UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CENTRO DEL PERÚ

ESCUELA DE POSGRADO

UNIDAD DE POSGRADO DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

TESIS

Degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente

PRESENTADA POR:

Janeth Igraine Rojas Rojas

PARA OPTAR EL GRADO ACADÉMICO DE:

MAESTRA EN INGENIERÍA AMBIENTAL

Huancayo – Perú

2024

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CENTRO DEL PERÚ
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE POSGRADO

ACTA DE SUSTENTACIÓN DE TESIS

BACHILLER: JANETH IGRAINE ROJAS ROJAS.

Siendo las diecinueve horas, del día viernes ocho del mes de marzo del año dos mil veinticuatro, en la sala virtual de la plataforma Microsoft Teams de la Unidad de Posgrado de la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Nacional del Centro del Perú; con la presencia del jurado examinador, conformado por los catedráticos:

PRESIDENTE	**: Dr. Venancio Santiago NAVARRO RODRÍGUEZ.**
SECRETARIO	**: Dr. Iván Luis OSORIO LOPEZ.**
ASESOR	**: Dr. Wilder Efrain EUFRACIO ARIAS.**
VOCAL (01)	**: Dr. Wilder Efrain EUFRACIO ARIAS.**
VOCAL (02)	**: Ms. Yessica BENDEZU ROCA.**
VOCAL (03)	**: Dra. Gladys Maritza ÁVILA CARHUALLANQUI.**

Se reunieron para la sustentación virtual, oral y pública de la Tesis para optar el grado Académico de MAESTRA en INGENIERÍA AMBIENTAL, de la Egresada **JANETH IGRAINE ROJAS ROJAS.**

Después de darse lectura al Expediente N° 299972, en el que consta el cumplimiento de todas las disposiciones reglamentarias, los señores miembros del jurado, recepcionaron la Tesis titulada:

" Degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente"

Y formuladas las preguntas, estas fueron defendidas y absueltas por el graduando.

Acto seguido el jurado procedió a la votación, el que dio como resultado el siguiente calificativo:

Vocal (01) :.. *17.00....(Bueno)*.....

Vocal (02) :.. *17.00....(Bueno)*.....

Vocal (03) :.. *17.00....(Bueno)*.....

PROMEDIO:..... *17.00....(Bueno)*.....

Siendo las... *20.10*...horas, se dio por concluido el acto de sustentación, firmando al pie los presentes.

Dr. Venancio Santiago NAVARRO RODRÍGUEZ
Presidente

Dr. Iván Luis OSORIO LOPEZ
Secretario

Dr. Wilder Efrain EUFRACIO ARIAS
(Vocal 1)

Ms. Yessica BENDEZU ROCA
(Vocal 2)

Dra. Gladys Maritza ÁVILA CARHUALLANQUI
(Vocal 3)

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CENTRO DEL PERÚ
ESCUELA DE POSGRADO

UNIDAD DE POSGRADO DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

TESIS:

Degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente

PRESENTADA POR:
Janeth Igraine Rojas Rojas

PARA OPTAR AL GRADO ACADÉMICO DE:
MAESTRA EN INGENIERÍA AMBIENTAL

APROBADA POR EL JURADO SIGUIENTE:

PRESIDENTE:

Dr. Venancio Santiago Navarro Rodriguez

SECRETARIO:

Dr. Iván Luis Osorio López

PRIMER MIEMBRO:

Dr. Wilder Efraín Eufracio Arias

SEGUNDO MIEMBRO:

Ms. Yessica Bendezú Roca

TERCER MIEMBRO:

Dra. Gladys Maritza Ávila Carhuallanqui

ASESOR DE TESIS:

Dr. Wilder Efraín Eufracio Arias

Huancayo, 08 de marzo de 2024

ASESOR:

Dr. WILDER EFRAÍN EUFRACIO ARIAS
DNI: 21298421
CODIGO ORCID: 0000-0002-3772-5385

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CENTRO DEL PERÚ
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
UNIDAD DE POSGRADO

INFORME N° 001-2024-WEEA-FIQ-UNCP

AL : Dr. VENANCIO SANTIAGO NAVARRO RODRIGUEZ
Director de la Unidad de Posgrado de la Facultad de Ingeniería Química

DE : Dr. WILDER EFRAÍN EUFRACIO ARIAS
Docente Asesor de Tesis – UPG – FIQ – UNCP

ASUNTO : REPORTE DE SIMILITUD DE CONTENIDO (TURNITIN)

FECHA : Huancayo, 20 de febrero del 2024

Mediante el presente me dirijo a usted para saludarle y la vez hacer de su conocimiento, que después de haber procedido a la verificación de similitud con el TURNITIN, en cumplimiento a la Ley Universitaria N° 30220, Estatuto de la UNCP, Reglamento de investigación y la Resolución N° 2064-CU-2017 del Código de Ética de Investigación de la UNCP, el resultado fue el siguiente:

TÍTULO DE TESIS	TESISTA	RESULTADO DE SIMILITUD
"DEGRADACIÓN OXIDATIVA DE LA ANILINA EN SOLUCIÓN ACUOSA UTILIZANDO PERSULFATO ACTIVADO TÉRMICAMENTE"	JANETH IGRAINE ROJAS ROJAS	18%

Adjunto el documento de visualización para lo cual se informa a usted para los fines correspondientes. En consecuencia, recomiendo que el tesista continúe con sus trámites correspondientes en tanto que el porcentaje de similitud no supera el máximo de 20% exigido por el reglamento, salvo mejor parecer.

Agradeciendo su atención especial al presente me despido reiterándole mi estima personal.

Atentamente,

Dr. WILDER EFRAÍN EUFRACIO ARIAS
DOCENTE - ASESOR

cc. Archivo.

Tesis Janeth I. Rojas Rojas

por Wilder Efrain Eufracio Arias

Fecha de entrega: 28-nov-2023 05:42p.m. (UTC-0500)
Identificador de la entrega: 2241287460
Nombre del archivo: Tesis_Final_JI_Corregido.pdf (2.01M)
Total de palabras: 22369
Total de caracteres: 117979



Tesis Janeth Igraine Rojas Rojas

INFORME DE ORIGINALIDAD

18%	17%	2%	8%
INDICE DE SIMILITUD	FUENTES DE INTERNET	PUBLICACIONES	TRABAJOS DEL ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

1	repositorio.uncp.edu.pe Fuente de Internet	6%
2	Submitted to Universidad Nacional del Centro del Peru Trabajo del estudiante	4%
3	www.scribd.com Fuente de Internet	2%
4	hdl.handle.net Fuente de Internet	1%
5	repositorio.upct.es Fuente de Internet	1%
6	repositorio.ucv.edu.pe Fuente de Internet	1%
7	Submitted to Consorcio CIXUG Trabajo del estudiante	<1%
8	rua.ua.es Fuente de Internet	1%
9	scielo.sld.cu Fuente de Internet	



		<1 %
10	es.scribd.com Fuente de Internet	<1 %
11	repositorio.ug.edu.ec Fuente de Internet	<1 %
12	repositorio.utelesup.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
13	www.ing.unlp.edu.ar Fuente de Internet	<1 %
14	doi.org Fuente de Internet	<1 %
15	Daniel López Rodríguez. "Recuperación del colorante de aguas residuales textiles mediante nanoarcillas para su reutilización como pigmentos y nuevos baños de tintura", Universitat Politecnica de Valencia, 2023 Publicación	<1 %
16	Submitted to Universidad Cesar Vallejo Trabajo del estudiante	<1 %
17	dokumen.pub Fuente de Internet	<1 %
18	stutzartists.org Fuente de Internet	1 %
	Submitted to Universidad de Cádiz	

19	Trabajo del estudiante	<1 %
20	repositorio.concytec.gob.pe Fuente de Internet	<1 %
21	www.medicentro.com.co Fuente de Internet	<1 %
22	Zhibo Liu, Xin Ren, Xiaoyue Duan, Ajit K. Sarmah, Xuesong Zhao. "Remediation of environmentally persistent organic pollutants (POPs) by persulfates oxidation system (PS): A review", Science of The Total Environment, 2022 Publicación	<1 %
23	worldwidescience.org Fuente de Internet	<1 %
24	www.norkem.es Fuente de Internet	<1 %
25	dspace.unitru.edu.pe Fuente de Internet	<1 %
26	Joseph, C.G.. "Sonophotocatalysis in advanced oxidation process: A short review", Ultrasonics - Sonochemistry, 200906 Publicación	<1 %
27	Katherine Huddersman, Aghogho Ekp Leo Asuelimen. "Application of AOPs i. treatment of OSPAR chemicals and a	1 %

comparative cost analysis", Critical Reviews in Environmental Science and Technology, 2019
Publicación

28	doktori.bibl.u-szeged.hu Fuente de Internet	<1 %
29	Submitted to urjc Trabajo del estudiante	<1 %
30	www.coursehero.com Fuente de Internet	<1 %
31	Submitted to Universidad del Valle de Guatemala Trabajo del estudiante	<1 %
32	aminoapps.com Fuente de Internet	<1 %

Excluir citas	Activo	Excluir coincidencias	< 15 words
Excluir bibliografía	Activo		



DEDICATORIA

A mi familia, en especial a mi madre Norma y hermanas Judith, Isabel y Rosmery que siempre han sido el motor que impulsa mis sueños, porque siempre estuvieron a mi lado motivándome para seguir adelante y lograr este objetivo.

AGRADECIMIENTO

A los docentes de posgrado de la Facultad de Ingeniería Química, por los conocimientos impartidos a lo largo del desarrollo de la maestría.

Al Dr. Wilder Efraín Eufracio Arias por aceptar ser mi asesor, por compartir sus conocimientos de manera profesional e invaluable, por su dedicación, perseverancia y tolerancia.

A mi familia por su apoyo incondicional, fueron importantes para lograr este fin.

Y a todos aquellos que durante este tiempo han ayudado a que esta tesis sea hoy una realidad.

ÍNDICE

ASESOR iv
DEDICATORIA xiii
AGRADECIMIENTO xiv
ÍNDICE xv
Índice de Tablas xvii
Índice de Figuras xviii
GLOSARIO DE TÉRMINOS xix
RESUMEN xxi
ABSTRACT xxii
INTRODUCCION 23

CAPÍTULO I

MARCO TEÓRICO

1.1 Antecedentes o marco referencial 24
1.2 Bases teóricas y conceptuales 27
1.2.1 Aguas residuales 27
a) Caracterización de aguas residuales. 27
1.2.2 Aguas residuales textiles 29
1.2.3 Tratamiento de aguas residuales textiles 30
a) Procesos fisicoquímicos. 31
b) Tratamiento químico. 32
c) Tratamiento biológico. 35
1.2.4 Procesos de oxidación avanzada (POA) 37
a) Ozonización. 39
b) Radiación ultravioleta (UV). 40
c) Oxidación de Fenton. 41
d) Peróxido de hidrógeno. 41
e) Métodos de cavitación. 42
f) Fotocatálisis. 43
g) Oxidación por aire húmedo. 43
h) POA mejorados por microondas. 44
i) Oxidación electroquímica. 45
1.2.5 Procesos de oxidación avanzada basadas en el radical sulfato 46
1.2.6 Colorantes 48
a) Colorantes naturales. 49
b) Colorantes sintéticos. 50
1.2.7 Anilina 51

1.3 Definición de términos básicos 52
1.4 Hipótesis de la investigación 53
1.5 Operacionalización de las variables 53
CAPÍTULO II
DISEÑO METODOLÓGICO
2.1 Tipo y nivel de investigación 55
2.2 Métodos de investigación 55
2.3 Diseño de investigación 55
2.4 Población y muestra 57
2.4.1 Población 57
2.4.2 Muestra 57
2.4.3 Técnica de muestreo 58
2.5 Técnicas e instrumentos de recopilación de datos 58
2.5.1 Curva de calibración de absorbancia vs concentración de anilina 58
2.5.2 Determinación de la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa 59
2.6 Técnica de procesamiento de datos 59
CAPÍTULO III
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS
3.1 Presentación, análisis e interpretación de los datos 60
3.1.1 Principales estadísticos descriptivos de las variables 60
3.1.2 Curva de calibración de absorbancia vs concentración de anilina 60
3.1.3 Determinación de la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa 61
3.1.4 Determinación de la relación que existe entre la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción con la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa 64
3.2 Proceso de la prueba de hipótesis 69
3.3 Discusión de resultados 71
CONCLUSIONES 78
RECOMENDACIONES 79
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS 80
ANEXOS 83
Anexo A: Constacia de análisis 84
Anexo B: Fotografías 86

Índice de Tablas

Tabla 1. Característica de las aguas residuales textiles 30
Tabla 2. Clasificación de los POA 38
Tabla 3. Potencial de oxidación de diferentes oxidantes utilizados en los POA 39
Tabla 4. Operacionalización de las variables independientes y dependiente 54
Tabla 5. Niveles de las variables independientes 56
Tabla 6. Matriz de diseño 57
Tabla 7. Estadísticos descriptivos de la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa en función a la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción 60
Tabla 8. Absorbancia y concentración de anilina en solución acuosa 60
Tabla 9. Absorbancia de la solución de anilina después de la degradación oxidativa con persulfato activado térmicamente 62
Tabla 10. Concentración de la solución de anilina después de la degradación oxidativa con persulfato activado térmicamente 63
Tabla 11. Eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa por persulfato activado térmicamente 64
Tabla 12. Análisis de varianza 70

Índice de Figuras

Figura 1. Representación esquemática de procesos típicos de oxidación avanzada 37
Figura 2. Curva de calibración de absorbancia vs concentración de anilina 61
Figura 3. Gráfica de efectos principales de la con la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa por persulfato activado térmicamente 65
Figura 4. Gráfica de contorno de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con la dosis de persulfato y temperatura 66
Figura 5. Gráfica de superficie de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con la dosis de persulfato y temperatura 66
Figura 6. Gráfica de contorno de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con tiempo de reacción y temperatura 67
Figura 7. Gráfica de superficie de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con tiempo de reacción y temperatura 67
Figura 8. Gráfica de contorno de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con tiempo de reacción y dosis de persulfato 68
Figura 9. Gráfica de superficie de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con tiempo de reacción y dosis de persulfato 68
Figura 10. Optimización de la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente 69
Figura 11. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados 71
Figura 12. Persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) 86
Figura 13. Pesado de la anilina 86
Figura 14. Soluciones de anilina a diferentes concentraciones para la curva de calibración 87
Figura 15. Pesado de persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) 87
Figura 16. Adición de la anilina al agua destilada 88
Figura 17. Adición del persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) 88
Figura 18. Control del pH en la oxidación de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente 89
Figura 19. Control de la temperatura en la oxidación de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente 89
Figura 20. Muestras en degradación de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente 90
Figura 21. Espectrofotómetro Macy UV-1700 90
Figura 22. Cubetas con la muestra para la lectura en el espectrofotómetro Macy UV-1700 91

GLOSARIO DE TÉRMINOS

POA	=	Procesos de oxidación avanzada
COT	=	Carbono orgánico total
DQO	=	Demanda química de oxígeno
DBO	=	Demanda biológica de oxígeno
TDS	=	Sólidos disueltos totales
SS	=	Sólidos suspendidos
WAO	=	Oxidación por aire húmedo
MW	=	Microondas
•OH	=	Radical hidroxilo
H_2O_2	=	Peróxido de hidrógeno
TSS	=	Sólidos suspendidos totales
TDS	=	Sólidos disueltos totales
$O_2•^-$	=	Radical superóxido
OH^-	=	Ion hidroxilo
$HO_2^•$	=	Hidroperoxilo
Fe^{2+}	=	Ion ferroso
Fe^{3+}	=	Ion férrico
$K_2S_2O_8$	=	Persulfato de potasio
PS	=	Persulfato
$S_2O_8^{2-}$	=	Aniones persulfato
$SO_4^{•-}$	=	Radical sulfato
RS	=	Radical sulfato
PAT	=	Persulfato activado térmicamente
NaOH	=	Hidróxido de sodio
HCl	=	Ácido clorhídrico
$Na_2S_2O_8$	=	Persulfato de sodio
NaCl	=	Cloruro de sodio
$NaNO_3$	=	Nitrato de sodio
$NaHCO_3$	=	Bicarbonato de sodio
AF	=	Acido fúlvico
H_2SO_4	=	Ácido sulfúrico
KPS	=	Persulfato de potasio
SBB	=	Sudan black b
AB113	=	Azul ácido 113
ZnO-GAC	=	Carbón activado granular recubierto de zno

MOP	=	2-metoxifenol
US	=	Ultrasonido
O_3	=	Ozono
$KHSO_5$	=	Peroximonosulfato de potasio, PMS
$K_2S_2O_8$	=	Persulfato de potasio, KPS
$Na_2S_2O_8$	=	Persulfato de sodio, SPS

RESUMEN

En la investigación se evaluó la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente. Inicialmente se elaboró la curva de calibración y en cada experimento se preparó 1 L de solución de anilina (50 mg/L), se manipuló la dosis de persulfato (0.75, 1.00 y 1.25 g/L), temperatura (50, 60 y 70 °C) y tiempo de reacción (60, 90 y 120 min) y se fijó el pH en 7. La mayor eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa es 99.90% a la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción de 1.25 g/L, 70 °C y 90 min, respectivamente. A las condiciones óptimas estimada por el método de superficie la degradación es 100% a 1.25 g/L, 70 °C y 60 min, respectivamente. Las dosis de persulfato, temperatura y tiempo presentan un efecto positivo o directo con la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa en el intervalo de valores que se consideraron en la investigación. La dosis de persulfato y temperatura influyen significativamente en la eficiencia de degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente. El tiempo de tratamiento, interacciones y componentes cuadráticos de las variables independientes no influyen en la eficiencia de degradación.

