

UNIVERSIDAD DE CIENCIAS Y ARTES DE CHIAPAS



**Ingeniería
ambiental**

FACULTAD DE INGENIERÍA

PROGRAMA EDUCATIVO DE INGENIERÍA AMBIENTAL

TESIS

**EVALUACIÓN DE LA OXIDACIÓN ANÓDICA PARA EL
TRATAMIENTO DE RESIDUOS DE LABORATORIO,
COLORANTES DE TINCIÓN GRAM**

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO AMBIENTAL

PRESENTA

CARLOS ENRIQUE LÓPEZ AGUILAR

DIRECTOR

ING. FABIOLA VELASCO ORTIZ

CO-DIRECCIÓN

DR. HUGO ALEJANDRO NÁJERA AGUILAR



Tuxtla Gutiérrez, Chiapas

Septiembre de 2021



Lugar: Tuxtla Gutiérrez, Chiapas
Fecha: 27 de Agosto 2021

C. Carlos Enrique López Aguilar

Pasante del Programa Educativo de Ingeniería Ambiental

Realizado el análisis y revisión correspondiente a su trabajo recepcional denominado:

EVALUACIÓN DE LA OXIDACIÓN ANÓDICA PARA EL TRATAMIENTO DE RESIDUOS DE LABORATORIO, COLORANTES DE TINCIÓN DE GRAM

En la modalidad de: Tesis profesional

Nos permitimos hacer de su conocimiento que esta Comisión Revisora considera que dicho documento reúne los requisitos y méritos necesarios para que proceda a la impresión correspondiente, y de esta manera se encuentre en condiciones de proceder con el trámite que le permita sustentar su Examen Profesional.

ATENTAMENTE

Revisores

Ing. Celia Fabiola Velasco Ortiz

Dr. Hugo Alejandro Nájera Aguilar

Dr. José Manuel Gómez Ramos

Firmas:

Ccp. Expediente

Índice general

Índice general	2
Índice de figuras	5
Índice de tablas	6
Listado de abreviaturas	7
Glosario de términos	8
Introducción	9
Planteamiento de problema	11
Justificación	12
Objetivo general	13
Específicos	13
Hipótesis	14
1. Marco teórico	16
1.1 Colorantes	16
1.2 Tinción de Gram	16
1.2.1 Cristal violeta	17
1.2.2 Azul de metileno	17
1.2.3 Fucsina	17
1.2.4 Lugol.....	17
1.2.5 Safranina.	18
1.3 Tecnologías avanzadas de oxidación (TAO's).	18
1.4 Oxidación Anódica	21
1.5 Electrodo de Diamante Dopado con Boro (DDB).	21
2. Metodología	23
2.1 Obtención de residuo	24
2.2 Caracterización	24
2.3 Parámetros fisicoquímicos	24
2.3.1 pH.....	24
2.3.2 Color	25
2.3.3 Demanda química de oxígeno (DQO).....	25
2.3.4 SST	26

2.4 Oxidación anódica	27
2.4.1 Determinación del tiempo de tratamiento	27
2.4.2 Diseño experimental	27
2.4.3 Montaje experimental	28
2.5 Análisis Estadístico	28
3. Resultados y análisis	30
3.1 Resultados y análisis de la caracterización	30
3.2 Resultados y análisis del tiempo de tratamiento	31
3.3 Remoción de color y DQO.	32
3.3.1 Remoción de color a diferentes intensidades de corriente.	32
3.3.2 Remoción de DQO a diferentes intensidades de corriente.	34
3.4 Discusión de resultados	35
3.5 Resultados y análisis de la caracterización final	36
3.6 Análisis de varianza (ANOVA)	37
3.6.1 Análisis de varianza para la variable de respuesta DQO	37
3.6.2 Análisis de varianza para la variable de respuesta de color	40
4. Conclusiones	44
Bibliografía	45
Anexos 1	46
Preparación de soluciones y DQO de acuerdo a la NMX-AA-030/ SCFI-2011 ..	46
1.1.1 Dicromato de potasio	46
1.1.2 Ácido sulfúrico	46
1.1.3 Disolución de Sulfato de mercurio	46
1.1.4 Sulfato de plata en ácido sulfúrico	46
1.1.5 Reactivos premezclados	47
1.2 Demanda química de oxígeno (DQO)	47
Anexo 2	48
pH	48
Anexo 3	48
Color	48
Anexo 4	48
Sólidos suspendidos totales	48

Anexo 5	49
P= 0.013; intervalo de confianza 0.95.....	49
Anexo 6	51
Remoción de color y DQO con el error obtenido.....	51

Índice de figuras

Figura 1 Clasificación de los POAs.	19
Figura 2 Esquema del sistema electrólisis.	21
Figura 3 Esquema de la estructura metodológica.	23
Figura 4 Potenciómetro de mesa marca HANNA.	24
Figura 5 Colorímetro marca HACH DR/890.	25
Figura 6 Tubos de DQO en digestor HANNA HI 839800.	25
Figura 7 Espectrofotómetro marca HACH.	26
Figura 8 Filtrado de muestras en los crisoles Gooch, por medio de una bomba de vacío.	26
Figura 9 Ecuación de % de remoción.	27
Figura 10 Montaje experimental.	28
Figura 11 Determinación del tiempo de tratamiento	31
Figura 12 Remoción de color a diferentes intensidades de corriente a) 0.10A, b) 0.20A y c)0.30A.	32
Figura 13 Remoción de DQO a diferentes intensidades de corriente y valores de pH a) 0.10A, b) 0.20A y c)0.30A.	34
Figura 14 Análisis de varianza entre tratamientos en Color (PtCo)	49
Figura 15 Análisis de varianza entre tratamientos en DQO.	50
Figura 16 Remoción de color con el error obtenido.	51
Figura 17 Remoción de DQO con el error obtenido.	52

Índice de tablas

Tabla 1 Tipos de colorantes según su naturaleza química	16
Tabla 2 Diseño experimental establecido.....	27
Tabla 3 Caracterización fisicoquímica de la muestra de residuos de tinción Gram generada y su comparativa con otro estudio sobre efluentes de la industria textil.	30
Tabla 4 Caracterización del agua residual (influyente y efluente) para la mejor combinación (pH y diferentes intensidades de corriente).	36
Tabla 5 Análisis de varianza de DQO	37
Tabla 6 Procedimientos de comparación múltiple por pares DQO (prueba de Tukey):	38
Tabla 7 Análisis de varianza de color.....	40
Tabla 8 Procedimientos de comparación múltiple por pares para el parámetro de Color (prueba de Tukey):	41

Listado de abreviaturas

C.U: Ciudad Universitaria

DDB: Diamante Dopado de Boro

DQO: Demanda Química de Oxígeno

PPCP: Pharmaceutical and Personal Care Products (Productos Farmacéuticos de Cuidado Personal).

POA: Procesos de Oxidación Avanzada

SST: Sólidos Suspendedos Totales

TAO's: Tecnologías Avanzadas de Oxidación

Glosario de términos

NMX-AA-030/SCFI-2011: Análisis de agua - determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - método de prueba - parte 2 - determinación del índice de la demanda química de oxígeno – método de tubo sellado a pequeña escala.

NMX-AA-034-SCFI-2015: Análisis de agua - medición de sólidos y sales Disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – método de prueba.

NMX-AA-008-SCFI-2011: Medición del pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. - método de prueba.

NMX-AA-045-SCFI-2001: Análisis de agua - determinación de color platino cobalto en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - método de prueba.

Introducción

El agua es esencial para la vida y, aunque es muy abundante en la Tierra, está constituido principalmente por recursos acuáticos que no son directamente utilizables por los seres humanos, como las aguas saladas de los océanos y mares que corresponden a 97.2% de la masa total de agua y glaciares 2.15%. Solo alrededor del 0.65% de la masa total de agua puede ser utilizada directamente por humanos. Además, la distribución del agua es geográficamente muy desigual, y algunas regiones son casi desérticas, alarmantemente una parte importante de los recursos hídricos está total o parcialmente contaminada (Nidheesh *et al.*, 2018).

En los últimos años ha aumentado la preocupación entre los gestores y administradores de abastecimiento de aguas como consecuencia de la aparición de numerosos estudios que alertan sobre la presencia de productos químicos en los sistemas acuáticos naturales. Entre las sustancias detectadas en aguas superficiales destacan una gran cantidad de químicos, los cuales son vertidos por fuentes puntuales y no puntuales que figuran en las actividades industriales y agrícolas, respectivamente (Terán, 2016).

Otro de los grandes problemas de los contaminantes del agua, son los efluentes de las industrias textiles que contienen compuestos orgánicos refractarios de alta toxicidad. Entre ellos están los fenoles, sulfuros, cromo y colorantes. Estos últimos y en especial los de origen sintético son responsables de muchos de los efectos nocivos sobre la flora y la fauna acuática; de este modo debe señalarse que los efectos más significativos se presentan con la disminución del oxígeno disuelto, la formación de compuestos recalcitrantes tóxicos y la obstaculización del paso de la luz a los cuerpos de agua, así como su deterioro estético (Bermeo Garay & Tinoco Gómez, 2016).

Autores como Nidheesh (*et al.*, 2018) mencionan que la peligrosidad y toxicidad de los colorantes son bien conocidos en trastornos fisiológicos de organismos acuáticos por el consumo de estos en la cadena alimenticia; por lo consiguiente los colorantes azoicos son los responsables de causar cáncer en humanos. Por lo tanto, se requiere de tecnologías que sean eficientes para tratar aguas contaminadas con este tipo de compuestos y reducir o eliminar por completo los contaminantes, ejemplo de estas tecnologías pueden ser los procesos de oxidación avanzada (POA).

Dentro de estos procesos, los tratamientos electroquímicos son aplicados para eliminar contaminantes en lixiviados estabilizados, debido a la presencia de moléculas recalcitrantes, parte de ellas identificadas como macromoléculas naturales como lignina, taninos, materiales húmicos, hidratos de carbono. El proceso consiste en aplicar una corriente directa por medio de electrodos,

interconectados a una fuente de energía eléctrica (fuente de poder), los cuales son sumergidos en el efluente a tratar por un intervalo de tiempo que permita la remoción del contaminante. En dichas reacciones se efectúa una oxidación en el ánodo y una reducción en el cátodo (Trujillo, 2015).

Los POA son aquellos que implican la generación de radicales hidroxilos ($\bullet\text{OH}$) en cantidades suficientes para interactuar con los compuestos orgánicos del medio, mismos que facilitan la degradación. Y son capaces de producir cambios profundos en la estructura química de los contaminantes. Los radicales hidroxilos pueden ser generados por medios fotoquímicos, incluida la luz solar (Doménech *et al.* 2001). El estudio de estos procesos se ha incrementado en las últimas dos décadas debido a que son una alternativa eficiente para disminuir la cantidad de materia orgánica recalcitrante presente en las aguas residuales (Trujillo, 2015).

Los POA tienen varias ventajas sobre las técnicas de tratamiento convencionales, evidentemente una de las principales es la compatibilidad ambiental debido a que el reactivo principal es este proceso es el electrón el cual es una especie limpia de naturaleza versátil; otras ventajas son la eficiencia de eliminación de contaminantes, la seguridad operacional y la capacidad de automatización. Además, la presencia de sal (por ejemplo, NaCl) en las aguas residuales podría ayudar a mejorar la eficiencia del proceso y reducir el consumo de energía (Nidheesh *et al.*, 2018).

