



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS

**“TRATAMIENTO DE RESIDUOS LÍQUIDOS GENERADOS EN EL
LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA CON MÉTODOS DE
OXIDACIÓN AVANZADA”**

Trabajo de titulación

TIPO: PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERA EN BIOTECNOLOGÍA AMBIENTAL

AUTORA: MARÍA NATHALIA URGILÉZ ZABALA

TUTOR: ING. CARLOS MEDINA SERRANO MSc.

RIOBAMBA-ECUADOR

2018

©2018, María Nathalia Urgiléz Zabala

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS

El tribunal de la Unidad de Titulación certifica que el trabajo de investigación: “**Tratamiento de residuos líquidos generados en el laboratorio de química orgánica con métodos de oxidación avanzada**”, de responsabilidad de la señorita María Nathalia Urgiléz Zabala, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros de la Unidad de Titulación, quedando autorizada su presentación.

FIRMA

FECHA

Dr. Edmundo Rodrigo Caluña Sanchez

PRESIDENTE DEL TRIBUNAL

Ing. Carlos Alcívar Medina Serrano

**DIRECTOR DEL TRABAJO DE
TITULACIÓN**

Dr. Robert Alcides Cazar Ramírez

MIEMBRO DEL TRIBUNAL

Yo, María Nathalia Urgiléz Zabala soy responsable de las ideas, doctrinas y resultados expuestos en este Trabajo de Titulación y el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

María Nathalia Urgiléz Zabala

C.I. 060314174-8

DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD

Yo, María Nathalia Urgiléz Zabala, declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y que los resultados del mismo son auténticos y originales. Los textos constantes en el documento que provienen de otra fuente están debidamente citados y referenciados.

Como autora, asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de titulación.

Riobamba, 16 de Agosto 2018

.....

María Nathalia Urgiléz Zabala

C.I. 060314174-8

DEDICATORIA

A mi madre: Lupita, el pilar fundamental de mi vida, por ser el viento en mis alas que siempre impulsa mi vuelo. A mi padre: Miguel, que con su ejemplo y su legado ha guiado desde el cielo cada uno de mis pasos; y a mis hermanos: Daniel y Miguel por ser mi modelo a seguir y mis mejores amigos, por todo su cariño y apoyo incondicional.

A mis amigos y camaradas: estudiantes, servidores y docentes; compañeros de lucha con quienes compartimos alegrías, triunfos y derrotas.

Y al complemento de mis sueños: Diego, por ser el mejor compañero de vida que Dios pudo poner en mi camino.

AGRADECIMIENTO

En primer lugar, a Dios y a mis padres, quienes representan la razón de mi existencia y a quienes les debo todo lo que soy y pueda llegar a ser en el futuro.

A la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, a sus autoridades, docentes y servidores en general, quienes han aportado en mi desarrollo académico y crecimiento personal.

A mi querida Facultad de Ciencias, por abrirme las puertas al extraordinario mundo del conocimiento y la investigación, de manera especial al Lic. Fausto Tapia, Dra. Patricia Layedra y Dra. Magdy Echeverría por haberme brindado todas las facilidades para el desarrollo de este proyecto.

A mi gran amigo: Leonardo, por su apoyo incondicional y contagioso entusiasmo y amor por la ciencia.

Al Ing. Carlos Medina director, y al Dr. Robert Cazar asesor del presente proyecto, por su calidad humana y su compromiso demostrado con la academia y la investigación.

Y a la vida, por haberme puesto en el lugar correcto en el momento oportuno.

Nathalia.

TABLA DE CONTENIDO

Páginas

RESUMEN	xv
ABSTRACT	xvi
INTRODUCCIÓN	1
IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA	1
JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN	2
OBJETIVOS	3
HIPÓTESIS DE LA INVESTIGACIÓN	3
CAPÍTULO I	
1. MARCO TEÓRICO	4
1.1. Antecedentes de la investigación	4
1.2. Bases teóricas	5
1.2.1. Compuestos orgánicos	5
1.2.1.1. Efectos adversos de los compuestos orgánicos	6
1.2.1.2. Residuos químicos orgánicos peligrosos	7
1.2.1.3. Sistema de tratamiento de residuos orgánicos peligrosos	8
1.2.2. Residuos orgánicos peligrosos generados en los laboratorios de investigación	8
1.2.2.1. Residuos químicos líquidos generados en el Laboratorio de Química Orgánica de la ESPOCH.	9
1.2.2.2. Fenol	10
1.2.3. Procesos de oxidación avanzada	11
1.2.3.1. Fotocatálisis heterogénea	12
1.2.3.2. Proceso fenton	13
1.2.3.3. Sulfato ferroso	13
1.2.3.4. Proceso foto-fenton	15
1.2.3.5. Radiación ultravioleta	16
CAPÍTULO II	
2. METODOLOGÍA	18
2.1. Metodología de la investigación	18
2.2. Diseño de la investigación	18

2.3.	Unidad de análisis	19
2.4.	Etapas de la investigación.....	19
2.4.1.	<i>Fase I: Pre – experimental.....</i>	19
2.4.1.1.	<i>Caracterización fisico-química de los residuos líquidos.....</i>	19
2.4.1.2.	<i>Barrido espectral del fenol.....</i>	20
2.4.1.3.	<i>Obtención de la curva de calibración de fenol.....</i>	20
2.4.1.4.	<i>Prueba preliminar para determinación del tiempo óptimo</i>	22
2.4.2.	<i>Fase II: experimental.....</i>	24
2.4.2.1.	<i>Construcción del diseño factorial 2^k.....</i>	25
2.4.2.2.	<i>Condiciones de reacción.....</i>	27
2.4.2.3.	<i>Determinación de las dosis óptimas de H₂O₂ y FeSO₄.7H₂O.....</i>	30
2.4.3	<i>Fase III: Análisis estadístico de resultados</i>	31
2.4.3.1.	<i>Hipótesis.....</i>	31
 CAPÍTULO III		
3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	32
3.1.	<i>Fase I: Pre – experimental.....</i>	32
3.1.1.	<i>Caracterización fisico-química de los residuos líquidos.....</i>	32
3.1.2.	<i>Barrido espectral del fenol.....</i>	33
3.1.3.	<i>Obtención de la curva de calibración.....</i>	34
3.1.4.	<i>Prueba preliminar para determinación del tiempo óptimo.....</i>	35
3.2.	<i>Fase II: Experimental</i>	37
3.2.1.	<i>Determinación de las dosis óptimas de H₂O₂ y FeSO₄.....</i>	38
3.3.	<i>Fase III: Análisis Estadístico de los resultados.....</i>	39
3.3.1.	<i>Análisis de varianza univariante.....</i>	39
3.3.2.	<i>Gráficos de perfil.....</i>	43
3.3.3.	<i>Comparación de la actividad fotocatalítica de cada tratamiento en relación al efecto individual de sus factores.....</i>	47
3.3.4.	<i>Seguimiento de la Demanda Química de Oxígeno.....</i>	50
CONCLUSIONES.....		51
RECOMENDACIONES.....		52
 BIBLIOGRAFÍA		
 ANEXOS		

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1: Clasificación de los Procesos de Oxidación Avanzada.....	12
Tabla 1-2: Diseño experimental.....	18
Tabla 2-2: Métodos y parámetros para la caracterización de los residuos líquidos.....	20
Tabla 3-2: Características Físico-Químicas del Fenol.....	21
Tabla 4-2: Preparación solución madre de Fenol.....	21
Tabla 5-2: Preparación de patrones de Fenol.....	21
Tabla 6-2: Dosis de compuestos y reactivos para prueba preliminar.....	22
Tabla 7-2: Factores y dominio experimental.....	26
Tabla 8-2: Matriz de experimentos posibles 2^4	26
Tabla 9-2: Matriz de experimentos DCA.....	27
Tabla 10-2: Plan de experimentación DCA.....	27
Tabla 1-3: Identificación de los reactivos utilizados en el Lab. Química Orgánica.....	32
Tabla 2-3: Caracterización de los líquidos generados en el Lab. Química Orgánica.....	33
Tabla 3-3: Lecturas de absorbancia de los patrones del contaminante.....	34
Tabla 4-3: Prueba preliminar: porcentaje de remoción de fenol en función del tiempo.....	37
Tabla 5-3: Resultados Analíticos DQO inicial – CESTTA.....	39
Tabla 6-3: Prueba de efectos inter-sujetos.....	40
Tabla 7-3: Prueba de Tukey absorbancia vs. tiempo.....	42
Tabla 8-3: Pruebas de la eficiencia degradativa de cada tratamiento en función del tiempo.....	48
Tabla 9-3: Porcentaje de remoción del fenol de cada tratamiento en función del tiempo.....	49

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1: Mecanismo fotocatalisis heterogénea	4
Figura 2-1: Ejemplo de estructura química compuesto orgánico	6
Figura 3-1: Residuos químicos líquidos Lab. Química Orgánica ESPOCH	10
Figura 4-1: Estructura química del Fenol	10
Figura 5-1: Región interfacial donde se produce la degradación	13
Figura 6-1: Ruta de degradación del Fenol	14
Figura 7-1: Mecanismo de oxidación de los compuestos orgánicos	15
Figura 8-1: Esquema de una prueba foto-fenton	16
Figura 9-1: Reacciones proceso foto-fenton	16
Figura 1-2: Destilación Simple	23
Figura 2-2: Residuo de la destilación	23
Figura 3-2: Reactor foto-catalítico para pruebas con UV	23
Figura 4-2: Titulación de la solución	27
Figura 5-2: Monitoreo del ajuste de pH	28
Figura 6-2: Definición de la zona de aceptación de hipótesis	30
Figura 1-3: Barrido Espectral Fenol	33
Figura 2-3: Curva de calibración del Fenol	34
Figura 3-3: Prueba preliminar: resultados de absorbancia en relación al tiempo	35
Figura 4-3: Gráfico de perfil absorbancia vs. concentración de fenton	42
Figura 5-3: Gráfico de perfil absorbancia vs. tipo de luz	43
Figura 6-3: Gráfico de perfil absorbancia vs. agitación	44
Figura 7-3: Gráfico de perfil absorbancia vs. pH	45
Figura 8-3: Gráfico de perfil absorbancia vs. tiempo	46
Figura 9-3: Cinética de degradación del fenol	47
Figura 10-3: Seguimiento de la Demanda Química de Oxígeno	49

LISTADO DE ANEXOS

Anexo A: Registro de prácticas de Laboratorio de Química Orgánica ESPOCH

Anexo B: Registro de uso de reactivos químicos Lab. de Química Orgánica ESPOCH

Anexo C: Base de Datos utilizado en el Análisis Estadístico

Anexo D: Informe análisis DQO inicial - CESTTA

Anexo E: Informe análisis DQO final T1 – CESTTA

Anexo F: Informe análisis DQO final T15 - CESTTA

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

DQO	Demanda química de oxígeno
POA	Procesos de oxidación avanzada
HO•	Grupo hidroxilo
UV	Ultravioleta
H₂SO₄	Ácido sulfúrico
HNO₃	Ácido nítrico
ADN	Ácido desoxirribonucleico
CO	Monóxido de carbono
H₂O₂	Peróxido de hidrógeno
CO₂	Dióxido de carbono
H₂O	Agua
O₂	Oxígeno
O₃	Ozono
TiO₂	Dióxido de Titanio
Fe^{+2/+3}	Ión ferroso - férrico
ZnO	Óxido de Zinc
ZnS	Sulfuro de Zinc
C₆H₅OH	Fenol
FeSO₄	Sulfato Ferroso
DCA	Diseño completamente aleatorio
SPSS	Producto de estadística y solución de servicio
W	Watts
nm	nanómetro
mL	mililitros
ppm	Concentración en partes por millón
µS/cm	Microsiemens/centímetro
pH	Potencial de hidrógeno
°C	Grados centígrados
rpm	Revoluciones por minuto
g	gramos
min	minutos

RESUMEN

Los laboratorios de docencia e investigación de las instituciones de educación superior en Ecuador, presentan problemas de contaminación ambiental por falta de gestión de las sustancias químicas que allí se utilizan. Buscando plantear una solución, en este trabajo, se evaluó la efectividad de la fotocatalisis heterogénea para la degradación de efluentes presentes en el laboratorio de Química Orgánica de la ESPOCH. Para determinar la concentración de los compuestos presentes, se realizó la caracterización físico química de los residuos. Determinando así la idoneidad del fenol como contaminante de control debido a mayor presencia (250mg.L-1) que a su vez fue la concentración inicial usada. El experimento se realizó en un reactor de 600 mL irradiado con luz UV-Visible de una lámpara de longitud de onda fija. Se aplicaron 15 tratamientos distintos en función a la matriz de experimentación obtenida del diseño factorial 2^4 y el DCA, con los factores: concentración de Fenton, con/sin luz UV-Visible, con/sin agitación y variación de pH. Con base a lo obtenido en los 15 ensayos experimentales, se obtuvo un 98% de degradación al usar 0,50g de Fenton/400mL de fenol, con luz UV-Visible encendida, a pH=3, agitación constante, y 0,90mL de H₂O₂. Así pues queda demostrado que es una técnica altamente efectiva en este tipo de tratamiento.

Palabras clave: <BIOTECNOLOGÍA >, <OXIDACIÓN AVANZADA>, <FOTOCATÁLISIS>, <FENTON>, <RADIACIÓN UV-VISIBLE>.

ABSTRACT

The teaching and research laboratories of higher education institutions in Ecuador present problems of environmental contamination due to lack of management of the chemical substances that are used there. Seeking to propose a solution, in this work, it was evaluated; the effectiveness of heterogeneous photocatalysis for the degradation of effluents present in the Organic Chemistry Laboratory of ESPOCH. To determine the concentration of the compounds present, the physical and chemical characterization of the residues was carried out. Thus determining the suitability of phenol as a control contaminant due to greater presence (250mg.L⁻¹) which in turn was the initial concentration used. The experiment was carried out in a 600 mL reactor irradiated with UV-Visible light from a lamp of fixed wavelength. 15 different treatments were applied according to the experimental matrix obtained from the factorial design 2⁴ and the DCA, with the following factors: Fenton concentration, with / without UV-Visible light, with / without agitation and pH variation. Based on what was obtained in the 15 experimental trials, it was obtained; 98% degradation when using 0.50g of Fenton / 400mL of phenol, with UV-Visible light on, at pH = 3, constant agitation, and 0.90mL of H₂O₂. Thus it is demonstrated that it is a highly effective technique in this type of treatment.

Keywords: <EXACT AND NATURAL SCIENCES>, <ENVIRONMENTAL BIOTECHNOLOGY>, <ADVANCED OXIDATION>, <PHOTOCATALYSIS>, <FENTON>, <UV-VISIBLE RADIATION>.

INTRODUCCIÓN

Identificación del problema

La actividad experimental es un eje transversal en el proceso de enseñanza y aprendizaje de las ciencias, tanto por el respaldo a la fundamentación teórica que representa, como por el desarrollo de ciertas destrezas y habilidades que aporta a los estudiantes. Es en los laboratorios de docencia e investigación científica donde los futuros profesionales tienen un primer acercamiento práctico con la ciencia y donde se llevan a cabo relevantes proyectos de investigación que pueden dar solución a las grandes problemáticas postergadas.

Sin embargo, las universidades como instituciones dedicadas al área académica y a la investigación presentan varios problemas relacionados con el manejo de sustancias peligrosas y de sus desechos, que, debido a la gran variedad de reactivos químicos, periodicidad de generación, coste de tratamiento y las características físico-químicas que poseen, requieren de una gestión integral que logre reducir al mínimo su impacto negativo en el ambiente y las personas. (Cortinas, 2005)

En este contexto, se ha identificado que en el laboratorio de química orgánica de la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo constantemente se generan residuos líquidos orgánicos altamente tóxicos, que no poseen una correcta disposición que facilite una futura reutilización, ni cuentan con un tratamiento previo a su eliminación. En muchas ocasiones, estos residuos son almacenados de forma inadecuada y en otras, incluso son descargados en el sistema de drenaje común sin ningún tipo de precaución, convirtiendo a la ESPOCH en una fuente permanente de contaminación ambiental.

Justificación de la investigación

Considerando la legislación vigente, este proyecto de investigación se encuentra enmarcado dentro de lo establecido en el Art. 14 Sección Segunda: Ambiente Sano de la Constitución de la República del Ecuador que indica: *“Se reconoce el derecho de la población a vivir en un ambiente sano y ecológicamente equilibrado, que garantice la sostenibilidad y el buen vivir, sumak kawsay. Se declara de interés público la preservación del ambiente, la conservación de los ecosistemas, la biodiversidad y la integridad del patrimonio genético del país, la prevención del daño ambiental y la recuperación de los espacios naturales degradados.”* (Asamblea constituyente, 2008); puesto que por medio de la presente investigación se pretende implementar una alternativa viable y eficiente para el tratamiento de los residuos líquidos contaminantes provenientes del laboratorio de Química Orgánica de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH.

Dentro de los residuos líquidos generados se encuentran compuestos orgánicos aromáticos, fenoles, bencenos y sus derivados, entre otros; los cuales al momento solo son almacenados, pero no cuentan con un tratamiento efectivo que elimine o al menos disminuya la carga de contaminación que poseen.

En tal virtud, al conocer el riesgo que representa la manipulación y las repercusiones de la contaminación causada a nuestras fuentes hídricas por la presencia de este tipo de compuestos químicos, se propone la implementación de procesos de oxidación avanzada, para determinar mediante investigación la efectividad de la fotocatalisis heterogénea como mecanismo de degradación de estos contaminantes.

