

DISEÑO ESTADÍSTICO PARA LA REMOCIÓN DE ROJO BÁSICO 46 UTILIZANDO TIERRA FULLER REGENERADA COMO MATERIAL ALTERNATIVO

BENJAMÍN ZULUAGA DÍAZ¹

 ANGELINA HORMAZA ANAGUANO²

ÓSCAR DARÍO BELTRÁN PÉREZ³

SANTIAGO ALONSO CARDONA GALLO⁴

RESUMEN

Diferentes materiales no convencionales han sido evaluados en los últimos años como adsorbentes para el tratamiento de efluentes coloreados provenientes de la industria textil. La tierra fuller (TF) compuesta por distintos minerales, ha presentado una alta capacidad para la remoción de diferentes colorantes catiónicos, no obstante el rojo básico 46 (RB46), ampliamente utilizado en los procesos de tinción no ha sido estudiado sobre este material. En esta investigación se evalúan las mejores condiciones para alcanzar la mayor remoción del RB46 sobre TF mediante un diseño estadístico de experimentos bajo sistema discontinuo. Las variables analizadas fueron dosis de adsorbente, concentración de colorante y tiempo de contacto. La concentración final del colorante se cuantificó por espectrofotometría UV-Vis. Un diseño factorial 2^3 y su posterior optimización a través de un diseño de superficie de respuesta central compuesta permitió alcanzar una remoción máxima del 99,07 % a una concentración de $35,0 \text{ mgL}^{-1}$, una dosificación de $1,1 \text{ gL}^{-1}$ y un tiempo de contacto de 8 h con un coeficiente de correlación ajustado del 96,79 %.

PALABRAS CLAVE: adsorción; diseño factorial; rojo básico 46; tierra fuller regenerada; superficie de respuesta central compuesta.

STATISTICAL DESIGN FOR THE REMOVAL OF BASIC RED 46 USING REGENERATED FULLER EARTH AS AN ALTERNATIVE MATERIAL

ABSTRACT

Several non-conventional materials have been evaluated in recent years as adsorbents for the treatment of colored effluents from the textile industry. Fuller's earth (TF) which is composed of various minerals has shown a high capacity for removal of different cationic dyes, however the basic red 46 (RB46) widely used in dyeing processes, has not been

¹ Ingeniero químico, Universidad Nacional de Colombia, sede Medellín. Investigador e integrante del Grupo de Investigación SIRYTCOR.

² Licenciada en Química, MsC. en Química, PhD. en Ciencias Químicas. Profesora Asociada Escuela de Química – Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Colombia, sede Medellín. Directora Grupo de Investigación SIRYTCOR.

³ Ingeniero químico, Universidad Nacional de Colombia, sede Medellín. Investigador e integrante del Grupo de Investigación SIRYTCOR y PARH.

⁴ Ingeniero sanitario. MsC. en Ingeniería Ambiental. Ph.D. Ingeniería Ambiental. Profesor Asociado Departamento de Geociencias y Medio Ambiente – Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, sede Medellín. Director Grupo de Investigación PARH.



Autor de correspondencia: Hormaza-Anaguano, A. (Angelina).
Universidad Nacional de Colombia sede Medellín: Calle 59A.
N. 63-20, Núcleo el Volador. Tel: (574) 4309851.
Correo electrónico: ahormaza@unal.edu.co

Historia del artículo:

Artículo recibido: 7-XI-2013 / Aprobado: 31-VIII-2014
Disponible online: 30 de diciembre de 2014
Discusión abierta hasta diciembre de 2015



studied on this material. In this research were evaluated the best conditions to achieve the higher removal of RB46 on TF through a statistical design of experiments under batch system. The analyzed variables were adsorbent dosage, dye concentration and contact time. The final concentration of the dye was quantified by UV-Vis spectrophotometry. A factorial design 2^3 and its further optimization through a central composite surface design allowed to achieve a maximum removal of 99.07% at a concentration of $35,0 \text{ mgL}^{-1}$, a dosage of $1,1 \text{ gL}^{-1}$ and a contact time of 8 h with an adjusted correlation coefficient of 96.79%. TF is an excellent material for the removal of RB46 since it requires a lower dosage for high concentrations of the dye compared with those reported for other adsorbents.

KEYWORDS: Adsorption; Factorial Design; Basic Red 46, Regenerated Fuller Earth; Central Composite Surface Design.

O DELINEAMENTO PARA A REMOÇÃO DO VERMELHO BÁSICO 46 UTILIZANDO TERRA FULLER MAIS CHEIA REGENERADA COMO MATERIAL ALTERNATIVO

RESUMO

Diferentes materiais não convencionais, foram avaliadas em anos recentes como adsorventes para o tratamento de efluentes coloridos que provienem da indústria têxtil. A terra fuller (TF) composto por diferentes minerais, tem apresentado uma alta capacidade para a remoção de vários corantes catiónicos, no entanto, o vermelho básico 46 (RB46) amplamente utilizado em processos de tingimento não tem sido estudado sobre este material. Em esta pesquisa, as melhores condições são avaliadas para alcançar uma maior eliminação de RB46 em TF usando um delineamento estatístico de experimentos em sistema de lotes. As variáveis analisadas foram doses de adsorbente, concentração de corante e tempo de contato. A concentração final do corante foi quantificado por espectrofotometria de UV-Vis. Um desenho factorial 2^3 e sua posterior otimização através de desenho de uma superfície de resposta central composta permitio atingir uma remoção máxima de 99,07 % a uma concentração de $35,0 \text{ mg L}^{-1}$, uma dosagem de $1,1 \text{ gL}^{-1}$ e um tempo de contato de 8 h, com um coeficiente de correlação ajustado de 96,79 %.

