnologías de tratamiento a este respecto [21].

El tratamiento aplicado, que puede ser un solo tratamiento o una combinación de estos, debe garantizar la eliminación del fenol dentro de los límites de vertido permitidos. La elección del tratamiento depende de la concentración, el volumen del efluente tratado y su coste.

2.2.1. Métodos fisicoquímicos para la eliminación de fenol

Se han utilizado diversos métodos de tratamiento, como la adsorción, la oxidación húmeda y la oxidación química, para la eliminación de fenoles de soluciones acuosas.

Entre los métodos disponibles para el tratamiento de residuos fenólicos se incluyen los procesos con carbón activado granular y ósmosis inversa, los

procesos anaeróbicos, el método electro Fenton y aplicaciones combinadas de flotación y coagulación, desorción y oxidación.

a) Intercambio iónico

La eliminación de un ion de una solución acuosa mediante la sustitución de otra especie iónica es el principio básico del método de intercambio iónico para la eliminación de xenobiotas.

Se utilizan materiales naturales y sintéticos especialmente diseñados para permitir operaciones de intercambio iónico a altos niveles, lo que permite la eliminación de contaminantes orgánicos e inorgánicos para la purificación y descontaminación de efluentes industriales.

Las principales características de las resinas iónicas incluyen propiedades como la capacidad de adsorción, la porosidad y la densidad [22].

Caetano et al. (2009) [23] informaron sobre el uso de dos tipos diferentes de resinas de intercambio iónico: Dowex XZ (resina de intercambio aniónico fuerte) y AuRIX 100 (resina de intercambio aniónico débil) para la eliminación eficiente de fenol. Informaron que ambas resinas de intercambio iónico mostraron la máxima eliminación de fenol en condiciones alcalinas.

b) Adsorción

La adsorción es un método ampliamente utilizado en el tratamiento de aguas residuales para la eliminación de color, metales pesados y otras impurezas inorgánicas y orgánicas presentes en los efluentes industriales, como lo indican [24].

La adsorción de fenol sobre carbón activado es un método de tratamiento ampliamente estudiado debido a la afinidad de los fenoles por la superficie activa del carbón [25].

Los mecanismos involucrados en el proceso de adsorción se centran principalmente en la selección del material adsorbente, como su tamaño de partícula, área superficial y porosidad, etc. [26].

Kyuya et al. (2004) [27] informaron que la distribución del tamaño de poro y el área superficial del carbón activado son dos factores importantes que afectan la adsorción de fenol.

Debido al alto costo que implica el uso de carbón activado, los materiales se obtienen básicamente de desechos agrícolas de bajo costo; el carbón activado preparado a partir de diversas materias primas como aserrín, cáscaras de nueces, cáscaras de coco, etc., se ha utilizado como adsorbente [28].

Estos adsorbentes se utilizan principalmente para la eliminación y recuperación eficaz de contaminantes fenólicos de las corrientes de aguas residuales [29].

c) Oxidación química

El tratamiento químico implica el uso de agentes químicos para destruir completamente o convertir los contaminantes en compuestos inofensivos o menos tóxicos, o intermediarios que puedan ser degradados por microorganismos [30].

La oxidación química de contaminantes orgánicos, especialmente el fenol, es una alternativa prometedora cuando las aguas residuales contienen contaminantes no biodegradables o tóxicos, y también cuando la concentración de contaminantes es alta.

Los agentes químicos utilizados suelen ser oxidantes fuertes. Entre los oxidantes más comunes que inician las reacciones de oxidación se encuentra el peróxido de hidrógeno, ampliamente utilizado para este fin [31].

2.2.2. Limitaciones de las técnicas de tratamiento de aguas residuales

Las tecnologías de tratamiento fisicoquímico descritas anteriormente presentan inconvenientes inherentes debido a la tendencia a la formación de intermediarios tóxicos secundarios, además de resultar costosas [32].

Estos procesos consumen mucha energía, son poco rentables y liberan efluentes y aguas residuales que requieren un tratamiento adicional, lo que resulta alarmante para el medio ambiente.

La principal desventaja del método de intercambio iónico es el alto costo de las resinas de intercambio iónico, ya que cada resina debe eliminar selectivamente un solo tipo de contaminante.

Caetano et al., 2009 [23], informaron que el fenol se elimina mediante resinas de intercambio iónico únicamente en medio alcalino, mientras que la resina no funcionalizada alcanza la máxima eliminación de fenol en medio ácido.

Además, la recuperación de estas resinas de intercambio iónico es un proceso complejo. Además, el intercambio iónico es muy sensible al pH de la solución [33].

Durante la adsorción, el fenol presente en las aguas residuales se transfiere selectivamente a la fase sólida (adsorbente) en lugar de eliminarse. Esto genera una gran cantidad de residuos sólidos, lo que requiere una eliminación segura.

Como se mencionó anteriormente, el uso de carbón activado no es rentable, ya que la recuperación de partículas de carbón activado de las aguas residuales tratadas conlleva un alto costo [34].

El proceso de oxidación química presenta numerosas desventajas, como el alto costo de los productos químicos, la emisión de diversos subproductos nocivos y la generación de componentes peligrosos como efluentes secundarios, además de la producción de gases nocivos [35].

En la oxidación química del fenol, se utilizan diversos agentes oxidantes como el peróxido de hidrógeno y los reactivos de Fenton. El peróxido de hidrógeno, cuando se utiliza solo, presenta baja reactividad y provoca la oxidación incompleta de muchos contaminantes orgánicos [36].

Por lo tanto, el desarrollo de tecnologías que prioricen la desintoxicación y degradación del fenol sin los inconvenientes mencionados se ha convertido en el foco de la investigación.

El tratamiento biológico con cepas microbianas puras y mixtas se considera una alternativa atractiva y eficiente para el tratamiento de aguas residuales contaminadas que contienen sustancias recalcitrantes como los fenólicos, ya que no produce productos finales tóxicos y es rentable [37].

Debido a su toxicidad, incluso en concentraciones inadecuadas, el fenol y sus derivados se han convertido en los contaminantes orgánicos más frecuentes del agua. Los fenoles, en particular los clorofenoles, son nocivos y posiblemente cancerígenos; aunque a una concentración de unos pocos $\mu\text{g/L}$, que puede considerarse mínima, aún afecta el sabor y el olor del agua potable.

El fenol, por naturaleza, es un hidrocarburo aromático semivolátil que se puede detectar en aguas residuales en concentraciones variables, desde un mínimo de 1 mg/L hasta 7000 mg/L en la mayoría de las industrias.

El fenol comprende 11 de las 126 sustancias químicas registradas por la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos, lo que lo convierte en un contaminante importante (EPA, 2002).

Con la fórmula química C_6H_5OH , el fenol, u otros nombres como ácido carbólico y ácido fénico, es un compuesto orgánico. Es sólido a temperatura ambiente y se presenta en estado blanco cristalino. La molécula está compuesta por un grupo fenilo ($-C_6H_5$) unido a grupos hidroxilo ($OH-$). Ligeramente ácido, tiende a causar quemaduras, por lo que requiere un manejo cuidadoso.

Del alquitrán de hulla, los investigadores han extraído con éxito el fenol, utilizado en diversas industrias desde el pasado hasta el presente. La alta demanda obligó a producir grandes cantidades de aproximadamente 7 mil millones de kg/año para satisfacer la demanda, comenzando por el petróleo crudo. Como referencia para muchos productos y sustancias funcionales, es un valioso producto comercial [38].

Sus usos predominantes incluyen plásticos o materiales derivados relacionados. Las industrias relacionadas emplean el fenol y sus derivados químicos como elementos esenciales en la construcción de policarbonato, baquelita, epoxi, nailon, detergentes, entre otros herbicidas como los herbicidas fenoxi, y otros productos como una amplia gama de medicamentos farmacéuticos.

El fenol también puede sintetizarse a nivel industrial utilizando numerosos métodos alternativos [39], como la reacción de clorobenceno con sosa cáustica a una temperatura de $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ o la fusión alcalina de benceno-sulfonato sódico, o la oxidación de tolueno con ácido benzoico.

El fenol también está disponible como subproducto en los procesos de coquización de carbón, como el benzol y el alquitrán de hulla. A través del proceso de extracción con la ayuda de soluciones cáusticas como el fenato de sodio, el fenol se ha extraído con éxito de estos subproductos.

Luego se distribuye a temperaturas elevadas en estado sólido, cristalino o líquido y también como solución acuosa. El fenol también se produce a partir de combustibles fósiles y la combustión del tabaco, y se encuentra en muchos compuestos como ingredientes naturales (por ejemplo, alcohol, té y alimentos ahumados).

El fenol también está presente en la materia orgánica y en la descomposición de desechos animales, y se forma en el aire como producto de la fotooxidación del benceno. También se desarrolla como resultado de una reacción química que da

lugar a la formación de nubes en la atmósfera a través del vapor de agua condensado.

La producción y el uso de pesticidas, en particular los fenoxiherbicidas como el ácido 2,4-diclorofenoxiacético [40] o el ácido 4-cloro-2-metilfenoxiacético, y los biocidas fenólicos como el pentaclorofenol (PCP) [41], el dinoseb o los pesticidas diariléter [42], también contribuyen a la presencia de fenoles en el entorno.

También es producido por aminoácidos encontrados en hemicelulosas de plantas influenciadas por la radiación UV, luz solar y transformación de tirosina en el tracto digestivo de mamíferos (incluyendo humanos). El fenol se encuentra en aguas superficiales en diferentes cantidades.

En agua natural, se encontró en concentraciones entre 0,01 y 2,0 µg/L, mientras que se observa que el nivel de concentración puede alcanzar o superar los 40 mg/L registrados en agua de río contaminada por aguas residuales de plantas procesadoras de petróleo [43].

Se encontró fenol en aguas superficiales de Países Bajos en cantidades que variaban de 2,6 a 5,6 µg/L. También se ha encontrado en el suministro de agua doméstica en los EE. UU. a un nivel de 1 µg/L.

Aunque se estima que el nivel de fondo de fenol en el aire es bajo, aproximadamente 1 ng/m³, el alto nivel de concentración de 9,7 µg/L se determinó en áreas cercanas a fábricas que impregnan madera [44].

También se ha informado de fenol en pequeñas concentraciones (5 µg/kg) en la miel, así como en el café derivado del ácido ferúlico. Este ácido ferúlico luego se convierte en vinil-guaiacol, guaiacol y, finalmente, en fenol. La concentración de fenoles en los alimentos procesados alcanzará niveles alarmantes.

Por ejemplo, el contenido de fenol en la carne de cerdo y las salchichas a la parrilla fue de 28,67 y µg/kg, respectivamente. También se ha encontrado fenol en cantidades de 37 a 70 mg/kg en la capa exterior de la carne ahumada. La información sobre la exposición fue inadecuada para evaluar el nivel de exposición de la población general al fenol.

No obstante, las personas se exponen al fenol a través de la ingesta repetida de alimentos procesados con alto contenido de fenol o la inhalación de aire de zonas altamente industrializadas, con dosis tóxicas de aproximadamente 2 mg y 4 mg

de fenol al día, respectivamente. La exposición al fenol también puede ser accidental.

Se ha calculado que un solo cigarrillo encendido emite aproximadamente entre 0,3 y 0,4 mg de fenol. Como consecuencia del consumo de aguas subterráneas contaminadas con fenol, Delfino y Dube estimaron una exposición diaria de entre 10 y 240 mg de fenol por persona. La exposición a este elevado contenido de fenol culminó en un aumento estadísticamente significativo de diarrea, orina oscura e inflamación oral.

Según la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA) y la Unión Europea (UE), se han incluido en la lista de sustancias químicas prioritarias que contienen fenoles, principalmente clorofenoles y nitrofenoles [22-24].

La Figura 2 muestra la composición de once fenoles considerados contaminantes críticos por la EPA. La Directiva 2455/2001/CE de la UE especifica una concentración total de 0,5 µg/L en el agua potable, que debería ser inferior a 0,1 µg/L.