OBJETIVOS

Objetivo general

Evaluar la eficiencia degradativa de los residuos químicos líquidos generados en el Laboratorio de Química Orgánica, empleando Procesos de Oxidación Avanzada.

Objetivos específicos

- Caracterizar los residuos líquidos del Laboratorio de Química Orgánica de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH.
- Diseñar un foto-reactor con una fuente continua de radiación ultravioleta para determinar la influencia de la luz en el proceso de degradación del contaminante.
- Determinar la eficiencia del proceso de oxidación avanzada propuesto mediante la disminución de la carga orgánica aplicando el proceso fenton convencional y foto-fenton.
- Identificar la eficiencia degradativa del proceso de oxidación avanzada mediante el seguimiento de la DQO.

Hipótesis de la investigación

Los procesos de oxidación avanzada serán altamente eficientes en la degradación de los residuos químicos líquidos generados en el Laboratorio de Química Orgánica de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO

1.1. Antecedentes de la investigación

La contaminación a las fuentes hídricas es una de las amenazas más preocupantes en la actualidad. Las actividades antropogénicas diarias producen descargas continuas de tóxicos a las matrices acuáticas. Dentro de estos contaminantes, los compuestos químicos orgánicos y sus derivados representan un gran peligro para el entorno debido a su toxicidad, estabilidad de bioacumulación y permanencia en el ambiente por largos períodos, por lo que, su identificación y correcta disposición final, es muy importante para minimizar su impacto en la naturaleza. (Mendes Carneiro, Napoleão, & Rodríguez-Díaz, 2015)

Uno de los mecanismos de degradación que en los últimos años ha tomado popularidad debido a su potencial de oxidación en el tratamiento de aguas residuales son los procesos de oxidación avanzada (POA) que pueden ser implementados de forma independiente o como complemento de los tratamientos convencionales. En términos generales, consisten en un conjunto de técnicas que poseen la capacidad de generar radicales muy energéticos, comúnmente radicales hidroxilo ($\text{HO}\cdot$), cuyo elevado potencial de oxidación facilita la oxidación de una amplia gama de compuestos orgánicos difíciles de tratar por métodos convencionales. (Sánchez, 2015)

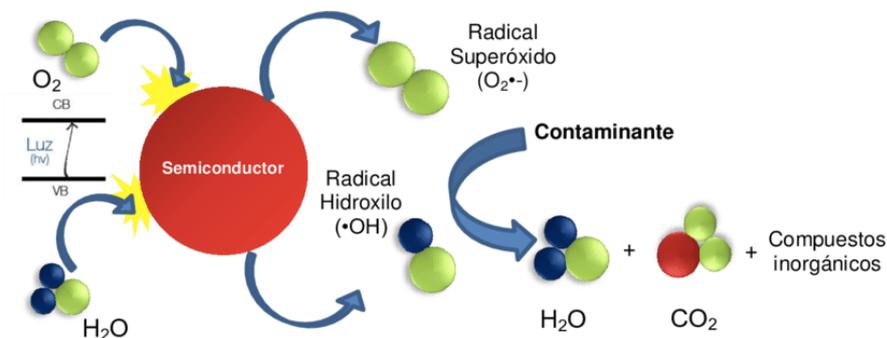


Figura 1-1: Mecanismo fotocatalisis heterogénea

Fuente: (Omo Ibadon & Fitzpatrick, 2013)

Existen varios estudios previos realizados en torno a este tema, donde específicamente se aplica la reacción fenton convencional y foto-fenton para la degradación de compuestos orgánicos.

Para la presente investigación se requiere conocer experiencias previas de la aplicación del proceso foto-fenton en la degradación de compuestos orgánicos fenólicos. Existe la referencia de una investigación realizada en los laboratorios de la Universidad de Medellín, donde se identificó que aplicando la reacción foto-fenton se logró una importante disminución de la toxicidad de los residuos líquidos orgánicos solubles generados en los laboratorios, en este estudio se pone énfasis en las concentraciones de Hierro y de peróxido de hidrógeno: 27.5 mg/L y 300 mg/L respectivamente, expuesto a una radiación de 180 minutos alcanzando un 80% de mineralización.(Silva, Sandra; Trujillo, Julián; Aguilar, Luis; Hincapié, 2009)

Se ha reportado que en un estudio realizado por el Centro de Investigación y Extensión en Ambiente, Biología y Química de la Universidad de Carabobo en Venezuela, la aplicación del proceso foto-fenton solar sobre compuestos fenólicos ha resultado muy eficiente obteniendo hasta un 97% de disminución de la demanda química de oxígeno (Ramos & Jimenez, 2016)

Mendes, Napoleão, Rodríguez-Díaz y Lins da Silva concluyeron que se logra un 98,82% de remoción de fenol de 200 ppm por medio de la aplicación del proceso foto-fenton con una fuente de radiación UV constante de 80W. (Mendes Carneiro et al., 2015)

Debido a su efectividad el proceso foto-fenton no es solo aplicado a escala de laboratorio sino también a nivel industrial donde se lo ha propuesto como una alternativa altamente eficaz para el tratamiento de aguas residuales de la industria textil. Según Salas Colotta investigador de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos los POA's poseen un gran potencial de oxidación sobre diversos compuestos orgánicos de forma no selectiva y con altas velocidades de reacción. (Salas, 2010)

1.2. Bases teóricas

1.2.1. Compuestos orgánicos

Los compuestos orgánicos están definidos como aquellas especies químicas cuya estructura molecular está formada principalmente por enlaces de carbono que dan origen a cadenas lineales, cíclicas o ramificadas.

También forman enlaces fuertes con otros elementos químicos como el hidrógeno, oxígeno, nitrógeno, fósforo y cloro que dan lugar a la formación de grupos funcionales. (Quimipedia, 2017)

- *Compuestos orgánicos naturales:* Son extraídos de fuentes naturales generalmente sintetizados por los seres vivos.
- *Compuestos orgánicos artificiales:* Son aquellos que son producidos artificialmente mediante síntesis química antropogénica a partir de carbón, petróleo o por manipulación química de los naturales.

En los últimos años se ha identificado un incremento radical en el uso de compuestos orgánicos sintéticos a nivel industrial y con ello se han visibilizado nuevas amenazas graves para el ambiente, puesto que se ha generado una dispersión acelerada de estos compuestos que están llegando a la atmósfera, a los suelos y a las fuentes de agua, causando un grave problema de contaminación ambiental originada a consecuencia de una inadecuada manipulación de éstas sustancias. (Galán, José, Bellinfante, & Aparicio, 2003)

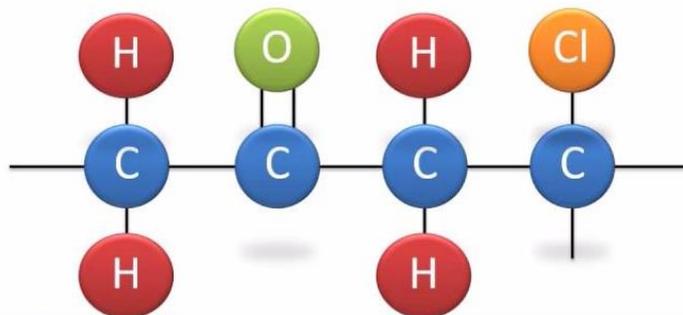


Figura 2-1: Ejemplo de estructura química compuesto orgánico

Fuente: (Galán et al., 2003; Omo Ibadon & Fitzpatrick, 2013)

1.2.1.1. Efectos adversos de los compuestos orgánicos

El impacto ambiental negativo producido por el uso inadecuado de los compuestos orgánicos es muy significativo, en la mayoría de los casos éste tipo de sustancias alcanzan una amplia distribución en el entorno debido al uso indiscriminado de plaguicidas o al encontrarse como subproducto de las aguas residuales industriales.

Se debe considerar factores como la solubilidad y la volatilización de los compuestos orgánicos debido a que son parámetros determinantes en velocidad de distribución que éstos compuestos pueden alcanzar en el planeta.

La principal amenaza de la contaminación por compuestos orgánicos es la acción biológica que poseen mediante su mecanismo de interacción con los organismos vivos. Según el modo de acción se clasifican como de contacto o sistémico:

- *Contacto*: Cuando los compuestos orgánicos tienen contacto directo con los organismos atacando sus membranas celulares llegando a ser letales.
- *Sistémico*: Son absorbidos por diferentes vías y al alojarse en el interior de los organismos provocan alteraciones metabólicas o fisiológicas, sus síntomas se presentan de forma lenta.

Ensayos experimentales previos han demostrado que los efectos de los compuestos orgánicos sobre los seres humanos pueden ser devastadores, puesto que aún en concentraciones mínimas pueden producir cáncer, mutagénesis, neuropatías e incluso la muerte. (Galán et al., 2003)

Por todo lo expuesto, este tipo de compuestos requieren una gestión adecuada que incluya los procesos de producción, manejo, acondicionamiento, almacenaje, traslado y disposición final, optimizando los recursos y sobre todo sin afectar ni al entorno ni a los seres vivos. (Escobar, Aguila, & Gari, 2005)

1.2.1.2. Residuos químicos orgánicos peligrosos

Dentro de los compuestos orgánicos existe un importante grupo de sustancias que son restos de productos químicos los cuales comprenden todos los materiales que poseen características corrosivas, reactivas, explosivas, tóxicas e inflamables de naturaleza orgánica. (Loayza, 2007). Éste tipo de sustancias bajo ningún concepto pueden ser eliminadas directamente por las alcantarillas, deben ser recogidos por separado y entregados por el productor a los gestores de residuos autorizados, o en su defecto contar con un tratamiento previo que minimice su impacto durante su disposición final. (Fundación Ambiental Federa, 2013)

1.2.1.3. *Sistema de tratamiento de residuos orgánicos peligrosos*

Los tratamientos empleados para la degradación o la disminución de la toxicidad de los residuos orgánicos peligrosos, pueden ser físico, químicos, biológicos, térmicos o avanzados, cuyos objetivos son:

- Disminuir el volumen y mejorar las características de los desechos para su futuro tratamiento o disposición final.
- Eliminar la peligrosidad de los residuos empleando reacciones químicas o alternativas biológicas.
- Separar los compuestos químicos peligrosos, de forma que sean aislados desde el origen. (Loayza, 2007)

Dentro de los tipos de sistemas de tratamiento de residuos orgánicos peligrosos, cuya finalidad es la recuperación de recursos, la detoxificación, y la reducción de volumen previa a su disposición final, se encuentran:

- *Solidificación o inertizado*: Es el proceso mediante el cual se adiciona reactivos para lograr solidificar el residuo orgánico, reduciendo su peligrosidad, minimizando su velocidad de migración, volviéndolo más resistente y menos permeable.
- *Oxidación química*: Es el proceso donde tiene lugar la descomposición de compuestos orgánicos para lo cual se emplean agentes químicos que actúan como oxidantes o aceleradores de reacción durante la degradación. (Casas Méndez, 2017)
- *Reducción química*: Este tipo de reacciones de reducción son muy poco empleadas en los tratamientos físico-químicos, el ejemplo más común de este tipo de sistema es el tratamiento de cromo hexavalente, donde es reducido a cromo trivalente para su posterior precipitación como hidróxido. (Kaifer, 2006)

1.2.2. *Residuos orgánicos peligrosos generados en los laboratorios de investigación*

Los residuos orgánicos peligrosos en las Instituciones de Educación Superior provienen esencialmente de los laboratorios de investigación y docencia, donde se manejan grandes cantidades de compuestos orgánicos y se llevan a cabo diversas prácticas y experimentos, ya sea por fines educativos o de investigación, que suponen la generación permanente de residuos químicos líquidos. (Lou & Chang, 2007).

Estos residuos generalmente son diversos y altamente complejos, entre los que se encuentran reactivos caducados, productos de reacciones de experimentos, patrones, disoluciones, muestras y materiales contaminados, etc. Su producción variable, la matriz compleja de su estructura y la dificultad para identificar sus constituyentes, condicionan las estrategias de gestión, que son distintas a las que se emplearían en los laboratorios industriales y de servicios privados. (Gil Pavas, 2011)

A diferencia de los residuos industriales, los residuos químicos orgánicos de los laboratorios académicos suelen encontrarse en pequeñas cantidades de mezclas muy complejas, que en conjunto representan un volumen significativo de residuos que deben ser eliminados de las universidades.(Fundación Ambiental Federa, 2013).

La adecuada gestión intracentro de residuos en los laboratorios académicos es fundamental, no únicamente por el volumen generado, sino por los riesgos que su manipulación encierran. Ésta gestión se basa principalmente sustituir el uso de compuestos peligrosos por otros de menor riesgo para la salud y para la seguridad. (UNAM, 2016)

Las distintas características y cantidades de residuos generados, inciden directamente en la selección del procedimiento adecuado para su eliminación, en la facilidad de neutralización, la posibilidad de recuperación o reciclado y en el costo del tratamiento. (University of Wollongong, 2014).

1.2.2.1. Residuos químicos líquidos generados en el Laboratorio de Química Orgánica de la ESPOCH.

Los residuos líquidos generados durante las investigaciones y las prácticas de laboratorio de las distintas asignaturas pertenecientes a las carreras de pregrado de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH, presentan características de elevada toxicidad y nula biodegradabilidad. En su mayoría estos residuos son almacenados de forma incorrecta y en otros casos incluso son vertidos en el sistema de alcantarillado público sin ningún tipo de tratamiento previo.

De manera particular, en el Laboratorio de Química Orgánica se ha identificado que existe gran cantidad de residuos orgánicos derivados de fenol y benceno, ácidos como el H_2SO_4 , HNO_3 , etanol, halofenoles, clorofenoles entre otros; producto de las prácticas de nitración, sulfonación,

identificación y caracterización de alcoholes y fenoles, reacciones de síntesis químicas, tinciones y extracción de ADN.



Figura 3-1: Residuos químicos líquidos Lab. Química Orgánica ESPOCH

Fuente: (Urgiléz, 2018)

1.2.2.2. Fenol

El Fenol es un compuesto químico orgánico aromático derivado del benceno, que presenta una alta solubilidad en agua y es muy inflamable, de olor intenso e irritante que se evapora a una menor velocidad que el agua. (Montezuma, López-Barragán, & Zermeño-Resendiz, 2016). Su estructura se caracteriza por poseer un anillo bencénico, donde uno de los átomos de Hidrógeno es reemplazado por un grupo Hidroxilo, como se muestra:

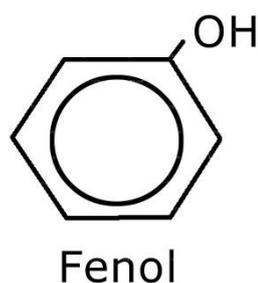


Figura 4-1: Estructura química del Fenol

Fuente: (IDEAM, 2015)

Debido al anillo bencénico, el Fenol tiene la capacidad de estabilizarse, ésta característica produce la pérdida del Hidrógeno del grupo HO• con mayor facilidad, haciendo que se comporte como un ácido débil. El Fenol presenta una alta sensibilidad a agentes oxidantes, es combustible en sí mismo, se quema con Oxígeno, y produce Monóxido de Carbono (CO) como resultado de la combustión incompleta. (IDEAM, 2015)

No es viable la degradación del Fenol en las plantas de tratamiento convencionales, debido a su complejidad, por esa razón, se utilizan procesos de oxidación avanzada. (Nickheslat, Mehdi Amin, Izanloo, Fatehizadeh, & Mohammad Mousavi, 2013) La oxidación catalítica empleando H₂O₂ se encuentra entre las alternativas de tratamiento más eficientes, pues permite mineralizar compuestos orgánicos en condiciones cercanas a las ambientales gracias al alto poder oxidante de los radicales HO•. Por ese motivo, este tipo de tratamiento resulta atractivo para la degradación de especies altamente tóxicas, contaminantes o biorrecalcitrantes. (Escobar et al., 2005)

1.2.3. Procesos de oxidación avanzada

Los procesos de oxidación avanzada (POA) consisten en la producción de especies fuertemente oxidantes cuyo objetivo es degradar una amplia variedad de compuestos refractarios. (Ramos & Jimenez, 2016). Los POA se perfilan como una tecnología potente y una alternativa eficiente desde el punto de vista técnico y ambiental para la remoción de los contaminantes orgánicos que no son tratables por métodos convencionales debido a su fuerte estabilidad química y/o baja biodegradabilidad. (Tecniaguas, 2017).

Entre las desventajas que presentan estos procesos, es que son potenciados por fuentes energéticas externas como la energía eléctrica, la radiación ultravioleta (UV) o la luz solar, por lo que frecuentemente implican mayores costos que un tratamiento de aguas residuales convencional. (Quintia, 2018). Sin embargo, al aplicarlos en combinación con tratamientos biológicos se logra reducir ampliamente los costos de operación.

En cuanto a las ventajas de los POA se destaca su carácter no-selectivo que permite la eliminación de cargas elevadas de carbono orgánico y la acción continua sobre matrices complejas de distintos contaminantes. Son procesos que consisten en la destrucción total de los compuestos tóxicos y no en un mero cambio de fase del contaminante, puesto que gracias a su alto potencial oxidativo por acción de los radicales hidroxilo, se produce la degradación de los contaminantes tóxicos en

productos inofensivos como CO₂ y H₂O u otros menos refractarios que pueden posteriormente ser tratados biológicamente.