Palabras claves: persulfato, activación térmica, anilina.

ABSTRACT

In the investigation, the oxidative degradation of aniline in aqueous solution was evaluated using thermally activated persulfate. Initially, the calibration curve was prepared and in each experiment 1 L of aniline solution (50 mg/L) was prepared, the dose of persulfate (0.75, 1.00 and 1.25 g/L), temperature (50, 60 and 70 °C) and reaction time (60, 90 and 120 min) and the pH was set at 7. The highest degradation efficiency of aniline in aqueous solution is 99.90% at the persulfate dose, temperature and reaction time of 1.25 g/L, 70 °C and 90 min, respectively. At the optimal conditions estimated by the surface method, the degradation is 100% at 1.25 g/L, 70 °C and 60 min, respectively. The doses of persulfate, temperature and time have a positive or direct effect on the degradation efficiency of aniline in aqueous solution in the range of values considered in the research. Persulfate dosage and temperature significantly influence the oxidative degradation efficiency of aniline in aqueous solution using thermally activated persulfate. The treatment time, interactions and quadratic components of the independent variables do not influence the degradation efficiency.

Keywords: persulfate, thermal activation, aniline.

INTRODUCCION

Durante las últimas décadas se han encontrado contaminantes orgánicos, sustancias tóxicas, compuestos sintéticos y diversas sustancias complejas en el suelo, aguas residuales y suministros de agua potable debido al crecimiento demográfico y rápida industrialización. La industria textil es uno de los mayores emisores mundiales de aguas residuales contaminadas, que contienen enormes cantidades de colorantes no biodegradables y otros reactivos (Haspulat Taymaz, 2023). Hay alrededor del 10% al 15% del colorante usado en el efluente liberado por estas industrias. La presencia de compuestos colorantes sintéticos en las fuentes de agua, además de problemas estéticos, puede causar toxicidad a la vida acuática. La medida de control más importante para reducir la concentración de compuestos colorantes en los recursos hídricos es el tratamiento eficiente de los efluentes liberados por las industrias textil y de teñido. (Reza Samarghandi et al., 2020). Los métodos convencionales de tratamiento de aguas residuales, como coagulación, adsorción y oxidación química, exhiben una eficacia limitada en el manejo de aguas residuales textiles. Los procesos de oxidación avanzados (POA), como la generación de radicales hidroxilos, han ganado una atención significativa como una línea de investigación de vanguardia y se han aplicado cada vez más en el tratamiento de aguas residuales desde la década de 1980 (Yang et al., 2023). En los últimos años ha cobrado mayor importancia la investigación y desarrollo de POA basados en radicales sulfato ($SO_4^{\bullet-}$) para la destrucción de compuestos orgánicos resistentes. El calor como tecnología verde es capaz de producir $SO_4^{\bullet-}$ sin el uso de ningún producto químico mediante la escisión de los enlaces peróxido de los aniones PS. Este proceso de oxidación se denomina persulfato activado térmicamente o persulfato activado por calor. (Reza Samarghandi et al., 2020)

El tratamiento con persulfato activado térmicamente de aguas residuales que contiene anilina contribuirá con mitigar la contaminación actual que se genera en las áreas próximas a las empresas textiles. Para lograr altos niveles de eficiencia en la degradación, en la investigación se evaluó la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente, específicamente se determinó la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción del proceso.

El presente informe contiene una sección inicial (dedicatoria, agradecimiento, resumen e introducción) y el cuerpo del trabajo contiene tres capítulos, marco teórico (antecedentes, bases teóricas y conceptuales), diseño metodológico y resultados y discusión de resultados. Finalmente se presenta las conclusiones, recomendaciones, referencias bibliografías y anexos.

CAPÍTULO I
MARCO TEÓRICO

1.1 Antecedentes o marco referencial

Yang et al. (2023) realizaron el tratamiento mejorado de colorantes azoicos (rodamina B) en aguas residuales utilizando persulfato activado por calor con aireación de micronanoburbujas. Para este estudio utilizaron rodamina B, persulfato de sodio ($Na_2S_2O_8$), cloruro de sodio (NaCl), nitrato de sodio ($NaNO_3$), bicarbonato de sodio ($NaHCO_3$), acido fúlvico (AF), hidróxido de sodio (NaOH), ácido sulfúrico (H_2SO_4), metanol al 99.9% y el alcohol terc-butilico al 99%. Evaluaron sistemáticamente los impactos de la concentración de persulfato, temperatura, concentración inicial de rodamina B y pH en la degradación de rodamina B en la oxidación de persulfato activada por calor. La concentración de rodamina B lo determinaron mediante un espectrofotómetro UV visible a una longitud de absorción de 554 ηm. Obtuvieron las condiciones óptimas de reacción a temperatura de 40 °C, concentración de persulfato de 20 mM, concentración inicial de rodamina B de 10 mg/L a un pH de 4.7 obteniendo la tasa máxima de eliminación del 91.75%. Concluyeron que la oxidación de persulfato activado por calor demostró una oxidación eficaz de rodamina B, con la adición de aireación de las microburbujas mostro un efecto sinérgico, mejorando significativamente la degradación de rodamina B, con lo cual se puede considerar como una tecnología prometedora para el tratamiento de aguas residuales de impresión y teñido.

Shuchi et al. (2021) investigaron el tratamiento con persulfato de potasio (KPS) activado por calor del colorante Sudan Black B (SBB), especialmente la cinética y termodinámica de la degradación. Utilizaron sudan black B, persulfato de potasio al 99% y ácido sulfúrico (95-98%). Variaron la temperatura de activación (40-60 °C), dosis de KPS (250-750 ppm) y concentración inicial del colorante (20 a 50 ppm). Lograron la degradación del colorante con la dosis más alta de persulfato de potasio (750 ppm), a 60 °C observaron la degradación más rápida del colorante y lograron una degradación del 100% dentro de los 17 min de reacción para todas las concentraciones de colorante aplicadas. La cinética indicó que la degradación del colorante SBB usando KPS siguió el modelo de primer orden con constantes de velocidad que variaron en un rango de 0.15×10^{-2}-40.5×10^{-2} min^{-1}. Analizaron la absorbancia y el color de las muestras utilizando un espectrofotómetro UV-visible a una longitud de onda de 598 ηm. Concluyeron que el persulfato activado por calor es un método eficaz para lograr una degradación más rápida del colorante en el tratamiento de aguas residuales industriales que contienen colorante SBB.

Reza Samarghandia et al. (2020) degradaron el colorante Azul Ácido 113 (AB113) y realizaron el tratamiento de aguas residuales de la industria textil en un sistema binario de activación de persulfato basado en el uso simultáneo de calor (PAT) y un catalizador de carbón activado granular recubierto de ZnO (ZnO-GAC), utilizaron ácido sulfúrico,

hidróxido de potasio, etanol, alcohol terc-butanol, persulfato de sodio y nitrato de zinc. Optimizaron el tratamiento mediante un diseño compuesto central completo con cinco variables y cinco niveles. Los experimentos lo realizaron en un reactor de 6250 mL de volumen y los valores óptimos para el pH de la solución, tiempo de reacción, concentración de persulfato (PS), dosis de ZnO-GAC y temperatura de la solución fueron 4.7, 50 min, 4.2 mM, 2.5 g/L y 70 °C, respectivamente. En estas condiciones, la eficiencia máxima de eliminación de AB113 en los sistemas de oxidación PS/ZnO-GAC fue 26%, PAT de 83% y PA/ZnO-GAC de 94.2%. Los valores de absorbancia de AB113 lo midieron mediante un espectrofotómetro UV-visible a una longitud de onda máxima de 567nm. Concluyeron que el proceso optimizado PAT/ZnO-GAC mejoró eficazmente la biodegradabilidad de muestras reales de aguas residuales textiles.

Huang et al. (2020) trataron aguas residuales que contienen 2-metoxifenol (MOP) (contaminante típico en las aguas residuales de la industria química del carbón) mediante persulfato con activación sinérgica térmica y alcalina. Utilizaron 2-metoxifenol, alcohol terc-butilico, metanol, persulfato de sodio (≥98%), N-oxido de 5,5-dimetil-1-pirrolidina (≥97%), NaCl, Na_2SO_4, NaOH y H_2SO_4. Investigaron mediante la metodología de superficie de respuesta diseñada por el software Design-Expert. Los resultados mostraron que existe una interacción entre la temperatura, pH y concentración de persulfato activado sinérgicamente con álcalis térmicos. Las condiciones óptimas son 80 °C, pH igual a 12 y concentración de persulfato de 1.2 g/L. La degradación más rápida podría lograrse mediante activación sinérgica térmica-álcali, y la proporción de degradación del 88.4% y 93.8% podría lograrse a pH = 12 en 10 min y 20 min, respectivamente. La concentración de MOP lo determinaron mediante HPLC, los ácidos grasos lo detectaron por cromatografía iónica. Concluyeron que la activación sinérgica termo-álcali del persulfato es un método de oxidación avanzado para degradar la materia orgánica de forma eficaz y podría proporcionar alguna orientación para aplicarlo en degradación de materia orgánica en aguas residuales saladas.

Monteagudo et al. (2017) estudiaron la aplicabilidad de un proceso UV-H_2O_2 intensificado con persulfato (PS) como fuente de radicales sulfatos para mineralizar eficientemente un efluente sintético que contiene anilina en un reactor de vidrio dispuesto en configuración de cascada. Estudiaron las condiciones de pH y concentración de persulfato (PS), utilizaron anilina al 99%, peróxido de hidrógeno al 30%, persulfato sódico al 98%, NaOH y H_2SO_4. La degradación de la anilina alcanzo el 100% en el proceso UV-H_2O_2-PS, en todos los casos al cabo de 20 min. Sin embargo, su mineralización se ve favorecida en condiciones ácidas y con presencia de 250 ppm de persulfato, siendo las condiciones óptimas 49% en 90 min a pH igual a 4. Los distintos mecanismos intermedios fueron identificados por espectrometría de masas, descubriéndose que la anilina sigue una

vía de degradación en la que el fenol es el principal intermediario, concluyendo que la presencia de radicales sulfatos aumenta la velocidad de degradación del fenol, lo que conduce a un mayor grado de mineralización.

Monteagudo et al. (2016) aplicaron el persulfato activado para la eliminación de intermedios de la degradación de aguas residuales de antipirina refractaria al radical hidroxilo. Estudiaron las influencias de la concentración inicial de persulfato, amplitud del ultrasonido, temperatura y tiempo de reacción en la oxidación previa basada en OH^- sobre el grado de mineralización mediante un diseño experimental compuesto central. A las condiciones óptimas de la concentración inicial de $S_2O_8^{2-}$ de 1200 mg/L, temperatura de 50 °C, amplitud del 10%, pH de 2.8, tiempo de reacción de 25 min basado en •OH lograron una degradación completa en 120 min. El análisis de la concentración de antipirina lo realizaron mediante cromatografía líquida de alta resolución con detección UV en modo isocrático, el grado de mineralización de las aguas residuales tratadas lo determinaron mediante un analizador de COT. Concluyeron que este sistema de oxidación a base de persulfato activado es una alternativa potencial para degradar compuestos intermedios, que son refractarios a los radicales hidroxilos.

Hussain et al. (2014) investigaron la degradación de anilina con hierro cero valente (ZVI) como activador de persulfato en solución acuosa. Realizaron experimentos por lotes para investigar los efectos de diferentes parámetros como el pH, concentración de ZVI, concentración de anilina, concentración de persulfato y temperatura de reacción en la degradación de la anilina. utilizaron solución de anilina (10 mM), persulfato (50 mM), agua desionizada, solución buffer de fosfato sodico dibásico y monobásico, NaOH, H_2SO_4 y particulas de ZVI. La concentración de la anilina en fase acuosa lo midieron mediante una columna de HPLC con detector UV a 244 ηm, los productos intermedios de reacción nitrobenceno, nitroso-benceno y p-benzoquinona fue detectado mediante cromatografía de gases y espectrómetro de masas. Los resultados mostraron que la degradación de la anilina aumentó con el incremento de temperatura, teniendo como dosis óptima de ZVI 0.4 g/L y un pH de 4.0, llegando a una degradación de la anilina del 85%. Concluyeron que la activación de persulfato por ZVI es una herramienta eficaz para la remediación de aguas contaminadas con anilina.

Shuang et al. (2007) investigaron los factores que influyen y el mecanismo de la combinación de ultrasonido (US) y ozono (O_3) para la degradación de la anilina en agua. Utilizaron un reactor tubular de vidrio sintético de 50 mm por 350 mm de altura, acoplado con un procesador ultrasónico con un sistema de suministró de ozono a un caudal máximo de 50 mg/min, pH de 7 y temperatura de 25±0.5 °C. La determinación de anilina y sus productos de degradación en solución acuosa lo realizaron mediante cromatografía liquida de alta resolución. Los resultados demostraron que la tecnología combinada de US/O_3

tiene un efecto notable observándose un incremento de aproximadamente 64% en la reducción de anilina y 110% de reducción de concentración inicial de anilina con respecto a la adición de los sistemas separados de O_3 y US después de la oxidación para 5 min. concluyeron que la tecnología US/O_3 tuvo efectos sinérgicos significativos, obteniendo un excelente rendimiento con la concentración inicial de anilina en 100 mg/L, la densidad de energía del ultrasonido en 0.1 W/mL y el caudal de ozono en 2 mg/min.

1.2 Bases teóricas y conceptuales

1.2.1 Aguas residuales

La disminución de los recursos hídricos naturales causada por la sequía y el crecimiento demográfico ha incitado a las autoridades a establecer y fomentar la reutilización de aguas residuales. Las industrias no son inmunes a esta escasez de agua. El aumento de los costes del agua y obligación de respetar las normas de eliminación de aguas residuales en el medio ambiente han obligado a los fabricantes, como los de la industria textil, a repensar su gestión de las aguas residuales. De este modo, el agua residual se ha convertido en un recurso hídrico, especialmente para los grandes consumidores de agua. El consumo de agua, el tratamiento de aguas residuales y el potencial de reutilización de efluentes se han convertido en factores cruciales para la producción sostenible.

a) Caracterización de aguas residuales.

Los contaminantes de las aguas residuales suelen ser mezclas complejas de compuestos orgánicos e inorgánicos. Por lo general, el análisis completo de la mayoría de las aguas residuales no es práctico ni posible.

Aguas blancas.

Las aguas blancas están constituidas fundamentalmente por aguas pluviales, que son las generadoras de las grandes aportaciones intermitentes de caudales. No obstante, con el progresivo avance y desarrollo del urbanismo subterráneo (estacionamientos, centros comerciales y de ocio, vías de comunicación deprimidas y subterráneas, galerías de servicios, etcétera) las aguas de drenaje han ido cobrando una importancia creciente, especialmente por estar muy a menudo afectadas por la contaminación producida por fugas en las redes de alcantarillado.

Se integran, por tanto, como componentes de la suciedad de las aguas blancas:

- Elementos de la contaminación atmosférica: depuración húmeda de las lluvias ácidas.
- Restos de la actividad humana y asociada: papeles, colillas, excrementos de animales (aves, gatos, perros, etcétera) restos de la recogida y evacuación de basuras, etcétera.
- Residuos de tráfico: aceites, grasas, hidrocarburos, componentes fenólicos y de

plomo, etcétera.

- Arenas, residuos vegetales y biocidas (insecticidas, herbicidas, abonos, etcétera)de zonas ajardinadas.
- Contaminación aportada por las aguas de drenaje: aguas salobres, fugas de alcantarillado, etcétera. (Muñoz Cruz, 2008)

Aguas Negras

En las aguas negras o urbanas, los compuestos químicos que se hallan presentes son muchos. Entre ellos se pueden mencionar: microorganismos, urea, albumina, proteínas, ácidos acéticos y láctico; bases jabonosas y almidones; aceites: animales, vegetales y minerales; hidrocarburos; gases: sulfhídrico, metano, etc.; sales: bicarbonatos, sulfatos, fosfatos, nitritos, nitratos, etc. (Muñoz Cruz, 2008)

Aguas residuales industriales

Entre las aguas industriales involucradas se encuentran aquellas que provienen de actividades que utilizan colorantes en sus ciclos productivos. Por tanto, estamos hablando de empresas textiles, empresas alimentarias, destilerías, industrias cosméticas, empresas químicas y farmacéuticas, fábricas de papel, industrias petroleras e imprentas.