PALAVRAS-CHAVE: Adsorção; Desenho factorial; Vermelho basico 46; Terra renegerada; Superfície de resposta central composta.

1. INTRODUCCIÓN

Los efluentes de industrias textiles son descargados generalmente sin tratamiento previo en las fuentes hídricas, generando un impacto negativo sobre el medio ambiente debido a su considerable contenido de colorantes remanentes, aproximadamente del 8-20 % (Noroozi, *et al.*, 2008). Su efecto sobre la biota circundante se manifiesta principalmente en la reducción de la penetración de la luz, aminorando el proceso fotosintético (Walsh, Bahner y Horning, 1980), así como en la manifestación de efectos mutagénicos y carcinogénicos en humanos y en organismos acuáticos por ingestión (Umbuzeiro, *et al.*, 2005; Alves de Lima, *et al.*, 2007). De

igual forma, la inhibición en el crecimiento de bacterias intestinales en seres humanos (Pan, *et al.*, 2012) y el deterioro estético de la naturaleza de los acuíferos se atribuye a dichos cuerpos coloreados.

Existen diferentes tratamientos químicos, físicos y biológicos para la remoción de colorantes disueltos. Dentro de los tratamientos físicos se destacan la adsorción (Volesky, 2003), filtración con membrana (Seader y Henley, 2006) e intercambio iónico (Wawrzkiwicz, 2013); en los tratamientos químicos encontramos la floculación/coagulación (Verma, *et al.*, 2012) y los procesos de oxidación avanzada como la ozonización (Turhan, *et al.*, 2012), fotocátalisis (Prieto, *et al.*, 2005), tratamiento con hipoclorito de sodio (Robinson *et*

al., 2001) y destrucción electroquímica (Zhou y He, 2008), entre otros. Dentro de los tratamientos biológicos se encuentran la fermentación en estado sólido (Singhania, *et al.*, 2009), la degradación biológica con bacterias, hongos, algas (Banat, *et al.*, 1997) y algunos casos de consorcios de microorganismos (Kuhad, *et al.*, 2004). La gran mayoría de estas técnicas presentan desventajas en comparación con la adsorción, ya que pueden generar gran cantidad de subproductos que son altamente contaminantes e inclusive más nocivos que el mismo colorante; usualmente están asociados a elevados costos, o su efectividad a gran escala no ha sido comprobada (Gupta y Suhas, 2009).

Entre otras de las bondades de la adsorción puede citarse la retención de la molécula completa de colorante, la alta eficiencia del proceso, así como la gran variedad de materiales adsorbentes que incluye carbón activado, materiales lignocelulósicos y los de composición mineral, tal como la TF. A pesar de su elevada capacidad de remoción tanto para colorantes como metales, el uso del primero se ve limitado debido a su considerable costo, con un valor aproximado de USD20/Kg (Atun, *et al.*, 2003; Robinson, 2001), estimulando la evaluación de materiales alternativos, amplia disponibilidad y bajo costo.

La TF está compuesta principalmente por óxido de silicio (SiO_2), con un porcentaje entre el 50-80 %, además contiene alrededor de un 15 % de óxido de aluminio (Al_2O_3), y en menor proporción óxido de magnesio (MgO), óxido férrico (Fe_2O_3) y óxido de calcio (CaO). Cabe señalar que son pocas las investigaciones donde se reporta su capacidad de adsorción. En particular, se ha evaluado la remoción de colorantes catiónicos como el violeta básico 4 (Tsai, *et al.*, 2005), el azul de toluidina (Hisarli, 2005) y el azul de metileno (Atun, *et al.*, 2003), encontrando para este último resultados muy satisfactorios que señalan una mayor capacidad de adsorción en comparación con la exhibida por el carbón activado.

El RB46 es un colorante sintético clasificado por sus características químicas en el grupo de los catiónicos del tipo azo, los cuales son generalmente utilizados en la industria del papel, los plásticos, las ceras, en la tinción de algodón, del cuero y de fibras sintéticas de poliacrilonitrilo, siendo esta última actividad la de mayor demanda en el mercado (Herbes y Hunger, 2003). Para su tratamiento a través del proceso de adsorción, en los

últimos años se han utilizado diferentes materiales, como cascarilla de arroz (Alemán-Romero, 2010), bentonita (Turabik, 2008), cemento Portland (Saadatjou, *et al.*, 2011), triturado de huesos (Mohammadine, 2012), entre otros. No obstante, a su alta capacidad de remoción y mínimo costo de aproximadamente USD0,04/Kg, la TF no ha sido evaluada para la remoción de este colorante.

Actualmente, en el departamento de Antioquia la TF es usada en el proceso de regeneración del aceite dieléctrico, generando alrededor de 266-333 toneladas/año de TF con aproximadamente un 33 % del contaminante retenido. El tratamiento actual de estos residuos es la incineración, con un costo aproximado de 1.751 COP/Kg. Como alternativa competitiva, se dispone de la recuperación de la TF mediante la extracción con solventes, la cual permite recuperar este material libre del aceite en un 95 %, es decir, la TF tratada queda impregnada con un porcentaje mínimo del 5 % de aceite, permitiendo su uso como adsorbente alternativo debido a la leve disminución de su capacidad adsorbente (Agudelo, 2010).