Los POA presentan gran versatilidad, en general son sencillos de operar y se producen a temperatura ambiente. (Sanz, Lombraña, & De Luis, 2013)

Considerando si es necesario la aplicación de radiación a la muestra, los POAs se clasifican en fotoquímicos o no fotoquímicos (Tabla 1-1). En función de la presencia de un semiconductor o fotocatalizador para la absorción directa o indirecta de radiación UV-Visible, los procesos fotoquímicos se clasifican en procesos fotocatalíticos o no fotocatalíticos. (Casas Méndez, 2017)

Tabla 1-1: Clasificación de los Procesos de Oxidación Avanzada

PROCESOS FOTOQUÍMICOS	PROCESOS NO FOTOQUÍMICOS
<p>Fotólisis directa</p> <p>Fotólisis en el ultravioleta de vacío (UVV)</p> <p>UV/H₂O₂ UV/O₃</p> <p>Foto-Fenton (Fe^{+2/+3}/H₂O₂/UV)</p> <p>Fotocatálisis Heterogénea (TiO₂/UV)</p> <p>Oxidación en agua sub/ y supercrítica</p>	<p>Ozonización en medio alcalino (O₃/ HO•)</p> <p>Ozonización con H₂O₂ (O₃/H₂O₂)</p> <p>Reacción de Fenton (Fe^{+2/+3}/H₂O₂)</p> <p>Oxidación electroquímica</p> <p>Radiolisis y tratamiento con haces de electrones</p> <p>Plasma no térmico</p> <p>Descarga electrohidráulica-ultrasonidos</p>

Fuente: (Casas Méndez, 2017)

1.2.3.1. Fotocatálisis heterogénea

La fotocatálisis heterogénea se encuentra dentro de la clasificación de los Procesos de Oxidación Avanzada como un proceso fotoquímico, mismo que se fundamenta en la absorción de energía radiante por medio de un sólido (fotocatalizador heterogéneo) que acelera la fotorreacción. Las reacciones de degradación del contaminante tienen lugar en la región interfacial entre el sólido y la solución, tal como se puede distinguir en la figura 5-1. (Domènech, Jardim, & Litter, 2001)

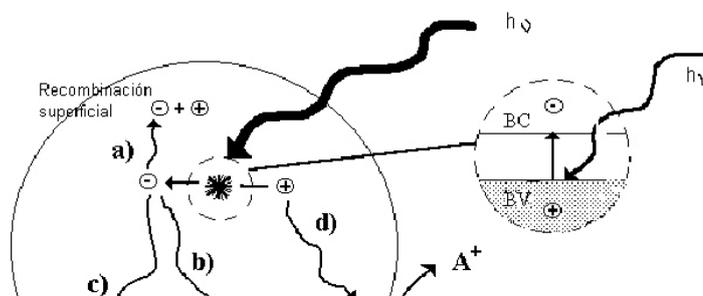


Figura 5-1: Región interfacial donde se produce la degradación

Fuente: (Domènech et al., 2001)

En la actualidad existen varios materiales que pueden ser utilizados como catalizadores como el TiO₂, ZnO, óxidos de hierro, ZnS entre otros, que incluso para alcanzar su estado de excitación no requieren fuentes de radiación con energía muy elevada lo que convierte a la luz solar en una alternativa interesante para convertir a los POA's en procesos económicamente viables.

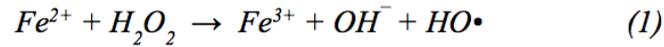
1.2.3.2. Proceso fenton

El proceso Fenton fue descubierto hace más de un siglo por el químico Henry John Horstman Fenton, que determinó que por medio de la adición simultánea de sales de hierro en presencia de peróxido de hidrógeno, se alcanza la oxidación de algunos ácidos orgánicos a través de la formación de radicales HO•. (Fenton, 1984) Se pudo identificar que la oxidación tiene lugar en rangos ácidos de pH, sin necesidad de someter a los compuestos orgánicos a altas presiones o temperaturas, y empleando equipamiento convencional. (Pignatello, Oliveros, & MacKay, 2006)

1.2.3.3. Sulfato ferroso

A la combinación de H₂O₂ y sales de hierro se denomina reactivo Fenton (Ec. 1 y 2) (Ghosh, Samanta, & Ray, 2010) La sal ferrosa más utilizada en la reacción fenton es el sulfato ferroso (FeSO₄), que presenta sensibilidad a la luz, baja toxicidad, es abundante fácil de manipular y ambientalmente amigable.

El proceso fenton tiene lugar cuando el ion ferroso inicia y cataliza la descomposición del peróxido resultando en la generación del radical hidroxilo, como se muestra en la ecuación 1:



El radical atacará al compuesto orgánico produciendo radicales orgánicos que pueden ser transformados por diferentes vías. (Muruganandham et al., 2014) Dando lugar a reacciones intermedias que a su vez pueden continuar oxidándose hasta CO₂ y H₂O.

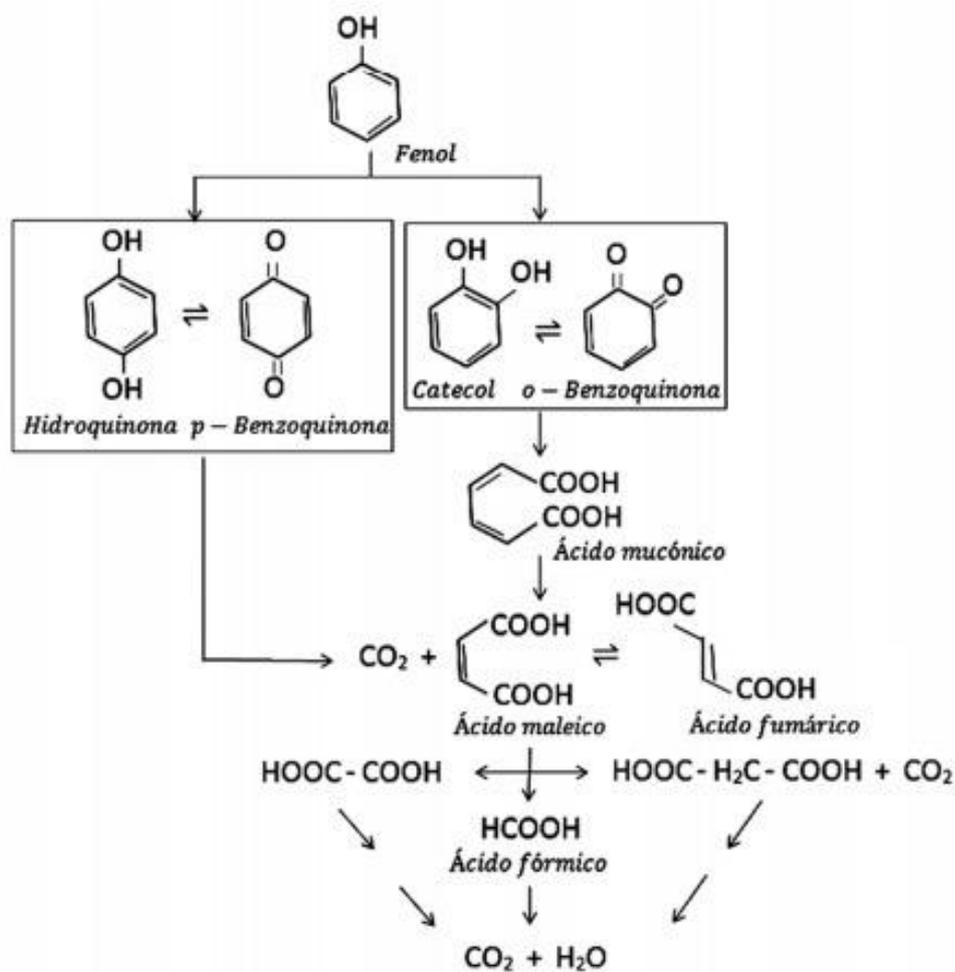
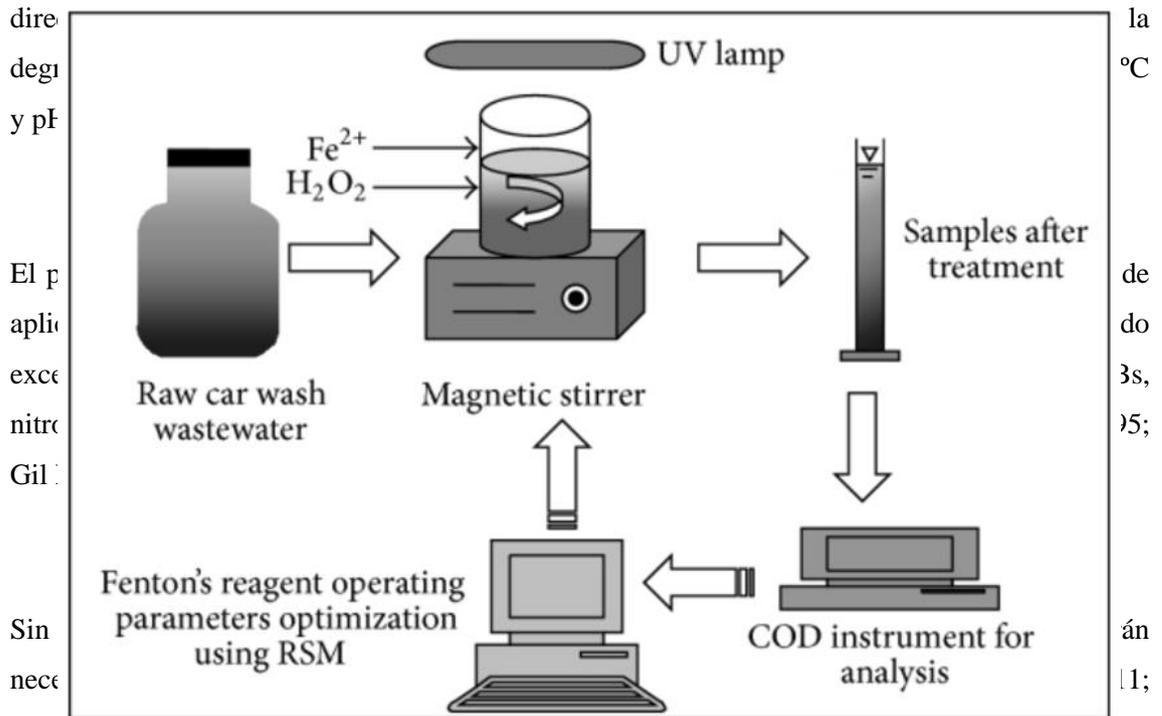


Figura 6-1: Posible ruta de degradación del Fenol

Fuente: (Zazo, Casas, Mohedano, Gilarranz, & Rodríguez, 2005)

Un elemento importante que se debe considerar al emplear la reacción de Fenton es la relación H₂O₂/Fe⁺², puesto que este es un parámetro sumamente influyente en la eficiencia del proceso.

Varios estudios y ensayos experimentales previos han demostrado la importancia de esta proporción en combinación con otros parámetros como el pH y la temperatura que intervienen



Nesherwan & Swanson, 2000). En la siguiente reacción muestra el mecanismo de oxidación de los compuestos orgánicos empleando el reactivo Fenton:

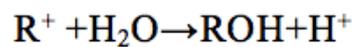
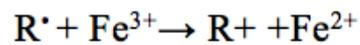
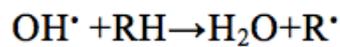
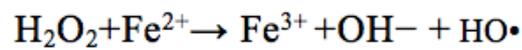


Figura 7-1: Mecanismo de oxidación de los compuestos orgánicos

Fuente: (Temel & Sökmen, 2011)

1.2.3.4. Proceso foto-fenton

Investigaciones previas desarrolladas en el área, han demostrado que el poder oxidante del proceso Fenton se incrementa considerablemente cuando se lo emplea en combinación con la irradiación UV o UV-visible, dando lugar al proceso foto-fenton (Muruganandham et al., 2014)

Figura 8-1: Esquema de una prueba foto-fenton

Fuente: (Zeinab & Maha, 2014)

El proceso foto-Fenton es generalmente aplicado cuando se pretende alcanzar una reducción considerable de la Demanda Química de Oxígeno del contaminante. En este proceso el ión Fe(II) se oxida a Fe(III) descomponiendo el H₂O₂ para formar radicales HO• (ec. 2), la aplicación de la radiación UV-Vis genera el incremento del poder de oxidación porque mediante la foto-reducción el ión férrico acumulado se reduce a ión ferroso en un ciclo continuo produciendo más radicales hidroxilo (ec. 3). e incrementando así la oxidación de compuestos orgánicos (ec. 4) De la misma manera, es posible hacer uso de la radiación solar, con la finalidad de eliminar el costo que representa de la radiación UV. (Chen, Wu, Li, Zhu, & Dang, 2009).

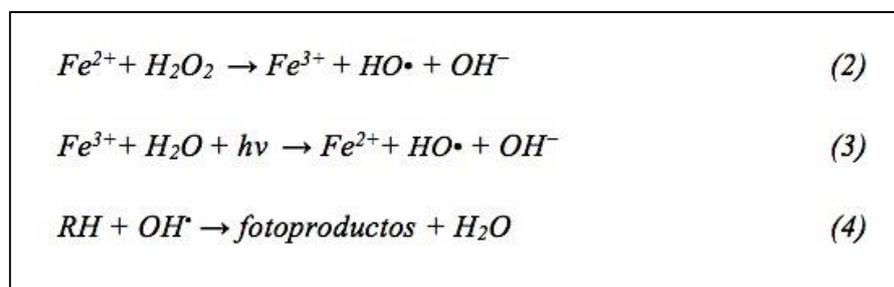


Figura 9-1: Reacciones proceso foto-fenton

Fuente: (Chen et al., 2009)

1.2.3.5. Radiación ultravioleta

La radiación ultravioleta (UV) está definida como la energía electromagnética que posee longitudes de onda entre 400 y 100 nm, (Hockberger, 2002) en función a este parámetro se clasifican en:

- UV – A: 315 – 400 nm
- UV – B: 280 – 315 nm
- UV – C: 100 - 280 nm

Una de las principales características de la radiación UV es la posibilidad de producir excitaciones en los átomos, que provocan reacciones químicas. Esta característica es aprovechada para aplicarla como un método de desinfección de agua. (Larico & Montalvo, 2016)

Debido a la gran actividad fotoeléctrica y fotoquímica que posee la radiación UV, en los últimos años se la ha empleado dentro de los Procesos de Oxidación Avanzada como una de las técnicas más eficientes en la detoxificación de aguas residuales contaminadas con compuestos recalcitrantes. (Portero, 2008)

Mediante la aplicación de la oxidación ultravioleta se puede tratar una amplia gama de contaminantes orgánicos, ya que gracias a la capacidad de producción de radicales hidroxilo que se obtiene al aplicarlo en combinación con peróxido de hidrógeno, representa un poderoso oxidante no selectivo con capacidad para degradar y mineralizar la mayoría de las moléculas orgánicas. (Arroyo Ávila, 2017)

CAPÍTULO II

2. METODOLOGÍA

2.1. Metodología de la investigación

La presente investigación es de tipo aplicativo a las ciencias ambientales, de nivel experimental en virtud de que se encuentra basado en la experimentación directa y analiza las variables, causas y efectos que intervienen en la degradación de los residuos líquidos. Y de nivel exploratorio dado que se va a realizar un estudio de tipo aproximativo, en función a las observaciones que se obtengan a través de la experimentación.

2.2. Diseño de la investigación

El diseño de la presente investigación será 2^K , mismo que consiste en el desarrollo de varios ensayos experimentales, donde por medio de la manipulación de los 4 factores a controlar, se puede estudiar el efecto que posee cada uno sobre las variables respuesta. Descrito de la siguiente manera:

- **Factor 1:** Reactivo Fenton en 2 concentraciones
- **Factor 2:** Luz UV y luz natural
- **Factor 3:** En presencia y ausencia de agitación
- **Factor 4:** 2 niveles de pH del contaminante

Las variables respuesta del presente diseño experimental será: la concentración final del contaminante y la demanda bioquímica de oxígeno (DBO_5).

Tabla 1-2: Diseño experimental

	FENTON	TIPO DE LUZ	AGITACIÓN	pH
Nivel 1	$[H_2O_2 / Fe^{2+}]_1$	Luz UV	Presencia	6
Nivel 2	$[H_2O_2 / Fe^{2+}]_2$	Luz Natural	Ausencia	3

Fuente: (Urgiléz, 2018)

2.3. Unidad de análisis

Concentración del contaminante

2.4. Etapas de la investigación

2.4.1. Fase I: Pre – experimental

En la fase pre-experimental se identificó la viabilidad práctica de la investigación considerando la metodología, condiciones experimentales, equipos disponibles, hipótesis y protocolos detallados en el marco teórico.

El desarrollo de esta etapa permitió reconocer las limitaciones técnicas del tratamiento combinado de todos los residuos líquidos generados en el laboratorio de Química Orgánica de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH, debido a su nula solubilidad en agua, que impidió la obtención de la curva de calibración del contaminante y su posterior tratamiento con el método de oxidación avanzada.

Durante el desarrollo de esta fase pre-experimental se determinó las variables que influyen en el proceso de degradación y la relación entre ellas; implementando procedimientos adicionales que garantizaron la fiabilidad de la investigación.

2.4.1.1. Caracterización fisico-química de los residuos líquidos

Con la finalidad de identificar el tipo de residuos líquidos existentes en el Laboratorio de Química Orgánica de la ESPOCH, se procedió a realizar la caracterización fisico-química de los compuestos más abundantes y que, debido a sus complejas estructuras químicas, requieren tratamientos distintos a los convencionales para disminuir su toxicidad.