Algunas categorías particulares de desechos acuosos, como los lixiviados de vertederos o los desechos acuosos de alimentos, no están exentos de problemas de manchas. (Collivignarelli et al., 2019)

Las industrias se pueden clasificar en cinco grupos de acuerdo con los contaminantes específicos que arrastran las aguas residuales.

- Industrias con efluentes principalmente orgánicos.
    - Papeleras.
    - Azucareras.
    - Mataderos.
    - Curtidos.
    - Conservas (vegetales, carnes, pescado, etcétera).
    - Lecherías y subproductos (leche en polvo, mantequilla, queso, etcétera).
    - Fermentación (fabricación de alcoholes, levaduras, etcétera).
    - Preparación de productos alimenticios (aceites y otros).
    - Bebidas.
    - Lavanderías.
- Industrias con efluentes orgánicos e inorgánicos.
    - Refinerías y Petroquímicas.
    - Coquerías.
    - Textiles.

    - Fabricación de productos químicos, varios.
- Industrias con efluentes principalmente inorgánicos.
    - Limpieza y recubrimiento de metales.
    - Explotaciones mineras y salinas.
    - Fabricación de productos químicos, inorgánicos.
- Industrias con efluentes con materias en suspensión.
    - Lavaderos de mineral y carbón.
    - Corte y pulido de mármol y otros minerales.
    - Laminación en caliente y colada continua.
- Industrias con efluentes de refrigeración.
    - Centrales térmicas
    - Centrales nucleares. (Muñoz Cruz, 2008)

1.2.2 Aguas residuales textiles

La contaminación de las aguas residuales industriales es uno de los mayores desafíos del siglo XXI. Según el Banco Mundial, entre el 17% y 20% del total de aguas residuales industriales se generan en las industrias textiles y cada año alrededor de 280000 TM de colorantes se vierten en los sumideros a través de efluentes textiles. Estos efluentes están compuestos por una alta concentración de sales y colorantes, color intenso, alta demanda química de oxígeno (DQO), demanda biológica de oxígeno (DBO) relativamente baja, alta concentración de sólidos disueltos totales (TDS) y sólidos suspendidos (SS). La literatura informa que las aguas residuales que contienen colorantes azoicos son tóxicas y cancerígenas para los humanos, los animales y todos los organismos vivos acuáticos y, por lo tanto, se requiere urgentemente una técnica de tratamiento eficiente, innovadora y respetuosa con el medio ambiente para eliminar estas aguas residuales en el agua receptora. cuerpo con una mínima interrupción del ecosistema. (Shuchi et al., 2021)

La industria textil utiliza grandes cantidades de agua en etapas, como el pretratamiento, el blanqueo, el teñido y la estampación, que demandan aproximadamente entre 100 y 200 L de agua de alta calidad por kilogramo de producto textil y, en consecuencia, generan enormes cantidades de aguas residuales de colorantes. Las aguas residuales textiles contienen materia orgánica, productos químicos tóxicos procedentes de fijadores, agentes de limpieza, colorantes y sales, por tanto, son los más contaminantes de todos los residuos industriales. Las sustancias persistentes en el agua son perjudiciales para los organismos acuáticos porque reducen la penetración de la luz. Por lo cual es un gran desafío encontrar métodos efectivos para el tratamiento y reciclaje de aguas residuales de la industria textil. (Yin et al., 2019)

Un informe del Banco Mundial sugiere que entre el 17% y 20% de la contaminación del agua proviene de las operaciones de teñido y texturizado en la industria textil.

Durante las últimas décadas se han encontrado contaminantes orgánicos, sustancias tóxicas, compuestos sintéticos y diversas sustancias complejas en el suelo, aguas residuales y suministros de agua potable debido al crecimiento demográfico y rápida industrialización. La industria textil es uno de los mayores emisores mundiales de aguas residuales contaminadas, que contienen enormes cantidades de colorantes no biodegradables y otros reactivos. Los pigmentos pueden ser potencialmente cancerígenos, mutagénicos o teratogénicos para los humanos. Además, impiden que la luz solar penetre en las plantas acuáticas, que es necesaria para la fotosíntesis. Además, la capacidad del agua para autopurificarse se ve obstaculizada por la interferencia en el mecanismo de transferencia de oxígeno entre el aire y el agua. Los cambios en el ciclo del agua amenazan significativamente la consecución de objetivos de crecimiento sostenible. Por lo tanto, es crucial crear procesos de tratamiento de aguas residuales de vanguardia, rentables y de alta eficiencia. (Haspulat Taymaz, 2023)

En la Tabla 1 se presenta las principales características de las aguas residuales textiles.

Tabla 1

Característica de las aguas residuales textiles

Parámetros	Valor
pH	11
Demanda bioquímica de oxígeno (mg/L)	1650
Demanda química de oxígeno (mg/L)	390
DBO/DQO	0.23
Color (A^{335})	0.81

Adaptado de Ahmadi & Amiri (2016)

1.2.3 Tratamiento de aguas residuales textiles

El manejo de aguas residuales textiles es una combinación de diferentes métodos. La fase principal consta típicamente de pasos físicos. Se han utilizado ampliamente métodos fisicoquímicos en plantas de tratamiento textil, que brindan una buena eficiencia de eliminación de materiales suspendidos, pero no son tan efectivos para eliminar la DQO. (Siddique et al., 2017)

Tras varios estudios realizados, se ha observado que no existe un método único aplicable a todos los diferentes tipos de agua coloreada porque también se debe tener en cuenta la alta variabilidad de la naturaleza de las sustancias colorantes. Los procesos más adoptados para la eliminación del color son el fisicoquímico y el químico (convencional y avanzado).

a) Procesos fisicoquímicos.

Coagulación/floculación.

La coagulación/floculación es uno de los procesos fisicoquímicos más extendidos para la eliminación de sustancias colorantes en aguas residuales. La principal ventaja de los procesos fisicoquímicos tradicionales es que, cuando el colorante se puede retirar, éste sale completamente eliminado de aguas residuales por medios físicos y no simplemente eliminado parcialmente como puede suceder a veces con métodos químicos. El proceso se puede dividir en tres fases: coagulación, consiste en un proceso químico que tiene como objetivo desestabilizar las suspensiones coloidales neutralizando su carga. Floculación, es un proceso físico y permite que las partículas más pequeñas se agrupen para que puedan separarse fácilmente del agua durante la tercera y última fase que es la sedimentación. (Collivignarelli et al., 2019)

Adsorción.

Algunos colorantes orgánicos no son fácilmente biodegradables debido a su estructura. Tienen una larga cadena de carbono, lo que provoca una limitación, y son resistentes a la degradación en condiciones bióticas normales. El tratamiento de estos colorantes orgánicos es importante y exige un mejor conocimiento de las condiciones abióticas para degradar dichos compuestos. Se considera que la eficacia de eliminación de colorantes de este proceso es de 1 a 30 mg/L. Es importante tener alguna información sobre el tamaño de la molécula y la carga del colorante, su pH y el complejo salino porque el proceso de adsorción no es tan simple, sino que es una combinación de proceso de adsorción e intercambio iónico. (Siddique et al., 2017)

Se presentan dos tipos de absorción:

- Adsorción sobre carbón activado. Este es otro método fisicoquimico utilizado para eliminación de colorantes. Es muy eficaz para adsorber colorantes catiónicos, mordientes, ácidos y hasta cierto punto, en menor medida colorantes dispersos, directos y reactivos. Las actuaciones dependen principalmente del tipo de carbón activo utilizado y de las características de las aguas residuales tratadas.
- Adsorción sobre otros materiales. El uso de estos sustratos como arcilla, turba, cáscara de coco, zeolita, perlas de sílice, aserrín y astillas de madera para eliminar el color son esencialmente beneficioso por dos razones: gran facilidad con la que estos materiales pueden ser encontrados y el bajo costo asociado con ellos. (Collivignarelli et al., 2019)

Filtración por membrana.

La filtración por membrana es un tratamiento físico alternativo para eliminar el color de aguas residuales.

Tiene algunas ventajas tales como: apreciable resistencia a la temperatura, buena resistencia al ambiente químico adverso y excelente rendimiento de eliminación de color. También son dignas de mención las desventajas, entre ellos el relacionado con el elevado coste de eliminación del residuo concentrado restante tras la separación, los elevados costes de gestión y la imposibilidad de afrontar elevados caudales. (Collivignarelli et al., 2019)

b) Tratamiento químico.

Ozonización.

El ozono (O_3) es un potente oxidante con un potencial redox bastante alto de 2.08 V. Produce una oxidación directa y selectiva y reacciona preferentemente con las formas ionizadas y disociadas de compuestos orgánicos.

La ozonización puede combatir los dobles enlaces de los colorantes y la DQO se puede reducir con este método. Muchos de los productos no biodegradables se pueden descomponer fácilmente. Concentraciones de ozono de 18.5 y 9.1 mg/L son suficientes para eliminar el 50% y 60% de DQO después de 60 y 90 min, respectivamente. En este proceso, la aplicación habitual es usar hipoclorito de sodio que tenga la capacidad de romper el enlace azo. El inconveniente de este proceso es que libera compuestos de amino que puede causar cáncer. (Collivignarelli et al., 2019)

Proceso oxidativo.

Los procedimientos oxidativos se caracterizan por ser una técnica química ampliamente aplicada para el manejo de descargas textiles, cuyo objetivo es la decoloración. El químico clave es el peróxido de hidrógeno (H_2O_2) que forma radicales hidroxilos, que son agentes oxidantes fuertes y capaces de decolorar una variedad de colorantes. El proceso de oxidación se ha utilizado durante mucho tiempo y ha demostrado ser un proceso sencillo y ampliamente utilizado comercialmente. El peróxido de hidrógeno es muy estable, tiene una variedad de métodos de activación y recibe el nombre correspondiente. (Siddique et al., 2017)

Tratamiento Fenton.

Es una técnica muy útil para el tratamiento de aguas residuales. Tiene su propia especificación que resulta muy eficaz para tratar la DQO y ofrece la mejor eliminación contra muchos colorantes. En la primera técnica, el radical hidroxilo se produce a partir de H_2O_2 durante la reacción de Fenton, donde se agrega peróxido de hidrógeno a una mezcla ácida (pH entre 2 y 3) que tiene iones Fe^{2+}. La reacción es exotérmica y debe realizarse a una temperatura superior a la ambiental. Además de muchas ventajas, este proceso

también tiene una limitación. Los lodos producidos por este proceso contienen muchas impurezas y requieren una eliminación adecuada en el suelo que no es fácil de manejar. El reciclaje de lodos Fenton es una técnica propuesta para eliminar los impactos dañinos que facilita el manejo de estos lodos. La manipulación mecánica de estos lodos es una posible opción. El lodo contiene fosfato que se puede eliminar, lo que hace que este lodo sea menos dañino y se puede tratar mediante procesos bióticos. (Siddique et al., 2017)

Radiación UV H_2O_2.

Todas las complicaciones mencionadas anteriormente (la evolución y renovación de lodos aumentan la intensidad de las aguas residuales contaminadas debido a la ozonización) se pueden solucionar añadiendo oxígeno con peróxido de hidrógeno, iniciado con luz ultravioleta. El único elemento utilizado en el tratamiento es el H_2O_2 y, debido a su descomposición final en oxígeno, no resulta problemático. El peróxido se activa con la luz ultravioleta. Los aspectos que convencen en los procesos H_2O_2/ UV son la concentración de peróxido de hidrógeno, la intensidad de la radiación UV, el pH, la composición del colorante y la estructura del baño de colorante. En general, la decoloración es más exitosa a un pH=7, a mayores concentraciones de radiación UV (1600 W en lugar de 800 W), con una concentración ideal de H_2O_2, que varía según las diversas sesiones de teñido, y a través de un baño de colorante que no cubra los agentes oxidantes. agentes que tienen una capacidad oxidante superior a la del peróxido. Según Andreozzi et al. (2001), los colorantes que se descomponen más fácilmente son los colorantes ácidos y, con un número acumulativo de grupos azo, la eficiencia de la decoloración disminuye. Arslan et al. (2000) informaron que los colorantes amarillo y verde requieren una decoloración prolongada, mientras que, por otro lado, los colorantes directos, de complejo metálico y dispersos muestran una decoloración rápida. De la colección de colorantes azules eliminados, sólo los colorantes azules no fueron decolorados en tina, sin embargo, su composición se altera con el procedimiento de tal manera que pueden ser fácilmente filtrados. El filtrado es incoloro. Para los pigmentos, el método H_2O_2/UV no es apropiado, ya que forman una película similar a una película que es difícil de eliminar. (Siddique et al., 2017)

Peróxido de hidrógeno.

La eficacia del método depende del uso de peroxidasa, su fuerza, pH y temperatura del medio. Fukushima & Tatsumi (2001) estudiaron la decoloración del colorante ácido mediante tres tipos de peroxidasas (rábano picante (HRP), soja (SPO) y Arthromyces ramosus (ARP)) como activador de peróxido. Al calcular la capacidad de absorción, descubrieron que la persistencia era mayor a través de ARP. La tasa de decoloración aumentó con una mayor acumulación de peroxidasa y temperatura del medio y fue la más alta a pH 9.5. (Siddique et al., 2017)

NaOCl.

Los compuestos de Cl son útiles en la oxidación química de aguas residuales coloreadas. La degradación electrofílica se produce en el grupo amino por presencia de Cl y acelera la consiguiente escisión del enlace azo. Namboodri et al. (1994) reportaron la adecuada decoloración de colorantes ácidos y directos. El tratamiento de colorantes reactivos requería tiempos más largos, mientras que las soluciones de colorantes de complejos metálicos persistían parcialmente coloreadas. Los colorantes disueltos no se decoloran con NaOCl. La tasa de decoloración aumenta con el aumento de la intensidad del cloro y la disminución del pH del medio. Según Omura (1994), los colorantes que contienen grupos amino o grupos amino intercambiados en el anillo de naftaleno, es decir, colorantes derivados de los ácidos aminonaftol y naftilaminosulfónicos, son los más sujetos a la decoloración con cloro. Una característica que ha pasado a primer plano en los últimos años, y que está relacionada con las prácticas de decoloración con cloro, es que, por razones ambientales, se debe controlar el futuro uso de productos químicos que contengan cloro. Dado que entre el 5% y 60% de la producción química europea se basa abiertamente o en última instancia en cloro, la influencia de tal prohibición podría ser enorme, principalmente para la producción de colorantes orgánicos. (Siddique et al., 2017)

Intercambio iónico.

Es un proceso de tratamiento que se ha utilizado para tratar aguas residuales, excepto las que contienen colorantes. La razón principal para evitarlo fue una idea errónea y se pensó que este método no es eficaz contra las aguas residuales que contienen colorantes y su eficacia se reduce aún más cuando las aguas residuales se cargan con otros aditivos junto con los colorantes. Este defecto fue eliminado con un excelente trabajo de Baouab et al. (2001), quien demostró en su experimento que los colorantes que contienen azufre y los de naturaleza ácida podrían tratarse mejor con una combinación de columnas de intercambio aniónico empaquetadas en serie y una resina no polar. Este fue un gran punto de inflexión en el tratamiento de aguas residuales textiles porque agregó otra opción positiva frente al tratamiento con colorantes y podría explorarse más a fondo con el tiempo. Las resinas de intercambio iónico debían regenerarse después de una sola eliminación, y esta tarea se realizó con la ayuda de disolventes orgánicos. Los disolventes orgánicos no son tan baratos y su uso aumentaba el coste operativo, que era el principal inconveniente del método de intercambio iónico. (Siddique et al., 2017)

Coagulación y sedimentación.

Esta técnica es una de las más utilizadas en el pasado. En este proceso, algunos de los químicos se agregan al agua para ayudar a las partículas cargadas a producir algún compuesto que pueda coagularse en agua. Habitualmente, los coloides llevan cargas

negativas por lo que los coagulantes normalmente son coagulantes catiónicos inorgánicos u orgánicos (con carga positiva en el agua).

Los productos químicos más utilizados en este proceso son $FeCl_3$, $Al_2(SO_4)_3$, $FeSO_4$ y cal. (Siddique et al., 2017)

Electrocoagulación.

En esta técnica, los efluentes se tratan en una cámara en la que se utilizan electrodos metálicos para tratar las aguas residuales. Las placas de electrodos se suspenden en una solución efluente y pueden eliminar el óxido metálico a un pH específico. Los óxidos metálicos están coagulados y se pueden eliminar fácilmente de la solución. Este método es eficaz y ha sido revisado en muchos artículos. Esta técnica utiliza una fuente de corriente continua entre electrodos metálicos sumergidos en el efluente, lo que provoca la disolución de las placas de los electrodos en el efluente. Los iones metálicos, a un pH apropiado, pueden formar una amplia gama de especies coaguladas e hidróxidos metálicos que desestabilizan y agregan partículas o precipitany adsorben los contaminantes disueltos. Por lo tanto, el objetivo del presente manuscrito es revisar el potencial de la electrocoagulación para el tratamiento de efluentes industriales, principalmente la eliminación de colorantes de efluentes textiles. (Siddique et al., 2017)

Osmosis inversa.