En el presente documento se analizó un tratamiento aplicado para los residuos de Tinción Gram generados en el laboratorio de ingeniería ambiental de la **UNICACH** C.U de Tuxtla Gutiérrez. El residuo fue colectado en el laboratorio y almacenado temporalmente, posteriormente fue sometido a un sistema de tratamiento de la familia de los POA, en este caso, el proceso denominado oxidación anódica en donde se evaluó la concentración de contaminantes presentes en las muestras con el fin de disminuir considerablemente y/o totalmente la materia orgánica persistente. Para ello se realizaron determinaciones en influente y efluente con parámetros fisicoquímicos como Demanda Química de Oxígeno (DQO), Sólidos Suspendidos Totales (SST) y color (Pt-Co). Estos parámetros fueron útiles para evaluar la eficiencia del proceso.

Planteamiento de problema

De acuerdo con diversos autores (Sanz *et al.*, 2013) los colorantes son compuestos con una alta estabilidad química y una baja biodegradabilidad, los desechos de pigmentos en aguas residuales se consideran de alta toxicidad tanto para el ecosistema como para la salud humana. Por consiguiente, el empleo de cristal violeta, Lugol, safranina, alcohol acetona, fenol y el azul de metileno para fines fármacos o de investigación, también son utilizados en actividades académicas, como es el caso de los laboratorios de ingeniería ambiental de C.U de la UNICACH. En lo que respecta a lo anterior, estos residuos no son dispuestos según lo recomendado por la normatividad vigente mexicana **NOM-002-SEMARNAT-1996**, ya que no cumple con los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal, y puede ocasionar un desequilibrio ecológico al ser descargado al sistema de alcantarillado, y posteriormente poder desembocar en los cuerpos de agua superficiales.

Justificación

La Universidad de Ciencias y Artes de Chiapas tiene convenios con empresas certificadas ante SEMARNAT para el manejo y disposición final de residuos químicos, sin embargo, Ingeniería Ambiental no está considerada dentro de este servicio.

Una alternativa para el correcto manejo de este tipo de residuos, pueden ser su tratamiento *in-situ*, es por ello que se hace necesario evaluar la tratabilidad de estos residuos, los cuales considerando su refractancia a los sistemas convencionales, los POA se convierten en una buena opción, de esta manera, independientemente de que, en un futuro la escuela de Ingeniería Ambiental cuente con el servicio de recolección, siempre será más favorables y positivo para la institución contar con una alternativa de tratamiento real para los residuos químicos acuosos que en los laboratorios se generan.

Por lo tanto, en el presente estudio, se buscó evaluar una alternativa de tratamiento a través del proceso conocido como oxidación anódica, el cual consiste en introducir una corriente eléctrica significativa a través de un ánodo y cátodo produciendo la electrolisis. El sistema ensayado constó de una celda no dividida provista de dos electrodos, uno de DDB y otro de grafito. Se trata de una tecnología económica y eficiente.

Objetivo general

Evaluar la eficiencia de remoción de DQO a través del método de oxidación anódica en residuos líquidos provenientes de las pruebas de Tinción de Gram que se realizan en los laboratorios de docencia de Ingeniería Ambiental UNICACH.

Específicos

- ◆ Caracterizar los residuos líquidos de las pruebas de Tinción de Gram con los parámetros de DQO, color, pH y Sólidos Suspendedos Totales (SST).
- ◆ Determinar la eficiencia del proceso con las variables de respuesta de DQO y color.
- ◆ Evaluar la influencia de las variables de estudio (pH e intensidad de corriente) a través de un análisis bifactorial.

Hipótesis

La degradación de colorantes provenientes de las pruebas de Tinción de Gram, puede llevarse a cabo por medio de la oxidación anódica empleando electrodos de grafito y DDB.

CAPITULO I.

MARCO TEÓRICO

1. Marco teórico

1.1 Colorantes

Los colorantes son compuestos altamente coloreados y difíciles de descomponer biológicamente, tal como los desechos de pigmentos en aguas residuales se consideran un tipo de contaminante objetable debido a su alta toxicidad tanto para el ecosistema como para la salud humana (Albis Arrieta *et al.*, 2017). En la tabla 1 se muestran diferentes tipos de colorantes de acuerdo a su naturaleza química.

1.2 Tinción de Gram

La tinción de Gram es un tipo de tinción que diferencia a las bacterias en dos grandes grupos. Se llama bacterias Gram positivas a aquellas que retienen la tinción azul-violeta, y se denomina bacterias Gram negativas a las que se decoloran y después se tiñen con safranina. Esta diferencia de tinciones se debe a la estructura de las paredes celulares de ambos tipos de bacterias. La tinción de Gram puede proporcionar información rápida para diagnósticos de infecciones, puede revelar los agentes causales incluso con una toma de muestra no adecuada. También hace posible distinguir entre contaminación de la muestra y una verdadera infección (Rodríguez & Arenas, 2018).

Tabla 1 Tipos de colorantes según su naturaleza química

COLORANTES	EJEMPLOS	PRODUCTOS TEXTILES INDUSTRIALES	EFFECTOS A LA SALUD Y AL AMBIENTE
ÁCIDOS	Azul ácido 25, Rojo ácido 57, Naranja de metilo	Fibras de poliaminado poliuretano	Quemaduras e irritación en membranas y mucosas. Contaminación a ríos, mares y lagos.
BÁSICOS	Rojo básico 46, Amarillo básico 28, Cristal violeta fucsina, azul de metileno	Seda, Poliéster	Cancerígenos, reacciones alérgicas. Desequilibrio ecológico.
DIRECTOS	Naranja directo 34, Negro directo	Poliéster, Nylon modificado	Cáncer de vejiga. Desequilibrio ecológico. Dañino a la flora y fauna.
DISPERSOS	Amarillo disperso, Azul disperso	Cuero, Algodón, Papel	Daño al ADN. Dañino a la flora y fauna.
REACTIVOS	Amarillo reactivo 2, Rojo reactivo	Poliacronitrilo, Poliamida	Problemas respiratorios. Contaminación a l agua, provocando un desequilibrio subacuático.
CUBA	Cuba verde 6, Índigo	Nylon, Celulosa, Algodón, Lana	Quemaduras severas. Dañino a la flora y fauna.

Fuente: (Vargas, 2019)

A continuación, se da una breve definición de algunos colorantes de mayor uso en pruebas de laboratorio.

1.2.1 Cristal violeta

El violeta de metilo, comúnmente denominado cristal violeta o violeta de genciana, es el nombre dado a un grupo de compuestos químicos empleados como indicadores de pH y colorantes (Vargas, 2019).

Con base en Hojas de ficha de seguridad Hydrolab Microbiologica (2006) es tóxico para los organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático ya que indica una toxicidad aguda y extremadamente tóxica para peces, por lo que al ser humano puede provocar irritación en los ojos.

1.2.2 Azul de metileno

Es un compuesto químico heterocíclico aromático. También, es un medicamento y colorante. Como medicamento, se usa principalmente para tratar la metahemoglobinemia.

De acuerdo a la ficha de seguridad Merck KgaA (1999) se señala que es nocivo si se inhala. Provoca una irritación del tracto respiratorio, así mismo si es absorbido por la piel y, provoca irritación en ojos.

1.2.3 Fucsina

Es un colorante ácido, de color magenta. Se vuelve magenta cuando se disuelve en agua; como un sólido, forma cristales verdes oscuros. Además de teñir textiles, la fucsina se usa para teñir bacterias y algunas veces como desinfectante.

De acuerdo a la ficha de seguridad ROTH (2019) indica que es sospechoso de provocar cáncer al ser humano.

1.2.4 Lugol

Es una solución de yoduro de potasio con yodo en agua. Es un medicamento y desinfectante utilizado para varios propósitos. Como mordiente cuando se realiza una tinción de Gram. Se aplica durante 1 minuto después de la tinción con cristal violeta, pero antes de etanol para garantizar que el peptidoglicano de los microorganismos Gram positivos permanezca teñido, identificándolo fácilmente como un Gram positivo en microscopio.

De acuerdo a la ficha de seguridad de Karal (2014) causa irritación o quemaduras en cualquier área de contacto, los vapores causan irritación a la piel, ojos y tracto respiratorio, puede causar reacción alérgica cutánea o respiratoria.

1.2.5 Safranina.

La safranina es un colorante biológico también conocido como dimetil safranina y rojo básico 2. Al ser una molécula cargada positivamente (catión) es capaz de combinarse con elementos celulares de cargas negativas. La tinción de safranina O es de contraste, ya que se usa para diferenciar una estructura celular previamente teñida con otro colorante.

1.3 Tecnologías avanzadas de oxidación (TAO's).

Los POAs se consideran como tecnología avanzada para el tratamiento de aguas residuales, lo anterior se debe a su alta eficiencia de remoción reportada para contaminantes tóxicos que generalmente son resistentes a los procesos biológicos convencionales. Estudios anteriores han informado que los contaminantes que son susceptibles de tratamientos biológicos pueden ser oxidados mediante la integración de una etapa POAs posterior al tratamiento. Aunque el mecanismo de POAs se basa en la formación de radicales hidroxilos ($\bullet\text{OH}$). A partir de ahí las vías de formación pueden ser diferentes en diversas condiciones de funcionamiento y esto puede tener una fuerte implicación en los respetuosos problemas de operación y mantenimiento (Chong. *et al.*, 2012).

Con respecto a lo anterior, las condiciones de funcionamiento son efectivas en el tratamiento de una gran variedad de contaminantes antropogénicos, incluidos los productos farmacéuticos de cuidado personal (PFCP). Sin embargo, para que los POAs no terminen en diversos problemas de operación es necesario conocer la composición de los productos, la eficiencia de la reacción a ocurrir y los mecanismos de degradación que el tratamiento puede presentar, así como la toxicidad de la degradación (Yu *et al.*, 2013).

La eficacia de los POAs para mejorar la degradabilidad biológica de los compuestos recalcitrantes en las aguas residuales depende de las propiedades físicas de contaminantes, así como en la generación de radicales libres reactivos, en la mayoría de los casos radicales hidroxilo. La reacción de oxidación entre estos radicales y los contaminantes es el mecanismo detrás de la degradación del contaminante en sí (Vincenzo Naddeo, 2013).

En la figura 1 se enlistan los diferentes POAs que involucran principalmente al radical $\bullet\text{OH}$, clasificándolas en fotoquímicas y no fotoquímicas.