Para ello se tomaron muestras individuales de los residuos líquidos almacenados y se analizó la temperatura, pH, turbiedad, conductividad y DQO de cada una de las muestras. En la tabla No. 2-2 se detallan los métodos aplicados para cada análisis:

Tabla 2-2: Métodos y parámetros para la caracterización de los residuos líquidos

PARÁMETRO	UNIDAD	MÉTODO
Temperatura	°C	Termómetro de Hg
pH	UdepH	pH-metro
Turbiedad	UNT	Turbidímetro
Conductividad	μS/cm	Conductímetro
DQO	ppm	Reflujo Cerrado

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Una vez identificado la alta presencia de compuestos fenólicos en los residuos líquidos del laboratorio, y debido a su alta solubilidad en agua, se seleccionó al Fenol como contaminante principal a degradar.

2.4.1.2. Barrido espectral del fenol

Para determinar la concentración inicial del fenol, se empleó la técnica de análisis óptico llamada espectrofotometría, con la cuál se evalúa la cantidad de radiación absorbida y transmitida por el compuesto en una determinada región del espectro electromagnético.

Para identificar la longitud de onda a la que el fenol presenta una absorción máxima de radiación electromagnética, se realizó un barrido espectral en un espectrofotómetro de rayos UV-Vis donde el pico más alto presentó una longitud de onda de 286 nm.

2.4.1.3. Obtención de la curva de calibración de fenol

Para disminuir el error al momento de preparar los patrones de concentraciones conocidas, se preparó de una solución madre de Fenol a partir del compuesto puro grado analítico Marca Biopack llevando a una concentración de 2000 ppm con la ayuda de un balón aforado de 1000 mL.

Tabla 3-2: Características Físico-Químicas del Fenol

Fórmula	C ₆ H ₅ OH
Aspecto	Líquido incoloro
Pureza	99,6%
Densidad	1,06 kg/l a 20 °C
Punto de ebullición	180 °C

Fuente: (Biopack, 2011)

Tabla 4-2: Preparación solución madre de Fenol

SOLUCIÓN MADRE FENOL 2000 ppm	
Compuesto	Cantidad
Agua Destilada	1000 mL
Fenol	1,9 mL

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Para preparar los patrones se tomaron volúmenes específicos del contaminante y se procedió a aforarlos con agua destilada en balones de 50 mL de la siguiente manera:

Tabla 5-2: Preparación de patrones de Fenol

Patrón (ppm)	Volumen (mL)	Volumen Fenol	Volumen agua Destilada
Blanco	50	0 mL	50 mL
100	50	2,5 mL	47,5 mL
200	50	5 mL	45 mL
300	50	7,5 mL	42,5 mL
400	50	10 mL	40 mL
500	50	12,5 mL	37,5 mL

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Una vez preparados los patrones de Fenol a 100, 200, 300, 400 y 500 ppm se procedió a la lectura de la absorbancia con la longitud de onda identificada en el barrido espectral: 286nm. Este procedimiento se realizó empleando el Espectrofotómetro de UV-Visible marca Termo Scientific™ modelo BioMate 3S disponible en el Laboratorio de Protección Ambiental perteneciente al Grupo de Investigación para el Desarrollo del Ambiente y Cambio Climático de la ESPOCH.

2.4.1.4. Prueba preliminar para determinación del tiempo óptimo

Con la finalidad de establecer el tiempo óptimo al que se obtiene un mayor porcentaje de remoción del contaminante, se realizó una prueba preliminar aplicando la combinación de factores del tratamiento que, en base a investigaciones previas, presenta mayor eficiencia de degradación. Misma que se detalla a continuación:

- La prueba preliminar se realizó preparando un volumen de 400 mL de Fenol a 250 ppm, en un foto-reactor con luz UV y agitación constante, donde se añadió la cantidad de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) y sulfato ferroso ($FeSO_4$) correspondiente en función a la relación estequiométrica de la reacción.
- Se añadió ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1M para ajustar el pH de la solución a 3, el volumen requerido de ácido se determinó mediante titulación empleando el indicador naranja de metilo. (Ver sección 2.4.2.2.)

Tabla 6-2: Dosis de compuestos y reactivos para prueba preliminar

COMPUESTO	DOSIS
Fenol	250 ppm
$FeSO_4$	0,25 g
H_2SO_4	0,50 mL
H_2O_2	0,45 mL

Fuente: (Urgiléz, 2018)

- Los reactivos fueron agregados en el orden expuesto en la Tabla 6-2 y se identificó que al añadir el peróxido de hidrógeno la muestra se tornó café oscuro dando señal del inicio de la reacción de oxidación.
- Una vez iniciado el tratamiento, se tomaron alícuotas a los 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 120 y 180 minutos con la finalidad de determinar el tiempo óptimo de reacción, considerando la relación del tiempo respecto a los valores de absorbancia; sin embargo, conociendo que la lectura en el espectrofotómetro se fundamenta en el paso de la luz a través de las muestras, se identificó la necesidad de aplicar la técnica de destilación simple para corregir la interferencia producida en el color de las muestras debido a la reacción generada durante el proceso de oxidación avanzada, proceso que se realizó empleando un rotavapor marca Buchi™ R-300 disponible en el Laboratorio de Química Orgánica de la ESPOCH.



Figura 1-2: Destilación Simple

Fuente: (Urgiléz, 2018)



Figura 2-2: Residuo de la destilación

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Con las muestras clarificadas se procedió a realizar las lecturas de absorbancia y por medio de la ecuación de la recta obtenida durante la curva de calibración, se identificó las concentraciones finales del contaminante en función a la variación del tiempo.

2.4.2. Fase II: experimental

En esta fase se detallaron las condiciones de reacción necesarias para obtener el mayor porcentaje de remoción del contaminante.

La metodología implementada fue el Diseño Factorial 2^k cuyo objetivo fue medir la influencia que ejercen k factores en el proceso y determinar las interacciones que existen entre ellos, en este caso el diseño es 2^4 donde existen cuatro variables independientes: concentración de fenton, tipo de luz, agitación y pH, con dos niveles cada uno.

El foto-reactor utilizado para la determinación de la eficiencia del proceso de oxidación avanzada fue el mismo que el empleado en las pruebas preliminares para la identificación del tiempo óptimo de reacción.

La instalación del reactor foto-catalítico consistió en la ubicación de un vaso de precipitación de 600 mL sobre un agitador magnético, irradiado por una fuente luminosa constante de 9 W de luz ultravioleta, anclada a un soporte universal en la parte superior del vaso reactor como se muestra en la figura 3-2. Este diseño presentó modificaciones en función de la combinación de los factores correspondientes según el diseño completamente aleatorio de la investigación (DCA).



Figura 3-2: Reactor foto-catalítico para pruebas con UV

Fuente: (Urgiléz, 2018)

2.4.2.1. Construcción del diseño factorial 2^k

Para construir la matriz de experimentos factorial 2^4 se detallaron todos los experimentos posibles resultantes de todas las combinaciones de cada nivel de un factor con todos los niveles de los otros factores. (Ferré, 2011)

Tabla 7-2: Factores y dominio experimental

Factores	Dominio Experimental	
	Nivel (-)	Nivel (+)
X_1 : Concentración de Fenton (FeSO ₄ /H ₂ O ₂)	0,25 g / 0,45 mL	0,50 g / 0,90 mL

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Tabla 8-2: Matriz de experimentos posibles 2^4

Tratamiento	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄
T ₁	-	-	-	-
T ₂	-	-	-	+
T ₃	-	-	+	-
T ₄	-	-	+	+
T ₅	-	+	-	-
T ₆	-	+	-	+
T ₇	-	+	+	-
T ₈	-	+	+	+
T ₉	+	+	+	-
T ₁₀	+	-	-	+
T ₁₁	+	-	+	-
T ₁₂	+	-	+	+
T ₁₃	+	+	-	-
T ₁₄	+	+	-	+
T ₁₅	+	-	-	-
T ₁₆	+	+	+	+

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Una vez determinadas todas las posibles combinaciones experimentales, haciendo uso del *software* Microsoft Excel se procedió a seleccionar de forma aleatoria los 9 tratamientos a aplicar:

Tabla 9-2: Matriz de experimentos DCA

Tratamiento	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄
T ₁	-	-	-	-
T ₂	-	-	-	+
T ₅	-	+	-	-

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Tabla 10-2: Plan de experimentación DCA.

Tratamiento	X₁	X₂	X₃	X₄
T₁	0,25 g / 0,45 mL	Luz UV	200 rpm	3
T₂	0,25 g / 0,45 mL	Luz UV	200 rpm	6
T₅	0,25 g / 0,45 mL	Luz Solar	200 rpm	3
T₆	0,25 g / 0,45 mL	Luz Solar	200 rpm	6
T₇	0,25 g / 0,45 mL	Luz Solar	0 rpm	3
T₈	0,25 g / 0,45 mL	Luz Solar	0 rpm	6
T₁₀	0,50 g / 0,90 mL	Luz UV	200 rpm	6
T₁₂	0,50 g / 0,90 mL	Luz UV	0 rpm	6
T₁₅	0,50 g / 0,90 mL	Luz UV	200 rpm	3

Fuente: (Urgiléz, 2018)

2.4.2.2. Condiciones de reacción

- *pH*

Los procesos de oxidación avanzada están fuertemente condicionados por el pH debido a que este parámetro modifica la prevalencia de las distintas especies de hierro que coexisten en solución acuosa. (Sánchez, 2015) Por esa razón, para establecer el valor correcto a emplear durante esta investigación, se consideró artículos previos que señalan que el reactivo Fenton presenta mayor eficiencia en un intervalo de pH de 2 a 4, como en el caso de “*Importance of H₂O₂/Fe²⁺ ratio in Fenton’s treatment of a carpet dyeing wastewater*” (Gulkaya et al., 2006), que indica que obtuvo un 95% de disminución de la DQO aplicando Fenton en un aguas residuales de pH 3.

Por lo expuesto, con la finalidad de evaluar la influencia de este factor en el porcentaje de remoción del contaminante, se decidió considerar al pH dentro de las variables del DCA, mediante la aplicación de H₂SO₄ 1M para ajustar el pH de la solución que originalmente se encontraba en 6 hasta 3.

Para determinar el volumen necesario de ácido, se aplicó la técnica de titulación con naranja de metilo y su monitoreo se realizó en el pHmetro marca Fisher Scientific™ disponible en el laboratorio de Química Analítica de la Facultad de Ciencias.



Figura 4-2: Titulación de la solución
Fuente: (Urgiléz, 2018)



Figura 5-2: Monitoreo del ajuste de pH
Fuente: (Urgiléz, 2018)

- *Agitación*

Conociendo que la disolución de los reactivos en el proceso de oxidación avanzada está generalmente relacionada con el transporte de masa, se decidió considerar la presencia de la agitación dentro de los factores a controlar en el Diseño experimental. Por fines de aplicación de los ensayos experimentales en el laboratorio y para lograr un aumento en la velocidad de disolución de la reacción, la velocidad de agitación seleccionada fue de 200 rpm, velocidad máxima sobre la cual este efecto ya no tendrá mayores beneficios.

- *Tiempo de reacción*

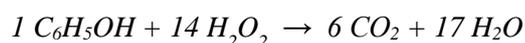
En las pruebas preliminares para la determinación del tiempo óptimo de reacción, (*Ver sección 2.4.1.4*) se sometió al contaminante a tratamiento durante 180 minutos (3 horas), al realizar las lecturas de absorbancia en el espectrofotómetro se identificó que a los 60 minutos se alcanzó el mayor porcentaje de remoción del Fenol, por lo que se decidió que éste fuera el límite de tiempo para los ensayos experimentales.

2.4.2.3. Determinación de las dosis óptimas de H_2O_2 y $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

Los radicales $HO\bullet$ reaccionan de manera general con la mayoría de compuestos orgánicos e inorgánicos, por ello la dosis de H_2O_2 y $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ se pueden establecer únicamente de forma empírica y estarán siempre en función de la concentración y del tipo de contaminante a tratar. (Sánchez, 2015)

- *Peróxido de Hidrógeno*

En la presente investigación, la determinación de la dosis óptima de H_2O_2 se realizó considerando la relación estequiométrica teórica entre el peróxido y el fenol que se produce en la reacción química, como se detalla:



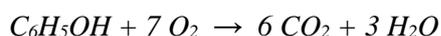
- *Sulfato Ferroso*

La dosis óptima de $FeSO_4$ se determinó considerando la relación señalada en el libro “Industrial Water Pollution Control” de Eckenfelder, 2000 donde se indica que la relación $H_2O_2:FeSO_4 \cdot 7H_2O$ es 1:10.

$$FeSO_4 \cdot 7H_2O = \frac{m H_2O_2}{10} * \frac{PM FeSO_4}{PM Fe}$$

- *Demanda Química de Oxígeno*

Para determinar la DQO teórica inicial del fenol, se usó la ecuación detallada por Eckenfelder, 2000 que señala:



$$\left[Fenol \frac{mg}{L} \right] \times \frac{224 mg O_2}{94 mg Fenol} = Cantidad \frac{mg}{L} O_2$$

Con la finalidad de comparar la DQO teórica con la DQO práctica, se llevó una muestra del contaminante a un laboratorio de análisis ambiental acreditado.

2.4.3. Fase III: Análisis estadístico de resultados

Una vez que se realizaron todos los ensayos experimentales planteados en el DCA con sus respectivas repeticiones, se construyó la base de datos con los valores de absorbancia obtenidos, para su posterior análisis estadístico. (Ver Anexo A)

Utilizando el programa estadístico SPSS se realizó el análisis descriptivo de la relación de los factores sobre la variable independiente, con la finalidad de identificar el tratamiento que registró el mayor porcentaje de remoción del contaminante.

2.4.3.1. Hipótesis

El software SPSS por medio de la prueba intersujetos y la prueba de Tukey reflejó los valores de significancia existentes entre los factores y la variable independiente. Éste nivel de significancia o de riesgo (0,05) servirá de referencia para aceptar o rechazar la hipótesis nula.

Hipótesis Nula (H_0): No existe influencia de los factores sobre la variable independiente

Hipótesis Alternativa (H_1): Existe influencia de los factores sobre la variable independiente

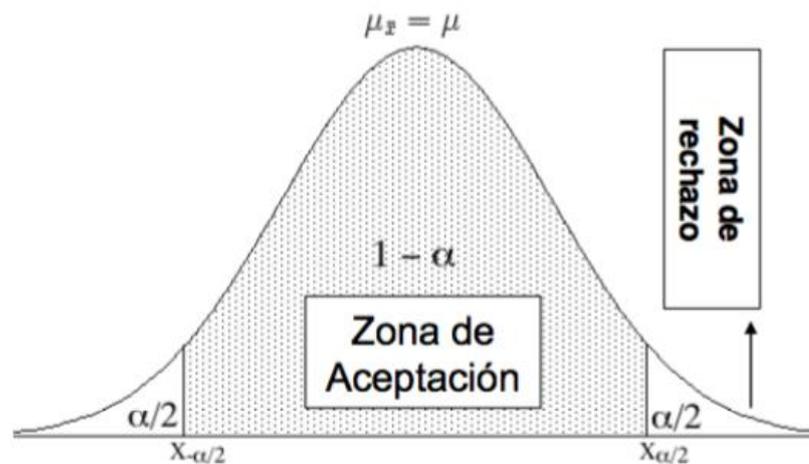


Figura 6-2: Definición de la zona de aceptación de hipótesis

Fuente: (Baldión & Gómez, 2013)

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Fase I: Pre – experimental

En esta fase se detallan los resultados obtenidos durante la pre-experimentación.

3.1.1. Caracterización fisico-química de los residuos líquidos

Con la finalidad de identificar los residuos líquidos que presentan mayor abundancia, toxicidad y complejidad en su estructura química, se realizó un análisis minucioso de los registros de prácticas de laboratorio y uso de reactivos químicos en el Laboratorio de Química Orgánica de la ESPOCH. (Ver Anexos B y C)

Tabla 1-3: Identificación de los reactivos utilizados en el Lab. Química Orgánica

No.	Reactivo	Práctica
1	Hexano 300 ppm	Identificación de compuestos orgánicos
2	Benceno 300 ppm	Diferencia entre compuestos orgánicos e inorgánicos
3	Fenol 250 ppm	Resinas e identificación de fenoles
4	Etanol 100 %	Química de alcoholes
5	Tolueno 300 ppm	Nitración del clorobenceno
6	Isopropanol	Identificación de Alcoholes
7	Ácidos: sulfúrico, acético, benzoico	Identificación de fibras sintéticas

Fuente: (Layedra, 2018)

De la tabla 1-3 se desprende que los compuestos orgánicos más utilizados en las actividades experimentales de docencia son: benceno, fenol, tolueno y hexano mismos que presentan estructuras complejas que no pueden ser mineralizados aplicando tratamientos convencionales, por lo que se procede a realizar una caracterización fisico-química general de estos residuos líquidos:

Tabla 2-3: Caracterización de los líquidos generados en el Lab. Química Orgánica

Parámetros Fisico-químicos	Residuos líquidos con Benceno	Residuos líquidos con Fenol	Residuos líquidos con Tolueno	Residuos líquidos con Hexano
pH	4	6	1	1
DQO	1843 mg/L	624 mg/L	937 mg/L	1670 mg/L
Turbiedad	26 NTU	7 NTU	146 NTU	15 NTU
Temperatura	9 °C	19 °C	18 °C	18 °C
Conductividad	- 0,06 µS	382 µS	4428 µS	5839 µS
Solubilidad agua	1,79	9,3	0,47	6,1

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Debido a la característica hidrofóbica que presentan la mayoría de los compuestos antes mencionados se encuentra un limitante para realizar el tratamiento combinado de todos los residuos, puesto que la solubilidad en agua es un requerimiento indispensable para realizar los ensayos experimentales en medio acuoso. Bajo esta consideración, al determinar que el único compuesto presente medianamente soluble es el fenol, se decidió que éste sea el contaminante de control a degradar durante esta investigación.