Las membranas de ósmosis inversa tienen un grado de retención del 90% o más para la mayoría de los tipos de complejos iónicos. La decoloración y eliminación de auxiliares químicos en las aguas residuales de las tintorerías se puede realizar en un solo paso mediante ósmosis inversa.

La ósmosis provoca la eliminación de todas las sales minerales, colorantes sensibles hidrolizados y auxiliares químicos. Este proceso necesita una energía muy alta ya que aquí se requiere una presión muy alta. (Siddique et al., 2017)

Nanofiltración.

La nanofiltración se ha utilizado para la gestión de vertidos de color procedentes de la industria textil. Las membranas de nanofiltración contienen complejos orgánicos de bajo peso molecular, iones divalentes, iones monovalentes grandes, colorantes sensibles hidrolizados y auxiliares de teñido. En la mayoría de los estudios disponibles sobre vertidos de tintorerías, la cantidad de sales minerales no supera los 20 g/L y la cantidad de colorante no supera los 1.5 g/L. (Siddique et al., 2017)

c) Tratamiento biológico.

En comparación con los métodos fisicoquímicos y fotoquímicos, los métodos biológicos pueden clasificarse como sustitutos rentables del tratamiento de aguas residuales textiles. Todos los demás métodos son costosos y tienen importantes inconvenientes cuando se aplican a la industria textil. Se han estudiado todas las

posibilidades de los métodos biológicos y se están aplicando en industrias textiles utilizando diferentes microorganismos. Las investigaciones muestran que una cepa de bacteria u hongo puede eliminar eficazmente un colorante, pero no otro. Por tanto, este método no se puede utilizar a escala comercial. (Siddique et al., 2017)

Biodegradación aeróbica.

Existe un proceso natural en el ecosistema acuático denominado biodegradación aeróbica que es necesario para tratar las aguas residuales de ríos y arroyos y limpiarlas de cargas contaminantes. La biodegradabilidad de muchos compuestos se puede juzgar mediante muchos parámetros, como la demanda química de oxígeno (DQO), la demanda biológica de oxígeno (DBO), el oxígeno disuelto (OD) y la evaluación del dióxido de carbono. El factor principal de todo el procedimiento es la evaluación de los productos químicos que pueden biodegradarse fácilmente.

Si una sustancia se considera biodegradable y las condiciones son favorables, tiene el potencial de biodegradarse en plantas de tratamiento de aguas residuales, del mismo modo que se degradará en el entorno natural. (Siddique et al., 2017)

Biodegradación anaeróbica.

La degradación anaeróbica es la degradación cuando hay ausencia de oxígeno o muy poco oxígeno presente en el medio. Este tipo de degradación generalmente ocurre en sedimentos inferiores en un ambiente acuoso natural porque es un medio pobre en oxígeno.

Mediante este procedimiento también se degradan algunos tipos de residuos de aguas residuales. Por tanto, se puede predecir que un compuesto que tiene baja solubilidad en agua y puede adsorberse en sólidos puede someterse a degradación anaeróbica. Las bacterias o microorganismos anaeróbicos logran esta tarea. Este es un proceso de secuencia completa en el que las bacterias que actúan en un medio ácido actúan sobre compuestos orgánicos como carbohidratos y grasas.

Estos compuestos orgánicos pueden convertirse en alcoholes y otros compuestos simples con la acción de bacterias ácidas. Luego, estos productos estimulan las bacterias acetogénicas, que las convierten en dióxido de carbono e hidrógeno molecular. Luego, después de la reducción de estos productos, se genera metano y las bacterias metanógenas realizan esta tarea. El biogás es un parámetro importante en el tratamiento anaeróbico que proporciona una evaluación sobre la velocidad del experimento. Hay muchas investigaciones disponibles que pueden explorar el tratamiento aeróbico y anaeróbico, pero falta un estudio comparativo de ambos procedimientos. (Siddique et al., 2017)

1.2.4 Procesos de oxidación avanzada (POA)

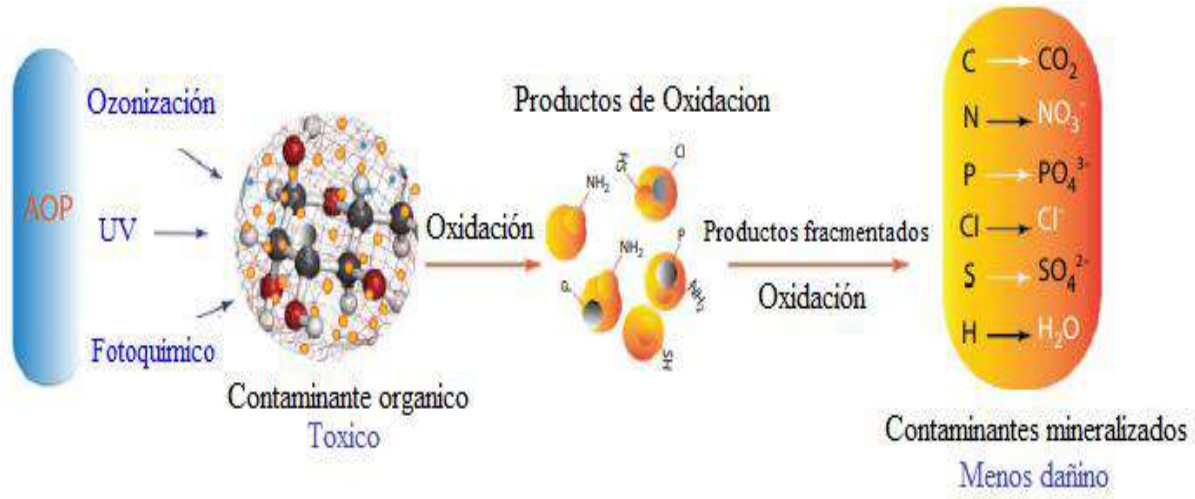
El proceso de oxidación avanzada (POA) es un método para oxidar sustratos utilizando radicales libres como fuerza impulsora. La generación y utilización de radicales hidroxilos para la oxidación es una característica común de todos los POA. Este radical libre es un potente oxidante con una constante de velocidad superior a 10^6 $M^{-1}s^{-1}$. Algunos POA comúnmente utilizados son la ozonización, el proceso Fenton, la fotocatálisis, la oxidación con aire húmedo, el POA mejorado con microondas, la oxidación electroquímica, la radiación ultravioleta y la oxidación con peróxido de hidrógeno.

Tradicionalmente, los POA se han utilizado para el tratamiento de aguas residuales, la remediación de suelos y la desintoxicación de sustancias peligrosas. Sin embargo, en los últimos años, los POA se han utilizado cada vez más en diversos campos, como la medicina, la síntesis orgánica y la producción de energía. De hecho, las tendencias recientes muestran un uso cada vez mayor de los POA en bioenergía, incluido el pretratamiento de biomasa lignocelulósica para la producción de biogás, el pretratamiento de sustrato de biohidrógeno, el pretratamiento de sustrato de bioetanol y la digestión biológica. Mejora del pretratamiento y transesterificación de lodos previos para la producción de biodiesel.

En la Figura 1 se presenta gráficamente los procesos presentes en los POA.

Figura 1

Representación esquemática de procesos típicos de oxidación avanzada



Adaptado de Adeyemi Oladipo et al. (2020)

En la Tabla 2 se presenta la clasificación de los POA.

Tabla 2

Clasificación de los POA

No fotoquímicos	Fotoquímicos
Procesos homogéneos	
• Ozonización en medios alcalinos (O_3/HO^-) • Ozonización con peróxido de hidrógeno (O_3/H_2O_2) • Fenton (Fe^{2+} o Fe^{3+}/H_2O_2) • Electro-oxidación • Descarga electrohidráulica - ultrasonidos • Oxidación por aire húmedo (WAO) • Oxidación en agua supercrítica (SCWO)	• Fotólisis de agua en vacío ultravioleta (VUV) • UV/H_2O_2 • UV/O_3 • $UV/O_3/H_2O_2$ • Foto-Fenton (Fe^{2+} o $Fe^{3+}/H_2O_2/UV$)
Procesos heterogéneos	
• Catalíticos oxidación por aire húmedo (CWAO)	• Fotocatálisis heterogénea: ZnO/UV, SnO_2/UV, TiO_2/UV, TiO_2/H_2O_2/UV

Adaptado de Mota et al. (2008)

Los POA se caracterizan por la generación in situ de radicales ya sea a partir de oxidantes o sustratos. Los radicales producidos son poderosos para oxidar compuestos recalcitrantes o inertes, lo que resulta en su mineralización o aumento de la biodegradabilidad. Sin embargo, la mayoría de los POA tienen reacciones preferenciales con compuestos menos estables, como aquellos con enlaces dobles o triples. La reactividad de los POA sobre el sustrato depende del potencial de oxidación de los radicales generados. La Tabla 3 muestra el potencial de oxidación de diferentes oxidantes utilizados en los POA. Algunos de los POA comunes que tienen potencial de aplicación en el sector de la bioenergía incluyen: ozonización, ultrasonido, fotocatálisis, Fenton, oxidación con aire húmedo, radiación de microondas, radiación ultravioleta y oxidación de peróxido de hidrógeno. (M’ Arimi et al., 2020)

Tabla 3

Potencial de oxidación de diferentes oxidantes utilizados en los POA

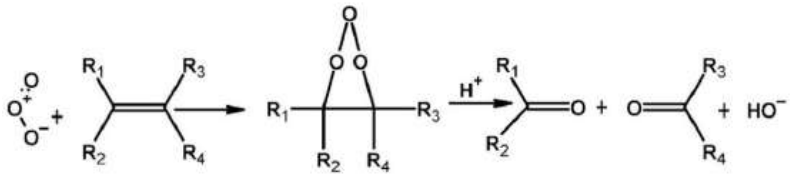
Oxidante	Potencial de oxidación (V)
•OH	2.8
O_3	2.07
SO_4^{2-}	2.01
MnO_4^{2-}	1.77
H_2O_2	1.77
ClO_2	1.57
Cl_2	1.36
$Cr_2O_7^{2-}$	1.23
O_2	1.23

Adaptado de M' Arimi et al. (2020)

La clasificación de los POA y una breve descripción se presenta a continuación:

a) Ozonización.

El ozono es un estado triatómico del oxígeno (O_3). Es un gas muy reactivo con alto potencial oxidante ($E^o = \pm 2.07$ V). A pesar de su alta reactividad, es relativamente inestable, pero es capaz de reaccionar con enlaces dobles o triples como C≡C, C=N, C=C o N=N. El ozono reacciona con olefinas para formar compuestos con estructura de anillo que son inestables y se rompen para formar compuestos más pequeños (Ec. (1) (M' Arimi et al., 2020)



(1)

El ozono también puede reaccionar mediante adición electrófila del sustrato para formar radicales reactivos, también puede reaccionar mediante inserción, lo que conduce a la prolongación de la cadena.

Para facilitar la formación de más radicales y lograr una reacción más rápida, se añade una pequeña dosis de peróxido de hidrógeno. Esto también acelera las reacciones y minimiza los requisitos de dosis de ozono. El peróxido puede reaccionar directamente con el ozono para formar ozono radical hidroxilo. También puede disociarse en hidroperóxido, que reacciona con el ozono para formar un radical hidroxilo:

$$H_2O_2 + 2\ O_3 \rightarrow 2\ \bullet OH + 3\ O_2 \quad (2)$$

$$H_2O_2 \leftrightarrow HO_2^- + H^+ \quad (3)$$

$HO_2^- + O_3 \rightarrow \bullet OH + O_2^{\bullet} + O_2$ (4)

Para sustratos que contienen toxinas como fenoles, se puede utilizar ozono para la desintoxicación. La capacidad del proceso para aumentar la biodegradabilidad de los efluentes recalcitrantes lo hace adecuado para el pretratamiento de efluentes complejos antes del tratamiento biológico. Esto se ve favorecido por la selectividad del proceso en la desmineralización de los tóxicos y recalcitrantes. El ozono también se utiliza para eliminar el color de las aguas residuales de la producción de bioenergía. La mayoría de los colorantes orgánicos naturales son de naturaleza fenólica o tienen dobles enlaces inestables en su estructura. Estos enlaces se eliminan preferentemente mediante ozonización durante su aplicación en la eliminación de color. La principal desventaja de la ozonización como proceso de tratamiento final de efluentes orgánicos es su baja eliminación de DQO. A diferencia de procesos como la oxidación de Fenton, donde se produce una alta eliminación de DQO principalmente debido al proceso asociado de coagulación, el proceso de ozonización da como resultado una pequeña eliminación de DQO causada por la baja mineralización de los sustratos orgánicos. Esto implica que, en el tratamiento de sustratos muy cargados, se requieren altas dosis de ozono, lo que hace que el proceso sea económicamente inviable. Además, el proceso depende de la dosis y el uso de dosis muy altas de ozono más allá de los valores óptimos puede reducir la biodegradabilidad de los productos debido a la formación de productos tóxicos. También está limitado por una menor capacidad para descomponer partículas orgánicas grandes en fracciones más pequeñas o disolver la DQO en comparación con los POA que se someten a un procesamiento mecánico adicional (por ejemplo, sonicación). (M' Arimi et al., 2020)

b) Radiación ultravioleta (UV).

La radiación ultravioleta se ha empleado en la producción de bioenergía; sin embargo, no suele aplicarse como proceso independiente sino en combinación con otros tratamientos como H_2O_2, Fenton, fotocatalizadores u ozono. Una combinación de radiación UV con una longitud de onda inferior a 280 nm da como resultado la rápida formación de radicales •OH (Ec. (5)) mediante escisión homolítica.

$H_2O_2 \xrightarrow{h\nu} 2 \bullet OH$ (5)

Cuando se aplica radiación UV con ozono, se forma $O^1(D)$ que reacciona con el agua para formar H_2O_2 (Ec. (6) y Ec. (7)). Otra reacción de los rayos UV con H2O2 da como resultado dos radicales hidroxilos.

$O_3 \xrightarrow{h\nu} O^1(D) + O_2$ (6)

$O^1(D) + H_2O \rightarrow H_2O_2 \xrightarrow{h\nu} 2 \bullet OH$ (7)

El proceso también se puede acoplar a foto-Fenton para mejorar su rendimiento. La aplicación del proceso en el pretratamiento de vinaza antes de la digestión anaeróbica no encontró cambios en la cinética de la reacción, pero mostró mejoras en el rendimiento de metano. La combinación de UV con otros POA, incluido el H_2O_2, no solo aumenta la tasa de formación de radicales •OH, sino que también reduce el costo del proceso, lo cual es un inconveniente importante para la mayoría de los POA. (M' Arimi et al., 2020)

c) Oxidación de Fenton.

El proceso Fenton es un POA que se usa en el tratamiento de recalcitrantes en aguas residuales. El proceso utiliza reactivos de Fenton (H_2O_2 y hierro ferroso) para producir radicales •OH (Ec. (8)):

$$Fe^{2+} + H_2O_2 \rightarrow Fe^{3+} + OH^- + \bullet OH \quad (8)$$

La descomposición del H_2O_2 para formar radicales •OH es iniciada y catalizada por iones ferrosos. El radical •OH formado ataca y oxida/mineraliza el sustrato. También oxida los compuestos orgánicos mediante la abstracción de protones, produciendo así radicales orgánicos (Ec. (9)). El radical producido puede reaccionar con otro sustrato orgánico alargando así la cadena.

$$RH + \bullet OH \rightarrow R^* + H_2O \quad (9)$$

En caso de exceso de catalizador, los radicales •OH son eliminados (Ec. (10)) reduciendo así el potencial de oxidación.

$$Fe^{2+} + \bullet OH \rightarrow Fe^{3+} + OH^- \quad (10)$$

La clásica Fenton fue la primera oxidación Fenton en la que el oxidante reaccionaba a pH 3. El proceso estuvo limitado por los altos costos de los reactivos y los ajustes de pH. El tratamiento Fenton del sustrato aumenta la biodegradación. Al igual que con la ozonización, la eficacia de este proceso depende de la dosis. Puede utilizar para eliminar el color de las aguas residuales antes de su descarga. Algunos avances recientes en este proceso incluyen el uso de fotofenton, donde se utiliza energía del sol o de la luz ultravioleta para promover la formación de reactivos en la formación de radicales libres. Esto reduce el uso de productos químicos y aumenta la eficiencia de la oxidación. Otro desarrollo es el Fenton heterogéneo en el que el catalizador o el grupo ácido está incrustado en un catalizador sólido. El proceso garantiza que los catalizadores se recuperen para su reutilización y permite la operación a valores de pH más altos. (M' Arimi et al., 2020)

d) Peróxido de hidrógeno.