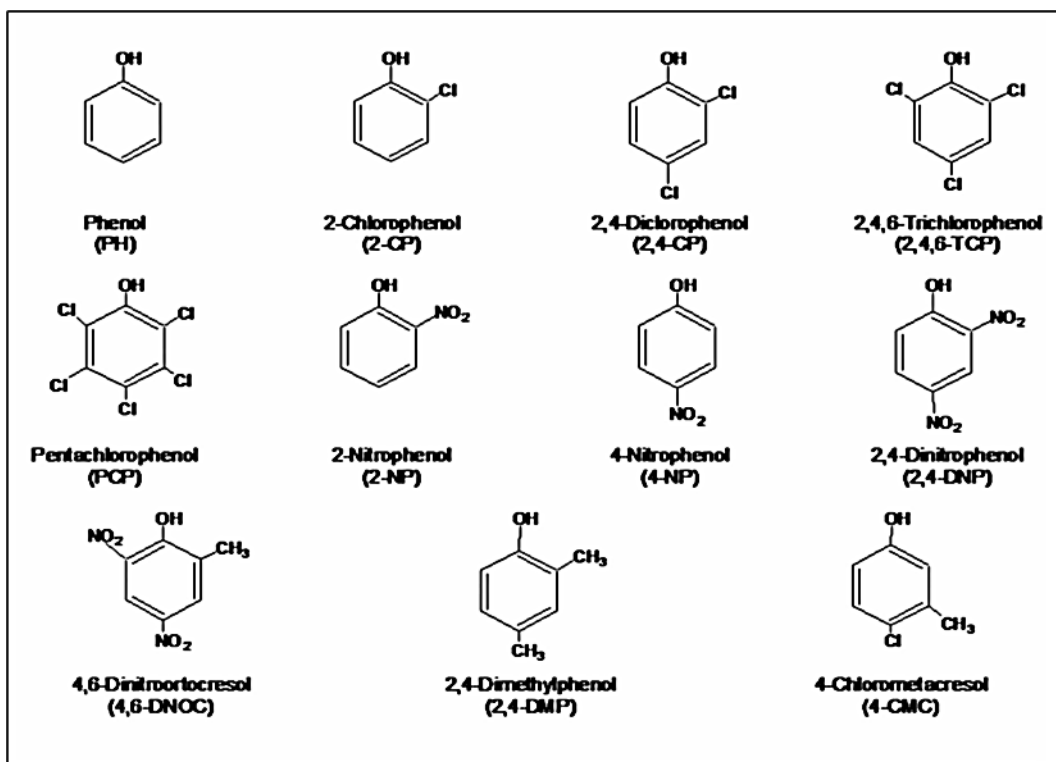


Fig. 2 Estructuras de compuestos fenólicos de contaminantes prioritarios

2.3. Técnicas de eliminación de fenoles en aguas residuales industriales

Las aguas residuales se clasifican generalmente como escorrentías industriales o aguas residuales. Las aguas residuales industriales con propiedades que cumplen con los requisitos de drenaje municipal se vierten repetidamente al alcantarillado público.

Las características de las aguas residuales industriales difieren sustancialmente de una industria a otra; por lo tanto, los procedimientos para su tratamiento suelen variar [10].

Debido a la toxicidad del fenol y a su exposición a los sabores desagradables de los entornos de consumo y procesamiento de alimentos, las escorrentías agrícolas que contienen fenol podrían no liberarse en aguas abiertas si no se tratan adecuadamente.

Reconociendo el daño causado por la toxicidad de algunas de estas sustancias, la Agencia de Protección Ambiental ha determinado el umbral de fenol en menos de 1 parte por billón (ppb) en aguas superficiales como nivel de purificación del agua.

En Italia, el umbral de fenoles en aguas potables y naturales es de $0,5 \text{ g.L}^{-1}$ (0,5 ppb). Esto cumple con las directrices de la Unión Europea. Considerando que el límite máximo de contaminación por drenaje es de $0,5 \text{ mg/L}$ para aguas superficiales y de $1,0 \text{ mg/L}$ para el sistema de tratamiento de aguas residuales.

Las técnicas de tratamiento actuales que incorporan tecnologías fisicoquímicas y biológicas son esenciales para un uso comercial completo y de alta eficiencia para eliminar el fenol de las aguas residuales.

Por ejemplo, el tratamiento biológico o los métodos de oxidación química eliminan los contaminantes orgánicos de las aguas residuales de la industria petrolera [45].

También se requieren protocolos de tratamiento especiales adicionales cuando se encuentran otros contaminantes en los residuos fenólicos. La selección de métodos de tratamiento eficientes y aceptables depende de las características específicas de las aguas residuales y de factores económicos.

2.3.1. Métodos de extracción por disolventes

El procedimiento de extracción por disolventes es la técnica más utilizada para separar el fenol de las aguas residuales. En este proceso, el fenol se elimina de las aguas residuales, lo que lo hace utilizable. Posteriormente, se procesa mediante adsorción de carbono o biológica para erradicar el fenol por completo.

El proceso de extracción por disolventes también se conoce como extracción líquida y líquido-líquido. En aguas residuales, debido a su mayor solubilidad en el disolvente que en aguas residuales, el componente residual se extrae específicamente mediante el proceso de extracción por disolventes tras su contacto con un disolvente orgánico.

Este proceso se utiliza principalmente para aislar materiales orgánicos de las aguas residuales [46].

En esta fase, la corriente residual y el disolvente se combinan para permitir el movimiento de la masa del contaminante del líquido al disolvente (Figura 3).

La sustancia inmisible en agua se desprende de la superficie por gravedad. Un extracto se describe como la solución de disolvente que contiene el contaminante extraído.

Una vez eliminados los contaminantes, la corriente residual recolectada se considera refinado. También se pueden extraer sustancias beneficiosas del extracto si este se enriquece adecuadamente.

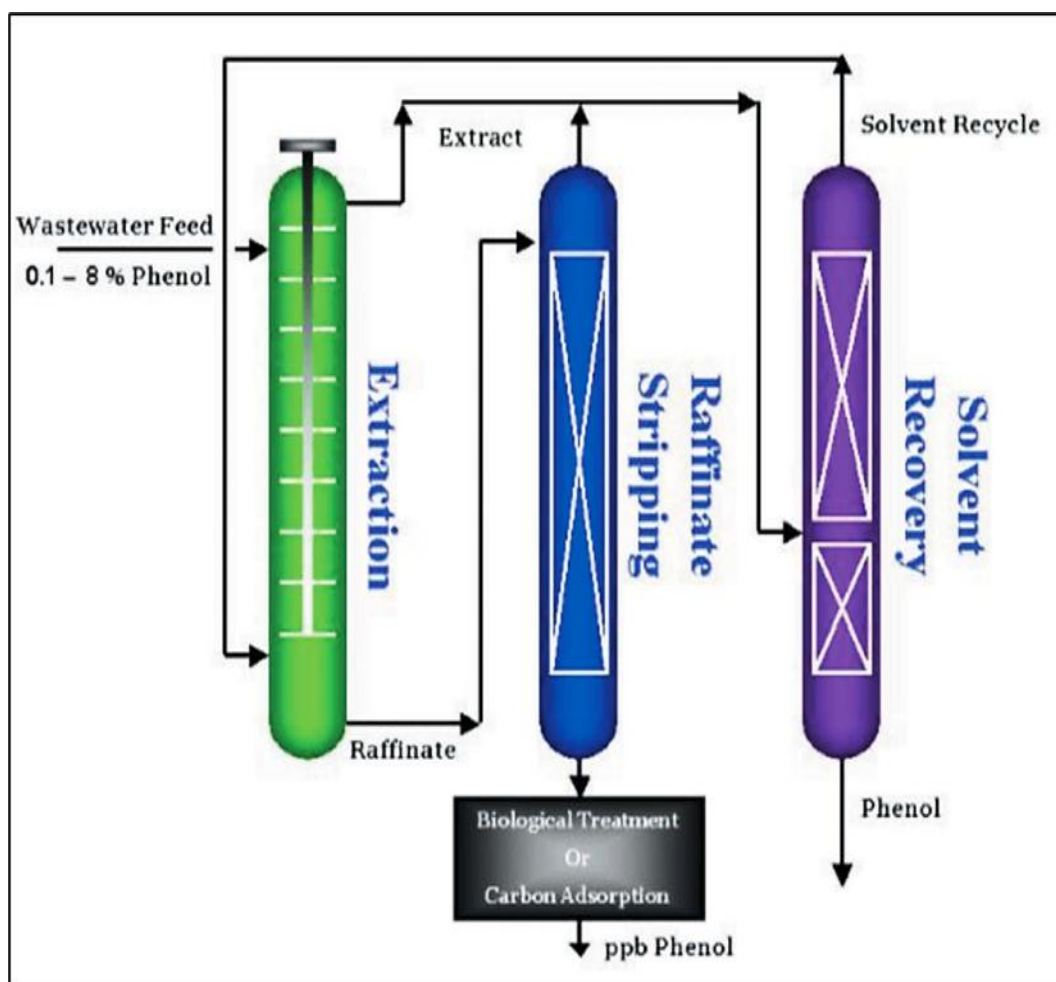


Fig. 3 Procesos de eliminación de fenol mediante extracción de disolventes

El proceso de destilación se utiliza principalmente para la recuperación del disolvente y del producto químico orgánico reutilizable de la materia orgánica. El método de extracción por disolventes se ha aplicado generalmente en las industrias de energía, minería y procesamiento de minerales, y fabricación de alimentos [46].

2.3.2. Proceso de adsorción para la extracción de fenol

Los métodos de adsorción se emplean a menudo para tratar aguas residuales contaminadas y cursos de agua contaminados. Los procesos convencionales de lecho fijo requieren saturación, adsorción o carga, acompañada de procesos de desorción, elución o regeneración.

Cuando la recuperación resulta difícil o inconveniente, el lecho adsorbente saturado se desecha o se demuele mediante combustión en hornos adecuados. Los investigadores suelen extraer la materia orgánica líquida simplemente mediante la adsorción en carbón activado.

Los carbones activados se fabrican utilizando diversos materiales carbonosos, como madera, carbón vegetal de fábricas de celulosa, turba y lignito, que constituyen los adsorbentes de mayor calidad para el tratamiento de aguas hasta la fecha [47].

La eficacia de estos productos se debe a sus considerables áreas superficiales. El procedimiento de desarrollo del carbón activado implica la combustión anaeróbica de las materias primas a menos de 600 °C, acompañada de un proceso de activación por oxidación parcial.

El dióxido de carbono puede utilizarse como agente oxidante a 600–700 °C, o el agua a 800–900 °C puede oxidar el carbono.

Estos procesos de oxidación se explican a continuación.



Estos métodos mejoran el área superficial, mejoran la permeabilidad y dejan los átomos de C en estructuras con afinidades con compuestos orgánicos. Generalmente, existen dos tipos de carbón activado.

El carbón activado en polvo, con partículas de 50–100 µm de diámetro, es la mayoría. El carbón activado granulado, con partículas de 0,1–1 mm de diámetro, es el más común para el tratamiento de agua.

El carbón activado granulado se utiliza en un lecho fijo, por el cual el agua fluye hacia abajo. La deposición de partículas incluye un lavado regular. En un entorno de vapor-aire, la regeneración del carbón se logra llevándolo a 950 °C.

Este método oxida los compuestos orgánicos adsorbidos y repone la superficie del carbón con una pérdida de carbono de aproximadamente el 10 % [48].

Los fenoles también pueden adsorberse exponencialmente mediante el uso de resinas poliméricas, una alternativa a los carbones activados. Una característica notable de la adsorción de la resina son las fuerzas de adhesión entre los adsorbentes.

En cuanto a los adsorbentes, estos suelen ser más débiles que los de la adsorción con carbón activado, lo que resulta en una regeneración simple y no destructiva de la resina, como el lavado de la resina, lo que permite la recuperación de solutos [10].

El adsorbente polimérico Amberlite™ XAD™4 se utiliza para eliminar el fenol de las aguas residuales en varios lugares del mundo. Incluso se ha reportado que el fenol en altas concentraciones (20 000 mg/l) se trata con éxito en aguas residuales.

La capacidad fenólica de la resina aumenta con la creciente concentración de fenol. La regeneración de la resina se lleva a cabo de diversas maneras: con cáustico al 1% o disolventes como acetona, metanol y formaldehído.

La acetona se utiliza con frecuencia, ya que la mayoría de las plantas de fenol también la producen. También se ha descubierto que la peroxidasa de rábano picante tiene la capacidad de eliminar fenoles y sustancias tóxicas [49].

Otros adsorbentes, como la bentonita, la perlita, el testa de caucho, además de la hidrotalcita y su producto calcinado (esquistos bituminosos), el intercambiador de iones de vanadato de arseniato de zirconio(IV) y la polivinilpirrolidona reticulada, se han sugerido zeolitas naturales activadas y almidón catiónico insoluble en agua para eliminar fenoles de soluciones acuosas de un solo soluto.

2.4. Técnicas de extracción de fenol con membrana

Este proceso híbrido aborda los métodos de separación tradicionales, a saber, la destilación y la adsorción. y métodos de separación por membrana, específicamente pervaporación y/o extracción por solventes con membrana para procesar efluentes del proceso de oxidación del cumeno.

La pervaporación es un método de membranas de ahorro energético que se utiliza para eliminar la materia orgánica del agua [10].