3.1.2. Barrido espectral del fenol

Una vez realizado el barrido espectral del Fenol se determinó que la longitud de onda a la que el contaminante presenta su valor máximo de absorción electromagnética es a los 286 nm, según se detalla en la figura 1-3.

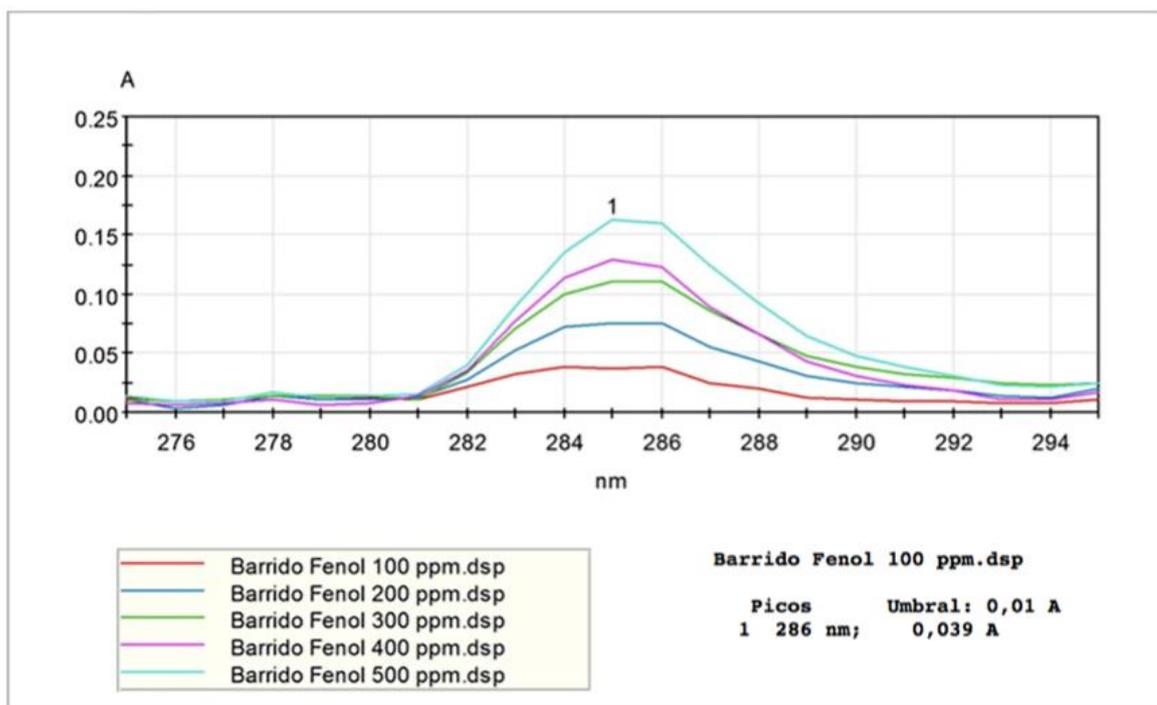


Figura 1-3: Barrido Espectral Fenol

Fuente: (Urgiléz, 2018)

3.1.3. Obtención de la curva de calibración

Detalle de las lecturas de absorbancia de los patrones:

Tabla 3-3: Lecturas de absorbancia de los patrones del contaminante

Concentración de Fenol (ppm)	Absorbancia
Blanco (0)	0.00
100	0.030
200	0.067
300	0.102
400	0.113
500	0.152

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Con los resultados de absorbancia obtenidos en las lecturas de cada patrón se construyó la curva de calibración, que representa la relación de la absorbancia con la concentración del contaminante, para esto se empleó el programa informático VISIONlite™ Spectrophotometer Software que ofrece métodos de procesamiento y almacenamiento de datos provenientes del Espectrofotómetro Thermo Scientific™. misma que se encuentra detallada en la figura 2-3.

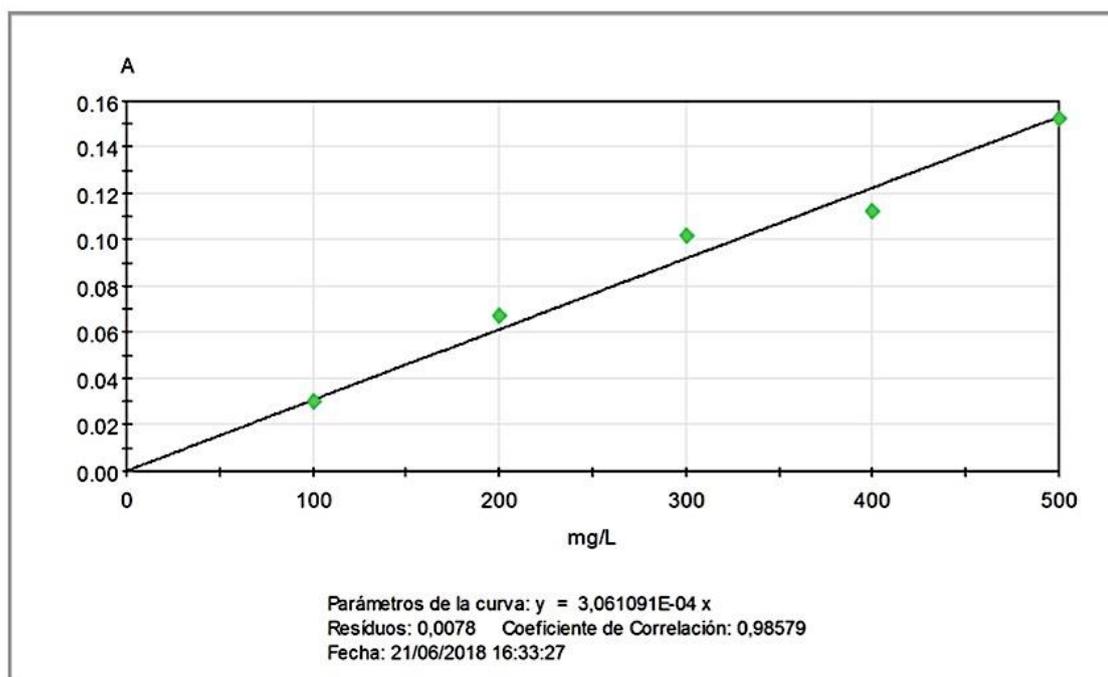


Figura 2-3: Curva de calibración del Fenol

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Con los resultados obtenidos se pudo comprobar que la longitud de onda de 286 nm. fue la óptima para la determinación de fenol en solución acuosa, puesto que el factor de correlación lineal de Pearson fue de $R^2 = 0,98579$, mismo que superó el valor mínimo de error admisible (0,05).

3.1.4. Prueba preliminar para determinación del tiempo óptimo

En la figura 3-3 se presentan los resultados de los valores de absorbancia obtenidos en las pruebas preliminares y su relación con el tiempo. (Ver sección 2.4.1.4.)

Método: test.mra (286 nm)
 Última modific.: 30/07/2018 10:10:38 por Nathalia Urgilez
 Espectrofotómetro: BioMate 3S
 Número de serie: 2K2T142204
 Firmware: 4.006
 Autozero: 30/07/2018 10:22:01
 Medida: 30/07/2018 10:28:40 por Nathalia Urgilez
 Archivo resultado:

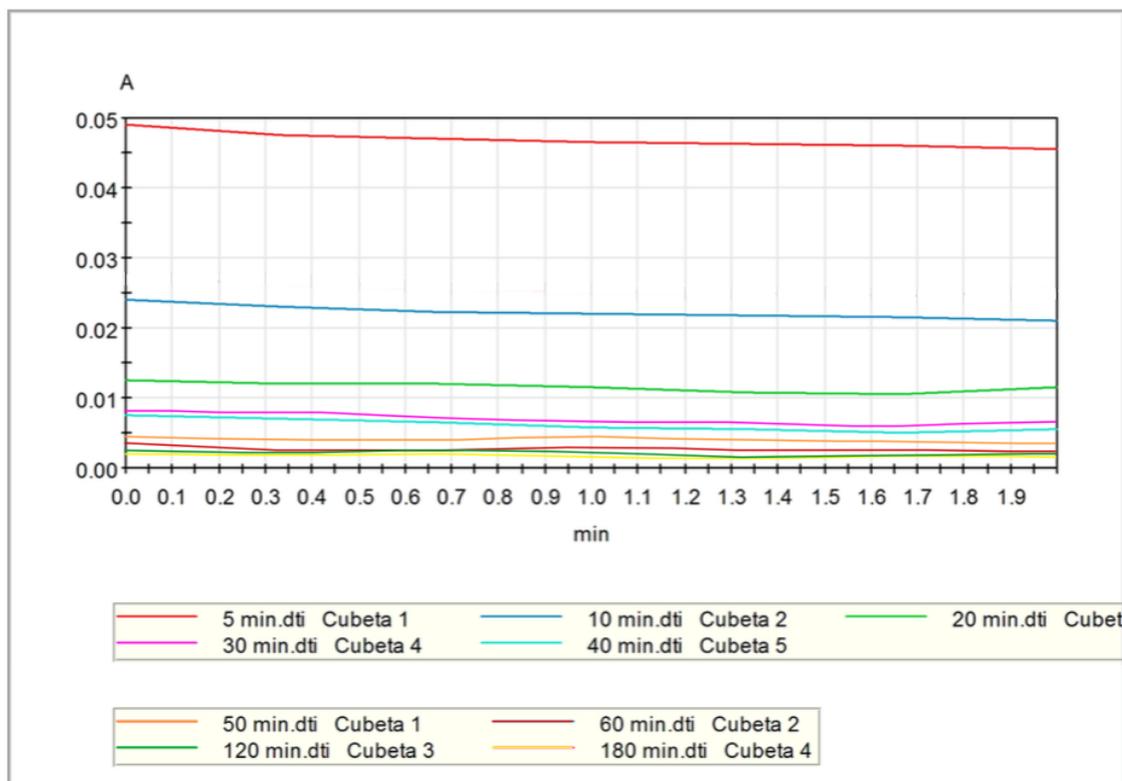


Figura 3-3: Prueba preliminar: resultados de absorbancia en relación al tiempo.

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Se sometió al contaminante a tratamiento durante 3 horas, recolectando muestras a los 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 120, 180 minutos para su posterior lectura de absorbancias en el espectrofotómetro UV-Vis. Por medio de la aplicación de la Ley de Lambert y Beer se identificó los siguientes porcentajes de remoción del contaminante en función del tiempo:

Tabla 4-3: Prueba preliminar: porcentaje de remoción de fenol en función del tiempo

Tiempo (min)	Absorbancia	Concentración de Fenol (ppm)	% Remoción
0	0,0765	250,00	0 %
5	0,0470	153,54	39 %
10	0,0221	72,34	71 %
20	0,0120	39,20	84 %
30	0,0083	27,11	89 %
40	0,0053	17,31	93 %
50	0,0044	14,37	94 %
60	0,0030	9,80	96 %
120	0,0029	9,47	96 %
180	0,0029	9,47	96 %

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Tal como se muestra en la tabla 4-3, el proceso de oxidación avanzada propuesto presentó el mayor porcentaje de degradación dentro de los primeros 60 minutos de tratamiento, donde alcanzó un porcentaje de remoción del fenol del 96%, superado ese tiempo la concentración de contaminante no varió significativamente, por lo que se decidió establecer los 60 minutos como tiempo óptimo de reacción.

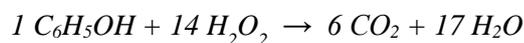
3.2. Fase II: Experimental

En esta sección se detallan los cálculos de las dosis y concentraciones óptimas de reactivos aplicados para la corrida de los ensayos experimentales planteados en el DCA.

3.2.1. Determinación de las dosis óptimas de H_2O_2 y $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

- *Peróxido de Hidrógeno*

El volumen de H_2O_2 (110 volúmenes) requerido para tratar 400 mL de fenol a 250 ppm, se definió partir de la relación estequiométrica existente entre el peróxido y el fenol en la reacción química:



$$250 \frac{mg}{l} C_6H_5OH \times \frac{1 mol}{94,112 g} C_6H_5OH \times \frac{1 g}{1000 g} C_6H_5OH \times \frac{14 mol H_2O_2}{1 mol C_6H_5OH} \\ \times \frac{34,0147 g}{1 mol} H_2O_2 \times \frac{1000 mg}{1g} H_2O_2$$

$$= 1265 \frac{mg}{L} H_2O_2 \times 0,40 L = 506 mg H_2O_2 \times \frac{1g}{1000 mg} = 0,506 g H_2O_2$$

$$d = \frac{m}{V} \rightarrow v \frac{m}{d} \rightarrow \frac{0,506 g}{1,13 g/mL} = 0,45 mL H_2O_2$$

- *Sulfato Ferroso*

La dosis óptima de $FeSO_4$ se calcula considerando la relación establecida en el numeral 2.4.2.3, así:

$$FeSO_4 \cdot 7H_2O = \frac{m H_2O_2}{10} \times \frac{PM FeSO_4 \cdot 7H_2O}{PM Fe}$$

$$FeSO_4 \cdot 7H_2O = \frac{0,506 g H_2O_2}{10} \times \frac{278 g FeSO_4 \cdot 7H_2O}{56 g Fe} = 0,25 g$$

- *Demanda Química de Oxígeno*

Según la ecuación indicada en el numeral 2.4.2.3. se calculó la Demanda Química de Oxígeno teórica del contaminante:

$$DQO_T = \left[Fenol \frac{mg}{L} \right] \times \frac{224 mg O_2}{94 mg Fenol} = Cantidad \frac{mg}{L} O_2$$

$$DQO_T = 250 \frac{mg}{L} Fenol \times \frac{224 mg O_2}{94 mg Fenol} = 595,75 \frac{mg}{L} O_2$$

Con la finalidad de comparar la DQO teórica con la DQO práctica, se llevó una muestra del contaminante a un laboratorio de análisis ambiental acreditado. (Ver Anexo D)

Tabla 5-3: Resultados Analíticos DQO inicial - CESTTA

PARÁMETROS	MÉTODO/ NORMA	UNIDAD	RESULTADO	VALOR LÍMITE PERMISIBLE
Demanda Química de Oxígeno	PEE/CESTTA/09 Standard Methods No. 5220 D	mg/L	624	500

Fuente: (Centro de Servicios Técnicos y Transferencia Tecnológica Ambiental, 2018)

3.3. Fase III: Análisis estadístico de los resultados

En esta fase se consignan los resultados de las absorbancias obtenidas en el espectrofotómetro y por medio del software estadístico SPSS se expone la relación existente entre los factores y la concentración final del contaminante.

3.3.1. Análisis de varianza univariante

Se aplicó el Modelo lineal general univariante para determinar la interacción entre los factores:

Tabla 6-3: Prueba de efectos inter-sujetos

Pruebas de efectos inter-sujetos

Variable dependiente: Absorbancia

Origen	Tipo III de suma de cuadrados	gl	Cuadrático promedio	F	Sig.
Modelo corregido	,096 ^a	53	,002	18746,236	,000
Intercepción	,161	1	,161	1655506,283	,000
Concentracion_Fenton	4,080E-5	1	4,080E-5	420,464	,000
Tipo_Luz	,000	1	,000	2147,841	,000
Agitación	,000	1	,000	3373,110	,000
pH	,000	1	,000	2999,476	,000
Tiempo	,080	5	,016	164780,251	,000
Concentracion_Fenton *	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton *	,000	0	.	.	.
Agitación	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton * pH	1,089E-7	1	1,089E-7	1,122	,292
Concentracion_Fenton *	5,305E-5	5	1,061E-5	109,339	,000
Tiempo	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz * Agitación	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz * pH	8,385E-5	1	8,385E-5	864,116	,000
Tipo_Luz * Tiempo	6,018E-5	5	1,204E-5	124,030	,000
Agitación * pH	,000	1	,000	2147,841	,000
Agitación * Tiempo	,000	5	2,374E-5	244,652	,000
pH * Tiempo	,000	5	2,247E-5	231,557	,000
Concentracion_Fenton *	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz * Agitación	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton *	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz * pH	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton *	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz * Tiempo	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton *	,000	0	.	.	.
Agitación * pH	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton *	,000	0	.	.	.
Agitación * Tiempo	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton * pH *	3,031E-5	5	6,062E-6	62,466	,000
Tiempo	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz * Agitación * pH	,000	0	.	.	.

Tipo_Luz * Agitación * Tiempo	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz * pH * Tiempo	2,839E-5	5	5,677E-6	58,506	,000
Agitación * pH * Tiempo	5,821E-5	5	1,164E-5	119,973	,000
Concentracion_Fenton * Tipo_Luz * Agitación * pH	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton * Tipo_Luz * Agitación * Tiempo	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton * Tipo_Luz * pH * Tiempo	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton * Agitación * pH * Tiempo	,000	0	.	.	.
Tipo_Luz * Agitación * pH * Tiempo	,000	0	.	.	.
Concentracion_Fenton * Tipo_Luz * Agitación * pH * Tiempo	,000	0	.	.	.
Error	1,048E-5	108	9,704E-8		
Total	,278	162			
Total corregido	,096	161			

a. R al cuadrado = 1,000 (R al cuadrado ajustada = 1,000)

Fuente: (Urgiléz, 2018)

H_0 = No existe efecto de los factores sobre los valores de absorbancia del fenol.

H_1 = Existe efecto de los factores sobre los valores de absorbancia del fenol.

La Tabla 6-3 muestra que el nivel de significancia que presentan las variables: concentración de fenton, tipo de luz, agitación, pH y tiempo (Sig = .000) es menor a $\alpha = 0,05$ por lo que se rechaza la hipótesis nula, es decir, todos los factores son significativos y tienen influencia sobre el valor de absorbancia del fenol.