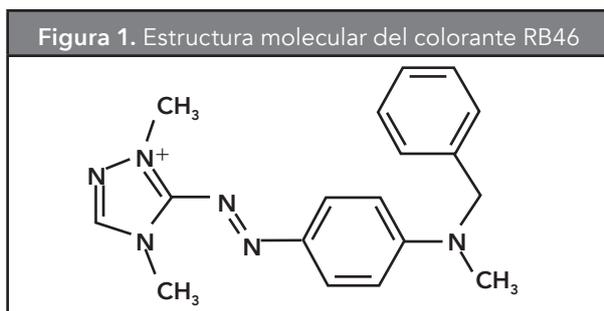
El diseño estadístico de experimentos (DEE) es una herramienta útil para el investigador, ya que apoya y soporta su labor científica a través de la planeación, recolección de datos y validación de la información para corroborar o refutar una hipótesis (Díaz, 2009). Una de las principales ventajas del DEE es la posibilidad de analizar simultáneamente más de un factor y determinar su efecto sobre los restantes. (Montgomery, 2001).

En este marco de referencia, el objetivo del presente trabajo es evaluar la capacidad adsorbente de la TF regenerada en la remoción del colorante azoico RB46 con el apoyo de herramientas estadísticas como el diseño factorial y la superficie de respuesta para alcanzar la mayor adsorción de este colorante bajo condiciones adecuadas.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Preparación del adsorbente

La TF fue seleccionada como adsorbente alternativo para la remoción del RB46 debido a su afinidad para la remoción de diferentes colorantes catiónicos (Atun, *et al.*, 2003; Tsai, *et al.*, 2005; Hisarli, 2005), elevada poro-



sidad y área de contacto que alcanza valores superiores a los 100 m²/g (Briones, 2005) y su bajo costo y alta disponibilidad al considerarse un material de desecho.

La TF se obtuvo del grupo de investigación PARH, de la Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia, sede Medellín, la cual se utilizó en el proceso de regeneración de aceite dieléctrico y posteriormente se recuperó a través de un proceso de extracción con solventes. Posteriormente se secó en un horno a 100 °C y se seleccionaron las partículas con un tamaño entre 0,3-0,5 mm.

2.2 Análisis y preparación del colorante

El RB46 es un colorante catiónico que pertenece al grupo de los compuestos azo, ya que en su estructura química contiene el fragmento R-N=N-R (**Figura 1**), su fórmula molecular es [C₁₈N₆H₂₁]⁺ con un peso molecular de 321,4 g·mol⁻¹. Este colorante se obtuvo de la industria local para las diferentes pruebas. Su solución se preparó en un balón volumétrico de 250 mL con 50 mg de colorante y agua desionizada. La concentración se analizó con un espectrofotómetro UV-Vis Perkin Elmer Lambda 35 a la longitud de onda de máxima absorción del RB46 que corresponde a λ_{máx} = 532 nm. Se elaboró una curva de calibración para las concentración entre 2,0 y 50 mg·L⁻¹, y mediante dilución se realizó la medición de las muestras con una concentración superior a 50 mg·L⁻¹.

2.3 Ajuste del pH de la solución y tamaño de partícula

Se realizó un barrido de exploración en un intervalo de pH de 2,0-12,0, ajustando el pH mediante dosificación con HCl e NaOH 0,1 M. El ensayo se efectuó por triplicado, con una concentración de colorante de 30 mg·L⁻¹, dosificación de adsorbente de 2 g·L⁻¹, y temperatura ambiente, con agitación constante de 126 rpm utilizando un agitador automático (agitador unimax

2010 Heidolph). Con respecto a la evaluación del tamaño de partícula, se aplicó un experimento univariado, considerando tres intervalos comprendidos entre 0,0-0,3, 0,3-0,5 y 0,5-0,7 mm respectivamente, utilizando mallas de acuerdo a la norma A.S.T.M.E. Para ello se fijó la concentración en 100 mg·L⁻¹, la dosificación en 1,0 g·L⁻¹, el pH = 6,7 y una agitación constante de 126 rpm.

2.4 Diseño de experimentos

Se utilizó el diseño estadístico de experimentos como herramienta para optimizar el proceso de adsorción, determinar los factores más significativos en este proceso, así como la magnitud de sus valores y a partir de ellos proponer un modelo para el comportamiento del sistema.

Se estableció como variable de respuesta el porcentaje de remoción debido a que representa de manera cuantitativa la cantidad de colorante que ha sido removido de la solución. Este se calcula mediante la **Ecuación 1**, en donde C_o es concentración inicial, y C_f es concentración final.

$$\% \text{Remoción} = \frac{(C_o - C_f)}{C_o} * 100 \quad (1)$$

Las principales variables que influyen sobre el proceso de adsorción son: tamaño de partícula, valor de pH, dosificación de adsorbente, concentración de colorante, temperatura, tiempo de contacto y velocidad de agitación. Con base en ensayos preliminares y debido a su baja influencia en el proceso, se decidió establecer las siguientes variables como constantes: temperatura (temperatura ambiente), pH de la solución (pH = 6,7), tamaño de partícula (0,3-0,5 mm) y velocidad de agitación (140 rpm).

La elaboración y análisis del diseño factorial y del diseño de superficie de respuesta se llevaron a cabo con el software libre Statgraphics Centurion XV.II versión 15.2.06. Los valores de los niveles de los factores a evaluar se definieron con base en ensayos previos y se detallan en la **Tabla 1**.

2.5 Diseño factorial de cribado 2³

Se aplicó un diseño factorial de cribado 2³ de dos bloques, con un punto central que se efectuó por triplicado considerando la concentración inicial de colorante (C_o), dosificación del material adsorbente (D)

Tabla 1. Valores de los niveles en el diseño de cribado 2³ del sistema TF-RB46

Punto	Dosificación [gL ⁻¹]	Concentración [mgL ⁻¹]	Tiempo [h]
Bajo	0,6	20	2
Central	0,8	60	6
Alto	1,0	100	10

Tabla 2. Valores de las factores en el diseño de superficie de respuesta TF-RB46

Punto	Dosificación [gL ⁻¹]	Concentración [mgL ⁻¹]
Bajo	0,6	30
Central	0,8	60
Alto	1,2	90

y el tiempo de contacto (t) en función del porcentaje de remoción (%Rem). Este último es establecido como la variable de respuesta en el software referido dado que representa de manera cuantitativa la cantidad de colorante retenida en el proceso.