Este método consiste en aislar líquidos mediante membranas de pervaporación en el lado de la alimentación y vapor en el lado del permeado, evaporando simultáneamente la sustancia permeada.

La eficacia de este enfoque híbrido se basa en ambos métodos, como las técnicas de membrana, que deberían permitir la eliminación de una parte significativa de los contaminantes orgánicos, mientras que la adsorción disminuirá las concentraciones de fenol del efluente en tratamiento en la medida adecuada para las plantas de tratamiento de aguas residuales.

Mediante una membrana de poliuretano, Hoshi et al. estudiaron el proceso de pervaporación para aislar una mezcla de fenol y agua.

III. RESULTADOS

3.1. Determinación de la Absorción Máxima de Fenol

La determinación de la absorción máxima de fenol se realiza para establecer la longitud de onda adecuada para la lectura del complejo coloreado de 4-aminoantipirina a pH básico, lo cual será fundamental para obtener la curva de calibración para todos los fenoles.

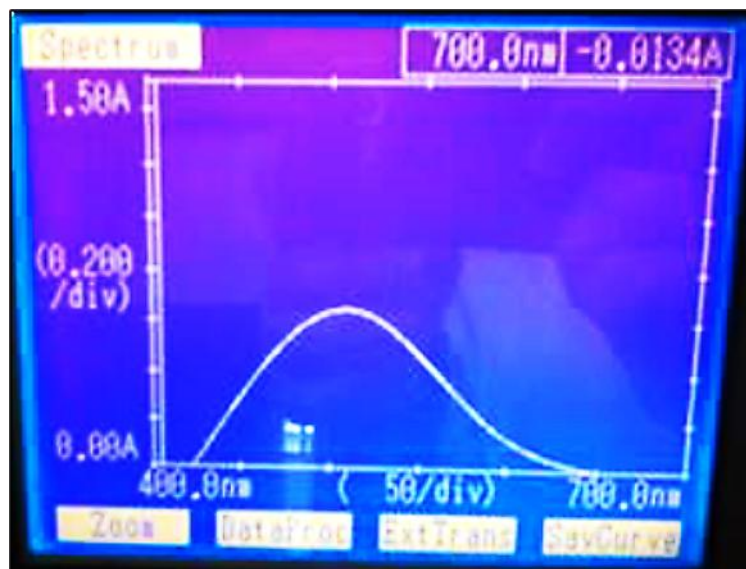


Fig. 4 Espectro de absorción



Fig. 5 Longitud de onda máxima absorbida

Como se muestra en las Figuras 4 y 5, para una muestra de fenol de concentración conocida (1 ppm), después de la coloración durante el tiempo indicado, la longitud de onda máxima se encuentra en 509,5 nm, la cual se encuentra dentro del parámetro reportado en las normas técnicas y n/a 509,5 nm 510 nm. Esta longitud de onda se utiliza para el siguiente cálculo.

3.2. Estandarización de la solución madre de fenol (1000 ppm)

La solución madre de fenol se estandarizó para obtener datos precisos para la lectura de los estándares de calibración, ya que la matriz es sensible a la luz y presenta una rápida cinética de degradación.

Tabla 3 Resultados de la concentración real de la solución madre

Solución	Volumen empleado (mL)
Na ₂ SO ₃ 0.025 M en blanco	6,5
KBr-KBrO ₃ en muestra	20
Na ₂ SO ₃ 0.025 M en muestra	4,6

Con base en los resultados mostrados en la Tabla 3, los cálculos correspondientes muestran que la concentración de la solución madre es de 983,39 ppm.

Teniendo en cuenta este valor, se realizan los cálculos correspondientes para preparar la curva de calibración de fenol requerida.

3.3. Curva de calibración de fenol

Para la determinación de la concentración de fenoles en agua, se prepararon dos curvas de calibración: una a bajas concentraciones (0,1-1 ppm) y otra a altas concentraciones (1-20 ppm), como se muestra en las Tablas 4 y 5.

El método colorimétrico de 4-aminoantipirina es sensible y adecuado para concentraciones en el rango de 0,1 a 20 ppm.

La Figura 6 muestra el comportamiento del color del complejo a diferentes concentraciones de fenol.

Tabla 4 Curva de calibración de fenol total (ppm - absorbancia: de 0,1 a 1 ppm)

ppm	Abs
0,1	0,133
0,3	0,198
0,5	0,317
0,8	0,475
1	0,603

Tabla 5 Curva de calibración de fenol total (ppm - absorbancia: de 1 a 20 ppm)

ppm	Abs
1	0,603
5	1,129
10	1,715
15	2,457
20	2,872

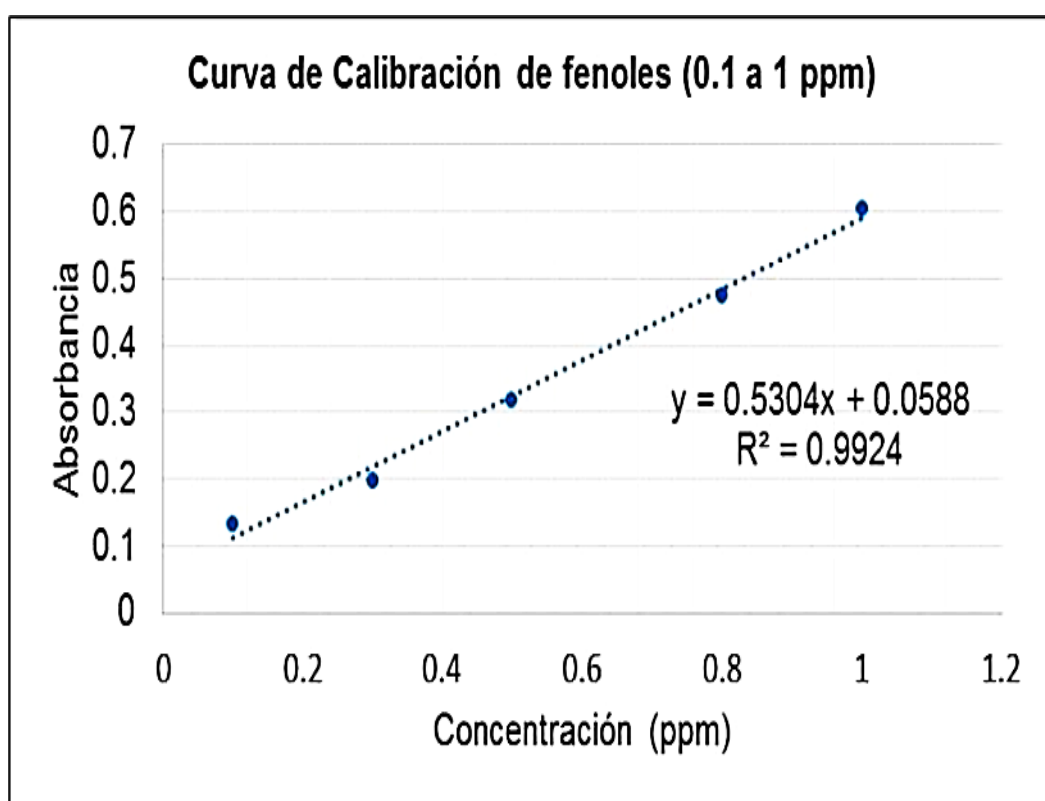


Fig. 6 Curva calibración de 0,1-1 ppm: absorbancia vs concentración

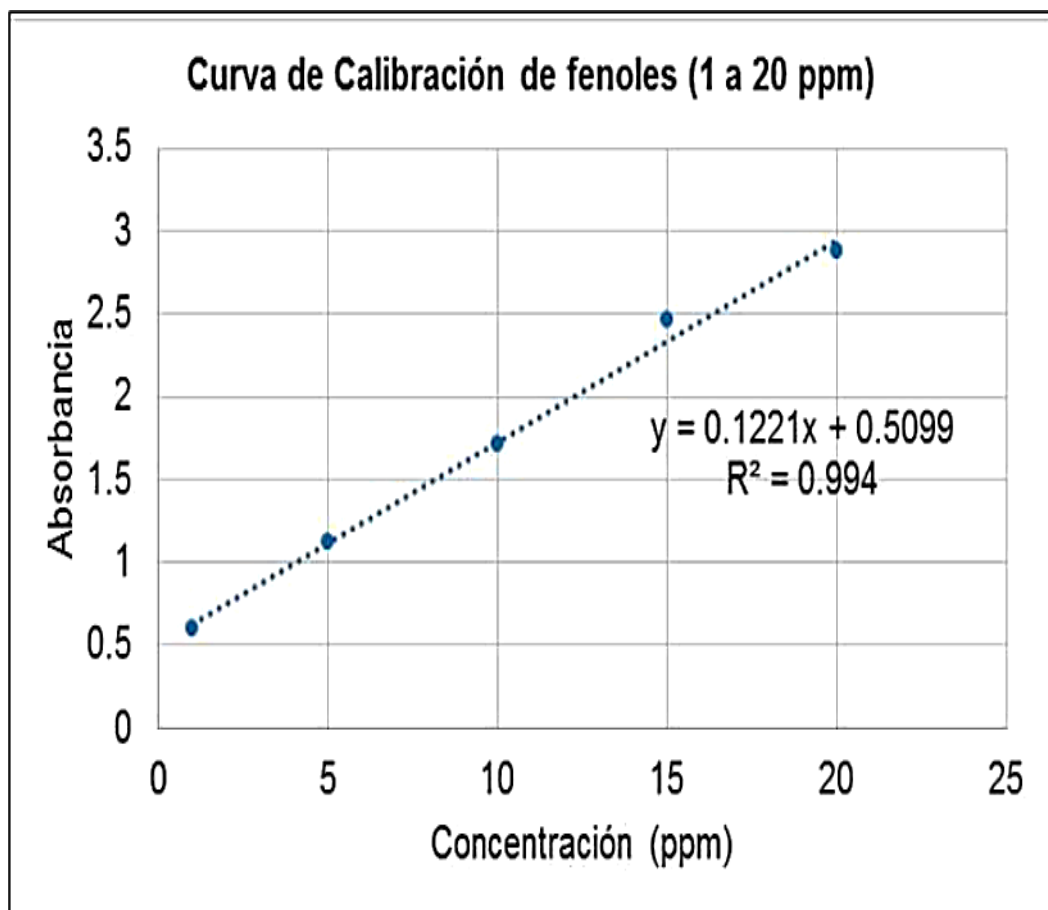


Fig. 7 Curva calibración 1-20 ppm: absorbancia vs concentración



Fig. 8 Rx de 4-aminoantipirina

Con base en las curvas de calibración obtenidas, mostradas en las Figuras 6 y 7, se observa que el índice de correlación, tanto a bajas concentraciones ($R^2 = 0,9924$) como a altas concentraciones ($R^2 = 0,994$), presenta una buena linealidad, lo que indica que R^2 no supera los valores ideales por encima del primer grado de cuantificación para la subcuantificación.

3.4. Aplicación de la bentonita natural

3.4.1. Potencial de hidrógeno (pH)

El potencial de hidrógeno es una característica de cada material arcilloso. En este caso, la muestra de bentonita tipo montmorillonita presenta un pH relativamente básico que oscila entre 8,8 y 9,6.

Tabla 6 Resultados de la determinación del pH de bentonita

Temperatura (°C)	pH
24	8,94
26,7	8,90
28,4	8,83

Con base en los resultados que se muestran en la Tabla 6, a diferentes temperaturas y de acuerdo con las normas técnicas, la muestra se clasificó como Tipo 1, lo que la hace apta para su uso en la industria química y útil para la perforación de pozos petroleros.

Cabe destacar que el pH de la muestra varía debido a los tratamientos empleados para su activación, lo que indica que esta variable es directamente proporcional a la capacidad de adsorción de la muestra para la eliminación final de todos los fenoles.

3.4.2. Humedad

Las normas técnicas estipulan que el porcentaje máximo de humedad permitido en la bentonita después de un proceso de secado a 105 °C es del 10 %.

Tabla 7 Resultados obtención del porcentaje de humedad

Parámetro	Peso (g)
Capsula más muestra húmeda (A)	21,3763
Cápsula más muestra seca (B)	21,3367
Peso inicial de muestra (M)	1,0047

Considerando la Tabla 7 y realizando el cálculo correspondiente, el contenido de humedad de la muestra es del 3,9395 %, lo que indica que cumple con los requisitos para su uso en el análisis. Sin embargo, cabe destacar que el contenido

de humedad fue relativamente bajo, lo que indica que la muestra se secó antes de someterse al tratamiento mecánico para obtener un tamaño de partícula menor.

Es importante destacar que un bajo contenido de humedad puede causar una baja estabilidad superficial de la matriz, que se espera que aumente con los tratamientos de activación.