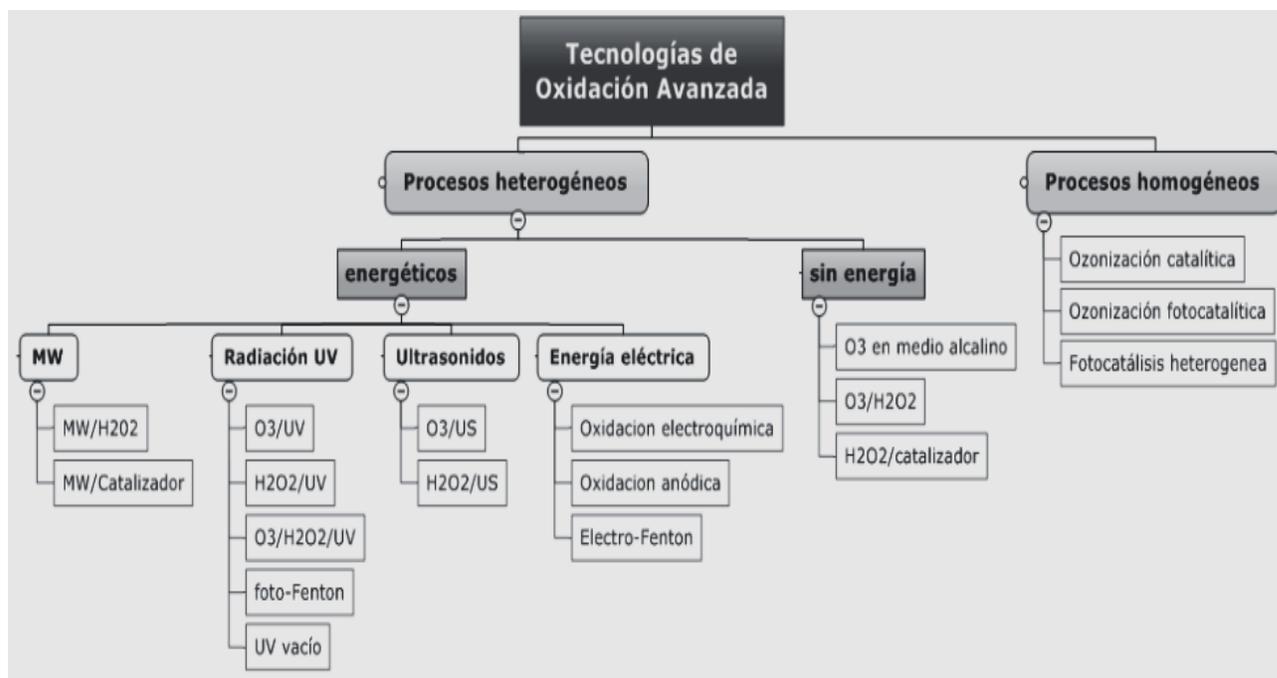


Figura 1 Clasificación de los POAs

Fuente: (Sanz *et al.*, 2013)

Los POAs son una alternativa prometedora debido a su eficiencia en la destrucción de contaminantes, especialmente de los compuestos orgánicos refractarios, los procesos de oxidación han sido utilizados para remover tanto contaminantes orgánicos e inorgánicos de aguas residuales de diferente origen como de aguas contaminadas con colorantes textiles y colorante naranja II. (Trujillo, 2015).

De acuerdo a autores como Trujillo, (2015) las principales ventajas de los POAs son los que a continuación se mencionan:

- Transforma químicamente al contaminante además de cambiarlo de fase.
- Generalmente se consigue la mineralización completa (destrucción) del contaminante.
- Usualmente no generan lodos que a su vez requieren de un proceso de tratamiento y/o disposición.

- Son muy útiles para contaminantes refractarios que resisten a métodos de tratamiento biológico.
- Sirven para tratar contaminantes a muy baja concentración.
- Son ideales para disminuir la concentración de compuestos formados por pretratamientos alternativos.
- Generalmente, mejoran las propiedades organolépticas del agua tratada.
- En muchos casos, consumen mucha menos energía que otros métodos (por ejemplo, la incineración).
- Permiten transformar contaminantes refractarios en productos tratables luego por métodos más económicos.

1.4 Oxidación Anódica

Entre los métodos electroquímicos mayormente utilizados para el tratamiento de aguas de difícil degradación, se encuentra la oxidación anódica, los radicales $\bullet\text{OH}$ son producidos por la oxidación del agua en el ánodo e interactúan con el medio, siendo el componente principal para oxidar la materia orgánica, este medio presente funciona también como conductor en donde ocurre una transferencia electrónica la cual tiene lugar por migración iónica. (Trujillo, 2015).

La migración iónica involucra, además de una transferencia de electricidad para producir cambios químicos el transporte de materia de una parte a otra del conductor, es decir del ánodo al cátodo, este fenómeno es llamado electrólisis; donde ocurre una reacción redox no espontánea. En los procesos electroquímicos, la tasa de generación de los radicales $\bullet\text{OH}$ es controlada por la corriente eléctrica. (Trujillo, 2015). En la figura 2 se muestra un esquema del sistema electroquímico.

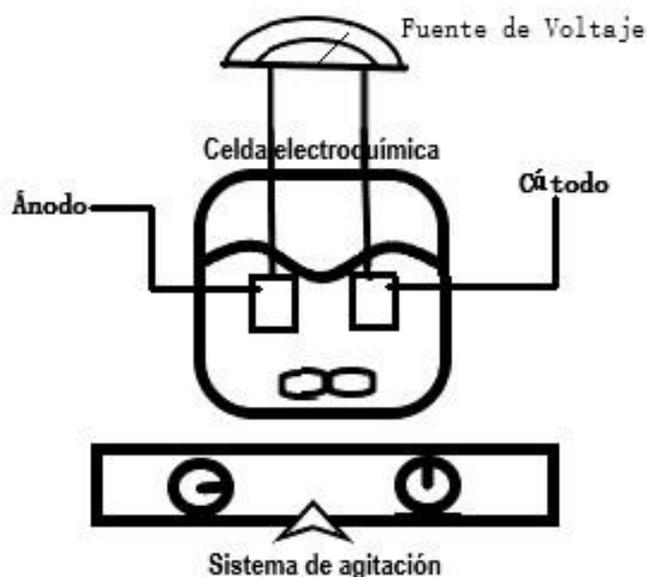


Figura 2 Esquema del sistema electrólisis

1.5 Electrodo de Diamante Dopado con Boro (DDB).

El DDB presenta propiedades muy interesantes en procesos electroquímicos, por un lado, la extrema sensibilidad química del diamante, aun con niveles altos de dopaje, y por otro su elevado sobre potencial para la descomposición del agua. Tiene la gran ventaja de que es un oxidante muy bueno porque aporta una gran cantidad de radicales hidroxilos, la gran desventaja que tiene es que es un ánodo frágil y muy caro (Alvarado, 2015).

CAPITULO II.

METODOLOGÍA

2. Metodología

La estructura del trabajo se puede observar en la Fig. 3. Se realizó la obtención de los residuos de colorantes de tinción de Gram y caracterización, se determinaron los parámetros fisicoquímicos. Se aplicó un tratamiento de oxidación anódica haciendo análisis de la remoción de los colorantes Gram aplicando como medida DQO y color (Pt-Co) a través de un análisis bifactorial.

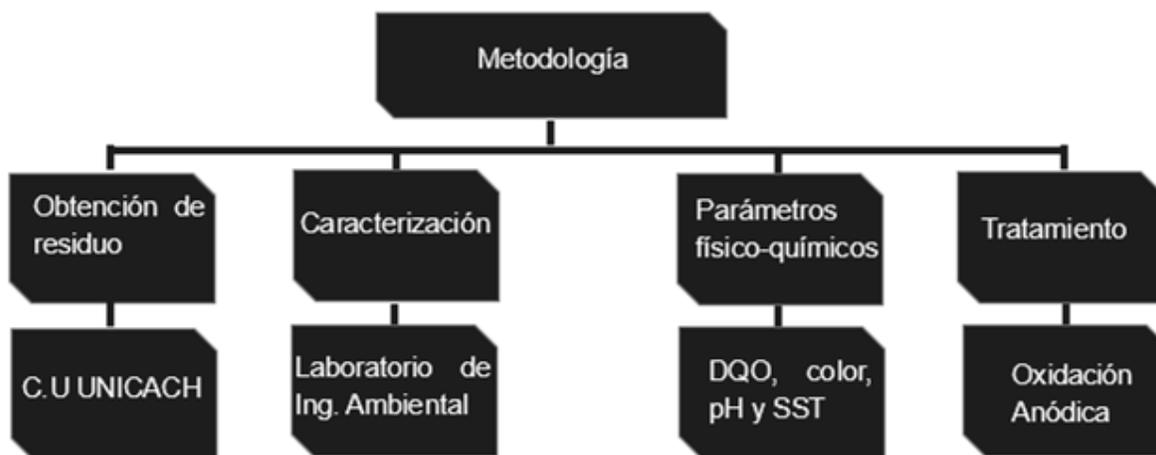


Figura 3 Esquema de la estructura metodológica

2.1 Obtención de residuo

La obtención de los residuos de colorantes de tinción de Gram se realizó en el mes de noviembre del 2019 en el laboratorio de Ing. Ambiental de la Ciudad Universitaria de la UNICACH de Tuxtla Gutiérrez. La muestra fue colocada en una garrafa de polietileno de alta densidad de 5 lt, para después ser analizadas en el mismo laboratorio.

2.2 Caracterización

En la caracterización se determinó los principales parámetros que permitieron conocer el residuo generado en el laboratorio y los cambios en sus propiedades después de estar almacenados durante 6 años los cuales fueron del 2013 al 2019. El análisis se hizo por duplicado para obtener resultados significativos.

2.3 Parámetros fisicoquímicos

Con respecto a la Normatividad Mexicana se realizó la caracterización de parámetros fisicoquímicos NMX-AA-030 / 2-SCFI-2011, para DQO, NMX-AA-045-SCFI-2016 para Color (Pt-Co), NMX-AA-008-SCFI-2011 pH, y finalmente la NMX-AA-034-SCFI-2015 para SST. En la sección de Anexos se resumen las metodologías correspondientes de acuerdo a las normas mencionadas.

2.3.1 pH

Las mediciones se realizaron con un potenciómetro de mesa marca HANNA (Fig. 4), las cuales fueron a pH 3, 5, 7. De acuerdo a lo establecido en la **NMX-AA-008-SCFI-2011**.



Figura 4 Potenciómetro de mesa marca HANNA

2.3.2 Color

El color se determinó con el colorímetro marca HACH modelo DR/890 (Fig. 5), el procedimiento se realizó de acuerdo a lo establecido en el Método estandarizado Paltino-Cobalto 8025, HACH APHA.



Figura 5 Colorímetro marca HACH DR/890

2.3.3 Demanda química de oxígeno (DQO)

La determinación se realizó en base a lo establecido en la **NMX-AA-030 / 2-SCFI-2011** por el método de reflujo cerrado. El procedimiento consistió en adicionar 0.5 ml de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$), 0.2 ml de disolución de sulfato de mercurio ($HgSO_4$), 2.5 ml de sulfato de plata (Ag_2SO_4), seguido de los 2 ml de la alícuota de cada muestra. Posteriormente concluida la preparación de las muestras se colocaron los tubos en un digestor marca HANNA modelo HI 839800 COD reactor a $150^\circ C$ durante dos horas (Fig. 6).



Figura 6 Tubos de DQO en digestor HANNA HI 839800

La medición de absorbancia fue medida a 600 nm en el espectrofotómetro marca HACH (Fig. 7). Finalmente se aplicaron los datos de absorbancia en la ecuación de la curva de calibración realizada bajo la técnica de **NMX-AA-030 / 2-SCFI-2011**.



Figura 7 Espectrofotómetro marca HACH.

2.3.4 SST

Para la determinación de este parámetro se realizó en base a la **NMX-AA-034-SCFI-2015**, utilizando crisoles Gooch con micro fibra de 0.7 micrómetros es su interior, previamente llevados a peso constante. Se ocupó la bomba de vacío y se filtraron 20 ml de muestra (Fig. 8), posteriormente se introdujeron al horno a 110 °C durante una hora, pasando el tiempo los crisoles se colocaron en el desecador y finalmente se pesaron en la balanza analítica.