2.6 Diseño de superficie central compuesta

La selección de las variables para el diseño se presenta en la **Tabla 2**, las cuales se obtuvieron de una modificación sobre los valores seleccionados en el diseño de cribado. En particular, se modificó el intervalo para la dosificación y concentración y se fijó el tiempo

de contacto en 8 horas. El diseño seleccionado fue un central compuesto en dos bloques, con un punto central y dos réplicas por muestra con una ubicación aleatoria de los puntos.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 Efecto del pH en la remoción del colorante RB46

Como se describió en la metodología, la influencia del valor del pH en la remoción del RB46 fue evaluada en un intervalo de 2,0-12,0. En la **Figura 2** se observó que la retención del colorante es similar en todo el intervalo de pH explorado, alcanzado una remoción máxima del 94,93 %, permitiendo concluir que esta variable no tiene mayor influencia en el proceso. Por lo tanto, se decidió trabajar con el pH generado por la solución de colorante (pH = 6,7), dado que es próximo al valor que permite obtener la mayor eficiencia y adicionalmente, permite reducir costos al evitar la adición de ácidos o bases para el ajuste de esta variable.

3.2 Efecto del tamaño de partícula en la remoción de RB46

En la **Figura 3** se presenta cómo varía el porcentaje de remoción del color con respecto a los tamaños de partícula evaluados (0,0-0,3, 0,3-0,5 y 0,5-0,7 mm). De forma general, se observa una relación inversa entre estas variables, registrándose una mayor adsorción (97,24 %) a menor tamaño de partícula. Estos resultados se explican debido a que un menor tamaño de

Figura 2. Efecto del valor de pH en la remoción del colorante RB46

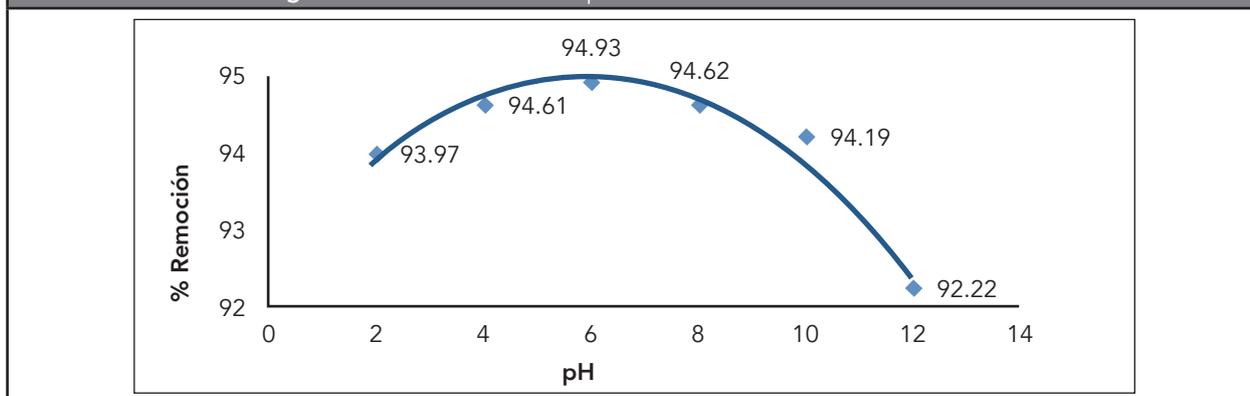
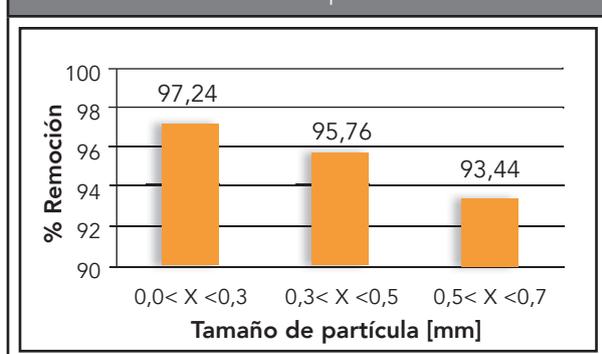


Figura 3. Porcentaje de remoción a diferentes tamaños de partícula



partícula ofrece una mayor área de contacto disponible en el material adsorbente.

Para los siguientes ensayos se seleccionó el tamaño de partícula intermedio, ya que su remoción (95,76 %) no difiere significativamente de la mayor adsorción obtenida con el menor tamaño de partícula. Por otro lado, se ha reportado que tamaños de partícula pequeños dificultan el movimiento del fluido, generando una gran resistencia y aumentando la obstrucción dinámica, lo cual representaría un inconveniente para un futuro escalado del proceso (Trivizadakis y Giakoumakis, 2006).

3.3 Análisis del diseño factorial de cribado 2³

Los resultados obtenidos con el diseño factorial 2³ para el sistema TF-RB46 son presentados en la **Figura 4**.

En la **Figura 4-a**, el diagrama de Pareto señala que el factor más significativo para este sistema es el tiempo de contacto con un efecto positivo, es decir, a medida que este factor aumenta el porcentaje de remoción incrementa de manera proporcional. El segundo factor más significativo es la concentración inicial de colorante, con un efecto negativo, ya que a medida que dicha concentración aumenta el porcentaje de remoción disminuye. El tercer factor más significativo es la interacción entre los factores tiempo y concentración de colorante con una significancia positiva, por tanto el aumento de estos factores conduce a una mayor remoción. En último lugar de significancia se encuentra la dosificación con un efecto positivo, por lo cual se prevé una influencia similar sobre el porcentaje de remoción a la descrita para factores con esta característica. Final-

mente, las interacciones D*C y D*t no tienen un efecto significativo en el sistema.