3.4.3. Distribución del tamaño de partícula en seco

La distribución del tamaño de partícula es uno de los parámetros texturales que determinan las propiedades de retención de un sólido y, por lo tanto, el fenómeno de transporte de solutos en un sólido poroso.

El análisis de la distribución del tamaño de partícula puede ayudar a identificar la presencia de impurezas, además de determinar el porcentaje de partículas con diámetros inferiores a 2 μm , ya que esta fracción tiene la mayor área superficial específica y, por lo tanto, es el principal proceso involucrado en la adsorción.

Tabla 8 Resultados de la granulometría de la muestra

% Retenido	
Malla 100	Malla 200
60,14	21,99

Según la Tabla 8, el porcentaje promedio de la fracción de arcilla ($<2 \mu\text{m}$) es del 21,99%, mientras que la fracción de limo fino ($20 - 2 \mu\text{m}$) es del 60,14%. Estos resultados indican que la bentonita es rica en minerales.

La menor proporción de arcilla se debe a la presencia de agregados difíciles de eliminar. Cabe destacar que este parámetro en la muestra de bentonita puede variar según el tratamiento utilizado para su activación, ya que este puede modificar su distribución granulométrica y afectar significativamente las propiedades fisicoquímicas del material.

Finalmente, la distribución granulométrica está determinada por la composición del complejo de aluminosilicato y el proceso de disolución-precipitación de las fases de baja cristalinidad.

3.4.4. Poder de Hinchamiento

Tabla 9 Resultados del hinchamiento de la bentonita

Hinchamiento	
$C_{12}H_{25}NaO_4S$	Agua destilada
24 cm ³	13 cm ³

Según la Tabla 9 y las normas técnicas, la muestra de bentonita se considera apta para tratamientos químicos. Sin embargo, cabe destacar que el hinchamiento varía según el tipo de muestra.

Según la literatura, la bentonita se presenta en dos formas: sódica o cálcica, siendo la bentonita sódica la que presenta mayor capacidad de hinchamiento que la cálcica.

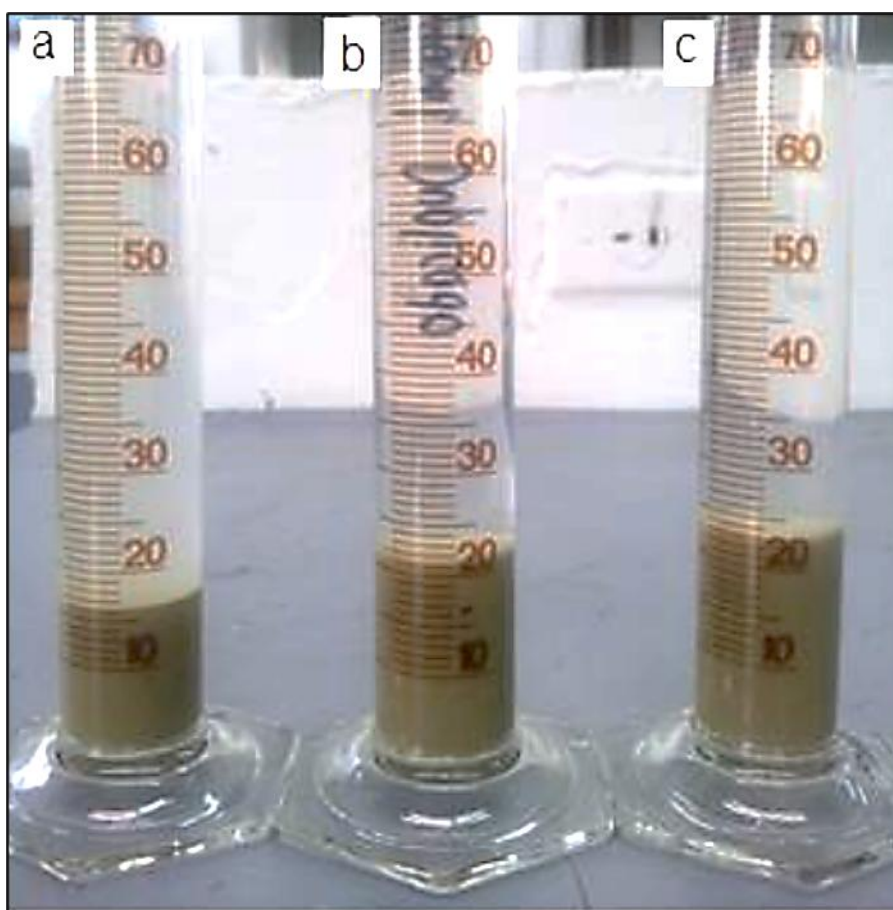


Fig. 9 Resultados poder de hinchamiento

a) Agua destilada; b y c) Laurilsulfato de sodio

Por lo tanto, y teniendo en cuenta que al modificarse el procedimiento, se modificó la matriz de absorción, la Figura 9 muestra que la muestra no presentó expansión significativa.

Esto se considera una característica de la bentonita sódica, lo que indica que la muestra de prueba probablemente sea bentonita cálcica. Para confirmar la precisión de la prueba, se analizó en detalle la composición química de la muestra mediante espectrometría de absorción atómica y EDS.

3.5. Caracterización química de la bentonita natural

La separación de los componentes amorfos en la muestra de bentonita se realiza mediante la obtención del porcentaje de óxidos mediante digestión ácida con ácido nítrico a temperatura controlada y su posterior determinación por absorción atómica.

Los hidróxidos de silicio-aluminio se determinan mediante reacción con carbonato de calcio y posterior precipitación.

3.5.1. Análisis de metales fundidos por absorción atómica

El proceso de digestión ácida se utiliza para eliminar las interferencias debidas a la presencia de agregados y convertir los metales presentes en la muestra en una forma que pueda analizarse mediante métodos tradicionales.

La digestión realizada en la muestra para extraer sus nitratos, como se muestra en la Figura 10, proporciona una matriz adecuada para la determinación de metales mediante espectrofotometría de absorción atómica.



Fig. 10 Configuración utilizada para la digestión ácida de una muestra de bentonita

Cabe destacar que la digestión no es completa, ya que el ácido nítrico no ataca el aluminosilicato, sino únicamente los cationes superficiales; por lo tanto, se utilizó un método de análisis gravimétrico para extraer estos metales.

A continuación, se presentan los datos obtenidos de la determinación de los metales presentes en la muestra de bentonita.

Se recogió una muestra de 5 mL tras la fusión y se mezcló para obtener datos precisos dentro de la curva de calibración estándar del equipo de absorción atómica de llama.

Para cada determinación, se realizaron tres análisis para obtener la concentración media adecuada.

- **Determinación de calcio**

Para esta determinación se utilizó un factor de dilución de 2000. Tabla 10. Curva de calibración de calcio y datos del análisis de la muestra expresados en ppm y absorbancia.

Tabla 10 Datos curva de calibración de Calcio

Muestra	[ppm]	Abs
P1	0,75	0,1694
P2	1	0,2023
P3	1,5	0,3653
P4	3	0,7982
P5	4	1,0679
D1	0,9608	0,2124
D2	1,0053	0,225
D3	1,1719	0,273

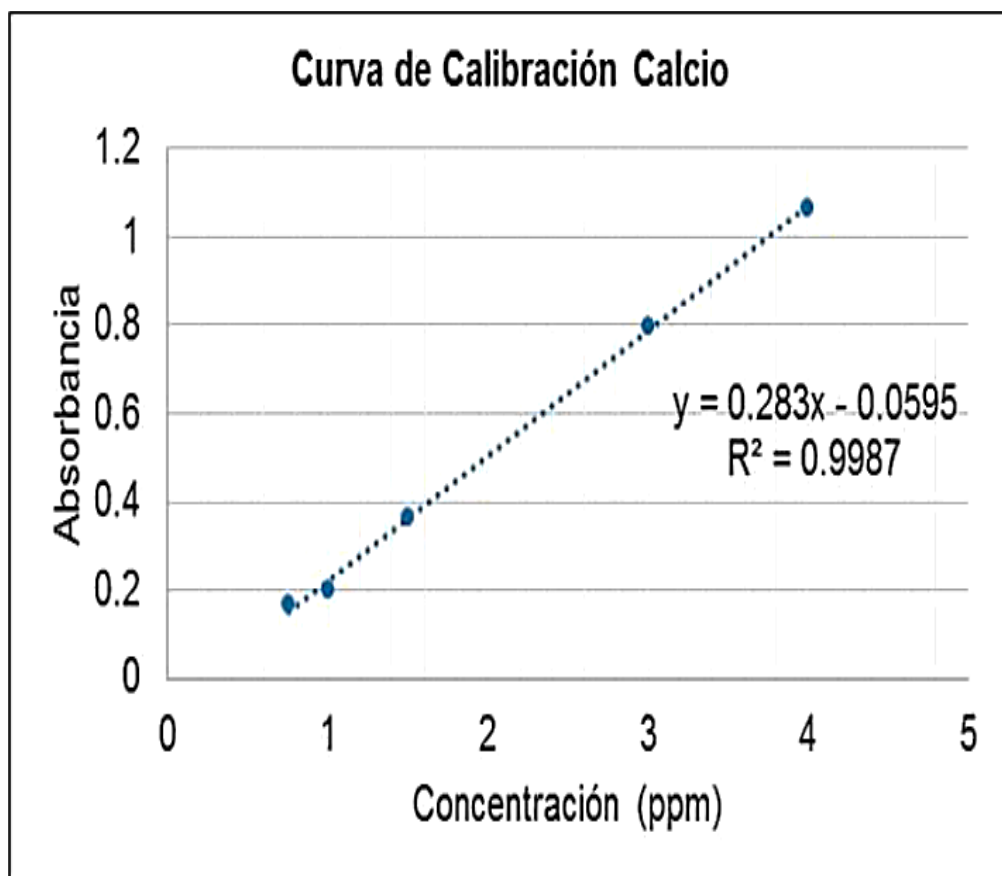


Fig. 11 Curva de calibración de Calcio en absorbancia vs concentración

Finalmente, de acuerdo a la ecuación de la curva de calibración mostrada en la figura 11 y el factor de dilución utilizado, se puede obtener que la concentración de Calcio expresada como porcentaje de Óxido de Calcio (CaO) es de 5,8318%.

- **Determinación de potasio**

Para esta determinación se utilizó un factor de dilución de 200. Tabla 11. Curva de calibración de potasio y datos del análisis de la muestra expresados en ppm y absorbancia.

Tabla 11 Datos curva de calibración de Potasio

Muestra	[ppm]	Abs
P1	0,5	0,052
P2	1	0,092
P3	1,5	0,128
P4	2	0,166
P5	2,5	0,215
D1	1,9174	0,164
D2	1,9113	0,164
D3	1,8399	0,161

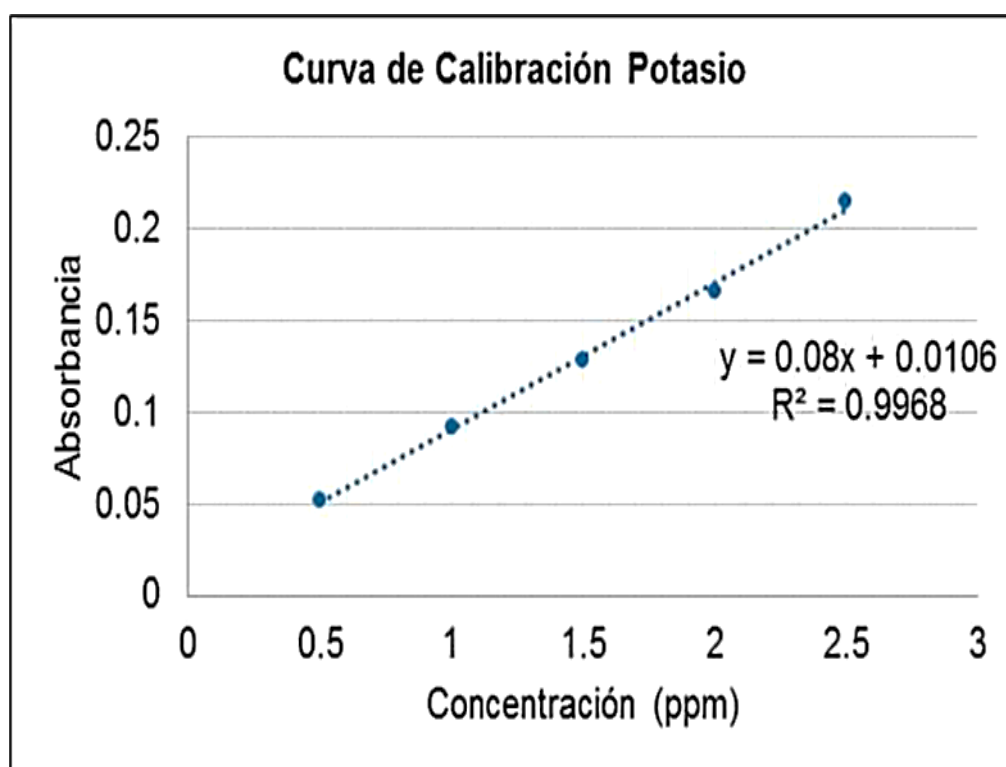


Fig. 12 Curva de calibración de Potasio en absorbancia vs concentración

De acuerdo a la ecuación obtenida de la curva de calibración mostrada en la figura 12 y el factor de dilución utilizado, se obtuvo que la concentración de Potasio expresada como porcentaje de Óxido de Potasio (K₂O) fue de 1.8171%.