Tabla 7-3: Prueba de Tukey absorbancia vs. tiempo
Comparaciones múltiples

Variable dependiente: Absorbancia

HSD Tukey

(I) Tiempo	(J) Tiempo	Diferencia de medias (I-J)	Error estándar	Sig.	Intervalo de confianza al 95%	
					Límite inferior	Límite superior
0	5	,023915*	,0000848	,000	,023669	,024161
	10	,047570*	,0000848	,000	,047324	,047816
	20	,056304*	,0000848	,000	,056058	,056550
	40	,063763*	,0000848	,000	,063517	,064009
	60	,066478*	,0000848	,000	,066232	,066724
5	0	-,023915*	,0000848	,000	-,024161	-,023669
	10	,023656*	,0000848	,000	,023410	,023902
	20	,032389*	,0000848	,000	,032143	,032635
	40	,039848*	,0000848	,000	,039602	,040094
	60	,042563*	,0000848	,000	,042317	,042809
10	0	-,047570*	,0000848	,000	-,047816	-,047324
	5	-,023656*	,0000848	,000	-,023902	-,023410
	20	,008733*	,0000848	,000	,008487	,008979
	40	,016193*	,0000848	,000	,015947	,016439
	60	,018907*	,0000848	,000	,018661	,019153
20	0	-,056304*	,0000848	,000	-,056550	-,056058
	5	-,032389*	,0000848	,000	-,032635	-,032143
	10	-,008733*	,0000848	,000	-,008979	-,008487
	40	,007459*	,0000848	,000	,007213	,007705
	60	,010174*	,0000848	,000	,009928	,010420
40	0	-,063763*	,0000848	,000	-,064009	-,063517
	5	-,039848*	,0000848	,000	-,040094	-,039602
	10	-,016193*	,0000848	,000	-,016439	-,015947
	20	-,007459*	,0000848	,000	-,007705	-,007213
	60	,002715*	,0000848	,000	,002469	,002961
60	0	-,066478*	,0000848	,000	-,066724	-,066232
	5	-,042563*	,0000848	,000	-,042809	-,042317
	10	-,018907*	,0000848	,000	-,019153	-,018661
	20	-,010174*	,0000848	,000	-,010420	-,009928
	40	-,002715*	,0000848	,000	-,002961	-,002469

Se basa en las medias observadas.

El término de error es la media cuadrática(Error) = 9,704E-8.

*. La diferencia de medias es significativa en el nivel ,05.

Fuente: (Urgiléz, 2018)

H₀=No existe incremento en el porcentaje de remoción de fenol en función al tiempo de aplicación del tratamiento.

H_i = Existe incremento en el porcentaje de remoción de fenol en función al tiempo de aplicación del tratamiento.

Al realizar la prueba de Tuckey se pudo identificar que el nivel de significancia que presenta el tiempo en sus comparaciones múltiples es menor a 0,05, por lo que se rechaza la hipótesis nula dando lugar a la hipótesis alternativa que señala que si existe incremento en el porcentaje de remoción de fenol en función al tiempo de aplicación del tratamiento. Por lo que se puede afirmar que la concentración del contaminante disminuye en forma proporcional con el incremento del tiempo.

3.3.2. Gráficos de perfil

Por medio de los gráficos de perfil que son representaciones lineales de las medias marginales estimadas de la variable dependiente, se pudo identificar en forma visual la variación de la absorbancia en relación a los niveles de cada factor:

- *Concentración de Fenton:*

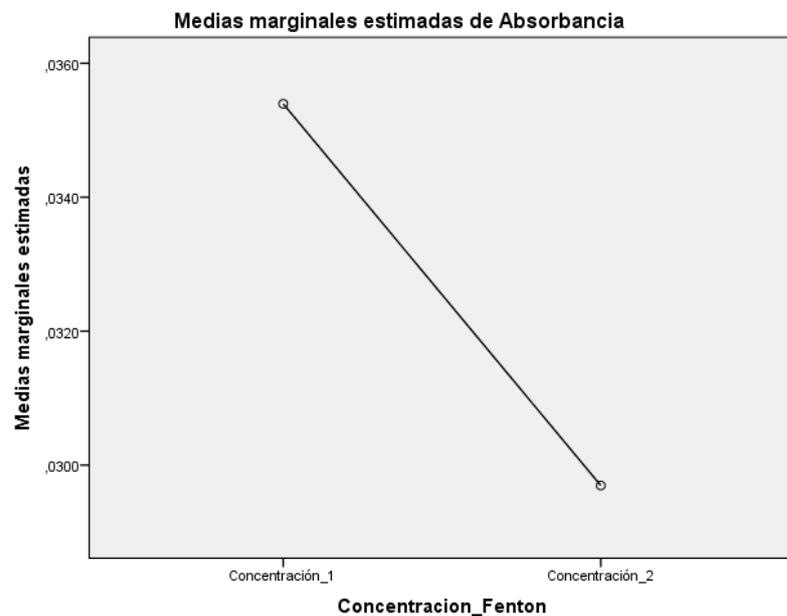


Figura 4-3: Gráfico de perfil absorbancia vs. concentración de fenton

Fuente: (Urgiléz, 2018)

En la figura 4-3 se puede distinguir que al aplicar el doble de la cantidad calculada estequiométricamente de fenton ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}:\text{H}_2\text{O}_2 = 0,50\text{g}:0,90\text{mL}$) existió un mayor porcentaje de remoción del contaminante. Esto se puede explicar debido a que la DQO práctica

presentó una concentración mayor que la DQO teórica determinada por estequiometría, por lo que se identificó la existencia de más moles de O₂ disponibles para reaccionar con la aplicación del proceso de oxidación avanzada.

- Tipo de Luz

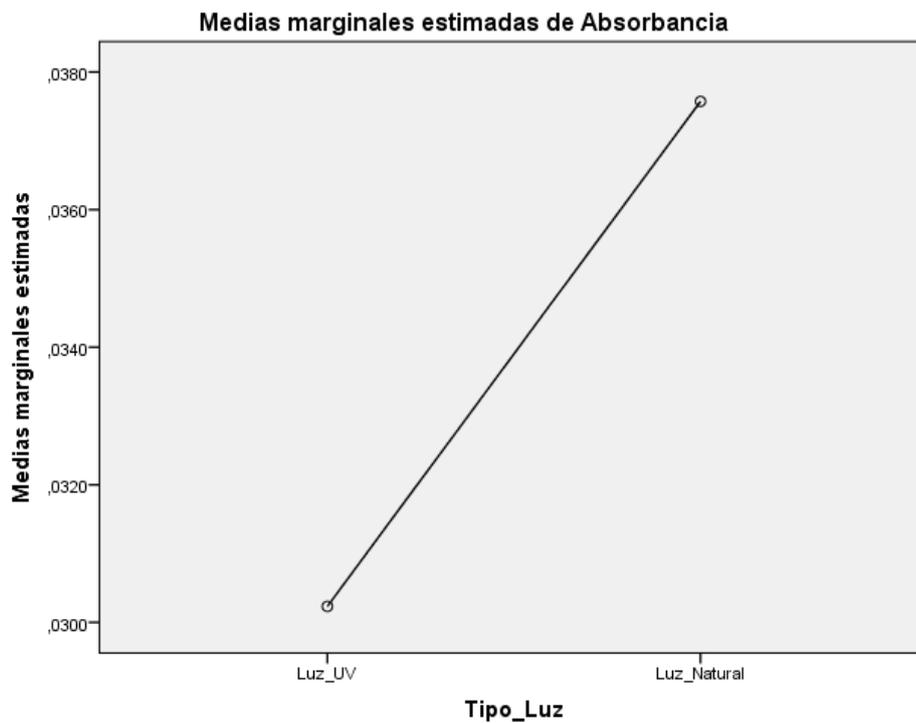


Figura 5-3: Gráfico de perfil absorbancia vs. tipo de luz

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Al comparar la eficiencia de los procesos de oxidación avanzada en la degradación de contaminantes orgánicos, la presencia de radiación representa un factor determinante que favorece la velocidad de reacción, por este motivo el tipo de luz fue uno de los principales parámetros a analizar en la presente investigación. En la figura 5-3 se puede distinguir con claridad que la luz UV al tener mayor energía que la luz natural, es más eficiente en la reducción del valor de absorbancia y por consecuencia en la remoción del contaminante.

- *Agitación*

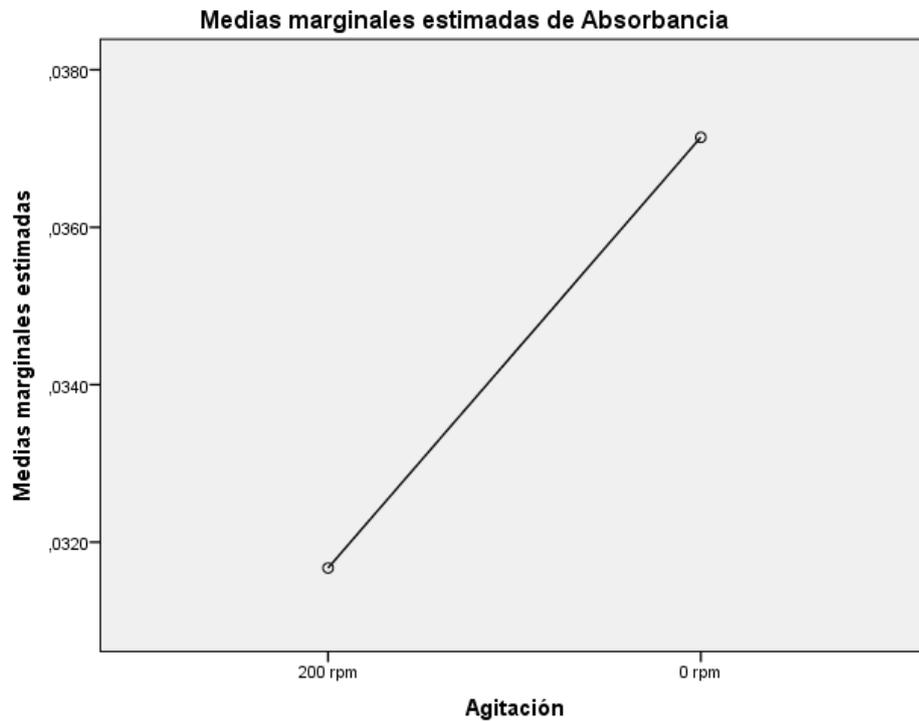


Figura 6-3: Gráfico de peritil absorbancia vs. agitación

Fuente: (Urgiléz, 2018)

Todo proceso químico que se fundamenta en la adición de reactivos para alcanzar una mezcla requiere la aplicación de la agitación como mecanismo para garantizar la homogeneidad de la reacción. En este caso en la figura 6-3 es posible identificar la influencia que la presencia de éste parámetro ejerce sobre la velocidad de la reacción y de manera particular en la disminución del valor de absorbancia, puesto que viabiliza el contacto con otros factores que son determinantes en la degradación como el FeSO_4 , H_2O_2 , HSO_4 , y la luz UV.

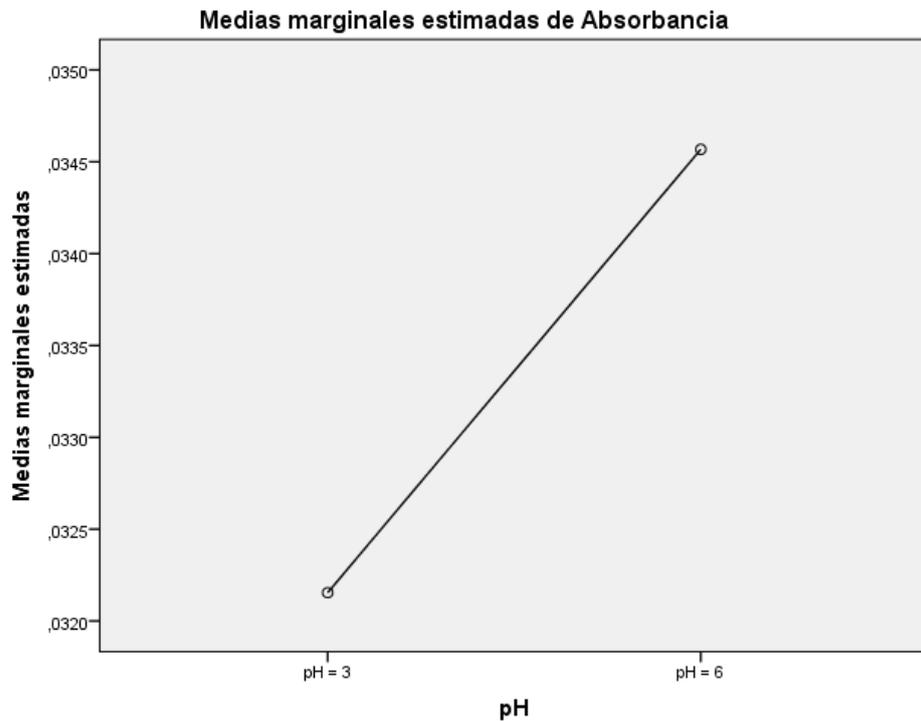


Figura 7-3. Gráfico de perfil absorbancia vs. pH

Fuente: (Urgiléz, 2018)

El pH es un factor determinante en la efectividad del proceso fenton para la degradación de compuestos orgánicos. Tal como se puede observar en la figura 7-3 los tratamientos que tuvieron lugar a un pH ácido de 3 alcanzaron valores de absorbancia mínimos. Esto se debe a que a un pH > 5 se produce la precipitación del catalizador, afectando la capacidad oxidativa del sistema.

En la presente investigación para lograr el ajuste del pH de la solución hasta 3, se utilizó H₂SO₄ 1M.

- Tiempo

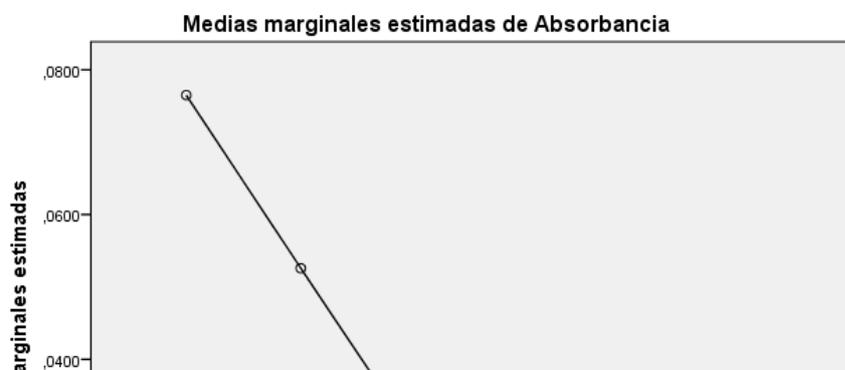


Figura 8-3: Gráfico de perfil absorbancia vs. tiempo

Fuente: (Urgiléz, 2018)

En el gráfico de perfil de absorbancia vs. tiempo (Figura 8-3) se puede visualizar lo indicado en el análisis de la tabla 5-3 de la prueba de Tuckey en lo referente a la interacción del tiempo sobre la absorbancia. De donde se desprende que a mayor tiempo de aplicación del tratamiento se logra una menor concentración del contaminante y por consecuencia un mayor porcentaje de remoción.