En la **Figura 4-b** se observa la configuración de los factores con los cuales se alcanza la mayor remoción. Porcentajes de remoción entre el 80-90 % están demarcados por la zona de color gris oscuro, que corresponde a una zona restringida a valores de concentración de 20-40 mgL⁻¹ de colorante y una dosificación entre 0,6-0,9 gL⁻¹. Debido a que se busca una región más amplia, donde la remoción de este colorante sea más satisfactoria, se decidió llevar a cabo un diseño de superficie de respuesta, modificando el intervalo de dosificación y concentración de colorante, según los efectos encontrados previamente.

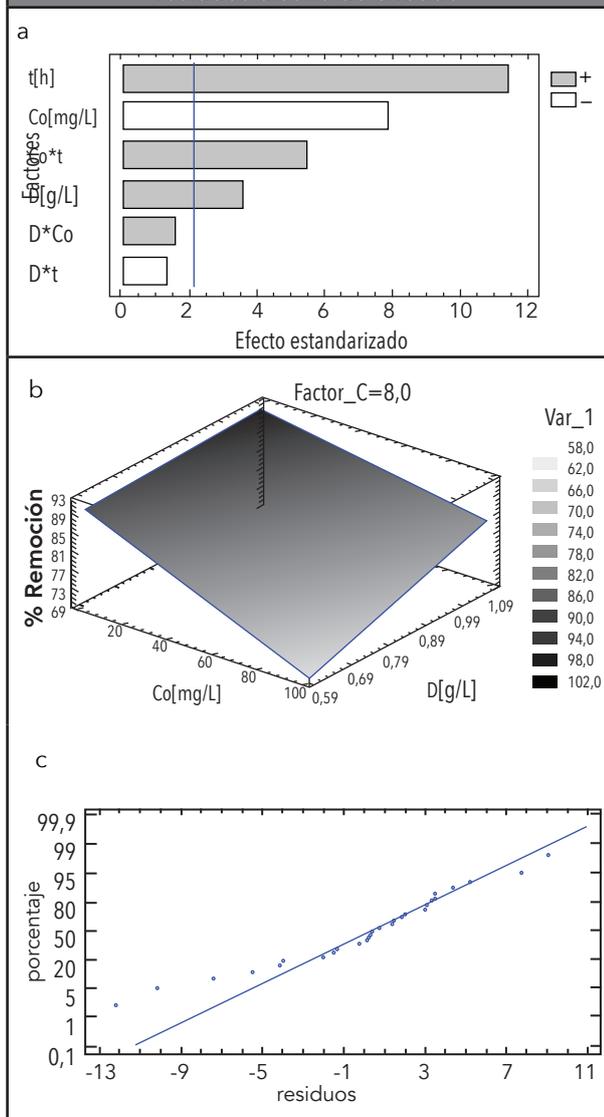
En la **Figura 4-c** se presenta el gráfico de probabilidad normal para residuos. A partir de esta se determina el sesgo del método, es decir, la diferencia o desviación que tienen los resultados obtenidos con respecto al valor verdadero o valor de referencia y el cual permite establecer el error sistemático del sistema o inexactitud del método experimental. En este caso, se aprecia que los datos no tienen una buena linealidad y que la desviación de los errores cometidos es diferente entre sí. De igual forma, se analiza el error de distribución, el cual determina si la consideración de normalidad es acertada. Una consideración de normalidad acertada implica que los datos están muy cercanos al valor cero de los residuos; para este caso, los datos toman valores entre -13 y 11. Con base en esta información, se establece que la consideración de normalidad no es aceptable.

El modelo matemático obtenido con el diseño de cribado 2³ se presenta en la **Ecuación 2**. Este ofrece un valor máximo de remoción del orden del 92,0 % bajo una concentración de colorante de 20 mgL⁻¹, una dosificación de 1,0 gL⁻¹ y un tiempo de contacto de 10 h. Este modelo presenta un coeficiente de correlación ajustado de 91,05 %, valor considerado como aceptable para un modelo estadístico.

$$\% \text{ Remoción} = 67,723 + 19,330 * D - 0,678 * C + 2,591 * T + 0,244 * D * C - 2,045 * D * T + 0,041 * C * T \quad (2)$$

Debido al sesgo observado en los residuales y a que el modelo obtenido con el diseño de cribado 2³ conduce a una zona limitada, en la cual se alcanza una mayor remoción, se decidió optimizar el proceso de ad-

Figura 4. a) Diagrama de Pareto estandarizado para el porcentaje de remoción del diseño de cribado, b) Superficie de respuesta estimada con tiempo fijo a 8 horas, c) Gráfico de probabilidad normal para residuos diseño de cribado



sorción mediante un diseño de superficie de respuesta. En el cual se fijó el tiempo de contacto en 8 horas, se disminuyó el intervalo de concentración entre 30 y 90 mgL⁻¹ y se aumentó la dosificación del adsorbente entre 0,6 y 1,2 gL⁻¹.