- **Determinación de sodio**

Se utilizó un factor de dilución de 4000.

Tabla 12 Curva de calibración de sodio

Muestra	[ppm]	Abs
P1	0,1	0,1746
P2	0,5	0,4922
P3	1	0,8174
P4	1,5	1,105
D1	0,4311	0,3892
D2	0,4563	0,4066
D3	0,4568	0,4070

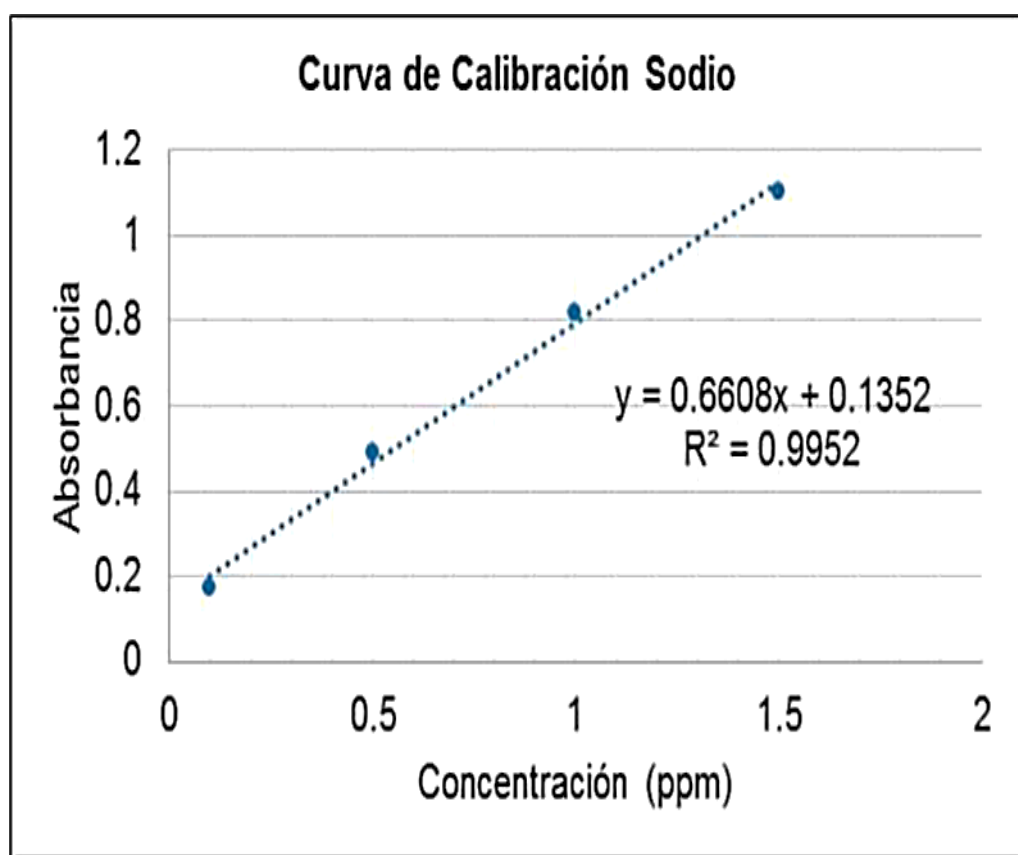


Fig. 13 Curva de calibración de Sodio en absorbancia vs concentración

Considerando la ecuación de la curva de calibración mostrada en la figura 13 y el factor de dilución utilizado, se puede obtener que la concentración de Sodio expresada como porcentaje de Óxido de Sodio (Na_2O) es de 3,0320%.

- **Determinación en guerra**

Se utilizó un factor de dilución de 2000.

Tabla 13 Datos de la curva de calibración del hierro

Muestra	[ppm]	Abs
P1	0,3	0,008
P2	0,5	0,014
P3	1	0,029
P4	2	0,062
P5	2,5	0,077
D1	0,3197	0,009
D2	0,306	0,008
D3	0,2927	0,008

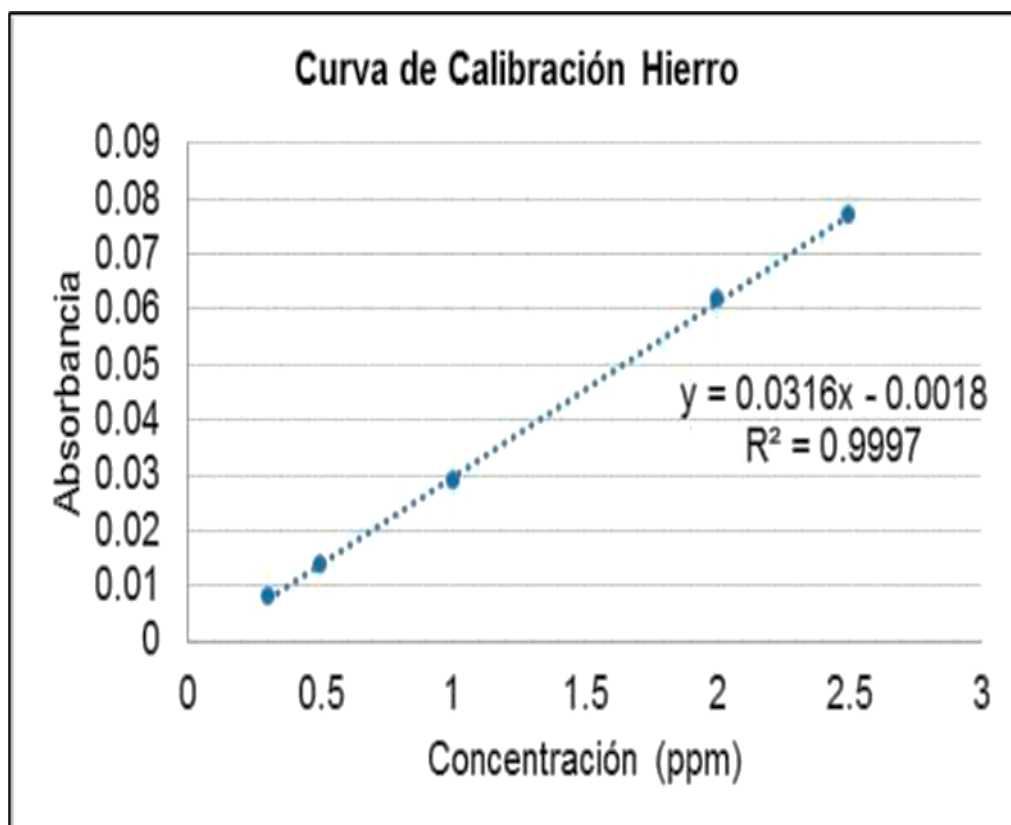


Fig. 14 Curva de calibración de Hierro en absorbancia vs concentración

Con base en la ecuación de la curva de calibración mostrada en la figura 14 y el factor de dilución utilizado, se puede obtener que la concentración de Hierro expresada como porcentaje de Óxido de Hierro (Fe_2O_3) es de 3,4818%.

- **Cálculo de magnesio**

Se utilizó un factor de dilución de 2000.

Tabla 14 Datos de la curva de calibración de magnesio

Muestra	[ppm]	Abs
P1	0,1	0,078
P2	0,2	0,152
P3	0,3	0,218
P4	0,4	0,293
P5	0,5	0,354
P6	1	0,721
D1	0,6071	0,438
D2	0,6082	0,439
D3	0,5787	0,418

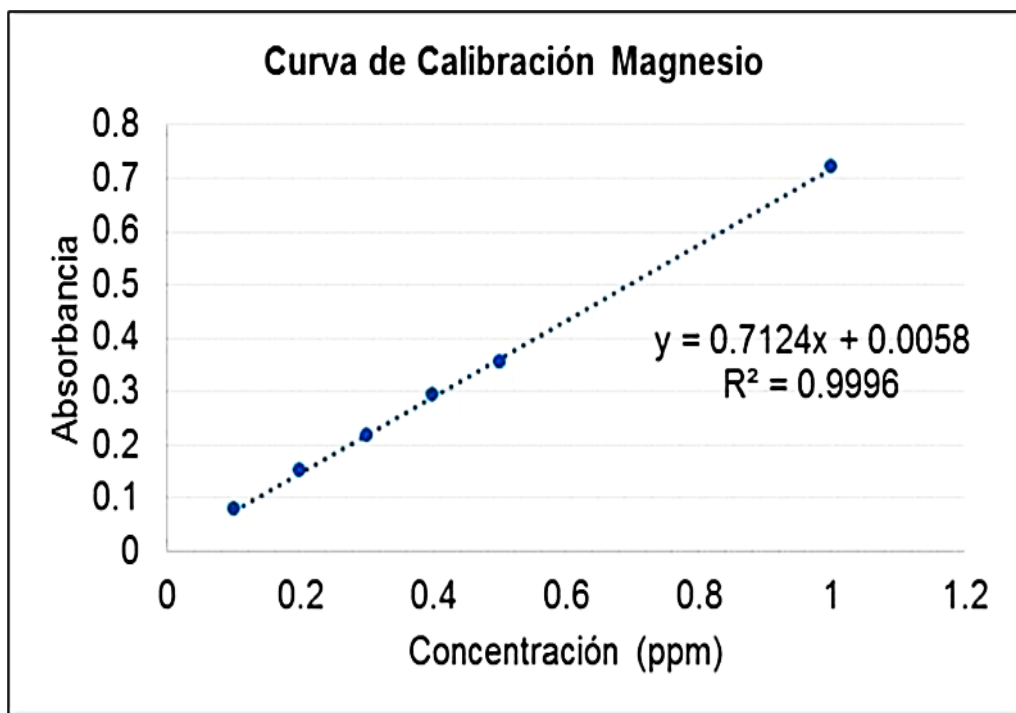


Fig. 15 Curva de calibración de Magnesio en absorbancia vs concentración

Considerando la ecuación de la curva de calibración mostrada en la figura 15 y el factor de dilución utilizado, se puede obtener que la concentración de Magnesio expresada como porcentaje de Óxido de Magnesio (MgO) es de 3,9335%.

3.5.2. Análisis gravimétrico de aluminosilicatos

- **Determinación del contenido de SiO_2**

Analizando, los silicatos se dividen en dos grupos según su grado de descomposición en respuesta al ácido clorhídrico.

Para determinar el contenido de silicio en la muestra de bentonita, se disuelve con carbonato de sodio para obtener silicato de sodio, que reacciona bien con el ácido clorhídrico para formar cloruros de sílice solubles.

Al evaporarse a sequedad, la sílice se separa como $\text{SiO}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$, que posteriormente se elimina con ácido clorhídrico diluido para disolver las sales de aluminio.

Finalmente, la calcinación del residuo convierte el silicato en SiO_2 .

Tabla 15 Datos determinación del contenido de SiO_2

Parámetro	Peso (g)
Crisol inicial (A)	38,5981
Muestra (M)	0,5037
Crisol final (B)	39.0664

Con base en los datos de la tabla 15 y el siguiente cálculo, el contenido de óxido de silicio de la muestra es de 62,8350%, lo cual está dentro del margen estándar para arcillas tipo bentonita (60–65%).

- **Determinación de Al_2O_3**

Al obtener sales solubles del proceso de producción de SiO_2 , se crea un vial que permite el análisis gravimétrico cuantitativo de R_2O_3 , conocido como una mezcla de iones del grupo III.

En este caso, la especie que determina las condiciones de precipitación es el ion aluminio, que presenta características anfóteras. Para formar hidróxido de aluminio por calentamiento, se añaden peróxido de hidrógeno, acetato de amonio e hidróxido de amonio para asegurar el pH óptimo para la precipitación. Finalmente, la calcinación del precipitado asegura la deshidratación de la muestra, lo que la vuelve higroscópica.

Tabla 16 Resultados de la determinación de Al_2O_3

Parámetro	Peso (g)
Crisol inicial (A)	43,6758
Muestra (M)	0,5037
Crisol final (B)	43,7885

Según la Tabla 16, el contenido de óxido de aluminio presente en la muestra fue de 18,8926%.