El peróxido de hidrógeno (H_2O_2) es un agente oxidante que se puede utilizar en combinación con otros POA. El H_2O_2 proporciona el medio para la formación de radicales •OH, mientras que los otros procesos de oxidación proporcionan la energía para facilitar la formación de radicales. También es posible aplicar oxidación con H_2O_2 sola, aunque el proceso de oxidación es lento y menos efectivo. Otra limitación del uso de H_2O_2 como

método independiente es que se requieren altas dosis de oxidante, lo que aumenta los costos del proceso y reduce el retorno de energía. La principal aplicación del H_2O_2 en bioenergía es el pretratamiento de sustratos orgánicos para lograr un mayor rendimiento energético y reducir los costos del proceso. Este proceso también está limitado por la baja reactividad, lo que resulta en una lenta mejora de la producción de biogás, especialmente para sustratos complejos. Cuando se utiliza solo como sustrato bioenergético, el peróxido de hidrógeno es más eficiente en condiciones alcalinas que en condiciones neutras o ácidas. Cuando se combina con otros reactivos, como líquidos iónicos, se puede mejorar el rendimiento de oxidación del H_2O_2. (M' Arimi et al., 2020)

e) Métodos de cavitación.

Los procesos de cavitación implican la formación de microburbujas o cavidades y su posterior colapso rápido para liberar energía. Los dos tipos de métodos de cavitación que son capaces de producir alta energía son los métodos hidrodinámicos y de ultrasonido. Se analizan los factores que afectan el proceso de cavitación. Hasta ahora, sólo el método de ultrasonido (sonicación u oxidación sonoquímica) tiene aplicación industrial. El proceso implica el uso de frecuencias de ultrasonido en el rango de 16 kHz a 100 MHz que proporcionan la energía necesaria para oxidar el sustrato. La energía se localiza en burbujas donde provoca temperaturas muy altas (>5000 K) y presión (>1000 atm). La energía del proceso da como resultado la disociación del agua en iones hidroxilo (Ec. (11)). El radical reacciona con el sustrato para producir un radical sustrato (Ec. (12)). La cadena del sustrato puede prolongarse cuando el radical reacciona con otra molécula de oxígeno y posteriormente con otro sustrato (Ec. (13) y Ec. (14)).

$$H_2O + ½\ O_2 \rightarrow OH^- + \bullet OH \quad (11)$$

$$RH + \bullet OH \rightarrow R^* + H_2O \quad (12)$$

$$R^* + O_2 \rightarrow ROO^* \quad (13)$$

$$ROO^* + R_1H \rightarrow ROOH + R_1^* \quad (14)$$

La sonicación, a diferencia de la mayoría de los POA, no implica necesariamente la adición de productos químicos que si no se aplican de forma óptima pueden dar lugar a productos tóxicos. El proceso funciona produciendo radicales potentes y rompiendo los sustratos en partículas/compuestos más pequeños que son fácilmente biodegradables. Por tanto, es un buen proceso de pretratamiento de sustratos bioenergéticos para aumentar su biodegradabilidad y rendimiento energético. Algunos sólidos que pueden ser pretratados son: lodos residuales, biosólidos y residuos sólidos. La principal limitación del tratamiento sonoquímico es que el proceso no está completamente optimizado para grandes aplicaciones industriales. Además, el alto requerimiento energético del proceso minimiza su rentabilidad. (M' Arimi et al., 2020)

f) Fotocatálisis.

La fotocatálisis implica la formación de radicales libres mediante la interacción de fotones, p. de la superficie de un semiconductor y moléculas de una sustancia química suministradas en la solución. El proceso también puede inducirse dispersando una suspensión de partículas finas de un semiconductor en una fase líquida e irradiándola con una fuente de energía, p. rayos ultravioleta. Algunos de los semiconductores empleados en el proceso de fotocatálisis incluyen TiO_2, ZnO, ZnS y CdS. El TiO_2 presenta el material más prometedor e investigado para la oxidación fotocatalítica. El proceso de oxidación comienza con la formación de pares electrón-hueco después de que la superficie del metal se somete a radiaciones solares o ultravioleta (Ec. (15)). Los agujeros formados oxidan la molécula de agua o el ion hidroxilo para formar radicales hidroxilos **(**Ec. (16) y Ec. (17)**).**

$$TiO_2 \xrightarrow{energía\ (hv)} TiO_2\ (h^+) + e^- \quad (15)$$

$$TiO_2\ (h^+) + H_2O \rightarrow TiO_2 + \bullet OH + H^+ \quad (16)$$

$$TiO_2\ (h^+) + OH^- \rightarrow TiO_2 + \bullet OH \quad (17)$$

El electrón formado puede reducir el oxígeno formando peróxido o superóxido en el electrodo metálico (Ec. (18) y Ec. (19)). Los agujeros también pueden oxidar el sustrato directamente para formar un radical de sustrato (Ec. (20)).

$$O_2 + 2\ H^+e^- \rightarrow H_2O_2 \quad (18)$$

$$O_2 + e^- \rightarrow O_2^{\bullet -} \quad (19)$$

$$TiO_2\ (h^+) + RH \rightarrow TiO_2 + R^* + H^+ \quad (20)$$

La recombinación de pares electrón-hueco reduce los rendimientos del cuanto y se deben realizar más investigaciones para mejorar el proceso minimizando las pérdidas cuánticas. Los avances recientes en el campo de la fotocatálisis incluyen la modificación de catalizadores de TiO_2 para aplicaciones de energía solar. El proceso heterogéneo permite la recuperación de catalizadores para su reutilización futura, mientras que la energía solar ayuda a reducir los costos del proceso al aumentar los rendimientos y la productividad. La oxidación fotocatalítica tiene un gran potencial como tratamiento final de aguas residuales, especialmente para la eliminación de colorantes. Además, el proceso tiene potencial de aplicación en el pretratamiento del exceso de lodos y el aumento de la biodegradabilidad de los recalcitrantes en sustratos bioenergéticos líquidos, pero esto requiere más investigación. Tiene un mayor potencial para mejorar los productos bioenergéticos y convertirlos en productos de mayor valor. (M’ Arimi et al., 2020)

g) Oxidación por aire húmedo.

La oxidación por aire húmedo (WAO) se encuentra entre los procesos de oxidación termoquímicos adecuados para el tratamiento de sustratos con alto contenido de materia orgánica. El método es preferible cuando los compuestos orgánicos son refractarios o

tienen poca biodegradabilidad cuando se tratan mediante métodos biológicos convencionales. La oxidación húmeda tiene lugar a altas temperaturas (150-325 °C) y altas presiones de oxígeno (10-200 bar). La alta temperatura mejora la disolución del lodo mientras que la alta presión ayuda a la disolución de los oxidantes. Los factores que afectan WAO incluyen: tiempo de reacción, temperatura y dosis de oxidante. El proceso utiliza oxígeno molecular en fase líquida para producir radicales que son fundamentales en la reacción y mineralización de los sustratos (Ec. (21) y Ec. (22)):

$$RH + O_2 \rightarrow R^* + HO_2^- \quad (21)$$

$$RH + HO_2^- \rightarrow R^* + H_2O_2 \quad (22)$$

Los radicales formados pueden reaccionar con más oxígeno y sustrato para prolongar la cadena o producir diferentes especies de catalizadores (Ec. (23) y Ec. (24))**.**

$$R^* + O_2 \rightarrow ROO^* \quad (23)$$

$$R_1OO^* + R_2H \rightarrow R_1OOH + R_2^* \quad (24)$$

Este método se puede utilizar en la producción de bioenergía para reducir el exceso de lodos o para el pretratamiento de biomasa lignocelulósica u otros sustratos de bioenergía como lodos de residuos domésticos, domésticos e industriales. El pretratamiento es necesario para liberar la materia orgánica fermentable de la matriz para facilitar la hidrólisis y la fermentación para recuperar bioenergía. El proceso también se puede utilizar para tratamientos finales, como la digestión de lodos para obtener energía. Otros productos importantes, como el ácido acético, se pueden producir utilizando WAO. Este proceso ha atraído un interés considerable por parte de la industria y las comunidades de investigación, y se están investigando varios métodos de diseño de reactores. (M' Arimi et al., 2020)

h) POA mejorados por microondas.

La irradiación por microondas, como la radiación ultravioleta, se utiliza para mejorar la eficacia de otros POA, por lo que comúnmente se la denomina oxidación avanzada mejorada por microondas. Sin embargo, existe una controversia sobre si el calentamiento por microondas es un POA o un proceso térmico impulsado principalmente por el hecho de que el efecto térmico es mucho mayor en comparación con los rayos UV. El proceso utiliza la energía de la radiación electromagnética cuya frecuencia se encuentra entre 300 MHz y 30 GHz. La generación media de energía mediante calentamiento por microondas está determinada por la frecuencia de la radiación, la permitividad del espacio libre y la intensidad del campo eléctrico. El proceso de calentamiento por microondas es una combinación de efectos térmicos y no térmicos. El primero incluye el sobrecalentamiento, los puntos calientes y el calentamiento selectivo, mientras que el segundo implica la polarización de la superficie. La eficacia del calentamiento por microondas también está determinada por las cualidades del material del sustrato, como su factor de disipación, la

constante dieléctrica y el factor de pérdida relativa. Los conductores de metal sólido no son buenos sustratos porque reflejan las radiaciones de microondas, pero los mismos en forma de polvo absorben las radiaciones, por lo que son un mejor sustrato. El tratamiento con microondas no es suficiente para eliminar los recalcitrantes rebeldes. Por lo tanto, se mejora mediante la adición de catalizadores u oxidantes como peróxido de hidrógeno, Fenton o persulfato. La producción de radicales •OH a partir de H_2O_2 y oxidantes persulfatos asistida por radiación de microondas es la siguiente (Ec. (25) a Ec.– (27)):

$$H_2O_2 \xrightarrow{M.W.} 2\ \bullet OH \quad (25)$$

$$S_2O_8^{2-} \xrightarrow{M.W.} 2\ SO_4^{\bullet -} \quad (26)$$

$$2\ SO_4^{\bullet -} + OH^- \rightarrow 2\ SO_4^{2-} + \bullet OH \quad (27)$$

Una aplicación potencial del tratamiento con microondas es el tratamiento de efluentes para la eliminación de recalcitrantes antes de la descarga o el tratamiento biológico posterior. (M' Arimi et al., 2020)

i) Oxidación electroquímica.

La oxidación electroquímica aplica el principio de electrólisis. El electrolito es el medio a través del cual se transporta la carga eléctrica mientras que los electrodos son conductores sólidos que se unen externamente para completar el circuito. En funcionamiento normal, un electrodo está cargado positivamente (ánodo) mientras que el otro está cargado negativamente (cátodo). El primero atrae las partículas cargadas negativamente, mientras que el segundo atrae las partículas cargadas negativamente. La oxidación ocurre en el ánodo mientras que la reducción tiene lugar en el cátodo. La aplicación de la oxidación electroquímica comienza con la formación de radicales •OH después de la oxidación del agua en el ánodo (Ec. (28)):

$$H_2O \rightarrow 2\ \bullet OH + H^+ + e^- \quad (28)$$

El radical •OH formado ataca a los compuestos orgánicos y los oxida. El voltaje mínimo para la oxidación del agua es de aproximadamente 2 V, por debajo del cual solo ocurre la oxidación directa del sustrato en el ánodo (Ec. (29)):

$$H_2O \rightarrow \bullet OH + H^+ + e^- \quad (29)$$

Es posible producir simultáneamente varios tipos de energía como electricidad, biohidrógeno y bioetanol mediante oxidación electroquímica. Además, el proceso electroquímico puede ser fundamental en la generación de bioenergía, así como en el tratamiento del efluente final para eliminar los recalcitrantes antes de la descarga.

Mediante oxidación electroquímica se pueden producir simultáneamente varias fuentes de energía, como electricidad, biohidrógeno y bioetanol. (M' Arimi et al., 2020)

1.2.5 Procesos de oxidación avanzada basadas en el radical sulfato

La oxidación de persulfato (PS), tiene amplias perspectivas de aplicación debido a su buena solubilidad en agua, su fuerte capacidad de oxidación y su facilidad de control de la reacción. El PS disuelto genera espontáneamente un mayor potencial $S_2O_8^{2-}$ en unos pocos segundos. La activación del calor, los iones de metales de transición ($Fe^{2+,}$ $Cu^{2+,}$ $Co^{2+,}$ Ag^{+}) o la luz ultravioleta en la solución de $S_2O_8^{2-}$ puede conducir a la generación de radicales sulfatos ($\bullet SO_4^{-}$, potencial redox entre 2.5-3.1 V). La cavitación de PS por iones metálicos puede dar lugar a mayores concentraciones de metales disueltos o precipitados en las aguas residuales después del tratamiento. Es posible que el PS cavitado por luz ultravioleta no genere una contaminación secundaria del agua, mientras que la aplicación de radiación consume mucha energía y es relativamente costosa en comparación con la activación por calor. La activación por calor juega un papel muy eficiente en la activación de PS. Esto puede deberse no sólo a su respeto al medio ambiente, operación flexible y alta eficiencia, sino también a su generación de abundantes especies activas como $\bullet SO_4^{-}$ y •OH, que pueden facilitar la eliminación de compuestos orgánicos. La oxidación del persulfato activado por calor (HAP) se puede emplear como método independiente o junto con otras tecnologías emergentes. (Yang et al., 2023)

En los últimos años ha cobrado mayor importancia la investigación y desarrollo de procesos de oxidación avanzados (POA) basados en radicales sulfatos ($SO_4^{\bullet-}$) para la destrucción de compuestos orgánicos resistentes. El $SO_4^{\bullet-}$ tiene un potencial redox mayor (2.5-3.1V vs 2.4-2.7V) y una vida media ($3\text{-}4\times10^{-5}$ s vs 2×10^{-8} s) en comparación con el radical hidroxilo (•OH) y puede mantener su rendimiento adecuado a un pH más amplio. La activación del persulfato de sodio ($Na_2S_2O_8$) y persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) son las fuentes más importantes para la producción de $SO4^{\bullet-}$. Los iones metálicos homogéneos, metales heterogéneos los catalizadores de óxido, ultrasonido, radiación ultravioleta (UV), calor y procesos electroquímicos son los procesos físicos y químicos más comunes para activar el anión persulfato (PS). El calor como tecnología verde es capaz de producir $SO4^{\bullet-}$ sin el uso de ningún producto químico mediante la escisión de los enlaces peróxido de los aniones PS (Ec. (30)). Este proceso de oxidación se denomina persulfato activado térmicamente (PAT) o persulfato activado por calor.

$$S_2O_8^{2-} + \text{Calor (30-99 °C)} \rightarrow 2SO_4^{\bullet-} \qquad (30)$$

El principal inconveniente de este proceso puede ser la necesidad de un alto costo y energía para suministrar el calor necesario para las aguas residuales de baja temperatura. Sin embargo, si este proceso se utiliza para aguas residuales de alta temperatura, el potencial térmico de las aguas residuales puede activar PS sin necesidad de una fuente de calor externa. Algunas industrias, como la refinación de petróleo, extracción de aceite de palma, industrias de fertilizantes, textiles, papel y cartón, e

industrias de fabricación de furfural, tienen aguas residuales calientes que contienen materia orgánica. En tales casos, el proceso PAT se puede utilizar como un proceso de pretratamiento químico para reducir la carga orgánica y aumentar la biodegradabilidad de las aguas residuales antes del proceso biológico. El uso simultáneo de varios activadores es uno de los sistemas más populares para la activación de PS para tratar las fuentes de agua contaminadas con contaminantes orgánicos tóxicos y persistentes. En estos sistemas, debido al efecto sinérgico entre los activadores, tiempo de tratamiento se reduce y la eficiencia de eliminación de contaminantes orgánicos aumenta. El uso simultáneo de sistemas PAT con iones de hierro homogéneos y catalizadores de hierro heterogéneos ha recibido una atención cada vez mayor. Sin embargo, la producción de lodos de hierro y formación de efluentes coloreados han limitado la aplicación de procesos basados en este mecanismo híbrido. (Reza Samarghandi et al., 2020)

El proceso de persulfato activado (potencial de oxidación, E° = 2.01 V) es uno de los procesos emergentes que puede mineralizar compuestos orgánicos a través de $SO_4^{\bullet-}$ (E° = 2.6 V) y •OH (E° = 2.8 V). Estos radicales se crean a partir de peroximonosulfato de potasio ($KHSO_5$, PMS), persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$, KPS) o persulfato de sodio ($Na_2S_2O_8$, SPS) utilizando métodos térmicos, de metales de transición y de activación UV. El $SO_4^{\bullet-}$ es selectivo en reacciones con compuestos orgánicos mediante transferencia de electrones, pero •OH no es selectivo y es capaz de mineralizar todos los compuestos orgánicos. Recientemente, el $SO_4^{\bullet-}$ ha llamado la atención sobre la eliminación eficiente de contaminantes orgánicos de las aguas subterráneas y residuales. Las razones para elegir el persulfato activado están relacionadas con la alta reactividad en el medio de reacción, la estabilidad a temperatura ambiente, la sutil selectividad hacia cualquier contaminante en particular, el fuerte potencial de oxidación, la amplia gama de operaciones reactivas, la alta solubilidad acuosa, el proceso operativo simple, la disponibilidad, y rentabilidad. La producción de radicales $SO_4^{\bullet-}$ y •OH altamente reactivos se presenta en las siguientes ecuaciones:

$$S_2O_8^{2-} + \text{Calor} \rightarrow 2\ SO_4^{\bullet-} \text{ o } 2\ SO_4^{2-} \quad (31)$$

$$SO_4^{\bullet-} + H_2O \rightarrow SO_4^{2-} + \bullet OH + H^+ \quad (32)$$

$$SO_4^{\bullet-} + \bullet OH \rightarrow SO_4^{2-} + \bullet OH \quad (33)$$

$$2\bullet OH \rightarrow H_2O_2 \quad (34)$$

$$H_2O_2 \rightarrow 2\ \bullet OH \quad (35)$$

A partir de la ecuación (3), se puede afirmar que la asistencia térmica puede descomponer el persulfato en radicales $SO_4^{\bullet-}$. Por lo tanto, la activación térmica o el aumento de la temperatura hasta un nivel óptimo pueden aumentar la velocidad de reacción al aumentar la dosis de uso de persulfato. Sin embargo, se prefiere la activación

por calor porque es un proceso de oxidación química in situ respetuoso con el medio ambiente. (Shuchi et al., 2021)

A pH neutro, los radicales sulfatos tienen un mayor potencial redox; Los radicales sulfatos son más selectivos para la oxidación a pH ácido en comparación con los radicales hidroxilos. Los radicales sulfatos son más efectivos para la degradación de compuestos orgánicos recalcitrantes debido a su mayor estabilidad en el agua. La oxidación por radicales sulfatos tiene numerosas ventajas sobre otros sistemas oxidantes, como alta solubilidad, relativamente estable a temperatura ambiente, amplio rango de pH operativo y fuerte potencial oxidante. Como resultado, los POA basados en radicales sulfatos se han aplicado con éxito para la remediación de diferentes contaminantes.