Figura 8 Filtrado de muestras en los crisoles Gooch, por medio de una bomba de vacío.

Los cálculos se realizaron aplicando la siguiente ecuación:

$$\text{SST: } (m_6 - m_2) * 1000000 / V$$

m_2 : Es la masa del soporte de secado con el filtro antes de la filtración, en g;

m_6 : Es la masa del soporte de secado con el filtro, en g;

V : Es el volumen de la muestra, en mL.

2.4 Oxidación anódica

2.4.1 Determinación del tiempo de tratamiento

Para determinar el tiempo de tratamiento se hicieron pruebas en las que se aplicó el proceso de oxidación anódica durante 120 minutos a pH 7 y 0.10 A. Cada 30 minutos se tomaron alícuotas, analizando la disminución de color. Los datos fueron graficados para la selección del tiempo de reacción a aplicarse en los tratamientos del diseño experimental establecido.

2.4.2 Diseño experimental

En el diseño experimental de oxidación anódica, los factores estudiados fueron la intensidad de corriente y el pH, mientras que el color y DQO fueron las variables de respuestas, y la velocidad de agitación sí fue un factor fijo o controlado.

El volumen de muestra utilizado fue de 100 ml bajo una dilución 1:50. Para cada variable de estudio, se tuvieron 3 niveles tal y como se muestra en la Tabla 2, esto es, un diseño experimental 3x3 con un total de 9 tratamientos. El porcentaje de remoción de color y DQO se determinaron de acuerdo a la ecuación (Fig. 9 Ecuación % de remoción). Los resultados obtenidos fueron graficados con ayuda del software Sigma Plot 12.

Figura 9 Ecuación de % de remoción

C_i = Concentración inicial

C_f = Concentración final

$$\% \text{ Remoción} = \left(\frac{C_i - C_f}{C_i} \right) * 100$$

Tabla 2 Diseño experimental establecido

Intensidad de corriente (A)	pH a trabajar		
	3	5	7
0.10	T1	T2	T3
0.20	T4	T5	T6
0.30	T7	T8	T9

2.4.3 Montaje experimental

El montaje de la etapa de tratamiento se muestra en la Fig. 8

Con el apoyo de una placa de caucho los electrodos fueron sostenidos dentro del medio de reacción, en donde el ánodo (electrodo de trabajo) y cátodo (electrodo de desgaste) fueron diamante dopado con boro y grafito, respectivamente. Las dimensiones de ambos fueron equivalentes, esto es, 2.5 cm de ancho, 5 cm de altura y 1.15 mm de espesor.

Los electrodos se colocaron de forma paralela a 2 cm de separación, fijados en un vaso de precipitado de 150 ml adaptando el caucho con las celdas como tapa. En la parte superior del caucho se dejó un agujero que permitió extraer el volumen de muestra necesaria para la medición de color y e DQO.

La corriente fue aportada por una fuente de poder marca EXTECH modelo 382270 (Fig. 10), en la cual se utilizaron cables y caimanes para conducir la corriente hacia los electrodos. El medio electrolítico se mantuvo en agitación constante (300) rpm durante 2 hrs.

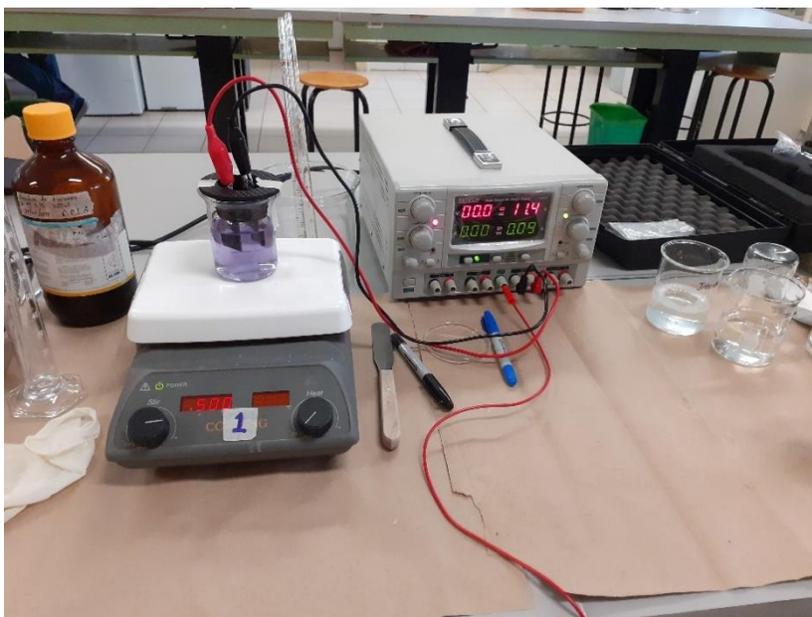


Figura 10 Montaje experimental.

2.5 Análisis Estadístico

El análisis de varianza (ANOVA) para los datos de color y DQO, se trabajó a través del programa SigmaPlot 12.0. Para los datos de DQO se realizó el ANOVA de una vía RM (medidas repetidas).

CAPITULO III.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

3. Resultados y análisis

3.1 Resultados y análisis de la caracterización

Los resultados de la caracterización físico-química a las muestras, se presentan en la tabla 3 y se compara con valores reportados en la literatura.

Tabla 3 Caracterización fisicoquímica de la muestra de residuos de tinción Gram generada y su comparativa con otro estudio sobre efluentes de la industria textil.

Parámetros	Rs UNICACH 2020	Nidheesh <i>et al.</i> , (2018)
pH	9.3	9.5- 12.5
Conductividad	1320 μ s	-----
Color (Pt-Co)	234	-----
DQO (mg/L)	613	1835-3828
SST (g/L)	450	60-416

De la tabla puede observarse que el valor de pH obtenido (9.3), es similar al encontrado por *Nidheesh et al.*, (2018), quienes ensayaron la eliminación de colorantes sintéticos en medio acuoso por un proceso de oxidación.

Para el caso de color se obtuvo la lectura de 234 Pt-Co con la dilución realizada (1:50), lo que corresponde a una concentración en color de 11,700 Pt-Co para la muestra sin diluir. Este valor se encuentra más arriba de las 3500 U Pt-Co reportado por Bermeo Garay & Tinoco Gómez, (2016). La tonalidad del residuo del laboratorio fue de color morado ligeramente viscoso.

La materia orgánica en términos de DQO registró valores de 612 mg/l correspondiente a una dilución 1:100, lo que indica que la muestra sin diluir alcanza una lectura de 61,203 mg/L. De igual manera, este valor es muy alto al compararlo con los reportados por *Nidheesh et al.*, (2018), según lo observado en la Tabla 3. Para los ensayos de los diferentes tratamientos, las muestras fueron trabajadas a la dilución 1:100 (612 mg/l en DQO).

En general, se observa que los residuos de tinción Gram representan un agua problema compleja con valores importantes tanto en DQO como en color, encontrando una buena parte de sus contaminantes en forma suspendida pero principalmente de manera disuelta.

3.2 Resultados y análisis del tiempo de tratamiento

Se realizaron pruebas preliminares para determinar el tiempo de reacción en los tratamientos establecidos de acuerdo al diseño experimental, los resultados se muestran en la Fig. 11.

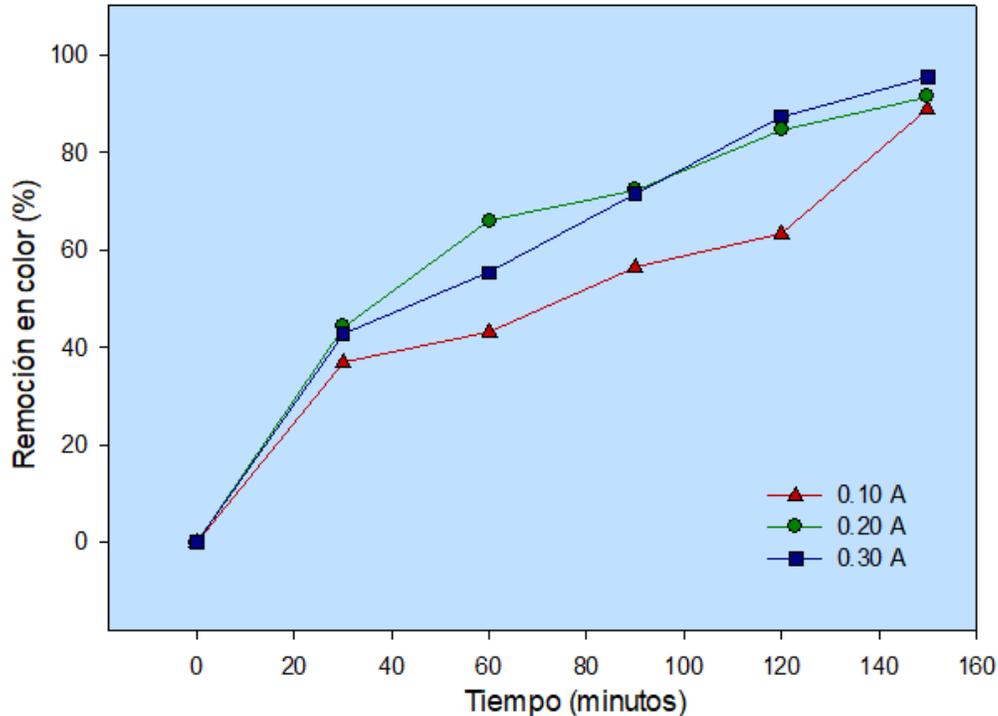


Figura 11 Determinación del tiempo de tratamiento

De la figura 11 se observa que durante los primeros 60 minutos de reacción la remoción fue cercana al 50% para los 3 tratamientos a diferentes intensidades de corriente, y hacia los 90 minutos, del orden de 70%, y fue al tiempo de 150 minutos cuando alcanzó una remoción por encima del 90%. A la luz de estos resultados, el tiempo de reacción de 120 minutos fue establecido para los 9 tratamientos.

3.3 Remoción de color y DQO.

3.3.1 Remoción de color a diferentes intensidades de corriente.

Los resultados en la remoción de color bajo el proceso de oxidación anódica son presentados en la Fig. 12.