Es importante destacar que la muestra obtenida después de la calcinación es higroscópica, ya que para evaluar la estabilidad del óxido es necesario calcinarlo a 1200 °C, por lo que el porcentaje total de caracterización se presenta como porcentaje de pérdidas.

3.6. Capacidad de Intercambio Catiónico

Tras realizar el tratamiento descrito para obtener la capacidad de intercambio catiónico, la muestra se diluyó para garantizar la fiabilidad de los datos dentro de la curva de calibración.

Considerando los resultados de las lecturas del equipo de absorción atómica, la ecuación de la curva estándar de calcio (Tabla 17) y el factor de dilución utilizado (400), la CIC es de 68,4252 meq/100 g de bentonita.

Tabla 17 Curva de calibración de calcio y análisis de la CIC

Muestra	[ppm]	Abs
P1	0,75	0,1694
P2	1	0,2023
P3	1,5	0,3653
P4	3	0,7982
M	1,4380	0,3451

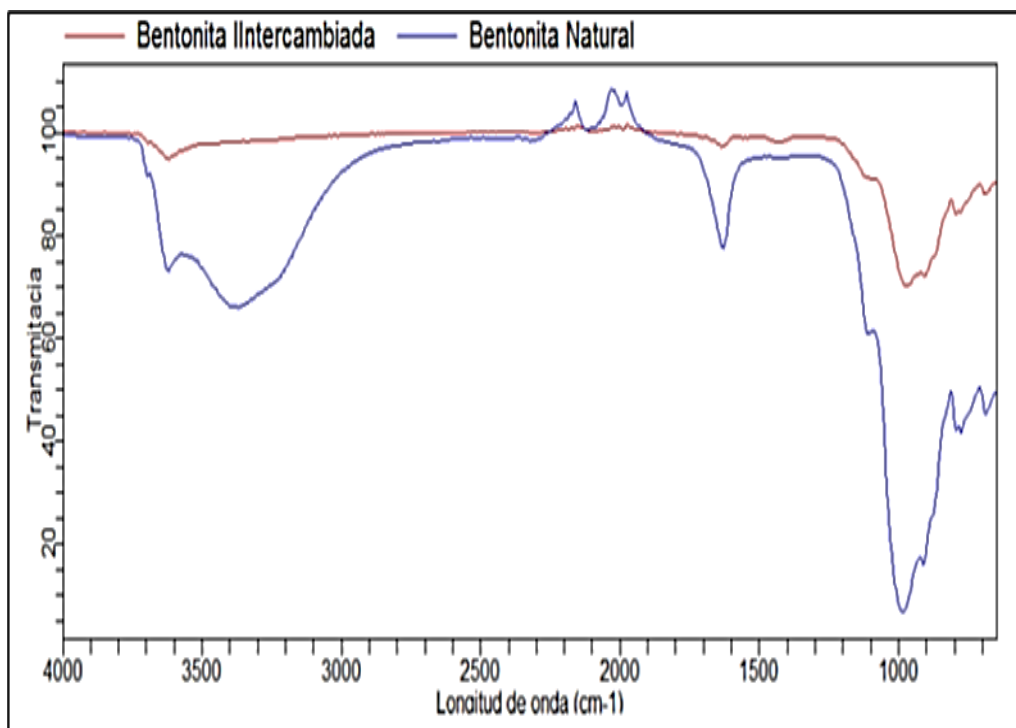


Fig. 16 Análisis IR para del procedimiento de intercambio catiónico

Según la Figura 16, se observó un cambio significativo en la región de elongación de la montmorillonita, lo que indica un cambio en las fases cristalinas de la estructura y el intercambio de la mayoría de los cationes.

Cabe destacar que el análisis se expresa como la capacidad total de intercambio catiónico, que equivale a la suma de los cationes intercalados de Na, Ca, Mg y K.

Los resultados obtenidos muestran que la muestra utilizada se encuentra dentro de las características de la arcilla tipo bentonita. Sin embargo, cabe destacar que se encuentra dentro del rango de 60 a 80 meq/100 g, que es el rango específico para las montmorillonitas cálcicas.

La Tabla 18 resume los resultados de la caracterización.

Tabla 18 Caracterización de una muestra natural de bentonita en base seca

Análisis químico				
SiO₂	Al₂O₃	pH	8,90	
62,84	18,89	Humedad (%)	3,94	
Fe₂O₃	MgO	Hinchamiento (cm³)	Agua	13
3,48	3,93		LSS	24
Na₂O	CaO	Granulometría (<2 µm)	21,99%	
3,03	5,83			
K₂O	Perd.	CIC (meq/100 g)	68,4252	
1,81	0,16			

El análisis de la composición química de la muestra de bentonita natural mostró que la arcilla se encontraba dentro del rango de valores reportados en la literatura para minerales similares a la montmorillonita.

Cabe destacar que el porcentaje total de la muestra fue del 99,82 %, debido a la posible pérdida de calcinación en el análisis gravimétrico. Además, la muestra presentó un alto valor de CIC, por lo que se seleccionó para el siguiente tratamiento de órgano activación.

En cuanto al porcentaje de cationes, se observó que la composición de calcio era mayor que la de sodio, lo que indicaba la presencia de calcio en el catión libre interlaminar, que podría ser reemplazado como catión en el proceso de activación.

Los contenidos de sodio y potasio sugieren que la muestra tiene baja expansibilidad, ya que los valores son relativamente bajos, lo que indica que la muestra inicial contiene componentes no representativos de las fases arcillosas.

Las composiciones de aluminio y magnesio son representativas; esto se debe a las sustituciones isomórficas de Mg por Al en las capas octaédricas y de Al por Si en las capas tetraédricas.

Generalmente, se considera que la bentonita contiene sodio o calcio si uno de estos elementos predomina. Según el análisis de la composición química, la muestra era bentonita cálcica con una relación $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 3,33, lo que sugiere una mejor resistencia a la activación ácida y una mayor adsorción frente a la activación salina.

Cabe destacar que los porcentajes pueden variar según el origen de la muestra y la presencia de impurezas representativas.

3.7. Activación química de la bentonita natural

3.7.1. Activación ácida

Según la Figura 17, al realizar un tratamiento ácido en la muestra de bentonita, se observan cambios de textura, incluyendo cambios de color y reducción del tamaño de partícula.

Esto se debe a que el ataque con ácido sulfúrico mejora la eliminación de impurezas, permitiendo el intercambio catiónico de iones que pueden ser intercambiados por hidrógeno. Se espera un aumento en el área superficial y las

propiedades de adsorción de la muestra, lo cual puede verificarse mediante análisis de microscopía electrónica de barrido.

Cabe destacar que el tiempo de contacto de la solución activadora con la muestra es relativamente corto para garantizar que no se produzcan cambios en la estructura de la arcilla.



Fig. 17 Activación química ácida mediante agitación magnética constante

3.7.2. Activación de Sal (HDTMA)

En el proceso de activación de sal, la Figura 18 muestra que la adición de bromuro de hexadeciltrimetilamonio aumenta la viscosidad de la solución, lo que provoca un aumento significativo del volumen de la muestra dentro del recipiente.

Esto se debe a que el intercambio catiónico aumenta el espacio interlaminar de la arcilla debido a la nube de electrones generada por el catión amonio cuaternario.

Cabe destacar que este aumento no produce un cambio estructural, sino que mejora las propiedades fisicoquímicas de la muestra, lo que resulta en una mayor área superficial, lo que reduce los espacios apolares y favorece la adsorción de compuestos orgánicos como el fenol.



Fig. 18 Activación salina mediante agitación magnética constante

3.7.3. Activación ácida con anclaje salino

A diferencia del tratamiento de activación salina, al utilizar bentonita previamente activada con ácido, la Figura 19 muestra que no se produce la misma expansión. Esto podría deberse a la mayor superficie de la muestra ácida en comparación con la muestra natural, y a que el intercambio catiónico fue más eficiente, lo que indica una mayor concentración de catión amonio cuaternario en la superficie de la muestra.

Esto puede verificarse mediante espectroscopia infrarroja y microscopía electrónica de barrido.



Fig. 19 Diferencia de viscosidad entre la activación salina y la activación ácida con anclaje

Finalmente, la Figura 20 muestra los resultados de los tratamientos químicos aplicados a la arcilla.

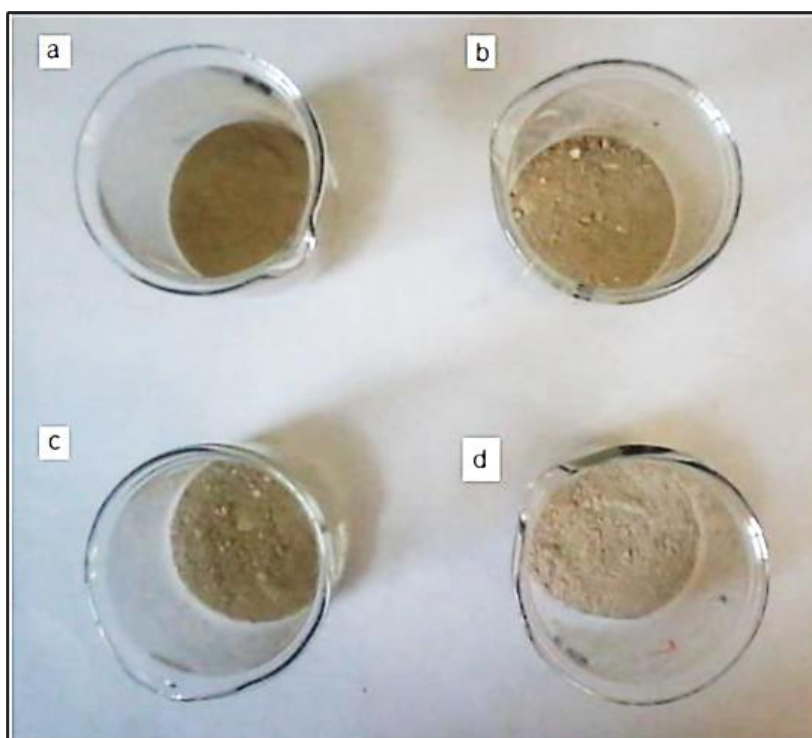


Fig. 20 Comparación entre las arcillas

a) Natural, b) Ácida, c) Salina, y d) Ácida anclada en sal

3.8. Análisis de Eliminación de Fenol

Para determinar si la bentonita previamente caracterizada era adecuada para eliminar el compuesto de interés, que en este caso era fenol, se realizaron una serie de pruebas de jarra en aguas residuales sintéticas con concentraciones conocidas de fenol, como se muestra en la Figura 21.



Fig. 21 Prueba de jarra

Los ensayos se realizaron por triplicado y en cada ensayo se utilizó un tipo diferente de bentonita, cuya concentración también varió de envase a envase, de modo que se obtuvieron los siguientes resultados.



Fig. 22 Reacción para cada una de las muestras de la prueba de jarra

La figura 22 muestra el color del complejo para cada triplicado de la prueba del frasco.

Tabla 19 Datos del análisis de remoción

TTO	[TTO] (PPM)	[Fenol] _{final} (PPM)	% de Remoción	TTO	[TTO] (PPM)	[Fenol] _{final} (PPM)	% de Remoción
BN	0	6,19	0	BS	0	6,33	0,0
BN	0	6,19	0	BS	0	6,33	0,0
BN	0	6,19	0	BS	0	6,33	0,0
BN	2000	6,00	3,0	BS	2000	2,70	57,3
BN	2000	5,91	4,6	BS	2000	2,92	53,8
BN	2000	5,89	4,9	BS	2000	2,51	60,4
BN	4000	5,75	7,1	BS	4000	1,88	70,4
BN	4000	6,06	2,1	BS	4000	1,77	72,0
BN	4000	5,17	16,5	BS	4000	2,00	68,4
BN	6000	4,26	31,2	BS	6000	0,82	87,0
BN	6000	4,01	35,2	BS	6000	0,91	85,6
BN	6000	4,81	22,4	BS	6000	1,03	83,7
BN	8000	4,06	34,4	BS	8000	0,91	85,6
BN	8000	3,97	35,8	BS	8000	0,84	86,7
BN	8000	3,89	37,2	BS	8000	0,84	86,7
BN	10000	5,82	6,1	BS	10000	0,78	87,8
BN	10000	5,50	11,1	BS	10000	0,43	93,2
BN	10000	4,86	21,6	BS	10000	0,63	90,1
BA	0	6,04	0,0	BAS	0	5,87	0,0
BA	0	6,04	0,0	BAS	0	5,87	0,0
BA	0	6,04	0,0	BAS	0	5,87	0,0
BA	2000	3,71	38,5	BAS	2000	0,83	85,9
BA	2000	2,42	60,0	BAS	2000	0,81	86,1
BA	2000	0,60	90,1	BAS	2000	0,77	86,9
BA	4000	0,80	86,7	BAS	4000	0,81	86,2
BA	4000	1,30	78,4	BAS	4000	0,70	88,1
BA	4000	0,41	93,2	BAS	4000	0,71	87,9
BA	6000	0,71	88,2	BAS	6000	0,65	88,9
BA	6000	1,79	70,3	BAS	6000	0,69	88,2
BA	6000	0,67	88,9	BAS	6000	0,67	88,6
BA	8000	0,56	90,7	BAS	8000	0,62	89,5
BA	8000	0,48	92,0	BAS	8000	0,61	89,6
BA	8000	0,68	88,8	BAS	8000	0,59	89,9
BA	10000	0,94	84,5	BAS	10000	0,67	88,7
BA	10000	0,86	85,7	BAS	10000	0,68	88,5
BA	10000	0,75	87,6	BAS	10000	0,68	88,5

BN: bentonita natural. BA: bentonita ácida. BS: bentonita más sal. BAS: bentónica ácida más sal

A primera vista, fue posible notar que efectivamente hubo una liberación del compuesto de interés en las diferentes especies de bentonita utilizadas, pero para obtener resultados más detallados, se realizó un análisis estadístico ANOVA apropiado, utilizando el programa SPSS 20.