Los radicales sulfatos también se producen mediante la activación del persulfato por luz visible, microondas, compuestos orgánicos naturales, quinonas y complejo de metal quelado. La activación del persulfato mediante hierro ferroso se ha utilizado para el tratamiento de aguas residuales, incluidos contaminantes como la anilina y diurón. Sin embargo, el exceso de hierro ferroso en solución reacciona con el radical sulfato, lo que resulta en el consumo del radical sulfato y se produce hidróxido de hierro disminuyendo la eficiencia de oxidación. En la activación del persulfato, es importante mantener cantidades adecuadas de Fe^{2+}, evitando la rápida conversión de Fe^{2+} a Fe^{3+} y la eliminación de radicales sulfatos. Liang et al (2004) utilizaron agentes quelantes como EDTA y ácido cítrico que mantienen la concentración de Fe^{2+} en solución. (Hussain et al., 2014)

Los resultados obtenidos en experimentos a escala de laboratorio son bastante prometedores, pero la demostración de la técnica en equipos piloto reales necesita más investigación, especialmente en el caso de utilizar la irradiación solar como única fuente de energía. De hecho, con respecto a la energía térmica necesaria para alcanzar la temperatura objetivo relevante, el valor agregado de eficiencia energética de lo que podrían ser los futuros procesos reales es definitivamente relevante. A diferencia del esquema convencional de fotocatálisis “bajo la luz solar directa”, el proceso basado en activación térmica parece más “robusto” ya que la energía térmica recolectada (de la luz solar) se almacena a lo largo del tiempo para un uso óptimo, incluso durante episodios de menos buen tiempo. (Telegang Chekem et al., 2020)

1.2.6 Colorantes

Los colorantes son compuestos orgánicos solubles. Presentan una alta solubilidad en agua, lo que dificulta su eliminación por métodos convencionales. Una de sus propiedades es la capacidad de impartir color a un determinado sustrato debido a la presencia de grupos cromóforos en sus estructuras moleculares. Sin embargo, la propiedad de fijar el color al material está relacionada con los grupos auxotróficos, que son polares y pueden unirse a los grupos polares de las fibras textiles. (Lellis et al., 2019)

Los colorantes y pigmentos se utilizan para impartir color a una amplia gama de materiales, comúnmente denominados sustratos, para diversos fines, como la estética, la protección y el arte. Se pueden dividir en dos subgrupos como colorantes solubles en el medio de aplicación y pigmentos insolubles en el medio de aplicación. Los colorantes, que son compuestos orgánicos unidos para dar color a la superficie de la tela, son sustancias coloreadas que, cuando se aplican a las fibras, dan un color permanente que es resistente a los efectos negativos de la luz, agua y detergente. Son solubles en agua, produciendo colores brillantes en agua con propiedades ácidas. Los pigmentos son colorantes insolubles que se utilizan para fibras, plásticos y otros materiales poliméricos. La distinción más obvia entre colorante y pigmento es que los colorantes son solubles en el sustrato de modo que se dispersan a escala molecular y los pigmentos no se disuelven y se dispersan en partículas. (Gürses et al., 2021)

El colorante o colorante consta principalmente de dos componentes clave, uno son los cromóforos, es decir, formados por el grupo atómico y contienen diferentes grupos funcionales como O ==(C_6H_4) ==O, –C==O, –N==N– y – NO_2 y es el principal responsable de teñir las telas y el segundo son los auxocromos que contienen muchos grupos funcionales como –SO_3H, –NH_3, –OH y –COOH que no solo introduce el cromóforo, sino que aumenta la afinidad de la fibra por el color y disminuye el agua. -solubilidad ya sea por donación o eliminación de electrones (Allen, 1987; Srinivasan y Viraraghavan, 2010).

En general, los colorantes catiónicos se comercializan en forma de sales, normalmente cloruros, pero a menudo como oxalatos o incluso sales dobles que contienen cloruro de zinc. La intensidad y el brillo son las propiedades destacadas de estos colorantes. Ninguna otra clase de colorante puede igualar las tonalidades obtenidas con algunos colorantes básicos.

Aunque los colorantes se clasifican de varias formas, la clasificación más común se basa en la fuente del colorante y naturaleza de los grupos cromóforos. Según la clasificación realizada según el origen de los colorantes, los colorantes se dividen en dos grupos básicos como colorantes naturales y sintéticos. A continuación, se presenta la clasificación de los colorantes.

a) Colorantes naturales.

Los colorantes naturales incluyen todos los colorantes obtenidos de fuentes naturales como plantas, animales y minerales. Se sabe que muchas plantas y animales tienen un potencial muy alto en términos de sus colorantes naturales, y la mayoría de ellos se han utilizado para teñir de forma natural durante siglos. Varias partes de las plantas, como raíces, tallos, corteza, hojas, frutos y semillas, pueden contener una amplia variedad de agentes colorantes que se pueden extraer.

b) Colorantes sintéticos.

Colorantes ácidos o aniónicos.

El colorante que realiza el proceso de teñido en una solución acuosa a pH ácido (pH de 2 a 6) se conoce como colorante ácido. Estos colorantes se aplican a fibras hidrofílicas como la lana, el algodón y el nailon. Estos colorantes consumen alrededor del 30% al 40% de la utilización total de colorantes (Miladinova et al., 2016). Los colorantes aniónicos se clasifican en aquellos que contienen grupos ácido sulfónico o aquellos capaces de solubilizarse en álcali. Estos colorantes también se clasifican según sus grupos cromóforos como colorantes azo, antraquinona, xantenos, triarilmetano y difenilamina. (Sharma et al., 2021)

Colorantes básicos o catiónicos.

Perkin's Mauve es el primer colorante sintético que pertenece a la clase básica de colorantes. Algunos otros ejemplos de la primera clase básica de colorantes sintéticos son el magenta y verde malaquita. Estos colorantes se derivan de bases orgánicas y se ionizan en agua que forma cationes coloreados por lo que se los conoce como colorantes básicos o colorantes catiónicos. (Sharma et al., 2021)

Colorantes reactivos.

Los colorantes reactivos son colorantes aniónicos solubles que están unidos covalentemente al sustrato de fibra y esto ayuda a teñir algodón y lana. Se aplica un electrolito como NaCl o Na_2SO_4 para facilitar la transferencia del colorante a la fibra.

Cualquier grupo que sea capaz de reaccionar con sitios de fibra como los grupos –OH en la fibra de celulosa y los grupos –OH, –SH y $–NH_2$ en la lana es un posible grupo reactivo para integrarse en un colorante reactivo. El colorante reactivo se difunde hacia el interior de la fibra, lo que mejora la fijación del colorante en las fibras. Los primeros colorantes reactivos disponibles comercialmente para algodón dependían del grupo reactivo dicloro-s-triazina.

Para mejorar los niveles de reactividad, los grupos reactivos más utilizados son difluorocloropirimida, tricloropirimidina, aminoclorostriazina, aminofluorostriazina, sulfatoetilsulfona, dicloroquinoxalina y diclorotriazina. (Sharma et al., 2021)

Colorantes directos.

Los colorantes directos se aplican sobre rayón, lino, fibras celulósicas y también se pueden utilizar para teñir lana y seda. Estos colorantes están débilmente unidos a las moléculas de la fibra. Por tanto, después de ser aplicados a los tejidos, estos no se secan rápidamente. Estos colorantes se utilizan a temperaturas entre 79.4 °C y 93,3 °C (Lorimer et al., 2001). Los colorantes directos sólo se pueden lavar en frío porque carecen de propiedad fijadora. Uno de los beneficios del colorante directo es el precio más barato en comparación con todos los demás colorantes. (Sharma et al., 2021)

Colorantes dispersos.

El colorante disperso está descrito por la Sociedad de Tintoreros y Coloristas (Reino Unido) como un colorante sustancialmente insoluble en agua asociado con uno o más de una naturaleza hidrófoba de fibras, como poliéster o acetato de celulosa. El colorante disperso no es iónico, por lo que es fácilmente volátil. y los vapores de colorante son altamente absorbidos por la fibra hidrófoba. (Sharma et al., 2021)

Colorantes de tina.

El colorante de tina se utiliza para dar una mejor solidez del color y por sus excelentes propiedades de brillo. Son principalmente solubles en agua caliente y algunos colorantes de tina son soluble en carbonato de sodio. (Sharma et al., 2021)

Colorantes de azufre.

Estos colorantes se clasifican en cuatro grupos como son el azufre, el azufre Leuco, los colorantes de azufre solubilizados y condensados. (Sharma et al., 2021)

Pigmentos.

Por pigmentos se entiende compuestos coloreados, insolubles en agua, ácidos y disolvente básico que no contiene ningún grupo funcional y reacciona con las fibras como aglutinante. Ellos son ampliamente utilizados en el proceso de impresión. Los pigmentos orgánicos son derivados benzoicos, mientras que los pigmentos inorgánicos son derivados metálicos. tales como Zn, Fe, Mb, Sn, Pb, Al, Ca, Cr y Mg. (Sharma et al., 2021)

1.2.7 Anilina

La anilina ($C_6H_5NH_2$) es un compuesto de amina aromática orgánica en el que un anillo de fenilo (C_6H_5) está unido a un grupo amino ($–NH_2$). Es de gran interés en los últimos años debido a su débil basicidad que se atribuye a una combinación de resonancia y efecto inductivo. Los átomos de carbono presentes en la anilina tienen menor electronegatividad en comparación con los átomos de nitrógeno y, por lo tanto, tienden a extraer algunos electrones de nitrógeno del anillo mediante el efecto inductivo. Los electrones de nitrógeno presentes en la anilina no están emparejados ni desapareados con ningún otro átomo. Se puede observar una pequeña cantidad de resonancia si este par solitario de electrones se dona a los átomos de carbono. Debido a esto a su vez ha mostrado mayor resonancia en la anilina. El $–NH_2$ es un grupo donador de electrones ya que puede donar más densidad de electrones de la que aceptará. Pero el efecto inductivo de la anilina es menor que el efecto de resonancia.

La capacidad de formar enlaces de hidrógeno con el apoyo de átomos de nitrógeno de los anillos de fenilo hace que la anilina sea atractiva desde la perspectiva de la ciencia supramolecular. Es un excelente donante y aceptor de hidrógeno y se ha utilizado ampliamente para crear estructuras supramoleculares mediante la auto reunión guiada por

reconocimiento de segmentos que contienen variedades integrales de sitios de enlace de hidrógeno. (Anjalin et al., 2020)

Su naturaleza nociva para el medio ambiente conduce a graves problemas de contaminación ambiental. Después de entrar en el entorno natural, la estructura molecular de la anilina se vuelve muy estable. Se adhiere fácilmente a la materia orgánica coloidal y cambia las propiedades físicas y químicas del agua, los sedimentos y las poblaciones biológicas, lo que da como resultado el deterioro de la calidad del agua. Además, la anilina también se adsorbe fácilmente por el suelo o se oxida a un producto intermedio secundario, que es más tóxico y difícil de degradar. Por lo tanto, a anilina ha sido catalogada como un contaminante orgánico grave que debe controlarse rigurosamente en el medio ambiente. (Tao et al., 2017)

1.3 Definición de términos básicos

Agua

Recurso natural muy demandado, constituye hoy en día un elemento esencial en los desarrollos antropogénicos modernos, especialmente en el sector industrial (Hodaifa et al., 2019).

Agua residual textil

Es agua residual más o menos coloreada debido a que varía por el grado de fijación del colorante en el sustrato y se presenta baja DBO y alta DQO. (Amin, 2009)

Colorantes

Los colorantes son compuestos orgánicos solubles. Una de sus propiedades es la capacidad de impartir color a un determinado sustrato debido a la presencia de grupos cromóforos en sus estructuras moleculares. Sin embargo, la propiedad de fijar el color al material está relacionada con los grupos auxotróficos, que son polares y pueden unirse a los grupos polares de las fibras textiles. (Lellis et al., 2019)

Procesos de oxidación avanzada (POA)

Los AOP se caracterizan por la generación in situ de radicales ya sea de los oxidantes o de los sustratos. Los radicales producidos son poderosos para oxidar compuestos recalcitrantes o inertes, lo que resulta en su mineralización o aumento de la biodegradabilidad. (M' Arimi et al., 2020)

Proceso de persulfato activado

El proceso de persulfato activado es uno de los procesos emergentes que puede mineralizar compuestos orgánicos a través de $SO_4^{\bullet-}$ que se crean a partir de peroximonosulfato de potasio ($KHSO_5$), persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) o persulfato de sodio ($Na_2S_2O_8$) utilizando métodos térmicos, de metales de transición y de activación UV. (Hussain et al., 2014)

Anilina

La anilina ($C_6H_5NH_2$) es un intermedio importante en la industria química orgánica y fina. Se ha utilizado ampliamente para producir caucho, resina orgánica, pintura, cuero, plástico y petróleo. Además, juega un papel importante en la producción de una variedad de pesticidas (fungicidas, insecticidas, etc.). (Tao et al., 2017)

1.4 Hipótesis de la investigación

Hipótesis general

- El persulfato activado térmicamente influye significativamente en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa.

Hipótesis específicas

- La dosis de persulfato es 1 g/L en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa.
- La temperatura es 70 °C en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente.
- El tiempo de reacción es 120 min en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente.
- Existe una relación directa entre la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción con la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa.

1.5 Operacionalización de las variables

En la Tabla 4 se presenta la operacionalización de las variables que a continuación se detalla:

Variables independientes:

- Dosis de persulfato.
- Temperatura.
- Tiempo de reacción.

Variable dependiente:

- Eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa.

Tabla 4

Operacionalización de las variables independientes y dependiente

Variable	Definición conceptual	Dimensión	Indicador
Dosis de persulfato	Cantidad de persulfato por volumen de solución de anilina en la degradación oxidativa del colorante.	Dosis (g/L)	g/L
Temperatura	Magnitud física que expresa el grado de frío o calor de la solución de anilina en la degradación oxidativa del colorante.	Temperatura (°C)	°C
Tiempo de reacción	El tiempo es una magnitud física con la que se mide la duración de la reacción química de degradación oxidativa de la anilina.	Tiempo (min)	Min
Eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa	Disminución de la concentración del colorante anilina presente en la solución debido a la degradación oxidativa del colorante.	Porcentaje (%)	%

CAPÍTULO II
DISEÑO METODOLÓGICO

2.1 Tipo y nivel de investigación

Considerando la fuente, el tipo de investigación fue de laboratorio porque los experimentos se realizaron en un ambiente controlado, se manipularon variables independientes (dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción) para obtener resultados o el efecto de la variable dependiente (eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa). Después en función a los resultados se realizó la prueba de hipótesis. (Arias Gonzáles & Covinos Gallardo, 2021)

En función a la finalidad, el tipo de investigación fue aplicada debido a que se abastece del tipo básico o puro, con la teoría se resolvió problemas prácticos, se basa en los hallazgos, descubrimientos y soluciones que se planteó en el objetivo del estudio, este tipo de investigación normalmente se usa en la ingeniería. (Arias Gonzáles & Covinos Gallardo, 2021)

Respecto al nivel de la investigación fue explicativa, se caracteriza por establecer causa-efecto entre sus variables, son más profundas y estructuradas. En la investigación se tienen variables independientes (causas) y variables dependientes (efectos) y las hipótesis se pueden plantear de forma que se establezca causalidad. (Arias Gonzáles & Covinos Gallardo, 2021)

2.2 Métodos de investigación

Fue el método científico que se usó en la investigación, se siguió procedimientos racionales y sistemáticos para resolver un problema y, finalmente, demostrar la verdad de un conocimiento. (Niño Rojas, 2011)

2.3 Diseño de investigación

El diseño general de la investigación fue experimental, principalmente se caracteriza por verificar cuantitativamente la causalidad de una variable sobre otra, ello implica la manipulación de la variable(s) independiente(s), es necesario un plan de acción que pueden establecer por etapas (Arias Gonzáles & Covinos Gallardo, 2021). Particularmente es el diseño experimental puro debido que se logra el control y validez interna e incluyen una o más variables independientes y una o más dependientes (Hernández Sampieri et al., 2014).