3.3.3. Comparación de la actividad fotocatalítica de cada tratamiento en relación al efecto individual de sus factores

A partir del análisis estadístico realizado en los numerales 3.3.1 y 3.3.2. se determinó cuál es el tratamiento que presenta mayor eficiencia degradativa sobre el fenol. Para esto se construyó una tabla de la variación de la concentración del contaminante en función del tiempo con relación a cada uno de los tratamientos a los que fue sometido el fenol, misma que se detalla a continuación:

Tabla 8-3: Pruebas de la eficiencia degradativa de cada tratamiento en función del tiempo

Tiempo (min)	Concentración (mg.L ⁻¹)
--------------	-------------------------------------

	0	5	10	20	40	60
T1 ^a	250	158,25	88,80	53,85	17,17	10,41
T2 ^b	250	169,22	81,73	61,85	41,71	33,97
T5 ^c	250	162,14	84,39	56,30	29,18	20,91
T6 ^d	250	192,09	104,54	78,40	66,75	55,69
T7 ^e	250	193,29	123,05	92,56	72,71	60,73
T8 ^f	250	196,99	128,60	84,39	75,03	68,65
T10 ^g	250	161,40	94,19	58,80	29,73	16,29
T12 ^h	250	162,36	97,46	60,33	31,47	24,07
T15 ⁱ	250	150,38	85,05	47,26	10,78	4,12

^a[Fenton]₁ - Luz UV - 200 rpm - pH 3; ^b[Fenton]₁ - Luz UV - 200 rpm - pH 6; ^c[Fenton]₁ - Luz Natural - 200 rpm - pH 3;

^d[Fenton]₁ - Luz Natural - 0 rpm - pH 6; ^e[Fenton]₂ - Luz UV - 200 rpm - pH 6; ^f[Fenton]₁ - Luz Natural - 0 rpm - pH 6;

^g[Fenton]₁ - Luz Natural - 0 rpm - pH 6; ^h[Fenton]₂ - Luz UV - 0 rpm - pH 6; ⁱ[Fenton]₂ - Luz UV - 200 rpm - pH 3

Fuente: (Urgiléz, 2018)

En la figura 9-3 se ilustra por medio de un gráfico de líneas la cinética de degradación del fenol de cada tratamiento en función del tiempo

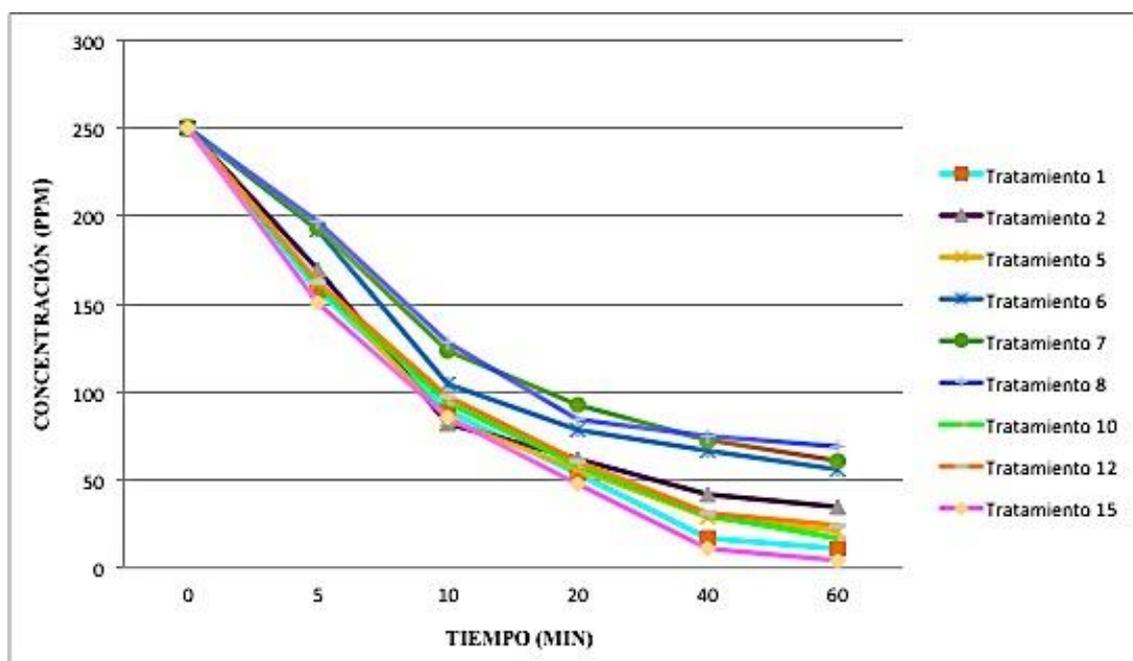


Figura 9-3: Cinética de degradación del fenol

Fuente: (Urgiléz, 2018)

En este gráfico se puede identificar que en todos los tratamientos el mayor porcentaje de degradación se alcanza dentro de los primeros 5 minutos de aplicación, que es cuando los reactivos tienen su primer contacto con la solución de fenol, superado ese tiempo se observa cómo

los factores interactúan entre sí para incrementar o disminuir la eficiencia degradativa de la reacción.

Tabla 9-3: Porcentaje de remoción del fenol de cada tratamiento en función del tiempo

Tiempo (min)	Porcentaje de Remoción del Contaminante %					
	0	5	10	20	40	60
T1 ^a	0%	36,7%	64,48%	78,46%	93,13%	95,84%
T2 ^b	0%	32,3%	67,31%	75,26%	83,32%	86,41%
T5 ^c	0%	35,1%	66,24%	77,48%	88,33%	91,64%
T6 ^d	0%	23,16%	58,18%	68,64%	73,30%	77,72%
T7 ^e	0%	22,69%	50,78%	62,98%	70,92%	75,71%
T8 ^f	0%	21,20%	48,56%	66,24%	69,99%	72,54%
T10 ^g	0%	35,44%	62,32%	76,48%	88,11%	93,49%
T12 ^h	0%	35,06%	61,02%	75,87%	87,41%	90,37%
T15 ⁱ	0%	39,85%	65,98%	81,10%	95,69%	98,35%

^a[Fenton]₁ - Luz UV – 200 rpm – pH 3; ^b[Fenton]₁ – Luz UV – 200 rpm – pH 6; ^c [Fenton]₁ – Luz Natural - 200 rpm – pH 3;

^d[Fenton]₁- Luz Natural – 0 rpm – pH 6; ^e[Fenton]₂– Luz UV – 200 rpm – pH 6; ^f [Fenton]₁- Luz Natural – 0 rpm – pH 6;

^g[Fenton]₁– Luz Natural – 0 rpm – pH 6; ^h[Fenton]₂– Luz UV – 0 rpm – pH 6; ⁱ[Fenton]₂- Luz UV – 200 rpm – pH 3

Fuente: (Urgiléz, 2018)

En la tabla 9-3 se puede distinguir que el tratamiento más eficiente fue el T15, donde se aplicó el doble de la cantidad estequiométrica determinada de fenton, tuvo una fuente de radiación UV permanente, existió agitación constante y trabajó a un pH de 3, alcanzando la menor concentración de fenol a los 60 minutos de tratamiento: 4,12 mg/L lo que representa el 98,35% de remoción del contaminante.

3.3.4. Seguimiento de la demanda química de oxígeno

Para complementar el resultado obtenido y confirmar que efectivamente se alcanzó la degradación del contaminante de la solución, se enviaron a un laboratorio de análisis ambiental acreditado muestras de los dos mejores tratamientos, es decir el T1 que obtuvo el 95,69% y el T15 que presentó un 98,35% de remoción según el análisis de espectrofotometría, a fin de comparar los resultados con la DQO inicial (Ver Tabla 3-3).

De los resultados proporcionados por el Centro de Servicios Técnicos y Transferencia Tecnológica Ambiental (LAB CESTTA) (Ver Anexo B y C) se desprende que el valor de la DQO final del T1 y del T15 es < 30 mg/L por lo que al compararlos con la DQO inicial que fue de 624 mg/L se comprueba que se alcanzó la mineralización del contaminante en la solución.

Con los resultados expuestos se confirma la hipótesis planteada en ésta la investigación que señala que los procesos de oxidación avanzada son altamente eficientes en la degradación de los residuos químicos líquidos generados en el Laboratorio de Química Orgánica de la Facultad de Ciencias de la ESPOCH.

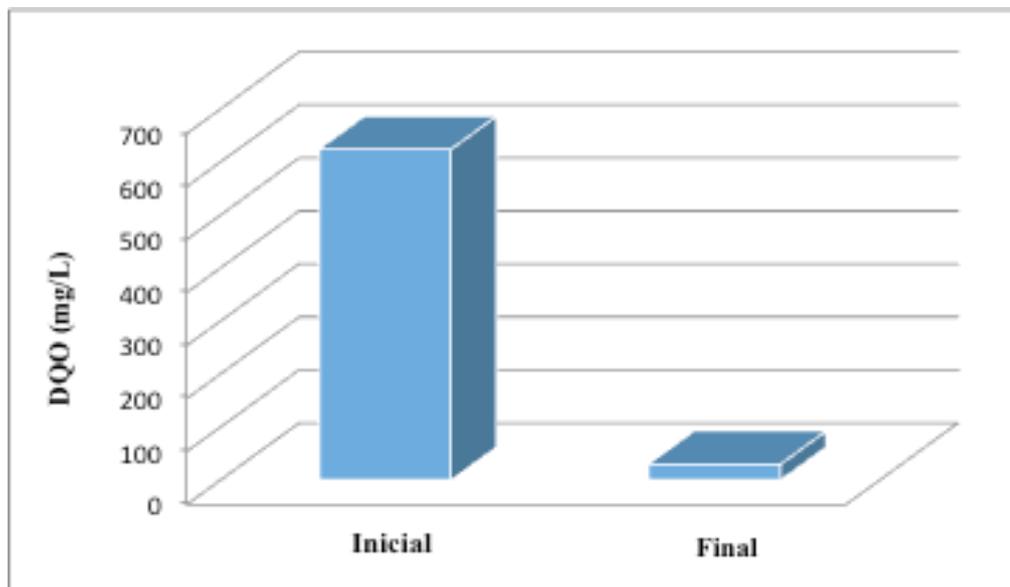


Figura 10-3: Seguimiento de la Demanda Química de Oxígeno

Fuente: (Urgiléz, 2018)

CONCLUSIONES

- El tratamiento T15 donde se aplicó el doble de la cantidad de fenton calculado estequiométricamente fue el que presentó mayor capacidad oxidativa sobre el fenol.
- Los tratamientos T1 y T15 donde actuaron simultáneamente los mejores niveles de todos los factores: pH 3, luz UV y agitación constante, presentaron mayor eficiencia en la remoción del contaminante con un porcentaje de 95,69 % y 98,35% respectivamente.
- El tratamiento T8 fue el menos eficiente en la degradación del fenol debido a que trabajó a pH 6, sin agitación, con luz natural y con la concentración de fenton más baja, sin embargo su máximo porcentaje de remoción alcanzado fue de 72,54% lo que hace aún más eficiente que otros métodos convencionales de degradación de contaminantes orgánicos.
- El ajuste del pH de la solución y la aplicación de la radiación UV son los parámetros más significativos para alcanzar la mineralización del fenol.
- Para realizar las lecturas de las absorbancias empleando espectrofotometría UV fue indispensable someter a destilación cada una de las muestras, con el objetivo de corregir la interferencia del color provocada por la reacción entre en sulfato ferroso y el peróxido de hidrógeno.
- El seguimiento de la Demanda Química de Oxígeno es una de las herramientas más útiles para confirmar los resultados obtenidos con el método de espectrofotometría.

RECOMENDACIONES

- Replicar la investigación con residuos líquidos de laboratorio diferentes al fenol, que presenten nula solubilidad en agua, empleando cromatografía de gases acoplado a un espectrómetro de masas.
- Proponer investigaciones similares donde se analice la posibilidad de sustituir el peróxido de hidrógeno por un difusor de aire para aplicar este proceso de oxidación avanzada a escala industrial y disminuir los costos de operación.
- Hacer pruebas experimentales aumentando considerablemente la dosis de fenton con la finalidad de identificar si se logra un 100% de remoción del contaminante.
- Tener precauciones en la manipulación de la lámpara de luz UV manteniéndola protegida en todo momento para evitar afectaciones a la salud del investigador.
- Plantear la temperatura y la variación de agitación como parámetros a controlar dentro del diseño experimental, para identificar si ejercen influencia en la degradación del compuesto orgánico.

BIBLIOGRAFÍA

- Arroyo Ávila, J. E. (2017). *Oxidación UltraVioleta y Reacción Foto-Fenton*. Disponible en: <https://cienciacomunitaria.wordpress.com/2017/07/04/oxidacion-ultravioleta-y-reaccion-foto-fenton/>
- Asamblea constituyente. (2008). Constitución Del Ecuador. *Constitución Del Ecuador*, 218. Disponible en: <http://www.wipo.int/edocs/lexdocs/laws/es/ec/ec030es.pdf>
- Baldión, B., & Gómez, D. (2013). *Evaluación de la degradación de fenoles en solución acuosa mediante procesos fenton y complejo fe-edta a nivel de laboratorio*. Universidad de la Salle
- Bigda, R. J. (1995). "Consider fenton's chemistry for wastewater treatment". *Chemical Engineering Progress*, 91(12), 62–66.
- Casas Méndez, F. (2017). *Aplicación de tratamientos físicos y de oxidación química a la eliminación de contaminantes emergentes en diferentes matrices acuosas*, 1–268.
- Chen, Q., Wu, P., Li, Y., Zhu, N., & Dang, Z. (2009). *Heterogeneous photo-Fenton photodegradation of reactive brilliant orange X-GN over iron-pillared montmorillonite under visible irradiation*. *Journal of Hazardous Materials*, 168(2–3), 901–908. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.02.107>
- Cortinas, C. D. N. (2005). *Laboratorios universitarios: responsabilidad social de las universidades*. *Revista de La Universidad Cristóbal Colón* Número 20, 20, 85–97. Disponible en: <http://www.eumed.net/rev/rucc/20/ccn.htm>
- Domènech, X., Jardim, W. F., & Litter, M. (2001). *Eliminación de contaminantes por fotocatalisis heterogénea*. *Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes*.
- Eckenfelder, W. (2000). *Industrial Water Pollution Control*. USA: Mc Graw Hill Inc.
- Escobar, J., Aguila, I., & Gari, J. (2005). Redalyc. *Propuesta de programa para la gestión de residuos tóxicos generados por reactivos químicos caducos y ociosos en la UCLV*. Redalyc, XVII(3), 98–101. Disponible en: <http://www.redalyc.org/pdf/4435/443543687036.pdf>
- Fenton, H. J. H. (1984). *Oxidation of tartaric acid in presence of iron*. *Journal of the Chemical Society*, 65, 899–910.

- Ferré, J. (2011). *El diseño factorial completo 2^k*. Universidad Rovira i Virgili (Tarragona), 10. Disponible en: <http://www.quimica.urv.es/quimio/general/doecast.pdf>
- Fundación Ambiental Federa. (2013). *Concepto de gestión de residuos: prevención, reducción, y eliminación de residuos de laboratorio*. Prakticum, 1–19. Disponible en: <http://www.oc-praktikum.de>
- Galán, E., José, G., Bellinfante, N., & Aparicio, P. (2003). *Contaminación de suelos por compuestos orgánicos*. Andalucía. Disponible en: <http://www.ugr.es/~fjmartin/INFORMES/Introduccion.pdf>
- Ghosh, P., Samanta, A. N., & Ray, S. (2010). *COD reduction of petrochemical industry wastewater using Fenton's oxidation*. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 6, 1021–1026.
- Gil Pavas, E. (2011). *Procesos avanzados de oxidación para el tratamiento de residuos líquidos peligrosos procedentes de los laboratorios de ingeniería de procesos*. Cuadernos de investigación EAFIT. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Gulkaya, I., Surucu, G., & Dilek, F. (2006). *Importance of H₂O₂/Fe²⁺ ratio in Fenton's treatment of a carpet dyeing wastewater*. Journal of Hazardous Materials, 136, 763–769. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304389406000367>
- Hockberger, P. E. (2002). *A history of ultraviolet photobiology for humans, animals and microorganisms*. Photochemistry and Photobiology, 76(6), 561. [https://doi.org/10.1562/0031-8655\(2002\)076<0561:AHOU PF>2.0.CO;2](https://doi.org/10.1562/0031-8655(2002)076<0561:AHOU PF>2.0.CO;2)
- IDEAM. (2015). *Guía práctica del Fenol*. Revista instituto de hidrología, meteorología y estudios ambientales, 32, 217–236. Disponible en: <http://documentacion.ideam.gov.co/openbiblio/bvirtual/018903/Links/Guia14.pdf>
- Kaifer, J. (2006). *Tratamientos físico-químicos de residuos*. Ingeniería y Gestión Medioambiental, 1–46.
- Larico, J., & Montalvo, M. (2016). *Mediciones de radiación UV*. Revista de La Sociedad Química, 1(1), 72.
- Layedra, P. (2018). *Registro de uso de reactivos*. Riobamba.
- Loayza, J. E. (2007). *Gestión integral de residuos químicos peligrosos*. Revista de la sociedad

química del Perú (Vol. 73). Disponible en: http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810634X2007000400009&lng=es&nrm=iso&tlng=es