3.4 Análisis del diseño por medio de una superficie de respuesta

El diseño de superficie central compuesto para el sistema TF-RB46 se efectuó considerando los factores descritos en la **Tabla 2**. Cabe resaltar que en esta investigación se tomó una mayor concentración inicial de colorante (30-90 mgL⁻¹) en comparación a la reportada para otros tipos de adsorbentes, tales como cascarilla de arroz, triturado de huesos y cemento Portland. Para estos materiales se evaluaron concentraciones de 6-16 mgL⁻¹, (Alemán-Romero, 2010), 10-50 mgL⁻¹ (Mohammadine, 2012) y 50 mgL⁻¹ (Saadatjou, *et al.*, 2011), respectivamente.

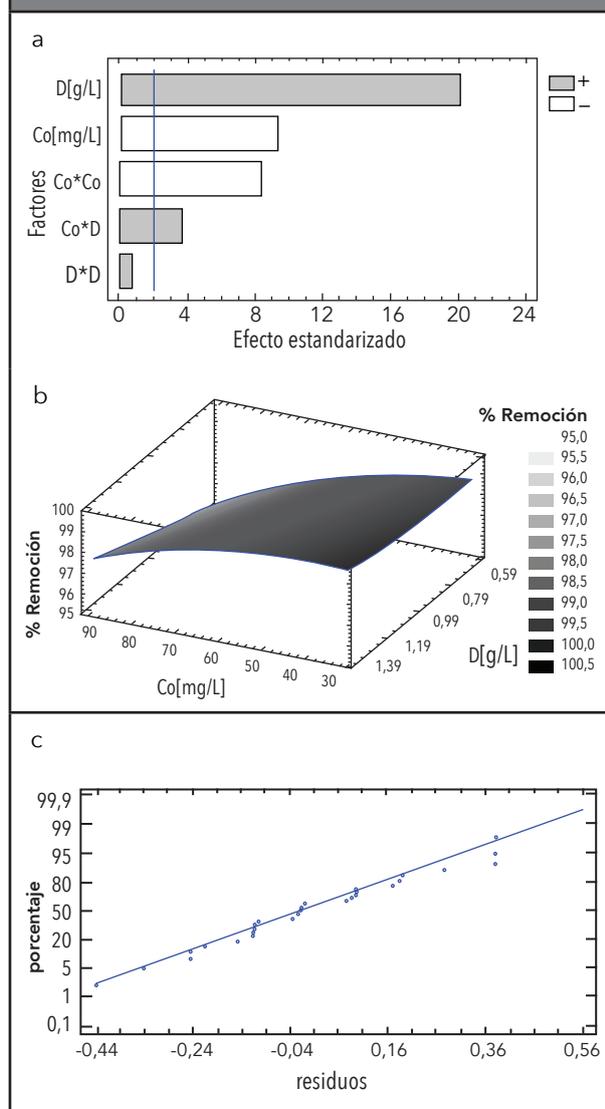
Del diagrama de Pareto, **Figura 5-a**, se observa que el factor más significativo es la dosificación de adsorbente, la cual afecta de manera positiva el proceso, es decir, al aumentar este factor se favorece el proceso de remoción. En segundo lugar de significancia se encuentra la concentración inicial del colorante pero con efecto negativo sobre la variable de respuesta. Por último, está la interacción entre la concentración y la dosificación con un efecto positivo, por lo cual su influencia sobre la remoción es similar a la descrita para el primer factor.

Los resultados obtenidos para la superficie de respuesta se presentan en la **Figura 5-b**, donde se muestra la interacción cuantitativa entre los factores y el porcentaje de remoción. Se observa que la superficie es cóncava hacia abajo sobre el eje de la concentración de colorante, definiendo un valor óptimo de remoción del 99,07 % del RB46 a una concentración inicial de colorante de 35,0 mgL⁻¹, una dosificación 1,10 gL⁻¹ en un tiempo de 8 horas. Así mismo, cabe resaltar que toda la zona de la superficie conduce a remociones superiores al 95 %, confirmado la pertinencia de los cambios realizados a partir del modelo de cribado.

Con respecto al gráfico de probabilidad normal de residuales, **Figura 5-c**, se aprecia linealidad entre los valores experimentales y aquellos reportados como verdaderos, es decir, se presenta un error sistemático. Adicionalmente, se observó que la consideración de la distribución normal de los datos es acertada puesto que todos los residuos se encuentran en un intervalo muy cercano a cero, específicamente entre -0,45 y 0,55.

El modelo para la superficie de respuesta se muestra en la **Ecuación 3**. Es importante señalar que el valor óptimo para la concentración de colorante RB46 es de 35,0 mgL⁻¹, con una dosificación de TF de 1,10 gL⁻¹ en

Figura 5. a) Diagrama de Pareto estandarizado para el porcentaje de remoción en la superficie de respuesta, b) Superficie de respuesta estimada con tiempo fijo a 8 horas, c) Gráfico de probabilidad normal para residuos superficie de respuesta



un tiempo de contacto de 8 h, es decir, por cada gramo de TF regenerada se remueven 31,8 mg de RB46. Estos resultados son satisfactorios en comparación con investigaciones similares en la remoción de este colorante, así como la reportada con el residuo agrícola cascarilla de arroz, en donde se utilizó una concentración óptima de colorante de 16 mgL^{-1} , una dosificación de material adsorbente de $2,75 \text{ gL}^{-1}$ en un tiempo de contacto de 6,5 h alcanzando una remoción del 95,31 %, es decir, por

cada gramo de este material adsorbente se removieron solamente 5,8 mg de RB46 (Alemán-Romero, 2010).

$$\% \text{ Remoción} = 95,764 + 0,200 * C - 5,417 * D + 0,037 * C * D + 0,694 * D^2 \quad (3)$$

Lo anterior sugiere que el sistema TF-RB46 remueve hasta cinco veces mayor cantidad de colorante en solución en comparación con materiales lignocelulósicos como la cascarilla de arroz, requiriendo incluso una dosificación 2,5 veces menor en un período de tiempo similar.