En la investigación se usó el diseño experimental de Box-Behnken con tres variables independientes y tres niveles (bajo, medio y alto) y tres puntos centrales. Se ensayaron dos experimentos por cada combinación de las variables independientes, por lo que el número total de experimentos fue 30.

El diseño de Box-Behnken presenta una conjugación de tratamiento que están en los puntos medios de los bordes del espacio experimental y requieren al menos tres

factores continuos para fijar las variables que maximizan o minimizan una respuesta. Este diseño no tiene puntos axiales y es seguro que todos los puntos del diseño están dentro de su zona de operación segura.

El número de corridas experimentales para este diseño viene dado por:

$N=2\times k(k-1) + c_0$

$N=2\times 3(3-1) +3$

$N=15$

Donde k es el número de variables independientes o factores (3) y c_0 hace referencia al número de puntos centrales (3).

En la Tabla 5 y Tabla 6 se presentan las variables independientes y sus tres niveles y las combinaciones a experimentar en base al diseño de Box-Behnken, respectivamente.

Tabla 5

Niveles de las variables independientes

Variable independiente	Nivel		
	Bajo (–)	Medio (0)	Alto (+)
Dosis de persulfato (g/L)	0.75	1.00	1.25
Temperatura (°C)	50	60	70
Tiempo de reacción (min)	60	90	120

Tabla 6

Matriz de diseño

N°	Dosis de persulfato (g/L)	Temperatura (°C)	Tiempo de reacción (min)	Eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa (%)	
				I	II
1	0.75	50	90		
2	1.25	50	90		
3	0.75	70	90		
4	1.25	70	90		
5	0.75	60	60		
6	1.25	60	60		
7	0.75	60	120		
8	1.25	60	120		
9	1.00	50	60		
10	1.00	70	60		
11	1.00	50	120		
12	1.00	70	120		
13	1.00	60	90		
14	1.00	60	90		
15	1.00	60	90		

2.4 Población y muestra

2.4.1 Población

La población la conforman todos los elementos del estudio, es delimitado por el investigador según la definición que se formule en el estudio (Arias Gonzáles & Covinos Gallardo, 2021). En parte experimental se usó agua contaminada con el colorante anilina (color rojo) que fue el resultado de la mezcla de la anilina (color rojo) con agua destilada, por experimento se utilizó 1 L de la solución y por lo cual la población fue 30 L.

2.4.2 Muestra

Mientras que la muestra es una porción o parte representativa de una población o de una magnitud para facilitar su estudio (Niño Rojas, 2011, p. 153). Como en la parte experimental se usó agua contaminada con anilina o solución de anilina, se considera que la muestra es la misma que la población.

2.4.3 Técnica de muestreo

La técnica de muestreo fue probabilística porque involucra la selección de unidades de tal manera que dichas unidades tengan la misma probabilidad de ser seleccionadas, además estas deben ser estadísticamente representativas. El muestro probabilístico que se usó fue al azar simple debido a que la selección al azar de las unidades de los casos consistió en elegir los sujetos o casos de forma aleatoria. (Arias Gonzáles & Covinos Gallardo, 2021)

2.5 Técnicas e instrumentos de recopilación de datos

Para la recopilación de datos se utilizaron las técnicas denominadas:

- Análisis documental para recoger datos de fuentes primarias o secundarias.
- Test instrumental para medir propiedades física y químicas, mientras que las técnicas específicas son la espectroscopía de emisión, potenciometría y gravimetría para medir la absorbancia (concentración de anilina en la degradación oxidativa con persulfato activado térmicamente), pH y peso (anilina y $K_2S_2O_8$), respectivamente.

Los instrumentos y equipos que se usó fueron: espectrofotómetro Macy UV-1700, balanza analítica digital Sartorius-A2214, medidor multiparámetro EZDO-7200, cronómetro digital, termómetro de mercurio de 20 a 100 °C, termómetro de mercurio de 0 a 200 °C y termómetro de mercurio de -10 a 100 °C y agitador magnético con calefacción JKI-JK-MSH-Pro.

En la parte experimental se usaron los siguientes materiales: 08 fiolas de 100 mL, 01 fiola de 1 L, 03 vasos de precipitación de 1 L, 01 probeta de 10 mL, 01 probeta de 25 mL, 01 probeta de 50 mL, 03 lunas de reloj, viales de vidrio para muestras, cubetas de plásticos para espectrofotómetro UV, 02 goteros, 02 espátulas y magnetos. Finalmente, los reactivos que se usaron fueron: anilina de color rojo, persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$), solución de ácido clorhídrico a 0.1 M (HCl), solución de hidróxido de sodio a 0.1 M (NaOH) y agua destilada.

2.5.1 Curva de calibración de absorbancia vs concentración de anilina

Para cuantificar la concentración de anilina en solución acuosa durante la degradación oxidativa con persulfato activado térmicamente, se elaboró una curva de calibración que relaciona la absorbancia que se midió con el espectrofotómetro UV y la concentración de anilina en solución acuosa, para tal fin el procedimiento fue el siguiente:

1. Lavar una fiola de 1 L y ocho fiolas de 100 mL.
2. Pesar 0.1 g de la anilina.
3. Agregar la anilina a 500 mL de agua destilada en un vaso de precipitación de 1 L, agitar, trasvasar a una fiola de 1 L y aforar. La concentración de la solución de la anilina es 100 mg/L.

4. Extraer 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40 y 50 mL de la solución de la anilina y agregar a fiolas de 100 mL y aforar. Las concentraciones de la solución son equivalentes a 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40 y 50 mg/L, respectivamente.
5. Leer la absorbancia de las soluciones de la anilina en el espectrofotómetro UV.
6. Elaborar la curva de calibración y obtener la respectiva ecuación lineal.

2.5.2 Determinación de la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa

Para determinar la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa se siguió los siguientes pasos:

1. En un vaso de precipitación agregar 1 L de agua destilada.
2. Encender el agitador magnético y fijar en 300 rpm (ver la mezcla).
3. Pesar 0.05 g de colorante anilina y agregar al vaso de precipitación.
4. Calentar la solución de la anilina a 50 °C manipulando el selector de temperatura del agitador magnético.
5. Agregar 1.055 g de $K_2S_2O_8$ que corresponde a la dosis de persulfato de 0.75 g/L.
6. Fijar el pH en 7 mediante la adición de la solución de HCl o NaOH.
7. Tomar una muestra después de 90 min.
8. Dejar enfriar la muestra tratada.
9. Medir la absorbancia (longitud de onda de 513.5 ηm) de la solución de anilina tratada con persulfato activada térmicamente en el Laboratorio de Análisis Instrumental de la Facultad de Ingeniería Química - UNCP.
10. Repetir los pasos anteriores variando la temperatura (60 o 70 °C), peso de $K_2S_2O_8$ (1.407 o 1.759 g que equivalen a la dosis de persulfato de 1.00 y 1.25 g/L, respectivamente) y tiempo (60 o 120 min) considerando las combinaciones de las variables que se muestran en la matriz de diseño (Tabla 6).

En el tratamiento de efluentes textiles con persulfato activado térmicamente o calor, Yang et al. (2023) utilizaron el colorante rodamina B y experimentaron con concentraciones iniciales de 10, 20, 30, 40 y 50 mg/L y Shuchi et al. (2021) (KPS) utilizaron concentraciones del colorante Sudan Black B de 20, 30, 40 y 50 mg/L. Considerando estos antecedentes en la presente investigación la concentración inicial de la anilina es 50 mg/L.

2.6 Técnica de procesamiento de datos

A partir de los resultados de la parte experimental se calculó los principales estadísticos descriptivos y para la prueba de hipótesis se usó el análisis de varianza de tres factores o variables independientes. En el procesamiento se usó un software estadístico y el Microsoft Excel.

CAPÍTULO III

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.1 Presentación, análisis e interpretación de los datos

3.1.1 Principales estadísticos descriptivos de las variables

La estadística descriptiva permite una interpretación fácil y comprensible de los datos que se recopilaron en los experimentos. En la tabla siguiente se presenta los estadísticos principales en función a las variables independientes: dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción, los cuales se manipularon en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa

Tabla 7

Estadísticos descriptivos de la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa en función a la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción

Estadístico	Dosis de persulfato (g/L)			Temperatura (°C)			Tiempo de reacción (min)		
	0.75	1.00	1.25	50	60	70	60	90	120
Media	56.809	77.084	83.447	43.885	75.523	99.104	72.085	73.380	74.654
Error estándar	9.396	5.131	9.696	2.686	5.482	0.399	10.117	6.735	8.646
Mediana	47.005	80.695	97.317	43.417	80.695	99.493	73.188	80.695	74.936
Varianza	706.26	368.62	752.06	57.71	420.70	1.27	818.84	635.02	598.03
Desviación estándar	26.576	19.199	27.424	7.597	20.511	1.127	28.615	25.200	24.455
Mínimo	34.764	47.659	38.940	34.764	41.704	96.546	41.704	34.764	50.388
Máximo	98.856	99.850	99.998	53.326	98.333	99.998	99.658	99.998	99.850

3.1.2 Curva de calibración de absorbancia vs concentración de anilina

Las mediciones de absorbancia y concentración de anilina en solución acuosa se presentan en la Tabla 8 y la respectiva curva de calibración se muestra en la Figura 2.

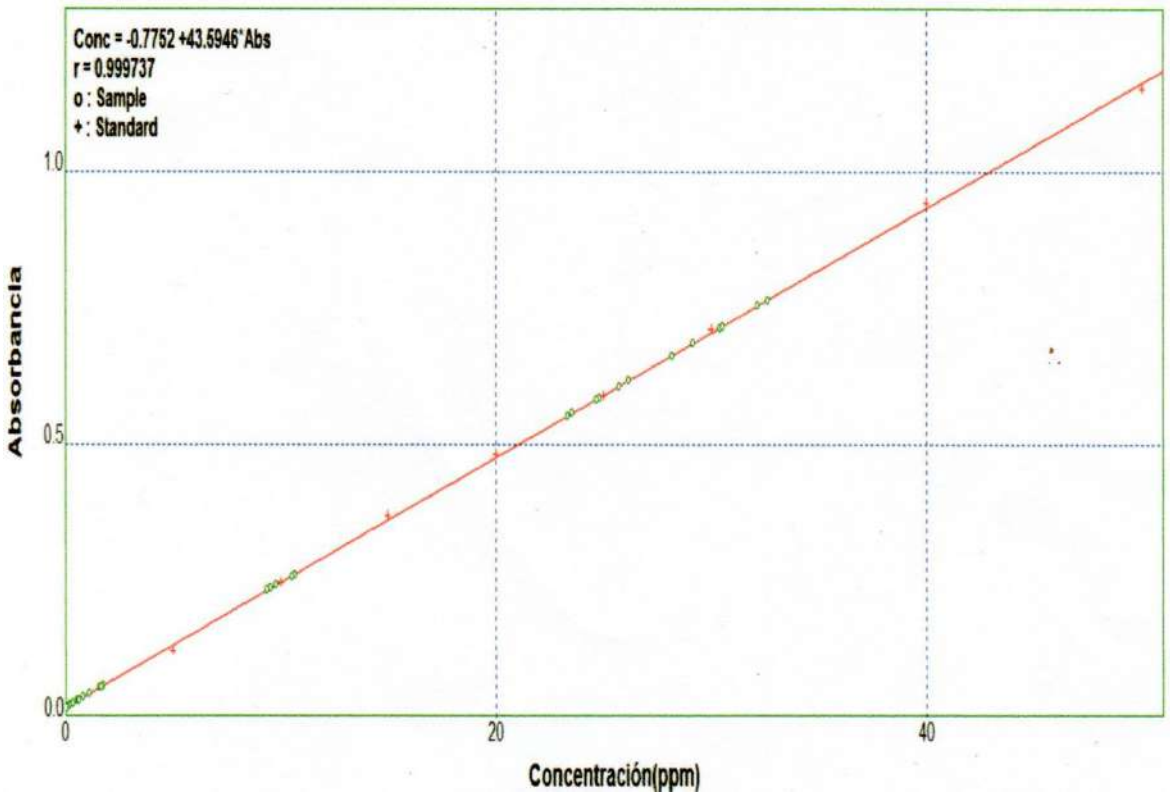
Tabla 8

Absorbancia y concentración de anilina en solución acuosa

Concentración de la solución de anilina (mg/L)	5	10	15	20	25	30	40	50
Absorbancia	0.1219	0.2458	0.3691	0.4811	0.5892	0.7126	0.9432	1.1524

Figura 2

Curva de calibración de absorbancia vs concentración de anilina



3.1.3 Determinación de la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa

Para evaluar la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente se preparó una solución de anilina con una concentración de 50 mg/L. Al inicio y final del tratamiento, según las condiciones del diseño experimental, se midió la absorbancia para determinar finalmente la concentración de la anilina, en la tabla siguiente se presenta los resultados de absorbancia.

Tabla 9

Absorbancia de la solución de anilina después de la degradación oxidativa con persulfato activado térmicamente

N°	Dosis de persulfato (g/L)	Temperatura (°C)	Tiempo de reacción (min)	Absorbancia de la solución de anilina después de la degradación oxidativa		
				I	II	Promedio
1	0.75	50	90	0.7553	0.766	0.7607
2	1.25	50	90	0.7154	0.7181	0.7168
3	0.75	70	90	0.0309	0.0316	0.0313
4	1.25	70	90	0.0201	0.0178	0.0190
5	0.75	60	60	0.6864	0.6644	0.6754
6	1.25	60	60	0.0369	0.0434	0.0402
7	0.75	60	120	0.5868	0.5838	0.5853
8	1.25	60	120	0.0537	0.0557	0.0547
9	1.00	50	60	0.6072	0.6181	0.6127
10	1.00	70	60	0.0255	0.0217	0.0236
11	1.00	50	120	0.5579	0.5531	0.5555
12	1.00	70	120	0.0574	0.0195	0.0385
13	1.00	60	90	0.242	0.2359	0.2390
14	1.00	60	90	0.2327	0.2623	0.2475
15	1.00	60	90	0.2364	0.2589	0.2477

La ecuación que se obtuvo en la elaboración de la curva de calibración es:

Concentración de anilina=–0.7752 + 43.5946×Absorbancia

Con las mediciones de absorbancia y la ecuación anterior se calculó la concentración de la solución de anilina, los resultados son:

Tabla 10

Concentración de la solución de anilina después de la degradación oxidativa con persulfato activado térmicamente

N°	Dosis de persulfato (g/L)	Temperatura (°C)	Tiempo de reacción (min)	Concentración de la solución de anilina después de la degradación oxidativa (mg/L)		
				I	II	Promedio
1	0.75	50	90	32.1518	32.6183	32.3850
2	1.25	50	90	30.4124	30.5301	30.4712
3	0.75	70	90	0.5719	0.6024	0.5871
4	1.25	70	90	0.1011	0.0008	0.0509
5	0.75	60	60	29.1481	28.1891	28.6686
6	1.25	60	60	0.8334	1.1168	0.9751
7	0.75	60	120	24.8061	24.6753	24.7407
8	1.25	60	120	1.5658	1.6530	1.6094
9	1.00	50	60	25.6954	26.1706	25.9330
10	1.00	70	60	0.3365	0.1708	0.2536
11	1.00	50	120	23.5462	23.3370	23.4416
12	1.00	70	120	1.7271	0.0749	0.9010
13	1.00	60	90	9.7747	9.5088	9.6417
14	1.00	60	90	9.3693	10.6597	10.0145
15	1.00	60	90	9.5306	10.5114	10.0210

Finalmente, en la tabla siguiente se presenta la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa considerando que es la variable dependiente de la investigación.