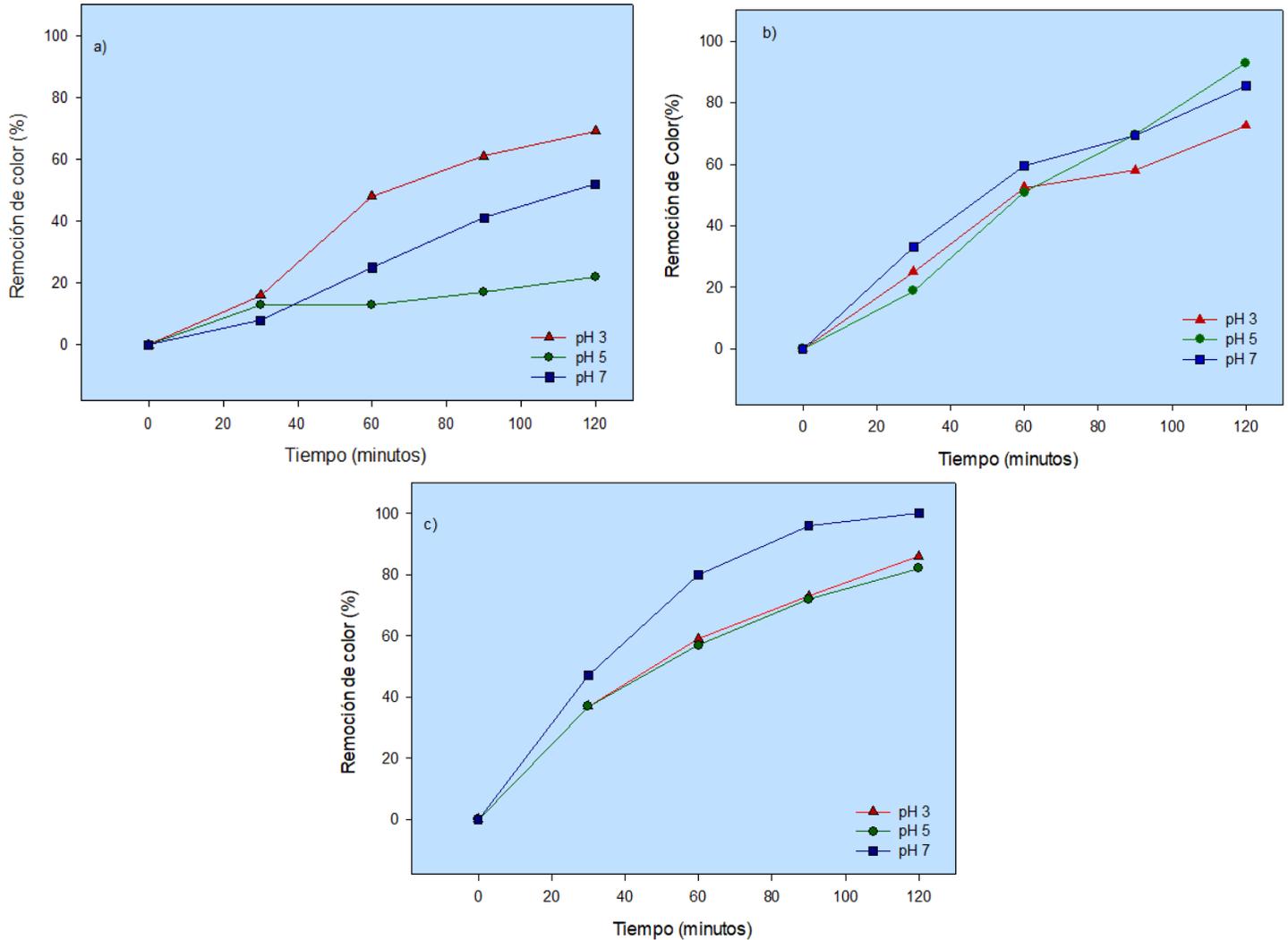


Figura 12 Remoción de color a diferentes intensidades de corriente a) 0.10A, b) 0.20A y c) 0.30A.

De la Fig. 12 se observa que los 3 tratamientos ensayados a una intensidad de corriente de 0.10A (Fig.11a), muestran las menores eficiencias de remoción, y en general en el rango del 22 y 69.26%.

Para la figura 11b (intensidad de corriente de 0.20A), se puede ver que para un tiempo de 120 minutos y con pH 5 y 7 se registraron las mayores remociones y por encima del 80%, esto es, 93 y 85% respectivamente.

Finalmente, para la figura 11c (intensidad de corriente de 0.30A)., los resultados a 120 minutos de reacción nuevamente indican remociones por encima del 80%, y para los 3 valores de pH ensayados, a saber, 86, 82 y 100% a pH 3, 5 y 7 respectivamente.

3.3.2 Remoción de DQO a diferentes intensidades de corriente.

En la Fig. 13 se observa el comportamiento de la remoción de la DQO para los tratamientos aplicados, de donde se observa una cierta tendencia a mejorar las remociones en DQO a medida que la intensidad de corriente fue incrementada. En general se observan remociones máximas (100%) tanto en la Fig. 13b (condiciones de pH 3 y 5 y 0.20 A) como en la Fig. 13c (pH 7 y 0.30 A).

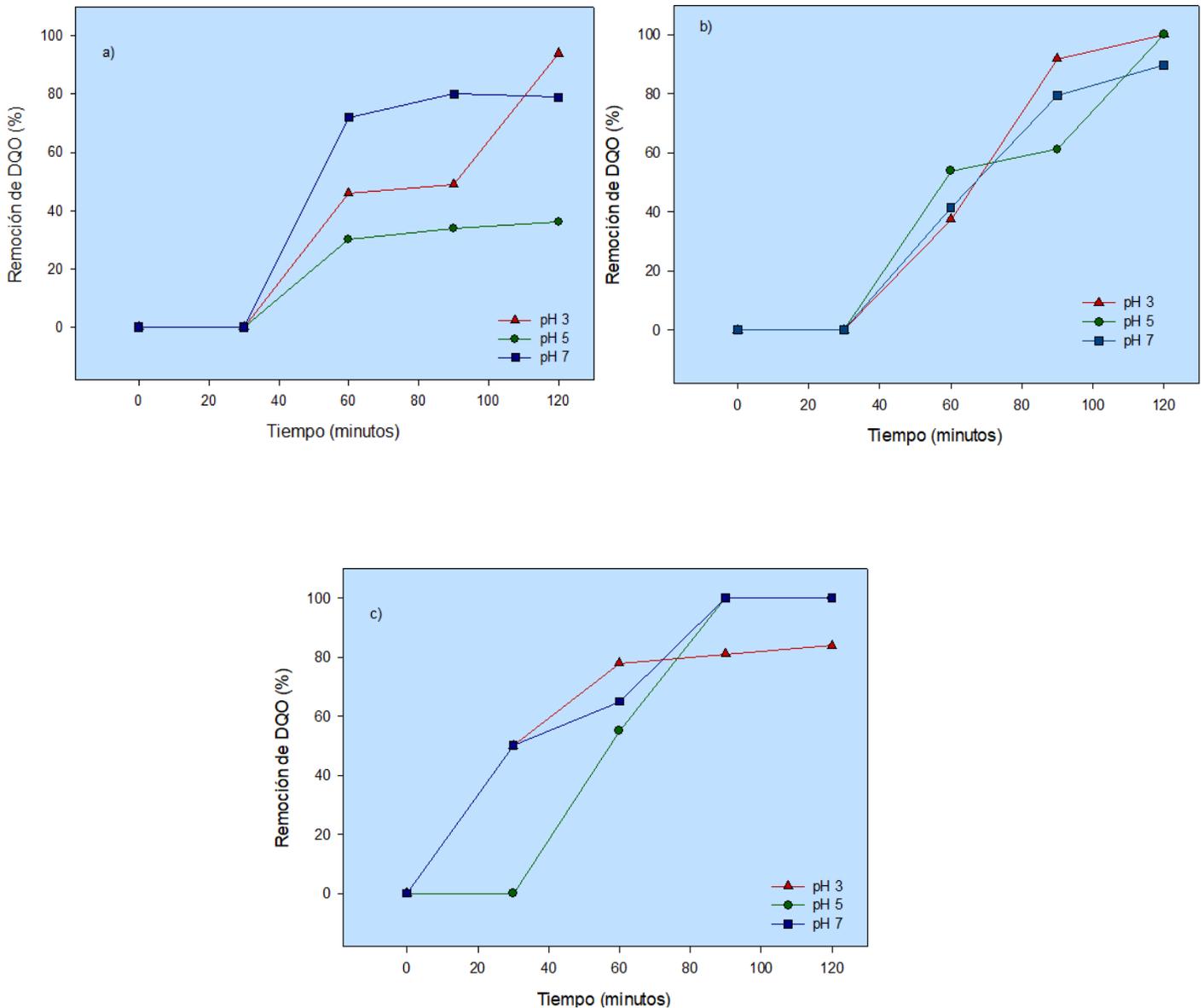


Figura 13 Remoción de DQO a diferentes intensidades de corriente y valores de pH a) 0.10A, b) 0.20A y c) 0.30A.

3.4 Discusión de resultados

En la Fig. 13a (0.10A) se observa que la mayor remoción en DQO (94%) se obtuvo a pH 3 hacia los 120 minutos de reacción. Los dos tratamientos restantes a pH 5 y 7 quedaron por debajo del 80%.

Para la condición a 0.20A Fig. 13b, para los tratamientos pH 3 y 5, alcanzó una remoción del 100% en DQO, con un pH final de 4. Para, el tratamiento a pH 7 mantuvo un valor neutro de pH en la muestra hacia el final del proceso, sin embargo, la remoción alcanzada fue del 89% en DQO para los 120 minutos de reacción.

Finalmente, de los tratamientos que se trabajaron a 0.30A (Fig.13c) el mejor de ellos fue a pH 7, ya que con 90 minutos de reacción el porcentaje de remoción de color y DQO fue de 96 y 100%, respectivamente, y hacia 120 minutos de reacción, el 100% de remoción fue alcanzado en ambos parámetros. Estos resultados fueron superiores a los reportados por Garay & Gómez, (2016), quienes alcanzaron remociones en DQO y color del 96 y 99%, respectivamente, al trabajar con agua sintética de la industria textil.

3.5 Resultados y análisis de la caracterización final

Se realizó la caracterización de los residuos de colorantes para la mejor combinación de pH y las diferentes intensidades de corriente, esto con el fin de conocer las características del agua problema en el influente y efluente. Los resultados son mostrados en la tabla 4.

Tabla 4 Caracterización del agua residual (influyente y efluente) para la mejor combinación (pH y diferentes intensidades de corriente).

Parámetros	Influente	Efluente		
		a pH 3 (0.10A)	b pH 5 (0.20A)	c pH 7 (0.30A)
pH	9.3	3.4	7	5
Color (Pt-Co)	234	69.26	85	0
DQO (mg/l)	612	36.72	61	0
SST (mg/l)	450	390	75	15

Después de llevado a cabo el proceso de oxidación en los diferentes tratamientos, se observa una disminución en los valores de pH, esto se relaciona con los procesos de degradación que pueden estar acompañados de la liberación de protones (Vincenzo Naddeo, 2013).

Tanto el color como la DQO registraron remociones del 100% bajo la combinación de pH 7 y 0.30A, al registrar valores de 0 hacia el final del tratamiento. También resalta la baja presencia de SST en el efluente final (15mg/l) y el pH de 5 obtenido.

3.6 Análisis de varianza (ANOVA)

3.6.1 Análisis de varianza para la variable de respuesta DQO

De acuerdo con la prueba de normalidad de Shapiro Wilk, los datos se agrupan alrededor de una distribución normal, por lo consiguiente se realizó el Análisis de varianza.