Así mismo, cabe señalar que este modelo tiene un coeficiente de correlación ajustado de 96,79 %, mejor que el obtenido con el diseño de cribado. Además, con la ausencia de sesgo se sugiere que este modelo ofrece una mejor representación del sistema de estudio.

La alta capacidad de adsorción de la TF en la remoción de este colorante azo se explica debido a la permanente carga negativa sobre la superficie tanto interna como externa de este adsorbente, proporcionándole una especial afinidad por los colorantes de naturaleza catiónica, tales como el RB46. La permanente carga negativa de este material se deriva de las sustituciones isomórficas que se presentan en su estructura, independientemente de las condiciones del medio (Matocha, 2006). Esta sustitución genera un desequilibrio de carga en las unidades constitutivas de este mineral, al reemplazar iones de Al^{+3} por Mg^{+2} y Fe^{+2} en los sitios octaédricos y Si^{+4} por Al^{+3} en los sitios tetraédricos, ocasionando que cada tetraedro de $[\text{AlO}_4]^{-5}$ tenga una carga negativa neta (Önal y Sarıkaya, 2007).

4. CONCLUSIONES

El diseño factorial de cribado 2^3 mostró que el tiempo de contacto, la dosificación y la concentración de colorante son los factores más influyentes en la adsorción del RB46 sobre TF. Con este diseño se alcanzó una remoción del 92,07 % y un coeficiente de correlación ajustado del 91,05 %, pero el modelo presentó sesgo en la medición y una zona muy limitada para la mayor remoción.

Con la optimización del proceso mediante la superficie de respuesta central compuesta se obtuvo una remoción máxima del 99,07 % a una concentración de $35,00 \text{ mgL}^{-1}$, una dosificación de TF de $1,10 \text{ gL}^{-1}$ en un

tiempo de contacto de 8 h. En este caso, no se observó sesgo, se tiene un coeficiente de correlación ajustado del 96,79 %, y una amplia zona que permite remociones mayores al 95 %, sugiriendo que este modelo representa de forma más adecuada el proceso de adsorción del sistema de estudio de TF-RB46.

La combinación de TF-RB46 presenta notables ventajas en cuanto a la mayor concentración inicial de colorante retenido y la menor dosificación de adsorbente requerido en contraste con las reportadas para otros adsorbentes. De esta forma, la TF regenerada constituye un material alternativo para remover de forma eficiente el colorante RB46 disuelto, permitiendo integrar de manera útil los desechos de diferentes procesos industriales para el desarrollo de procesos sostenibles caracterizados por su bajo costo y beneficio ambiental.

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sinceros agradecimientos a la Universidad Nacional de Colombia – Sede Medellín por el apoyo a través de la infraestructura del Laboratorio de Química Experimental y a la Dirección de Investigación de la Sede Medellín, DIME, por la financiación del Proyecto Código 201010011038.

REFERENCIAS

- Agudelo, E.A. (2010). Un método de gestión ambiental adecuado para el tratamiento y la disposición final de un residuo peligroso caso: tierra fuller contaminada con aceite dieléctrico. Tesis de para optar por el título de Maestría en Medio Ambiente y Desarrollo, Universidad Nacional de Colombia - Sede Medellín.
- Alemán-Romero, A.L. (2012). Evaluación de la esterificación sobre cascarilla de arroz como estrategia para incrementar la capacidad de remoción del colorante rojo básico 46. Tesis para optar al título de Magíster en Ciencias Químicas, Universidad Nacional de Colombia - Sede Medellín.
- Alves de Lima, R.O.; Bazo, A.P.; Fávero, D.M.; Rech, C.M.; Oliveirac, D. de P.; Umbuzeirob, G. de A. (2007). Mutagenic and Carcinogenic Potential of a Textile Azo Dye Processing Plant Effluent that Impacts a Drinking Water Source. *Mutation Research, Genetic Toxicology and Environmental Mutagenesis*, 626(1-2), pp.53-60.
- Atun, G.; Hisarli, G.; Sheldrick, W.S.; Muhler, M. (2003). Adsorptive Removal of Methylene Blue from Colored Effluents on Fuller's Earth. *Journal of Colloid and Interface Science*, 261(1), pp.32-39.
- Banat, I.M.; Nigam, P.; Singh, D.; Marchant, R. (1996). Microbial Decolorization of Textile-Dye-Containing Effluents: A Review. *Bioresource Technology*, 58(3), pp.217-227.
- Briones-Martínez, M. G. (2005). Análisis técnico y económico de la recuperación de los aceites dieléctricos con tierra Fuller y desludificación de bobinados en transformadores. Tesis de Grado en Ingeniería Eléctrica. Escuela Superior Politécnica del Litoral. Guayaquil-Ecuador.
- Díaz, A. (2009). Diseño estadístico de experimentos. Segunda Edición. Medellín. Editorial Universidad de Antioquia.
- Gupta, V.K.; Suhas. (2009). Application of Low-Cost Adsorbents for Dye Removal-A Review. *Journal of Environmental Management*, 90(8), pp.2313-2342.
- Herbes, W.; Hunger, K. (2003). Industrial Dyes Chemistry, Properties, Applications. Weinheim: WILEY-VCH, pp. 685.
- Hisarli, G. (2005). The Effects of Acid and Alkali Modification on the Adsorption Performance of Fuller's Earth for Basic Dye. *Journal of Colloid and Interface Science*, 281(1), pp.18-26.
- Kuhad, R.; Sood, N.; Tripathi, K.; Singh, A.; Ward, O., (2004). Developments in Microbial Methods for the Treatment of Dye Effluents. *Advances in Applied Microbiology*, 56, pp.185-213.
- Matocha, C.J. (2006). Clay: Charge properties de Encyclopedia of Soil Science, Segunda Edición. Rattan Lal.
- Haddad, M.E.; Slimani, R.; Mamouni, R.; Saffaj, R. (2012). Adsorptive Removal of a Cationic Dye-Basic Red 46-from Aqueous Solutions Using Animal Bone Meal. *Journal of Engineering Studies*, 18(3), pp.43-52.
- Montgomery, D.C. (2001). Design And Analysis Of Experiments. United States of America: John Wiley & Sons, pp.699.
- Noroozi, B.; Sorial, G.A.; Bahrami, H.; Arami, M. (2008). Adsorption of Binary Mixtures of Cationic Dyes. *Dyes and Pigments*, 76(3), pp.784-791.
- Önal, M.; Sarıkaya, Y. (2007). Preparation and Characterization of Acid-Activated Bentonite Powders. *Powder Technology*, 172(1), pp. 14-18.
- Pan, H.; Feng, J.; He, G.-X.; Cerniglia, C.E.; Chen, H. (2012). Evaluation of Impact of Exposure of Sudan Azo Dyes and their Metabolites on Human Intestinal Bacteria. *Anaerobe*, 18(4), pp.445-453.