IV. DISCUSIÓN

4.1. Análisis Estadístico

Variable dependiente: Porcentaje de Remoción (%)

Concentración en cada tratamiento con Bentonita		Tratamiento con bentonita	Kolmogorov-Smirnov(a)			Shapiro-Wilk		
			Estadístico	gl	Sig.	Estadístico	gl	Sig.
2000 mg/L	Porcentaje de Remoción (%)	Bentonita natural	0,331	3	.	0,865	3	0,281
		Bentonita ácida	0,211	3	.	0,991	3	0,817
		Bentonita con anclaje salino	0,183	3	.	0,999	3	0,933
		Bentonita ácido y anclaje	0,314	3	.	0,893	3	0,363
4000 mg/L	Porcentaje de Remoción (%)	Bentonita natural	0,246	3	.	0,970	3	0,667
		Bentonita ácida	0,199	3	.	0,995	3	0,866
		Bentonita con anclaje salino	0,196	3	.	0,996	3	0,878
		Bentonita ácido y anclaje	0,351	3	.	0,828	3	0,183
6000 mg/L	Porcentaje de Remoción (%)	Bentonita natural	0,263	3	.	0,955	3	0,593
		Bentonita ácida	0,373	3	.	0,778	3	0,063
		Bentonita con anclaje salino	0,207	3	.	0,992	3	0,833
		Bentonita ácido y anclaje	0,204	3	.	0,993	3	0,843
8000 mg/L	Porcentaje de Remoción (%)	Bentonita natural	0,175	3	.	1,000	3	1,000
		Bentonita ácida	0,216	3	.	0,988	3	0,794
		Bentonita con anclaje salino	0,385	3	.	0,750	3	0,000
		Bentonita ácido y anclaje	0,292	3	.	0,923	3	0,463
10000 mg/L	Porcentaje de Remoción (%)	Bentonita natural	0,258	3	.	0,960	3	0,614
		Bentonita ácida	0,226	3	.	0,983	3	0,752
		Bentonita con anclaje salino	0,206	3	.	0,993	3	0,837
		Bentonita ácido y anclaje	0,385	3	.	0,750	3	0,000

Ajuste de la significación de Lilliefors

Los datos muestran, en general, una distribución normal, excepto los datos correspondientes a la concentración de ancla de sal de 8000 ppm y a los tratamientos con concentración de ácido y sal de 10000 ppm, donde no presentan una distribución normal.

Tabla 20 Contraste Levene respecto de las varianzas

F	gl1	gl2	Significación
6,217	20	54	0,000

Prueba de la hipótesis nula de que la varianza del error de la variable dependiente es igual en todos los grupos.

Diseño: Intercept + TTOBENT + CONCENTR + TTOBENT * CONCENTR

El análisis anterior muestra que no existe homogeneidad de varianzas, ya que, tras el análisis ANOVA, se realizaron comparaciones múltiples utilizando el estadístico Tamhane, que no asume varianzas iguales.

Con base en lo anterior, se obtienen los siguientes resultados.

Tabla 21 Análisis ANOVA

Fuente	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Significación	Eta al cuadrado parcial
Modelo corregido	106337,047(a)	20	5316,852	139,222	0,000	0,981
Intercepto	238442,535	1	238442,535	6243,606	0,000	0,991
TTOBENT	47334,326	3	15778,109	413,149	0,000	0,958
CONCENTR	3844,822	4	961,205	25,169	0,000	0,651
TTOBENT * CONCENTR	2170,669	12	180,889	4,737	0,000	0,513
Error	2062,253	54	38,190			
Total	320348,220	75				
Total corregida	108399,300	74				

R cuadrado = 0,981 (R cuadrado corregida = 0,974)

De la Tabla 22 que muestra el análisis ANOVA, se observa una diferencia significativa entre los distintos tipos de bentonita utilizados para la eliminación de fenol, así como la influencia de la concentración de estos tratamientos en la eficiencia de eliminación, que es inferior a 0,05.

Con base en los resultados obtenidos en la Tabla 22 y el análisis de Tamhane basado en las medias observadas, se pueden establecer las siguientes comparaciones múltiples:

Tabla 22 Fracciones a granel: Tratamientos con bentonita

Tratamiento con bentonita	Tratamiento con bentonita				
	Sin Bentonita	Bentonita natural	Bentonita ácida	Bentonita con anclaje salino	Bentonita ácido y anclaje
Sin Bentonita		0,001	0,000	0,000	0,000
Bentonita natural	0,001		0,000	0,000	0,000
Bentonita ácida	0,000	0,000		0,999	0,696
Bentonita con anclaje salino	0,000	0,000	0,999		0,086
Bentonita ácido y anclaje	0,000	0,000	0,696	0,086	

Tabla 23 Valores medios

Tratamiento con bentonita	Porcentaje de Remoción (%)
Sin Bentonita	0,0000
Bentonita natural	18,2133
Bentonita ácida	81,5733
Bentonita con anclaje salino	77,9133
Bentonita ácido y anclaje	88,1000
Total	53,1600

Las comparaciones múltiples para la variable independiente, tratamiento con bentonita, mostraron diferencias significativas entre los tratamientos sin bentonita y la bentonita natural, con un nivel de significancia inferior a 0,05. Esto se confirma en la Tabla 23, ya que el aumento del 0 % al 18,2133 % en la eliminación constituye una diferencia significativa.

En segundo lugar, se observó otra diferencia significativa, inferior a 0,05, entre el tratamiento sin bentonita y la bentonita natural, con respecto a cada una de las diferentes activaciones.

La comparación de los porcentajes promedio de eliminación revela una clara diferencia entre los dos primeros y los demás, con porcentajes que oscilan entre el 80 % y el 90 %.

Finalmente, según la Tabla 24, también es evidente que no existe diferencia significativa entre los diferentes tratamientos aplicados a la bentonita natural para la eliminación de fenol.

Por lo tanto, estadísticamente, es posible demostrar que cualquiera de los tres tratamientos es eficaz para la eliminación de fenol. De forma similar al enfoque anterior, se obtuvieron comparaciones múltiples para la segunda variable independiente, «concentración por tratamiento con bentonita».

Tabla 24 Componentes múltiples para concentración de bentonita

Concentración en cada tratamiento con Bentonita	Concentración en cada tratamiento con Bentonita					
	0 mg/L	2000 mg/L	4000 mg/L	6000 mg/L	8000 mg/L	10000 mg/L
0 mg/L		0,003	0,001	0,000	0,000	0,000
2000 mg/L	0,003		1,000	0,889	0,648	0,982
4000 mg/L	0,001	1,000		1,000	0,996	1,000
6000 mg/L	0,000	0,889	1,000		1,000	1,000
8000 mg/L	0,000	0,648	0,996	1,000		1,000
10000 mg/L	0,000	0,982	1,000	1,000	1,000	

Tabla 25 Promedios de remoción

Concentración en cada tratamiento con Bentonita	Porcentaje de Remoción (%)
0 mg/L	0,0000
2000 mg/L	52,6250
4000 mg/L	63,0833
6000 mg/L	71,5167
8000 mg/L	75,5750
10000 mg/L	69,4500
Total	53,1600

Considerando la segunda variable independiente, denominada "concentración por tratamiento de bentonita", la Tabla 25 muestra una clara diferencia significativa, menor a 0,05, entre la concentración sin bentonita y cada una de las concentraciones utilizadas en el análisis de depuración.

Sin embargo, cabe destacar que el aumento en la concentración de bentonita no fue estadísticamente significativo, ya que no hubo diferencia significativa entre las diferentes concentraciones de bentonita añadida en cada tratamiento.

Es decir, la concentración más baja utilizada logró una buena adsorción de fenol, que fue casi igual a las otras concentraciones utilizadas, considerando el porcentaje promedio de remoción (Tabla 26).

Esto, según el análisis estadístico, garantiza que no sea necesario invertir en la cantidad de materiales utilizados para la remoción de este compuesto a nivel industrial.

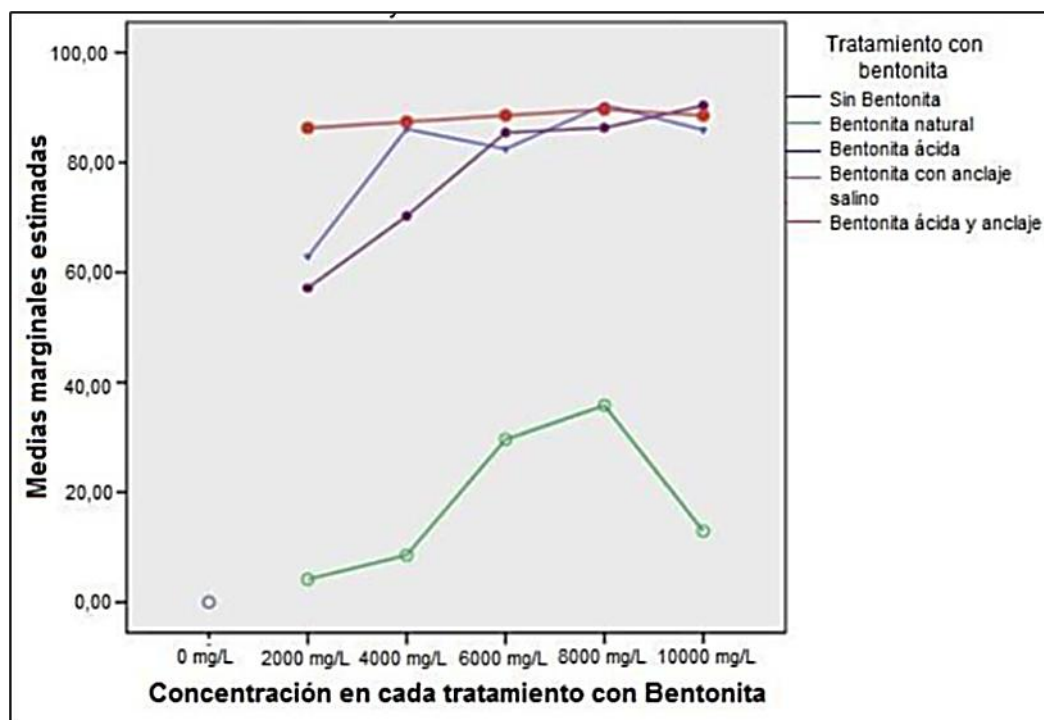


Fig. 23 Porcentaje de remoción tratamientos con bentonita y su concentración

Según la Figura 23, se observan diferentes situaciones. En primer lugar, la línea verde indica la eficiencia de remoción de la bentonita natural, y se observa claramente una diferencia significativa en comparación con cualquier activación artificial, lo que confirma lo mencionado anteriormente.

Posteriormente, al analizar la línea azul correspondiente a la bentonita activada con ácido, se observó su eficacia a concentraciones de 4000 ppm y 8000 ppm; sin embargo, no existe una diferencia significativa entre ambas, por lo que no es necesario utilizar grandes cantidades de bentonita para lograr una remoción efectiva.

Por otro lado, la bentonita anclada en sal, representada en la Figura 24 por la línea morada, muestra un porcentaje de remoción creciente al aumentar la concentración. Sin embargo, cabe destacar que este aumento porcentual no es representativo en comparación con otras activaciones.