Tabla 5 Análisis de varianza de DQO

Tratamiento	No	Falta	Media	Des. Estándar	Error Estándar de la media
T1,pH3, 0.10A	3	0	63.000	26.889	15.524
T2,pH5, 0.10A	3	0	33.333	3.055	1.764
T3,pH7, 0.10A	3	0	77.000	4.359	2.517
T4,pH3, 0.20A	3	0	76.333	34.298	19.802
T5,pH5, 0.20A	3	0	71.667	24.786	14.310
T6,pH7, 0.20A	3	0	70.333	25.146	14.518
T7,pH3, 0.30A	3	0	81.000	3.000	1.732
T8,pH5, 0.30A	3	0	85.000	25.981	15.000
T9,pH7, .030A	3	0	88.333	20.207	11.667

Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Media cuadrática	F	P
Entre sujetos	2	5284.222	2645.111		
Entre tratamientos	8	5417.333	802.167	3.950	0.009
Residual	16	3249.111	203.069		
Total	26	14950.667			

Como se puede ver en la tabla 5 las diferencias en los valores medios entre los grupos de tratamiento son mayores de lo que cabría esperar por casualidad; hay una diferencia estadísticamente significativa ($P = 0,009$).

Para aislar el grupo o grupos que difieren de los demás, se utilizó un procedimiento de comparación múltiple a través de la prueba de Tukey (Tabla 6).

Tabla 6 Procedimientos de comparación múltiple por pares DQO (prueba de Tukey):

Comparación	Diferencias de medidas	p	q	P	P<0.050
T9 pH7, 0.30 vs. T2 pH5, 0.10	55.000	9	6.685	0.005	Si
T9 pH7, 0.30 vs. T1 pH3, 0.10	25.333	9	3.079	0.461	No
T9 pH7, 0.30 vs. T6 pH7, 0.20	18.000	9	2.188	0.818	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T5 pH5, 0.20	16.667	9	2.026	0.869	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T4 pH3, 0.20	12.000	9	1.459	0.976	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T3 pH7, 0.10	11.333	9	1.378	0.983	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T7 pH3, 0.30	7.333	9	0.891	0.999	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T8 pH5, 0.30	3.333	9	0.405	1.000	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T2 pH5, 0.10	51.667	9	6.280	0.009	Si
T8 pH5, 0.30 vs. T1 pH3, 0.10	22.000	9	2.674	0.629	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T6 pH7, 0.20	14.667	9	1.783	0.929	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T5 pH5, 0.20	13.333	9	1.621	0.957	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T4 pH3, 0.20	8.667	9	1.053	0.997	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T3 pH7, 0.10	8.000	9	0.972	0.998	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T7 pH3, 0.30	4.000	9	0.486	1.000	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T2 pH5, 0.10	47.667	9	5.794	0.018	Si
T7 pH3, 0.30 vs. T1 pH3, 0.10	18.000	9	2.188	0.818	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T6 pH7, 0.20	10.667	9	1.296	0.989	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T5 pH5, 0.20	9.333	9	1.134	0.995	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T4 pH3, 0.20	4.667	9	0.567	1.000	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T3 pH7, 0.10	4.000	9	0.486	1.000	No aprueba
T3 pH7, 0.10 vs. T2 pH5, 0.10	43.667	9	5.307	0.035	Si
T3 pH7, 0.10 vs. T1 pH3, 0.10	14.000	9	1.702	0.944	No aprueba
T3 pH7, 0.10 vs. T6 pH7, 0.20	6.667	9	0.810	1.000	No aprueba
T3 pH7, 0.10 vs. T5 pH5, 0.20	5.333	9	0.648	1.000	No aprueba
T3 pH7, 0.10 vs. T4 pH3, 0.20	0.667	9	0.0810	1.000	No aprueba
T4 pH3, 0.20 vs. T2 pH5, 0.10	43.000	9	5.226	0.039	Si
T4 pH3, 0.20 vs. T1 pH3, 0.10	13.333	9	1.621	0.957	No aprueba
T4 pH3, 0.20 vs. T6 pH7, 0.20	6.000	9	0.729	1.000	No aprueba
T4 pH3, 0.20 vs. T5 pH5, 0.20	4.667	9	0.567	1.000	No aprueba
T5 pH5, 0.20 vs. T2 pH5, 0.10	38.333	9	4.659	0.081	No
T5 pH5, 0.20 vs. T1 pH3, 0.10	8.667	9	1.053	0.997	No aprueba
T5 pH5, 0.20 vs. T6 pH7, 0.20	1.333	9	0.162	1.000	No aprueba
T6 pH7, 0.20 vs. T2 pH5, 0.10	37.000	9	4.497	0.099	No aprueba

T6 pH7, 0.20 vs. T1 pH3, 0.10	7.333	9	0.891	0.999	No aprueba
T1 pH3, 0.10 vs. T2 pH5, 0.10	29.667	9	3.606	0.279	No aprueba

Según la tabla 6 se produce un resultado de "no aprueba" para una comparación cuando no se encuentra una diferencia significativa entre dos medias que incluyen esa comparación, aunque parezca que existe uno; para este caso $P > 0.05$. Caso contrario a los resultados obtenidos bajo esta prueba de Tukey, se observa que el tratamiento T9 vs T2 ($P=0.005$), T8 vs T2 ($P=0.009$), T7 vs T2 ($P=0.018$), T3 vs T2 ($P=0.035$) y T4 vs T2 ($P=0.039$) resultan estadísticamente significativos al presentar valores donde $P \leq 0.05$.

3.6.2 Análisis de varianza para la variable de respuesta de color

La prueba de normalidad de Shapiro Wilk da como resultado que la prueba es aceptada $P=0.058$ y la prueba de igualdad de varianza aprobada ($P = 0.682$). Es por ello que los datos se agrupan alrededor de una distribución normal y se aplica el siguiente análisis de varianza.

Tabla 7 Análisis de varianza de color.

Tratamiento	No	Falta	Media	Des. Estándar	Error Estándar de la media
T1,pH3, 0.10A	4	0	48.500	23.331	11.665
T2,pH5, 0.10A	4	0	16.250	4.272	2.163
T3,pH7, 0.10A	4	0	31.500	19.192	9.596
T4,pH3, 0.20A	4	0	52.000	20.050	10.025
T5,pH5, 0.20A	4	0	58.250	31.298	15.649
T6,pH7, 0.20A	4	0	62.000	21.894	10.947
T7,pH3, 0.30A	4	0	63.750	20.966	10.483
T8,pH5, 0.30A	4	0	62.000	19.579	9.789
T9,pH7, .030A	4	0	80.750	24.102	12.051
Fuente de Variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Media cuadratica	F	P
Entre tratamientos	8	11635.222	1454.403	3.120	0.013
Residual	27	12587.0000	466.185		
Total	35	24222.222			

En los resultados del ANOVA indicados en la tabla 7, se puede observar por cada tratamiento el resultado de la media, la desviación estándar y el error estándar de la media. De este modo, la fuente de variación del nivel de significancia "P" entre tratamientos o grupos indica que en alguna de las medias existe diferencia significativa puesto que $P=0.013$, en definitiva, el nivel de significancia resulta ser menor a 0.05.

Para aislar el grupo o grupos que difieren de los demás, al igual que lo realizado con el parámetro de DQO, se utilizó un procedimiento de comparación múltiple a través de la prueba de Tukey (Tabla 8).

Tabla 8 Procedimientos de comparación múltiple por pares para el parámetro de Color (prueba de Tukey):

Comparación	Diferencias de medidas	p	q	P	P<0.050
T9 pH7, 0.30 vs. T2 pH5, 0.10	64.500	9	5.975	0.006	Si
T9 pH7, 0.30 vs. T3 pH7, 0.10	49.250	9	4.562	0.068	No
T9 pH7, 0.30 vs. T1 pH3, 0.10	32.250	9	2.987	0.486	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T4 pH3, 0.20	28.750	9	2.663	0.630	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T5 pH5, 0.20	22.500	9	2.084	0.858	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T6 pH7, 0.20	18.750	9	1.737	0.943	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T8 pH5, 0.30	18.750	9	1.737	0.943	No aprueba
T9 pH7, 0.30 vs. T7 pH3, 0.30	17.000	9	1.575	0.967	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T2 pH5, 0.10	47.500	9	4.400	0.087	No
T7 pH3, 0.30 vs. T3 pH7, 0.10	32.250	9	2.987	0.486	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T1 pH3, 0.10	15.250	9	1.413	0.983	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T4 pH3, 0.20	11.750	9	1.088	0.997	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T5 pH5, 0.20	5.500	9	0.509	1.000	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T6 pH7, 0.20	1.750	9	0.162	1.000	No aprueba
T7 pH3, 0.30 vs. T8 pH5, 0.30	1.750	9	0.162	1.000	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T2 pH5, 0.10	45.750	9	4.238	0.110	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T3 pH7, 0.10	30.500	9	2.825	0.558	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T1 pH3, 0.10	13.500	9	1.251	0.992	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T4 pH3, 0.20	10.000	9	0.926	0.999	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T5 pH5, 0.20	3.750	9	0.347	1.000	No aprueba
T8 pH5, 0.30 vs. T6 pH7, 0.20	0.000	9	0.000	1.000	No aprueba
T6 pH7, 0.20 vs. T2 pH5, 0.10	45.750	9	4.238	0.110	No aprueba
T6 pH7, 0.20 vs. T3 pH7, 0.10	30.500	9	2.825	0.558	No aprueba
T6 pH7, 0.20 vs. T1 pH3, 0.10	13.500	9	1.251	0.992	No aprueba
T6 pH7, 0.20 vs. T4 pH3, 0.20	10.000	9	0.926	0.999	No aprueba
T6 pH7, 0.20 vs. T5 pH5, 0.20	3.750	9	0.347	1.000	No aprueba
T5 pH5, 0.20 vs. T2 pH5, 0.10	42.000	9	3.890	0.177	No aprueba
T5 pH5, 0.20 vs. T3 pH7, 0.10	26.750	9	2.478	0.711	No aprueba
T5 pH5, 0.20 vs. T1 pH3, 0.10	9.750	9	0.903	0.999	No aprueba
T5 pH5, 0.20 vs. T4 pH3, 0.20	6.250	9	0.579	1.000	No aprueba
T4 pH3, 0.20 vs. T2 pH5, 0.10	35.750	9	3.312	0.354	No aprueba
T4 pH3, 0.20 vs. T3 pH7, 0.10	20.500	9	1.899	0.909	No aprueba
T4 pH3, 0.20 vs. T1 pH3, 0.10	3.500	9	0.324	1.000	No aprueba

T1 pH3, 0.10 vs. T2 pH5, 0.10	32.250	9	2.987	0.486	No aprueba
T1 pH3, 0.10 vs. T3 pH7, 0.10	17.000	9	1.575	0.967	No aprueba
T3 pH7, 0.10 vs. T2 pH5, 0.10	15.250	9	1.413	0.983	No aprueba

El análisis de varianza realizado sobre los datos obtenidos, nos permite ver que la diferencia entre algunos de los porcentajes de remoción logrados por los tratamientos evaluados es significativa. Con la intención de señalar los tratamientos que presentan diferencias estadísticamente significativas, en el siguiente apartado (Tabla 8) se presenta el resultado del análisis de la prueba de Tukey que, en este caso demostró que existe diferencia significativa entre las medias de las comparaciones en el tratamiento T9 vs T2; es decir pH7, 0.30A vs. pH5, 0.10A.

CAPITULO IV.

CONCLUSIONES

4. Conclusiones

La oxidación anódica usando como ánodo el electrodo de DDB, demostró ser eficiente para oxidar los contaminantes presentes en residuos líquidos provenientes de las pruebas de Tinción de Gram.