- Prieto, O.; Feroso, J.; Nuñez, Y.; del Valle, J.L.; Irusta, R., (2005). Decolouration of Textile Dyes in Wastewaters by Photocatalysis with TiO₂. *Solar Energy*, 79(4), pp.376-383.
- Robinson, T.; McMullan, G.; Marchant, R.; Nigam, P. (2001). Remediation of Dyes in Textile Effluent: A Critical Review on Current Treatment Technologies with a Proposed Alternative. *Bioresource technology*, 77(3), pp.247-255.
- Saadatjou, N.; Rasoulifard, M.H.; Heidari, A.; Mohammad, S.; Mohammadi, M.D. (2011). Removal of C. I. Basic Red 46 (BR 46) from Contaminated Water by Adsorption onto Hardened Paste of Portland Cement: Equilibrium Isotherms and Thermodynamic Parameters Study. *International Journal of the Physical Sciences*, 6, pp.5181-5189.
- Seader, D. and Henley, E.J. Separation Process Principles. United States of America: John Wiley & Sons, 2006. 791 p.
- Singhania, R.R.; Patel, A.K.; Soccol, C.R.; Pandey, A. (2009). Recent Advances in Solid-State Fermentation. *Biochemical Engineering Journal*, 44(1), pp.13-18.
- Trivizadakis, M.E.; Giakoumakis, D.; Karabelas, A.J. (2006). A Study of Particle Shape and Size Effects on Hydrodynamic Parameters of Trickle Beds. *Chemical Engineering Science*, 61(17), pp.5534-5543.
- Tsai, W.T.; Chang, Y.M.; Lai, C.W.; Lo, C.C. (2005). Adsorption of Ethyl Violet Dye in Aqueous Solution by Regenerated Spent Bleaching Earth. *Journal of Colloid and Interface Science*, 289(2), pp.333-338.
- Turabik, M. (2008). Adsorption of Basic Dyes from Single and Binary Component Systems onto Bentonite: Simultaneous Analysis of Basic Red 46 and Basic Yellow 28 by First Order Derivative Spectrophotometric Analysis Method. *Journal of Hazardous Materials*, 158(1), pp.52-64.
- Turhan, K.; Durukan, I.; Ozturkcan, S.A.; Turgut, Z. (2012). Decolorization of Textile Basic Dye in Aqueous Solution by Ozone. *Dyes and Pigments*, 92(3), pp.897-901.
- Umbuzeiro, G. de A.; Freeman, H.S.; Warren, S.H.; Palma de Oliveira, D.; Terao, Y.; Watanabe, T.; Claxton, L.D., (2005). The Contribution of Azo Dyes to the Mutagenic Activity of the Cristais River. *Chemosphere*, 60(1), pp.55-64.
- Verma, A.K.; Dash, R.R.; Bhunia, P. (2012). A Review on Chemical Coagulation/Flocculation Technologies for Removal of Colour from Textile Wastewaters. *Journal of Environmental Management*, 93(1), pp.154-168.
- Volesky, B. Sorption and Biosorption, Montreal: BV Sorbex, 2003.
- Walsh, G.E.; Bahner, L.H.; Horning, W. (1980). Toxicity of Textile Mill Effluents to Freshwater and Estuarine Algae, Crustaceans and Fishes. *Environmental Pollution Series A, Ecological and Biological*, 21(3), pp.169-179.
- Wawrzkiwicz, M. (2013). Removal of C.I. Basic Blue 3 Dye by Sorption Onto Cation Exchange Resin, Functionalized and Non-Functionalized Polymeric Sorbents from Aqueous Solutions and Wastewaters. *Chemical Engineering Journal*, 217, pp.414-425.
- Zhou, M. and He, J. (2008). Degradation of Cationic Red X-GRL by Electrochemical Oxidation on Modified PbO₂ Electrode. *Journal of hazardous materials*, 153(1-2), pp.357-363.

**PARA CITAR ESTE ARTÍCULO /
TO REFERENCE THIS ARTICLE /
PARA CITAR ESTE ARTIGO /**

Zuluaga-Díaz, B.; Hormaza-Anaguano, A.; Beltrán-Pérez, O.D.; Cardona-Gallo, S.A. (2014). Diseño estadístico para la remoción de rojo básico 46 utilizando tierra fuller regenerada como material alternativo. *Revista EIA*, 11(22) julio-diciembre, pp. 93-102. [Online]. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.14508/reia.2014.11.22.93-102>