Finalmente, la bentonita previamente activada con ácido, que posteriormente se fijó, permanece constante a diferentes concentraciones, lo que lleva a la conclusión de que este parámetro no es relevante para la eliminación de fenol.

Sin embargo, cabe señalar que, si bien es eficaz, su activación requiere tratamientos que pueden ser más costosos que las mismas cantidades requeridas para el tratamiento de aguas residuales.

Todo lo anterior, combinado con la información presentada en la Figura 24, sugiere que, estadísticamente, el tratamiento con bentonita natural no es óptimo para una adecuada eliminación de fenol.

Además, se confirmó que no hubo diferencias significativas entre cada una de las concentraciones de tratamiento después de 2000 ppm, ya que las líneas de cada tratamiento eran cercanas.

No obstante, es posible que, para mayor seguridad y para garantizar la adecuada eliminación de fenol de las aguas residuales, se pueda utilizar bentonita activada con ácido con una concentración de 4000 ppm, teniendo en cuenta también que el coste industrial juega un papel importante.

V. CONCLUSIONES

La bentonita se caracterizó según los parámetros establecidos en norma técnica, lo que permite determinar la idoneidad de la muestra. La muestra es bentonita cálcica, ligeramente soluble y con un tamaño de partícula pequeño, lo que la hace adecuada para el tratamiento de activación química.

La arcilla bentonítica activada con ácido sulfúrico con un ancla salino de bromuro de hexadeciltrimetilamonio presentó el mayor porcentaje promedio de remoción de fenol, con un 88,1 %, seguida de la bentonita activada con ácido sulfúrico, con un porcentaje promedio de remoción del 57,31 %.

Para la adaptación del tratamiento de remoción a nivel industrial, se recomienda el uso de bentonita activada con ácido, debido a su alta tasa de remoción. Si bien otros tratamientos también son eficaces para eliminar el contaminante en estudio, este método es el más económico.

El método de 4-aminoantipirina para la cuantificación de fenoles en agua es altamente sensible debido a la rápida degradación de la matriz analítica. Sin embargo, según los resultados obtenidos en este estudio, las concentraciones utilizadas para obtener la curva de calibración para la posterior cuantificación de la remoción mostraron una correlación aceptable, lo que indica que el error instrumental del estudio fue bajo y que el análisis realizado mostró un alto grado de fiabilidad.

Según los resultados obtenidos, la muestra activada con ácido sulfúrico presenta el mayor aumento de vibraciones, especialmente en el complejo Si-OH-Al, lo que conlleva un aumento del espacio basal de la arcilla.

También confirma la composición química de las muestras, que se ha identificado mediante técnicas de absorción atómica y análisis gravimétrico.

El análisis estadístico muestra que el trabajo realizado logró los mejores resultados para el objetivo deseado, es decir, la eliminación de fenoles presentes en las aguas residuales.

VI. RECOMENDACIONES

Activar arcillas con bentonita sódica para analizar la eliminación de fenol en aguas residuales y determinar si la adsorción de contaminantes es mayor. Esto se debe a que, según la literatura, este tipo de arcilla presenta mejores propiedades fisicoquímicas que la muestra utilizada en este estudio.

Modificar el procedimiento de activación del anclaje; en este caso, la bentonita se activa primero con bromuro de hexadeciltrimetilamonio (HDTMA) y luego con ácido sulfúrico 3N para observar si existe una diferencia significativa en el porcentaje de eliminación total de fenol y realizar un análisis de caracterización diferente.

Sería interesante analizar la eficiencia de eliminación de fenol mediante bentonita anclada con sal, utilizando diferentes concentraciones de bromuro de hexadeciltrimetilamonio para la activación, a fin de verificar si la cantidad de sal utilizada puede influir en la capacidad de eliminación de fenol.

Las mediciones de eliminación de fenol deben realizarse aumentando la concentración de bentonita anclada con sal; como muestra la Figura 24, la eliminación puede mejorarse aumentando ligeramente la cantidad de bentonita.

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] M. H. El-Naas y et al., «Removal of phenol from petroleum refinery wastewater through adsorption on date-pit activated carbon,» *Chemical Engineering Journal*, nº 162, p. 997–1005, 2010.
- [2] H. Jiang y et al., «Studies on the extraction of phenol in wastewater,» *Journal of Hazardous Materials*, nº B101, p. 179–190, 2003.
- [3] O. Ghisalba, «Chemical wastes and their biodegradation: An overview,» *Experientia*, nº 398, pp. 1247-1263, 1983.
- [4] M. Armour, *Hazardous Laboratory Chemicals Disposal Guide*, Boca Raton: CRC Press, 1991.
- [5] D. F. Ollis, «Photocatalytic purification and remediation of contaminated air and water,» *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIC - Chemistry*, vol. 3, nº 6, pp. 405-411, 2000.
- [6] K. Govindarajalu, «Industrial effluent and health status a case study of noyyal river basin. Proceedings of the Third International Conference on Environment and Health, Chennai, India,» 2003.
- [7] C. I. Nair y et al., «Biodegradation of phenol,» *African Journal of Biotechnology*, vol. 7, nº 25, pp. 4951-4958, 2008.
- [8] E. Calabrese y E. Kenyon, *Air Toxics and Risk Assessment*, Chelsea, Michigan: Lewis Publishers, 1991.
- [9] J. Amoores y E. Hautala, «Odor as an aid to chemical safety: Odor thresholds compared with threshold limit values and volatilities for 214 industrial chemicals in air and water dilution,» *Journal of Applied Toxicology*, nº 3, pp. 272-290, 1983.
- [10] G. Busca y et al., «Technologies for the removal of phenol from fluid streams: A short review of recent developments,» *Journal of Hazardous Material*, nº 160, pp. 265- 288, 2008.

- [11] J. Sambrook y D. Russell, *Molecular cloning: a laboratory manual*, New York: Cold Spring Harbor Laboratory, 2001.
- [12] T. Thiel, Disinfectants for the Classroom, In: Thiel, T., *Science in Real World: Microbes in Action*. Department of Biology, St.Louis: University of Missouri, 1999.
- [13] J. Jeffrey, «Sanitation-Disinfection Basics, Poultry Fact Sheet,» *Cooperative Extension*, nº 27, 1997.
- [14] S. Agarry y et al., «Microbial degradation of phenols: a review,» *International Journal of Environment and Pollution*, vol. 32, nº 1, pp. 12-28, 2008.
- [15] A. Kahru y et al., «The Toxicity and Fate of Phenolic Pollutants in the Contaminated Soils Associated with the Oil Shale Industry,» *Environmental Science and Pollution Research*, nº 1, pp. 27-33, 2002.
- [16] N. Ruiz-Ordaz y et al., «Phenol Biodegradation Using a Repeated Batch Culture of *Candida tropicalis* in a Multistage Bubble Column,» *Revista Latinoamericana de Microbiología*, nº 43, pp. 19-25, 2001.
- [17] E. Calabrese y E. Kenyon, *Air Toxics and Risk Assessment*, Chelsea, Michigan: Lewis Publishers, 1991.
- [18] P. Kumaran y Y. L. Paruchuri, «Kinetics of phenol biotransformation,» *Water Resource*, vol. 31, nº 1, pp. 11-22, 1996.
- [19] S. Chakraborty y et al., «Biodegradation of phenol by native microorganisms isolated from coke processing wastewater,» *Journal of Environmental Biology*, nº 31, pp. 293-296, 2010.
- [20] P. Khare, «Treatment of phenolic water using adsorption,» Rourkela, 2011.
- [21] K. Ajay y et al., «Removal of chlorophenols using industrial wastes,» *Environmental Science and Technology*, nº 38, p. 1195–1200, 2004.
- [22] A. Zorpas Antonis y et al., «Sustainable Treatment Method of a High Concentrated NH₃ Wastewater by Using Natural Zeolite in Closed-Loop Fixed Bed Systems,» *Open Environmental Sciences*, nº 4, pp. 1-7, 2010.

- [23] M. Caetano y et al., «Phenol removal from aqueous solution by adsorption and ion exchange mechanisms onto polymeric resins,» *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 338, nº 2, pp. 402-9, 2009.
- [24] W. S. Al-Rekabi y et al., «Improvements in Wastewater Treatment Technology,» *Journal of Nutrition*, vol. 6, nº 2, pp. 104-110, 2007.
- [25] J. F. Garcia-Araya y et al., «Activated Carbon Adsorption of Some Phenolic Compounds Present in Agro industrial Wastewater. Adsorption,» vol. 9, p. 107–115, 2003.
- [26] J. Gardea-Torresdey y et al., «Use of phyto filtration technologies in the removal of heavy metals: A review,» *Pure and Applied Chemistry*, nº 764, p. 801–813, 2004.
- [27] N. Kyuya y et al., «Adsorption of phenol and reactive dye from aqueous solution on activated carbons derived from solid wastes,» *Water Resource*, nº 38, p. 1791–1798, 2004.
- [28] Z. Zawani y et al., «Equilibrium, Kinetics and Thermodynamic Studies: Adsorption of Remazol Black 5 on the Palm Kernel Shell Activated Carbon,» *European Journal of Scientific Research*, vol. 37, nº 1, pp. 67-76, 2009.
- [29] J. Park, «Comparison of Fenton and photo-Fenton processes for livestock wastewater treatment,» *Journal of Environmental Science and Health*, nº 41, pp. 109-120, 2006.
- [30] D. M. Hamby, «Site remediation techniques supporting restoration activities - A review,» *Science of the Total Environment*, nº 191, pp. 203-224, 1996.
- [31] M. Dias-Machado y et al., «Treatment of cork boiling wastewater using chemical oxidation and biodegradation,» *Chemosphere*, nº 64, p. 455–461, 2006.
- [32] J. Klein y D. Lee, «Biological treatment of aqueous wastes from usual conversion processes,» *Biotechnology and Bioengineering*, nº 8, p. 379–390, 1978.
- [33] L. Liotta y et al., «Heterogeneous catalytic degradation of phenolic substrates: Catalysts activity,» *Journal of Hazardous Materials*, nº 162, p. 588–606, 2009.

- [34] F. A. Banat y et al., «Adsorption of phenol by bentonite,» *Environmental Pollution*, nº 107, pp. 391-398, 2000.
- [35] H. M. Jena y et al., «Development and comparative study of a semi-fluidized bed bioreactor for treatment of wastewater from process industries,» *Process and Plant Engineering*, vol. 23, nº 1, p. 70-75, 2005.
- [36] S. Kamenev y et al., «Chemical Oxidation of Biologically Treated Phenolic Effluent,» *Waste Management*, nº 15, pp. 203-208, 1995.
- [37] Á. Monteiro y et al., «Phenol biodegradation by *Pseudomonas putida* DSM 548 in a batch reactor,» *Biochemical Engineering Journal*, nº 6, p. 45–49, 2000.
- [38] M. Weber y M. Kleine-Boymann, «Phenol,» de *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Weinheim, Wiley-VCH GmbH & Co., 2004.
- [39] H. Wittcoff y B. Reuben, *Industrial Organic Chemicals*, A John Wiley & Sons, Inc., Publication, Wiley, 1996, p. 236.
- [40] L. Róžański, *The Transformations of Pesticides in Living Organisms and the Environment*, 2nd ed., Poznan: Agra-Enviro Lab, 1998, p. 290.
- [41] M. Laine y K. Jorgensen, «Environ. Microbial.,» nº 54, p. 1507, 1996.
- [42] S. Schmidt, *Biodegradation of Diaryl Ether Pesticides*, W. Rolf-Michael, Ed., Berlin: Springer, 1998, p. 229.
- [43] R. Bruce y et al., «Toxicol. Indust.,» *Health*, nº 3, p. 535, 1987.
- [44] M. Gyroik y et al., «Agric. Food,» *Chem.*, nº 51, p. 5222, 2003.
- [45] Metcalf and Eddy, *Wastewater Engineering: Treatment, Disposal, Reuse*, Metcalf and Eddy Inc.: Mac Graw Hill, New York, 1991.
- [46] L. Davis y D. Cornxvell, «Introduction to Environmental Engineering,» 1991.
- [47] L. Radovic, «in Carbon Materials as Adsorbents in Aqueous Solutions, Chemistry and Physical Carbon,,» New York, 2000, p. 18.

- [48] E. Monahan, *Water Pollutants and Water Pollution in Environmental Chemistry*, Boca Raton: CRC Press, 2017, p. 40.
- [49] V. Cooper y J. Nicell, «Water Res.,» nº 30, p. 954, 1996.
- [50] N. Hedley y H. Tabachnick, «Chemistry of cyanidation,» *Mineral Dressing Notes*, vol. 23, 1968.
- [51] S. L. Chryssoulis y J. McMullen, *Mineralogical investigation of gold ores*, Elsevier, 2005, pp. 21- 72.