- Lou, J. C., & Chang, C. K. (2007). *Completely treating heavy metal laboratory waste liquid by an improved ferrite process*. Science Direct, 57(3), 513–518. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2006.11.005>
- Mendes Carneiro, E., Napoleão, D., & Rodríguez-Díaz, J. (2015). *Degradación de fenol vía foto-fenton utilizando un reactor fotoquímico anular*. Editorial Feijóo, 42, 63–70.
- Montezuma, E., López-Barragán, M., & Zermeño-Resendiz, B. (2016). *Rutas de reacción para la degradación fotocatalítica de soluciones de fenol bajo diferentes condiciones experimentales*. Revista Mexicana de Ingeniería Química, 15(1), 129–137.
- Muruganandham, M., Suri, R., Jafari, S., Sillanpää, M., Lee, G.-J., Wu, J., & Swaminathan, M. (2014). *Recent developments in homogeneous advanced oxidation processes for water and wastewater treatment*. International Journal of Photoenergy, 2014 (February 2014), 1–21. <https://doi.org/10.1155/2014/821674>
- Nesheiwat, F. K., & Swanson, G. A. (2000). *"Clean contaminated sites using fenton's reagent"*. Chemical Engineering Progress, 96(4), 61–66.
- Nickheslat, A., Mehdi Amin, M., Izanloo, H., Fatehizadeh, A., & Mohammad Mousavi, S. (2013). *Phenol photocatalytic degradation by advanced oxidation process under ultraviolet radiation using titanium dioxide*. Journal of Environmental and Public Health, 2013. <https://doi.org/10.1155/2013/815310>
- Omo Ibadon, A., & Fitzpatrick, P. (2013). *Heterogeneous photocatalysis: recent advances and applications*. Catalysts, 3(1), 189–218. <https://doi.org/10.3390/catal3010189>
- Pignatello, J., Oliveros, E., & MacKay, A. (2006). *Advanced oxidation processes for organic contaminant destruction based on the fenton reaction y related chemistry*. Critical Reviews in Environmental Science y Technology., 26, 1–84.
- Portero, F. S. (2008). *Radiación Ultravioleta*. Disponible en: <http://www.sld.cu/galerias/pdf/sitios/rehabilitacion-fis/ultravioleta-morrillo.pdf>
- Quimipedia. (2017). *Compuestos Orgánicos*. Disponible en: <https://www.vadequimica.com/quimipedia/c/compuesto-organico/>
- Quimtía, I. (2018). *Medio Ambiente: Qué son los procesos de oxidación avanzada*. Disponible en: <http://www.quimtiamedioambiente.com/blog/medio-ambiente-procesos-oxidacion->

avanzada/

- Ramos, K., & Jimenez, Y. (2016). *Degradación de desechos tóxicos provenientes de laboratorios universitarios con foto-fenton solar usando diseño de experimentos*. Revista Internacional de Contaminacion Ambiental (Vol. 32).
- Salas, C. (2010). *Tratamiento por oxidación avanzada (reacción fenton) de aguas residuales de la industria textil*. Rev. Per. Quím. Ing. Quím, 13(1), 30–38.
- Sánchez, C. (2015). *Reacciones fenton*. Inditex, 3, 1–31. Disponible en: <https://www.wateractionplan.com/documents/177327/558161/Reacciones+Fenton.pdf/09059f05-fa5a-f906-0551-d94b40f0971b>
- Sanz, J., Lombraña, J. I., & De Luis, A. (2013). *Estado del arte en la oxidación avanzada a efluentes industriales: nuevos desarrollos y futuras tendencias*. Afinidad LXX, 561, 25–33.
- Silva, Sandra; Trujillo, Julián; Aguilar, Luis; Hincapié, M. (2009). *Tratamiento de contaminantes orgánicos por foto fenton con luz artificial*. Revista Ingenierías Universidad de Medellín, (15), 53–62.
- Temel, N. K., & Sökmen, M. (2011). *New catalyst systems for the degradation of chlorophenols. Desalination*. Science Direct, 281, 209–214. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0011916411006801?via%3Dihub>
- UNAM. (2016). *Residuos químicos peligrosos*. Revista ciencia en desarrollo. Disponible en: [https://www.uam.es/UAM/documento/1446756098663/Gestión Intracentro de Residuos Peligrosos.pdf?blobheader=application/pdf](https://www.uam.es/UAM/documento/1446756098663/Gestión%20Intracentro%20de%20Residuos%20Peligrosos.pdf?blobheader=application/pdf)
- University of Wollongong. (2014). *Guidelines for laboratory waste disposal*. Science, (January), 1–11. Disponible en: <https://smah.uow.edu.au/content/groups/public/@web/@ohs/documents/doc/uow136684.pdf>
- Zazo, J. A., Casas, J. A., Mohedano, A. F., Gilarranz, M. A., & Rodríguez, J. . (2005). *Chemical pathway and kinetics of phenol oxidation by Fenton's reagent*. Environmental Sciences & Technology, 39, 9295–9302.
- Zeinab, B., & Maha, T. (2014). *Experimental design of photo-fenton reactions for the treatment of car wash wastewater effluents by response surface methodological analysis*. Research Gate. Disponible en: https://www.researchgate.net/Schematic-diagram-of-a-lab-scale-photo-Fenton-test_fig3_271642749

ANEXOS

Anexo A: Base de Datos utilizado en el Análisis Estadístico

No. DE ENSAYO	NOMENCLATURA	CONCENTRACIÓN DE FENTON (FeSO4/H2O2)	FUENTE LUMINOSA	AGITACION (rpm)	pH	TIEMPO (min)	ABSORBANCIA (A)
1	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	0	0,0765
2	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	0	0,0765
3	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	0	0,0765
4	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	0	0,0765
5	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	0	0,0765
6	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	0	0,0765
7	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	0	0,0765
8	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	0	0,0765
9	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	0	0,0765
10	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	0	0,0765
11	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	0	0,0765
12	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	0	0,0765
13	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	0	0,0765
14	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	0	0,0765
15	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	0	0,0765
16	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	0	0,0765
17	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	0	0,0765

18	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	0	0,0765
19	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	0	0,0765
20	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	0	0,0765
21	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	0	0,0765
22	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	0	0,0765
23	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	0	0,0765
24	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	0	0,0765
25	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	0	0,0765
26	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	0	0,0765
27	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	0	0,0765
28	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	5	0,0483
29	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	5	0,0483
30	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	5	0,0487
31	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	5	0,0516
32	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	5	0,0520
33	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	5	0,0518
34	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	5	0,0499
35	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	5	0,0501
36	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	5	0,0489
37	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	5	0,0589
38	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	5	0,0593
39	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	5	0,0582
40	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	5	0,0592
41	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	5	0,0589

42	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	5	0,0594
43	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	5	0,0601
44	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	5	0,0603
45	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	5	0,0605
46	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	5	0,0495
47	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	5	0,0491
48	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	5	0,0496
49	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	5	0,0497
50	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	5	0,0498
51	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	5	0,0496
52	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	5	0,0462
53	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	5	0,0459
54	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	5	0,0460
55	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	10	0,0273
56	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	10	0,0270
57	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	10	0,0272
58	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	10	0,0254
59	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	10	0,0246
60	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	10	0,0250
61	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	10	0,0258
62	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	10	0,0261
63	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	10	0,0256
64	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	10	0,0317
65	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	10	0,0325

66	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	10	0,0318
67	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	10	0,0376
68	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	10	0,0381
69	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	10	0,0373
70	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	10	0,0392
71	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	10	0,0394
72	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	10	0,0395
73	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	10	0,0291
74	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	10	0,0289
75	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	10	0,0285
76	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	10	0,0187
77	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	10	0,0182
78	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	10	0,0185
79	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	10	0,0261
80	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	10	0,0258
81	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	10	0,0262
82	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	20	0,0164
83	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	20	0,0165
84	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	20	0,0166
85	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	20	0,0190
86	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	20	0,0187
87	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	20	0,0191
88	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	20	0,0175
89	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	20	0,0169

90	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	20	0,0173
91	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	20	0,0243
92	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	20	0,0237
93	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	20	0,0240
94	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	20	0,0282
95	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	20	0,0289
96	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	20	0,0279
97	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	20	0,0261
98	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	20	0,0258
99	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	20	0,0256
100	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	20	0,0182
101	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	20	0,0178
102	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	20	0,0180
103	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	20	0,0187
104	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	20	0,0182
105	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	20	0,0185
106	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	20	0,0148
107	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	20	0,0141
108	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	20	0,0145
109	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	40	0,0053
110	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	40	0,0049
111	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	40	0,0056
112	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	40	0,0130
113	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	40	0,0128

114	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	40	0,0125
115	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	40	0,0089
116	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	40	0,0092
117	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	40	0,0087
118	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	40	0,0198
119	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	40	0,0195
120	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	40	0,0220
121	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	40	0,0222
122	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	40	0,0225
123	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	40	0,0221
124	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	40	0,0231
125	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	40	0,0229
126	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	40	0,0228
127	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	40	0,0091
128	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	40	0,0089
129	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	40	0,0093
130	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	40	0,0098
131	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	40	0,0096
132	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	40	0,0095
133	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	40	0,0031
134	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	40	0,0033
135	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	40	0,0035
136	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	60	0,0032
137	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	60	0,0030

138	T1	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	3	60	0,0034
139	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	60	0,0102
140	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	60	0,0104
141	T2	0,25g / 0,45ml	Luz UV	200 rpm	6	60	0,0106
142	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	60	0,0066
143	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	60	0,0064
144	T5	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	3	60	0,0062
145	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	60	0,0172
146	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	60	0,0170
147	T6	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	200 rpm	6	60	0,0169
148	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	60	0,0189
149	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	60	0,0183
150	T7	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	3	60	0,0186
151	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	60	0,0212
152	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	60	0,0208
153	T8	0,25g / 0,45ml	Luz Natural	0 rpm	6	60	0,0210
154	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	60	0,0048
155	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	60	0,0050
156	T10	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	6	60	0,0052
157	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	60	0,0073
158	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	60	0,0073
159	T12	0,50g / 0,90ml	Luz UV	0 rpm	6	60	0,0074
160	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	60	0,0012
161	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	60	0,0013

162	T15	0,50g / 0,90ml	Luz UV	200 rpm	3	60	0,0012
-----	-----	----------------	--------	---------	---	----	--------

Anexo B: Registro de uso de reactivos químicos Lab de Química Orgánica ESPOCH



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
LABORATORIO DE QUÍMICA ORGÁNICA



REGISTRO DE USO DE REACTIVOS							Código:	FC-FL.06
							Revisión:	01
							Fecha:	09/04/2018
PERÍODO ACADÉMICO:		ABRIL 2018 – AGOSTO 2018						
TÉCNICO RESPONSABLE:		DRA. PATRICIA LAYEDRA						
FECHA	REACTIVO	CANTIDAD: g o ml	USUARIO	CARGO	CARRERA	OBJETIVO	FIRMA	OBSERVACIONES
23-MAYO 2018	ACIDO SULFURICO	14ml	ING. VALERIA TAPIA	DOCENTE	7º 2º	IDENTIFICACION	<i>[Signature]</i>	
23-MAYO 2018	ACIDO ACETICO	33 ml	ING. VALERIA TAPIA.	DOCENTE	7º 1º	DE	<i>[Signature]</i>	
23-MAYO 2018	KCl OH	56g.	ING. VALERIA TAPIA	DOCENTE	7º 3º	FIBRAS SINTÉTICAS	<i>[Signature]</i>	
23-MAYO 2018	ACIDO ACETICO	33 ml.	ING. VALERIA TAPIA	DOCENTE	7º 2º	DETERMINACION	<i>[Signature]</i>	
23-MAYO 2018	FORMALDEHIDO	15 ml.	ING. VALERIA TAPIA	DOCENTE	7º 1º	RESINAS.	<i>[Signature]</i>	
23-MAYO 2018	FENOL	12g.	ING. VALERIA TAPIA	DOCENTE	7º 1º	RESINAS	<i>[Signature]</i>	
24-MAYO 2018	ACIDO BENZOICO	5g.	DRA. T. MORENO	DOCENTE	3º 1º	SUBLIMACION.	<i>[Signature]</i>	NO AGUA.
25-IV-2018	METANOL	6 ml	DR. J. QUISPILLO	DOCENTE	3º 3º	QUIMICA	<i>[Signature]</i>	NO AGUA.
25-IV-2018	ETANOL	30 ml	DR. J. QUISPILLO	DOCENTE	3º 2º	DE	<i>[Signature]</i>	
25-IV-2018	2-PROPANOL	18 ml	DR. J. QUISPILLO	DOCENTE	3º 3º	ALCOHOLES	<i>[Signature]</i>	
25-IV-2018	ALC. T-AMILICO	18 ml	DR. J. QUISPILLO	DOCENTE	3º 3º	QUIMICA	<i>[Signature]</i>	
25-IV-2018	R. LUCAS	18 ml	DR. J. QUISPILLO	DOCENTE		DE ALCOHOLES	<i>[Signature]</i>	

Firma Técnico Responsable



Anexo D: Informe análisis DQO inicial - CESTTA

	<p style="text-align: center;">CENTRO DE SERVICIOS TÉCNICOS Y TRANSFERENCIA TECNOLÓGICA AMBIENTAL</p> <p style="text-align: center;">DEPARTAMENTO : SERVICIOS DE LABORATORIO</p> <p style="text-align: center;">Panamericana Sur Km. 1 ½, ESPOCH (Facultad de Ciencias) RIOBAMBA - ECUADOR Telefax: (03) 3013183</p>
---	--

INFORME DE ENSAYO No: A-878-18
ST: 422- 18 ANÁLISIS DE AGUAS
Nombre Peticionario: NA
NA: Nathalia Urgilez
Dirección: Riobamba
Riobamba-Chimborazo

FECHA: 08 de Agosto del 2018
NUMERO DE MUESTRAS: 1
FECHA Y HORA DE RECEPCIÓN EN LAB: 2018/07/27- 09:50
FECHA DE MUESTREO: 2018/07/27- 09:30
FECHA DE ANÁLISIS: 2018/07/27 - 2018/08/08
TIPO DE MUESTRA: Agua Residual
CÓDIGO CESTTA: LAB-A 875-18
CÓDIGO DE LA EMPRESA: Residuos líquidos
PUNTO DE MUESTREO: Laboratorio de Química Orgánica ESPOCH
ANÁLISIS SOLICITADO: Demanda Química de Oxígeno
PERSONA QUE TOMA LA MUESTRA: Nathalia Urgilez
CONDICIONES AMBIENTALES DE ANÁLISIS: T máx.:25,0 °C. T mín.: 15,0 °C

RESULTADOS ANALÍTICOS:

PARÁMETROS	MÉTODO /NORMA	UNIDAD	RESULTADO	VALOR LÍMITE PERMISIBLE(■)
Demanda Química de Oxígeno	PEE/CESTTA/09 Standard Methods No. 5220 D	mg/L	624	500

OBSERVACIONES:

- Muestra receptada en el laboratorio.
- La columna: Valor límite permisible, está fuera del alcance de la acreditación del SAE. Contempla los límites máximos permisibles indicados en la Tabla 8.Límites de descarga al sistema de alcantarillado público. AM 097. Libro VI. Anexo I. Solicitados por el cliente.

RESPONSABLES DEL INFORME:


Dr. Mauricio Alvarez
RESPONSABLE TÉCNICO



Anexo E: Informe análisis DQO final T1 - CESTTA

 <p>CESTTA SGC</p>	<p>CENTRO DE SERVICIOS TÉCNICOS Y TRANSFERENCIA TECNOLÓGICA AMBIENTAL</p> <p>DEPARTAMENTO : SERVICIOS DE LABORATORIO</p> <p>Panamericana Sur Km. 1 %, ESPOCH (Facultad de Ciencias) RIOBAMBA - ECUADOR Telefax: (03) 3013183</p>
--	--

INFORME DE ENSAYO No:	A-878-18
ST:	422- 18 ANÁLISIS DE AGUAS
Nombre Peticionario:	NA
NA	Nathalia Urgilez
Dirección:	Riobamba Riobamba-Chimborazo
FECHA:	14 de Agosto del 2018
NUMERO DE MUESTRAS:	1
FECHA Y HORA DE RECEPCIÓN EN LAB:	2018/08/02 – 11:10
FECHA DE MUESTREO:	2018/08/02 – 10:30
FECHA DE ANÁLISIS:	2018/08/02 – 2018/08/14
TIPO DE MUESTRA:	Agua Residual
CÓDIGO CESTTA:	LAB-A 875-18
CÓDIGO DE LA EMPRESA:	Residuos líquidos T-1
PUNTO DE MUESTREO:	Laboratorio de Química Orgánica ESPOCH
ANÁLISIS SOLICITADO:	Demanda Química de Oxígeno
PERSONA QUE TOMA LA MUESTRA:	Nathalia Urgilez
CONDICIONES AMBIENTALES DE ANÁLISIS:	T máx.:25,0 °C. T mín.: 15,0 °C

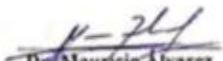
RESULTADOS ANALÍTICOS:

PARÁMETROS	MÉTODO /NORMA	UNIDAD	RESULTADO	VALOR LÍMITE PERMISIBLE(■)
Demanda Química de Oxígeno	PEE/CESTTA/09 Standard Methods No. 5220 D	mg/l.	< 30	500

OBSERVACIONES:

- Muestra receptada en el laboratorio.
- La columna: Valor limite permisible, está fuera del alcance de la acreditación del SAE. Contempla los límites máximos permisibles indicados en la Tabla 8.1.límites de descarga al sistema de alcantarillado público, AM 097. Libro VI. Anexo I. Solicitados por el cliente.

RESPONSABLES DEL INFORME:


Dr. Mauricio Alvarez
RESPONSABLE TÉCNICO



Anexo F: Informe análisis DQO final T15 - CESTTA

 <p>CESTTA SGC</p>	<p>CENTRO DE SERVICIOS TÉCNICOS Y TRANSFERENCIA TECNOLÓGICA AMBIENTAL</p> <p>DEPARTAMENTO : SERVICIOS DE LABORATORIO</p> <p>Panamericana Sur Km. 1 ½, ESPOCH (Facultad de Ciencias) RIOBAMBA - ECUADOR Teléfax: (03) 3013183</p>
--	---

INFORME DE ENSAYO No:	A-878-18
ST:	422- 18 ANÁLISIS DE AGUAS
Nombre Peticionario:	NA
NA	Nathalia Urgilez
Dirección:	Riobamba Riobamba-Chimborazo
FECHA:	14 de Agosto del 2018
NUMERO DE MUESTRAS:	1
FECHA Y HORA DE RECEPCIÓN EN LAB:	2018/08/02 – 11:10
FECHA DE MUESTREO:	2018/08/02 – 10:30
FECHA DE ANÁLISIS:	2018/08/02 – 2018/08/14
TIPO DE MUESTRA:	Agua Residual
CÓDIGO CESTTA:	LAB-A 875-18
CÓDIGO DE LA EMPRESA:	Residuos líquidos T-15
PUNTO DE MUESTREO:	Laboratorio de Química Orgánica ESPOCH
ANÁLISIS SOLICITADO:	Demanda Química de Oxígeno
PERSONA QUE TOMA LA MUESTRA:	Nathalia Urgilez
CONDICIONES AMBIENTALES DE ANÁLISIS:	T máx.:25,0 °C. T mín.: 15,0 °C

RESULTADOS ANALÍTICOS:

PARÁMETROS	MÉTODO /NORMA	UNIDAD	RESULTADO	VALOR LÍMITE PERMISIBLE(■)
Demanda Química de Oxígeno	PEE/CESTTA/09 Standard Methods No. 5220 D	mg/l.	< 30	500

OBSERVACIONES:

- Muestra receptada en el laboratorio.
- La columna: Valor limite permisible, está fuera del alcance de la acreditación del SAE. Contempla los límites máximos permisibles indicados en la Tabla 8.Límites de descarga al sistema de alcantarillado público, AM 097. Libro VI. Anexo I. Solicitados por el cliente.

RESPONSABLES DEL INFORME:


Dr. Mauricio Álvarez
RESPONSABLE TÉCNICO