De los tratamientos ensayados, y bajo una dilución 1:50, el mejor de ellos fue el T9 (pH 7 a 0.30 A) con remociones del 100% en DQO y Color, y del 96.7% en SST, esto es, un efluente final con solo 15 mg/L de SST. El tiempo de reacción fue de 120 minutos.

Asimismo, las pruebas estadísticas (ANOVA) arrojaron que existen diferencias significativas entre ciertos tratamientos, y las pruebas de Tukey permitieron observar entre qué tratamientos se dieron. En términos generales, estas pruebas comprobaron que el T9 fue el mejor en la remoción de contaminantes.

Bibliografía

- Albis Arrieta, A. R., López Rangel, A. J., Romero Castilla, M. C., Albis A., A., López, A. J., & Romero, M. C. (2017). Removal of methylene blue from aqueous solutions using cassava peel (*Manihot esculenta*) modified with phosphoric acid. *Prospectiva*, 15(2), 60–73. <https://doi.org/10.15665/rp.v15i2.777>
- Alvarado, A. I. H. (2015). *Universidad de Ciencias y Artes de Chiapas*. 1–103. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.26997.37607>
- Bermeo Garay, M., & Tinoco Gómez, O. (2016). Removal of dyes from synthetic effluent of the textile industry applying advanced technology. *Industrial Data*, 19(2), 91. <https://doi.org/10.15381/idata.v19i2.12844>
- Nidheesh, P. V., Zhou, M., & Oturan, M. A. (2018). An overview on the removal of synthetic dyes from water by electrochemical advanced oxidation processes. *Chemosphere*, 197, 210–227. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.12.195>
- Rodríguez, P. A., & Arenas, R. (2018). Hans Christian Gram y su tinción. *Dermatología Cosmética, Médica y Quirúrgica*, 16(2), 166–167. <https://www.medigraphic.com/pdfs/cosmetica/dcm-2018/dcm182n.pdf>
- Sanz, J., Lombraña, J. I., & De Luis, A. (2013). State of the art in advanced oxidation to industrial effluents: New developments and future trends. *Afinidad*, 70(561), 24–32.
- Terán, M. (2016). Study of the application of advanced oxidation processes to polluted waters. *Repositorio Unitécnica de Cataluña*, 100. https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2117/88273/01_TFG.pdf
- Trujillo, j. M. V. (2015). Influence of chloride concentration on the removal of color and organic matter (dco and cot) in type III leachates using anodic oxidation processes. *Universidad de ciencias y artes de chiapas*.
- Vargas, d. A. V. (2019). Evaluation of the decrease in the pollutant load of the dyes associated with gram staining using activated carbon encapsulated in sodium alginate. *2001*, 5–10.
- Vincenzo Naddeo, A. C. (2013). Wastewater Treatment by Combination of Advanced Oxidation Processes and Conventional Biological Systems. *Journal of Bioremediation & Biodegradation*, 04(08). <https://doi.org/10.4172/2155-6199.1000208>
- Yu, H., Nie, E., Xu, J., Yan, S., Cooper, W. J., & Song, W. (2013). Degradation of Diclofenac by Advanced Oxidation and Reduction Processes: Kinetic Studies, Degradation Pathways and Toxicity Assessments. *Water Research*, 47(5), 1909–1918. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2013.01.016>

Anexos 1

Preparación de soluciones y DQO de acuerdo a la NMX-AA-030/ SCFI-2011

1.1.1 Dicromato de potasio, disolución de referencia certificada (donde aplique), $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,10 \text{ mol/L}$ (intervalo de hasta 1 000 mg/L de DQO-TS).

Disolver $(29,418 \pm 0,005)$ g de dicromato de potasio (secado a $105 \text{ }^\circ\text{C}$ por $2 \text{ h} \pm 10 \text{ min}$) en aproximadamente 600 ml de agua en un vaso de precipitado.

Agregar cuidadosamente 160 ml de ácido sulfúrico concentrado (véase 6.4.1) con agitación. Dejar enfriar y diluir a 1 000 ml en un matraz volumétrico.

La disolución es estable al menos por seis meses.

1.1.2 Ácido sulfúrico

Ácido sulfúrico concentrado, $\gamma(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$. (A)

Ácido sulfúrico diluido, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4 \text{ mol/L}$.

A un vaso que contenga aproximadamente 500 ml de agua, añadir cuidadosamente con agitación, (220 ± 10) ml de ácido sulfúrico concentrado (A). Dejar enfriar y diluir a $(1\ 000 \pm 10)$ ml en una probeta.

Almacenar en un frasco de vidrio.

La disolución es estable por doce meses.

Ácido sulfúrico diluido, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,8 \text{ mol/L}$.

A un vaso que contenga (180 ± 2) ml de agua, añadir cuidadosamente con agitación, (20 ± 1) ml de ácido sulfúrico concentrado (véase 6.4.1).

La disolución es estable por doce meses.

1.1.3 Disolución de Sulfato de mercurio

Disolución de sulfato de mercurio (II), $c(\text{HgSO}_4) = 1,35 \text{ mol/L}$.

Disolver (80 ± 1) g de sulfato de mercurio grado reactivo en (200 ± 2) ml de ácido sulfúrico diluido.

Precaución: Este reactivo es muy tóxico. Para los peligros asociados.

La disolución es estable por doce meses.

1.1.4 Sulfato de plata en ácido sulfúrico

Sulfato de plata en ácido sulfúrico, $c(\text{Ag}_2\text{SO}_4) = 0,038\ 5 \text{ mol/L}$.

Disolver ($24,0 \pm 0,1$) g de sulfato de plata en 2 L de ácido sulfúrico concentrado.

Para obtener una disolución satisfactoria, agite la mezcla inicial. Deje reposar una noche y después agite nuevamente con el fin de disolver todo el sulfato de plata.

Almacenar en botella de vidrio oscuro protegido de la luz directa del sol.

La disolución es estable por doce meses.

1.1.5 Reactivos premezclados

Reactivos premezclados preparados (con un intervalo de DQO-TS de hasta 1 000 mg/L).

Colocar ($0,50 \pm 0,01$) mL de dicromato de potasio (véase 6.3) en tubos de digestión individuales (véase 7.1.2). Agregar con cuidado ($0,20 \pm 0,01$) mL de disolución de sulfato de mercurio (II) (véase 6.5), seguido de ($2,50 \pm 0,01$) mL de sulfato de plata

Agitar cuidadosamente y a continuación, tape los tubos. Deje reposar una noche para enfriar. Agitar de nuevo antes de su uso.

Este reactivo preparado es estable por un año si se almacena en lugar oscuro a temperatura ambiente.

1.2 Demanda química de oxígeno (DQO)

El procedimiento consistió en adicionar 0.5 ml de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$), 0.2 ml de disolución de sulfato de mercurio ($HgSO_4$), 2.5 ml de sulfato de plata (Ag_2SO_4), seguido de los 2 ml de la alícuota de cada muestra. Almacenar adecuadamente los tubos sellados de digestión usados para posteriormente concluida la preparación de las muestras se colocaron los tubos en una de calentamiento. Calentar el contenido a $150\text{ }^\circ\text{C}$ durante $2\text{ h} \pm 10\text{ min}$.

Retirar los tubos de la placa de calentamiento y dejar enfriar a $60\text{ }^\circ\text{C}$ o menos. Mezclar el contenido invirtiendo cuidadosamente cada tubo varias veces mientras permanezcan calientes. Después, dejar enfriar los tubos a temperatura ambiente antes de medir la absorbancia.

Detección Espectrofotométrica

Si las muestras digeridas enfriadas son claras, medir la absorbancia a 600 nm utilizando el espectrofotómetro. Los resultados obtenidos mediante lectura directa del instrumento o por comparación contra la gráfica de calibración.

Anexo 2

pH

Se determinó el potencial de hidrógeno de acuerdo a la norma **NMX-AA-008-SCFI-2011** por el método electrométrico, utilizando 100 ml diluido 1 a 50 como muestra del residuo, se agitó por 20 minutos y se dejó reposar por 10 minutos. Posteriormente se hizo la lectura del pH con un potenciómetro marca HANNA Instruments

Anexo 3

Color

El color se obtuvo con el método estándar de platino-cobalto descrito en la norma **NMX-AA-045-SCFI-2016** basado en la medición de color verdadero. Para las lecturas de color se utilizó el equipo DR/890 Colorimeter marca HACH.

Anexo 4

Sólidos suspendidos totales

El análisis de los sólidos suspendidos totales se hizo en apego a la norma **NMXAA-034-SCFI-2015**. Utilizando crisoles Gooch previamente preparados en peso constante. A los cuales se les introdujo el filtro de fibra de vidrio y se dejó filtrar 20 ml de la muestra aplicando vacío con un matraz Kitasato y una bomba de vacío. Posteriormente se dejó secar en el horno a 110°C durante una hora y 20 minutos en el desecador para su enfriamiento correspondiente. Se finalizó pesando el crisol Gooch en la balanza analítica.

El valor se obtuvo aplicando la siguiente fórmula:

$$SST = \frac{(m_6 - m_2)}{V} 1\ 000\ 000$$

SST: Son los sólidos suspendidos totales, en mg/L;

m₂: Es la masa del soporte de secado con el filtro antes de la filtración, en g;

m₆: Es la masa del soporte de secado con el filtro, en g;

V: Es el volumen de la muestra, en mL.

Anexo 5

Intervalo de confianza

P= 0.013; intervalo de confianza 0.95

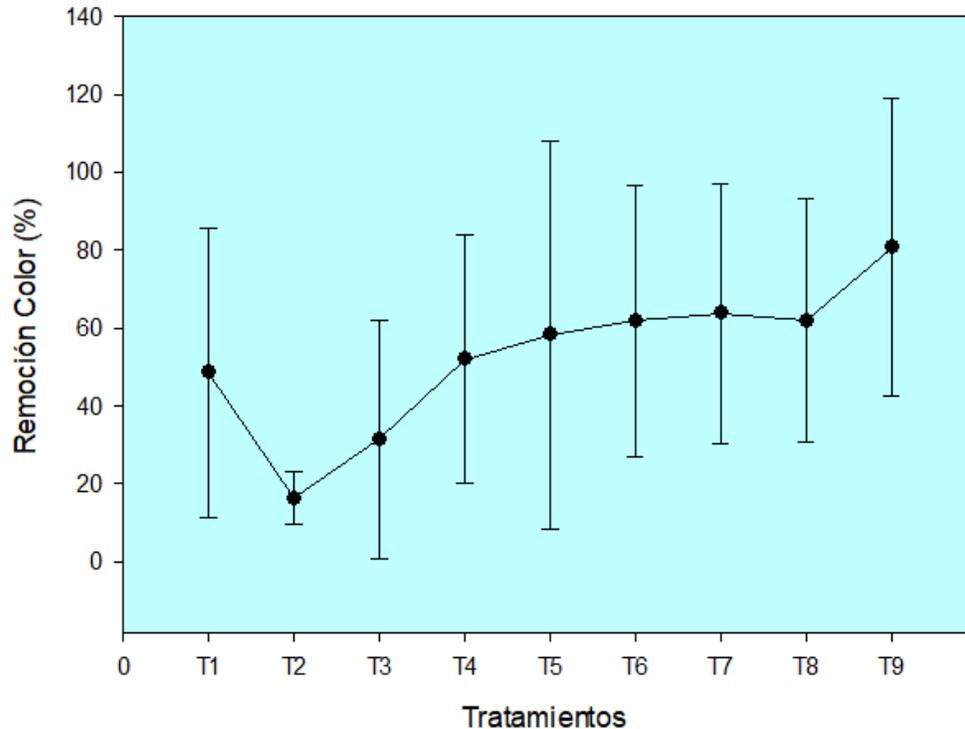


Figura 14 Análisis de varianza entre tratamientos en Color (PtCo)

En la Figura 14 se puede observar los nueve tratamientos con el intervalo de confianza del 95%. En lo esencial, las medias de los porcentajes de remoción en los tratamientos T1, T2 y T3 se encuentran por debajo del 50%, sin embargo, la prueba Tukey considera el tratamiento (T2) estadísticamente significativo al compararlo con el mejor tratamiento (T9); este último está representado por una media ligeramente por encima del 80% de remoción. Ahora bien, en el caso de los tratamientos (T4, T5, T6, T7, T8) los valores de las medias no son estadísticamente significativos, pero también debe señalarse que las medias de los porcentajes de remoción no son suficientemente altos para representar importancia en el estudio, por consiguiente, se observa que todos los intervalos de estos tratamientos (T4, T5, T6, T7, T8) se solapan o transponen.

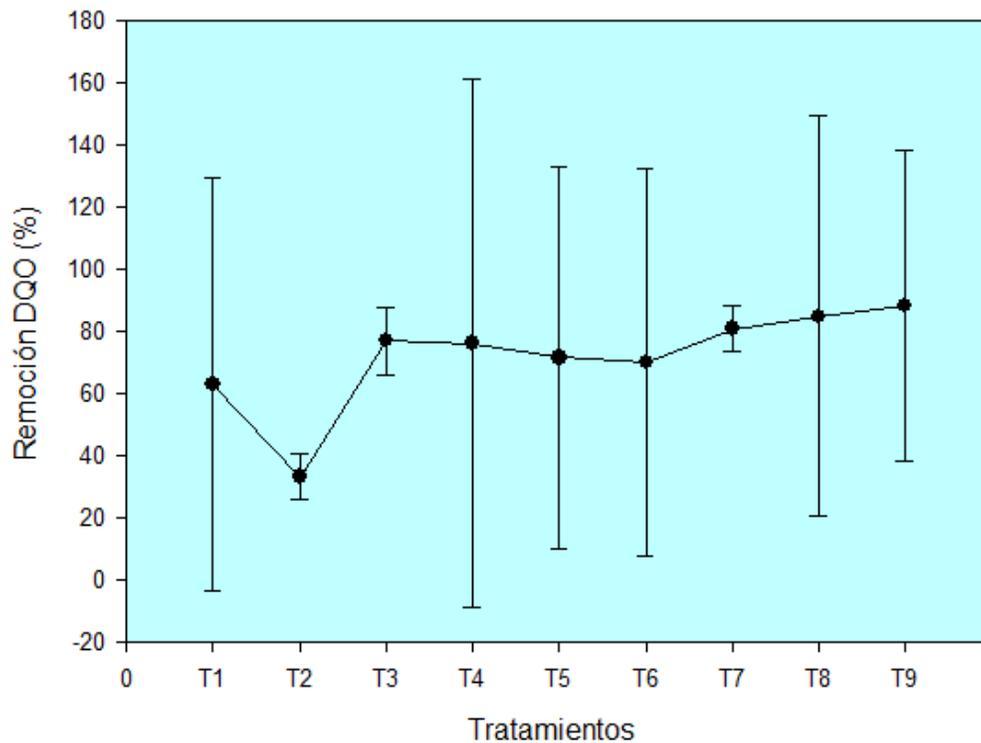


Figura 15 Análisis de varianza entre tratamientos en DQO.

Al comparar los resúmenes estadísticos de la prueba Tukey presentados en la tabla anterior (Tabla 6), con la figura 15 donde no solo se presenta la media sino también el intervalo de confianza, se observa cierta similitud; sin embargo, no todos los tratamientos considerados estadísticamente significativos presentan importancia para el estudio. Como se puede apreciar los tratamientos T3 y T4 se quedan cerca de obtener el nivel óptimo de una remoción igual o mayor al 80% en DQO. El tratamiento T3 presenta un intervalo de confianza ± 10 y el T4 presenta un intervalo de confianza ampliamente disperso de la media ± 85 . Por el contrario, los tratamientos T7, T8 y T9 fueron los que obtuvieron medias por encima del 80%, sin embargo, para estos dos últimos tratamientos, la dispersión del intervalo de confianza es amplio y se transpone uno con otro. Para los tratamientos finales el menos eficiente fue el tratamiento T2 con valores por debajo del 50% de remoción. El resto de los tratamientos T1, T5, T6 presentan valores de la media muy parecidos entre sí, intervalos de confianza sesgados y, no representan importancia para el estudio.

Anexo 6

Remoción de color y DQO con el error obtenido

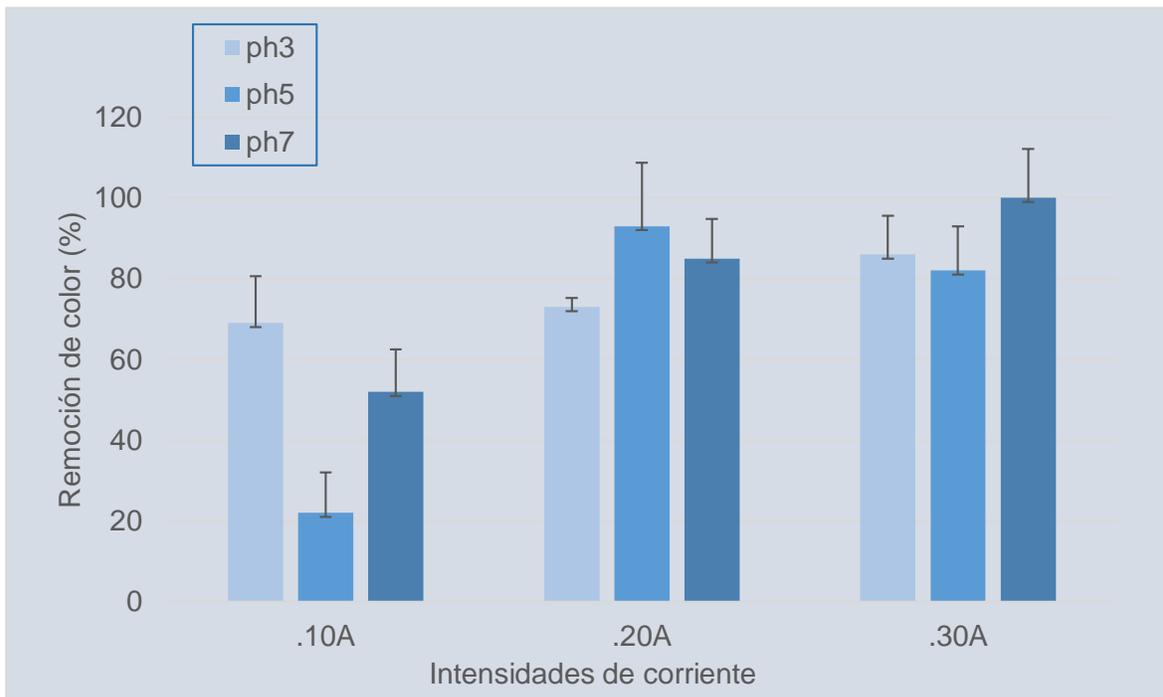


Figura 16 Remoción de color con el error obtenido.

Los resultados obtenidos en las pruebas de tratabilidad por oxidación anódica se presentan en la Figura 16, y como puede verse, bajo las condiciones evaluadas, existe una relación directa entre la remoción de color y la intensidad de corriente suministrada al sistema, es decir, cuanto mayor sea intensidad de corriente, mayor será la remoción de color. Según lo mostrado en la tabla 8 y en complemento con la fig.17 el tratamiento T9 es aprobado significativamente respecto a la prueba de Tukey, por consiguiente, los resultados del tratamiento T9 se pueden inferir como de importancia en el estudio.

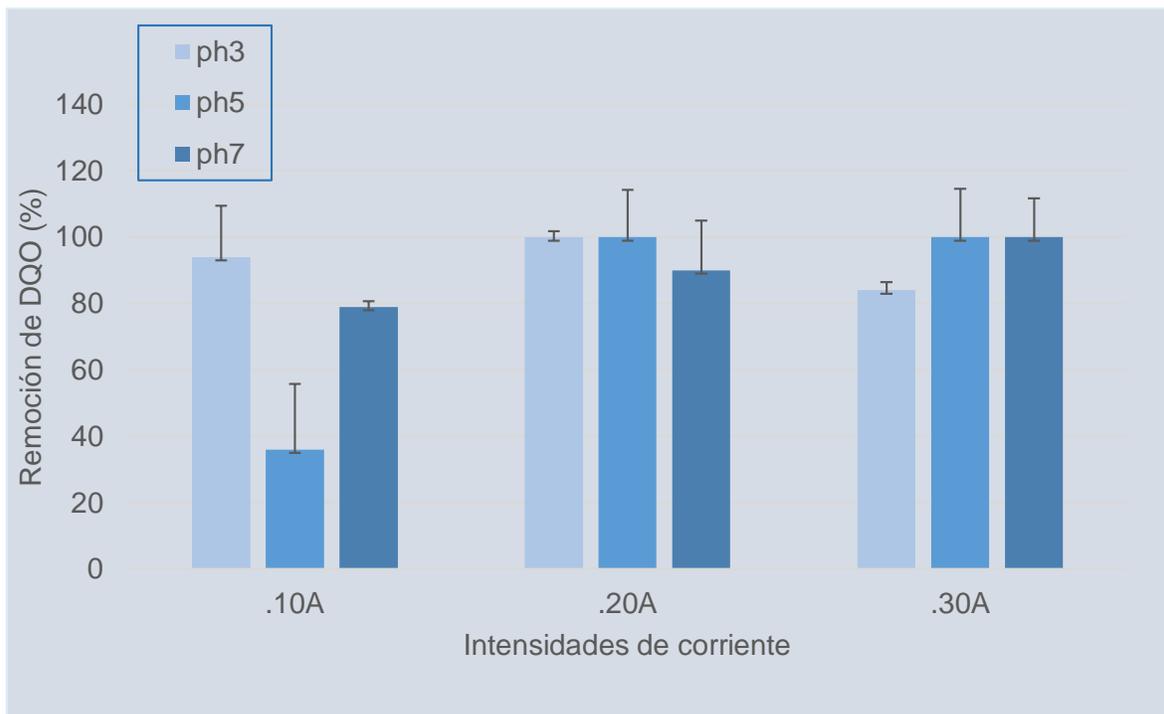


Figura 17 Remoción de DQO con el error obtenido.

Los resultados obtenidos en las pruebas de tratabilidad por oxidación anódica se presentan en la Figura 17, como puede verse en esta figura bajo las condiciones evaluadas de remoción de DQO y la intensidad de corriente suministrada al sistema, se observó que los mejores tratamientos fueron T1, T4, T5, T6, T7, T8 y T9, pero según lo señalado en la tabla 6 y en complemento con la fig.15 los tratamientos T3, T4, T7, T8 y T9 son aprobados significativamente respecto a la prueba de Tukey. Sin embargo, los tratamientos que por su porcentaje de remoción resultan importantes para el estudio son T7, T8y T9,