Tabla 11

Eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa por persulfato activado térmicamente

N°	Dosis de persulfato (g/L)	Temperatura (°C)	Tiempo de reacción (min)	Eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa (%)		
				I	II	Promedio
1	0.75	50	90	35.70	34.76	35.23
2	1.25	50	90	39.18	38.94	39.06
3	0.75	70	90	98.86	98.80	98.83
4	1.25	70	90	99.80	100.00	99.90
5	0.75	60	60	41.70	43.62	42.66
6	1.25	60	60	98.33	97.77	98.05
7	0.75	60	120	50.39	50.65	50.52
8	1.25	60	120	96.87	96.69	96.78
9	1.00	50	60	48.61	47.66	48.13
10	1.00	70	60	99.33	99.66	99.49
11	1.00	50	120	52.91	53.33	53.12
12	1.00	70	120	96.55	99.85	98.20
13	1.00	60	90	80.45	80.98	80.72
14	1.00	60	90	81.26	78.68	79.97
15	1.00	60	90	80.94	78.98	79.96

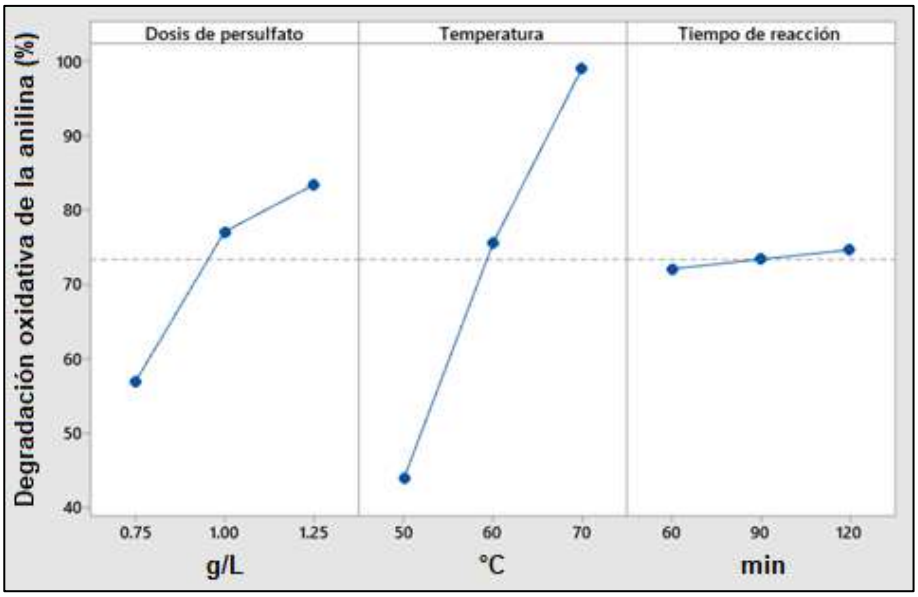
La mayor eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa es 99.90% a la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción de 1.25 g/L, 70 °C y 90 min, respectivamente, mientras que la menor eficiencia de degradación fue a 0.75 g/L, 50 °C y 90 min, respectivamente.

3.1.4 Determinación de la relación que existe entre la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción con la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa

Uno de los objetivos específicos de la investigación es determinar la relación entre la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción con la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa, para ello se presenta la gráfica de efectos principales respectiva.

Figura 3

Gráfica de efectos principales de la con la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa por persulfato activado térmicamente



De la Figura 3, la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción presentan un efecto positivo o directo con la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa en el intervalo de valores que se consideraron en la investigación, a mayores valores de las variables independientes se incrementa la eficiencia. La temperatura presenta un mayor efecto, seguido por la dosis de persulfato y finalmente el tiempo de reacción, este último el efecto es mínimo.

Debido a que se consideró tres niveles para las variables independientes se aplicó el método de superficie para determinar las condiciones óptimas de la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente. En este proceso se utilizó un software estadístico. Entre los resultados que se obtiene es el modelo matemático que representa al proceso estudiado el cual se obtiene a partir de las mediciones que se realizó, el cual es:

$$\text{Eficiencia de degradación} = -506 + 332\times\text{Dosis de persulfato} + 9.05\times\text{Temperatura} + 0.83\times\text{Tiempo de reacción} - 117.6\times[\text{Dosis de persulfato}]^2 - 0.0462\times[\text{Temperatura}]^2 - 0.00096\times[\text{Tiempo de reacción}]^2 - 0.28\times\text{Dosis de persulfato}\times\text{Temperatura} - 0.304\times\text{Dosis de persulfato}\times\text{Tiempo de reacción} - 0.0052\times\text{Temperatura}\times\text{Tiempo de reacción}$$

A continuación, se presenta gráficas de contorno y superficie, que son representaciones del modelo matemático que representa la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa por persulfato activado térmicamente. La gráfica de contorno es una representación bidimensional, mientras que la gráfica de superficie es tridimensional, pero a partir de ambos se puede obtener o predecir la eficiencia de degradación de la

anilina en solución acuosa para condiciones diferentes de la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción.

Figura 4

Gráfica de contorno de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con la dosis de persulfato y temperatura

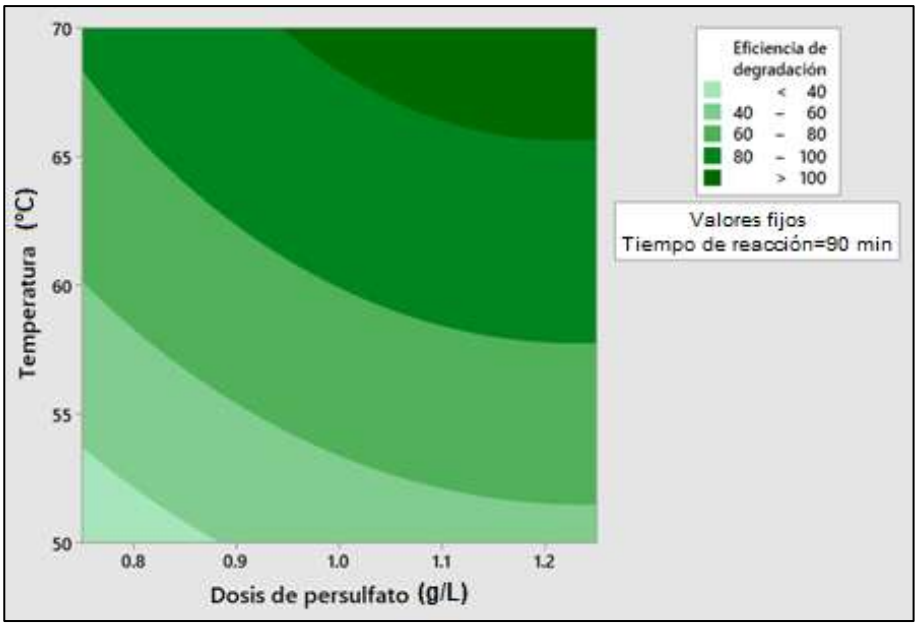
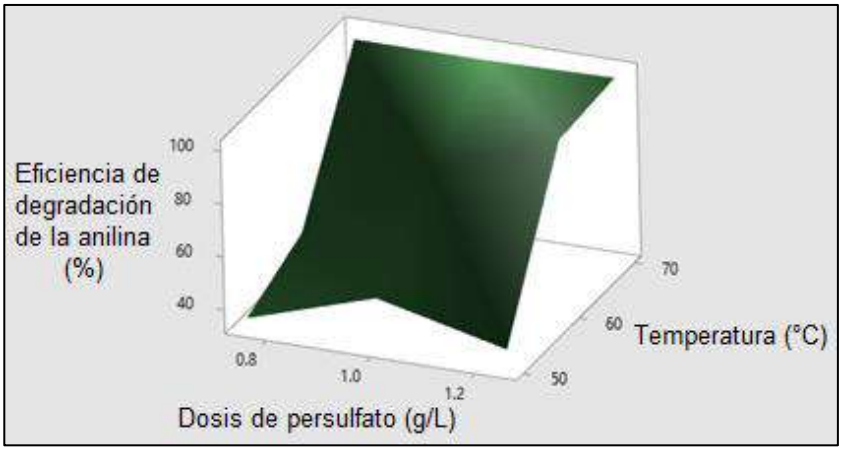


Figura 5

Gráfica de superficie de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con la dosis de persulfato y temperatura



Como ejemplo del uso de las figuras anteriores, para una dosis de persulfato mayor a 1.0 y temperatura mayor a 65 °C, la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa estimada es alrededor del 100%, mientras que para una dosis y temperatura menor a 0.9 y 55 °C, respectivamente, la eficiencia es menor al 40%.

Figura 6

Gráfica de contorno de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con tiempo de reacción y temperatura

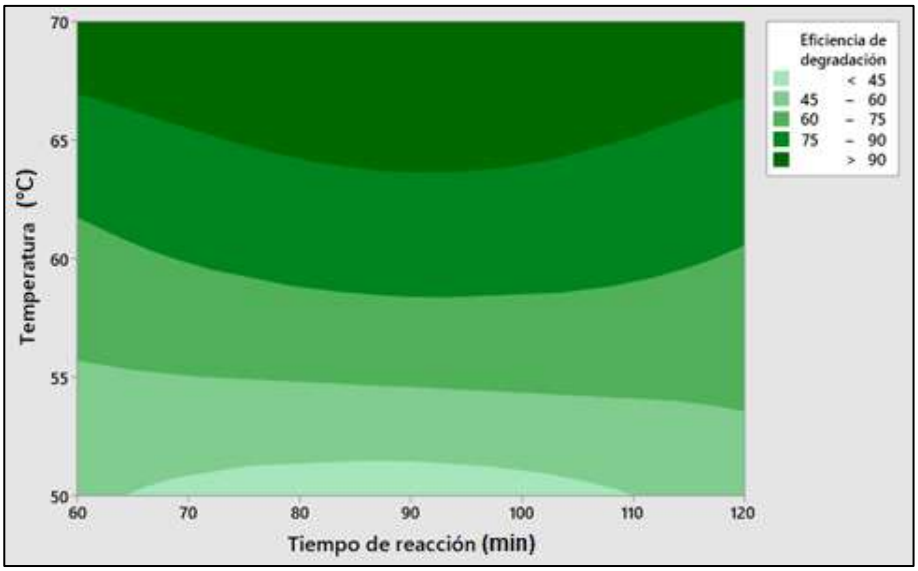
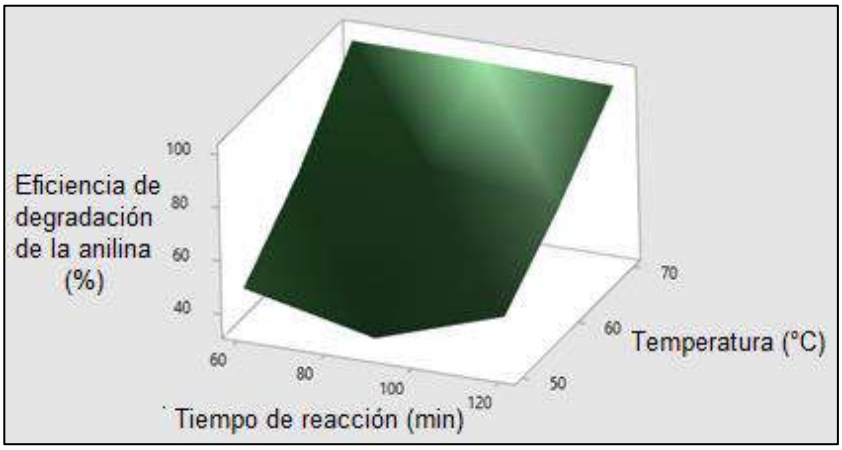


Figura 7

Gráfica de superficie de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con tiempo de reacción y temperatura



Como referencia a las dos figuras anteriores, para un tiempo de reacción mayor a 60 min y temperatura mayor a 65 °C, la eficiencia de degradación de la anilina estimada es mayor al 90%, mientras que para un tiempo entre 70 y 110 min y temperatura alrededor de 50 °C la eficiencia es menor al 45%.

Figura 8

Gráfica de contorno de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con tiempo de reacción y dosis de persulfato

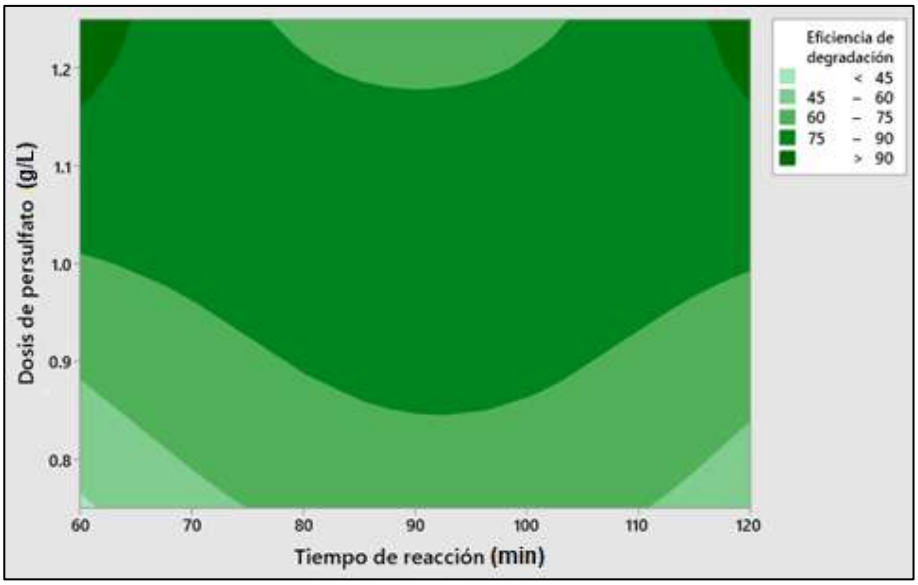
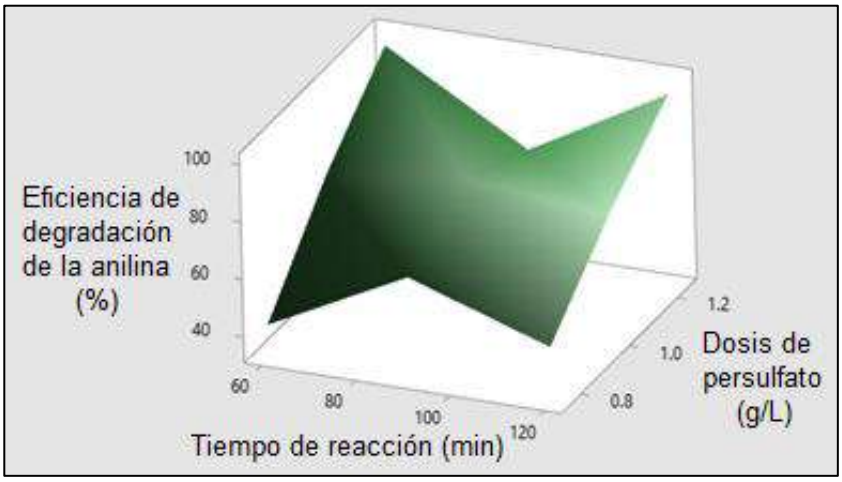


Figura 9

Gráfica de superficie de la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa con tiempo de reacción y dosis de persulfato

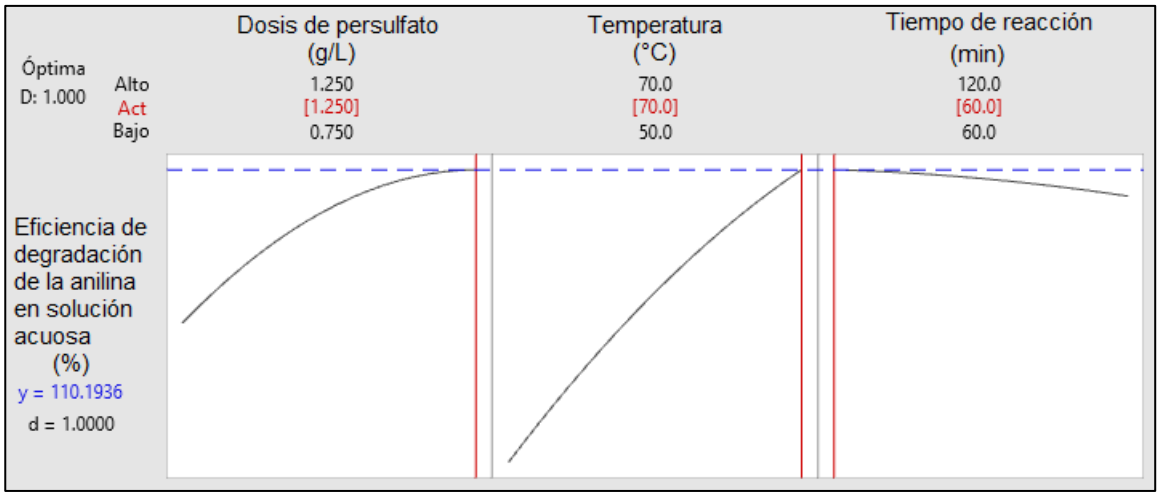


Finalmente, para un tiempo de reacción entre 60 y 120 min y dosis de persulfato de entre 1.0 y 1.2 g/L, la eficiencia de degradación de la anilina es entre 75% y 90%.

Ahora se presentará en la Figura 10 los resultados finales de la aplicación del método de superficie que es la optimización de la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente

Figura 10

Optimización de la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente



La dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción óptimo es 1.25 g/L, 70 °C y 60 min, respectivamente, a estas condiciones la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa es 100%. En la Figura 10 se observa que la eficiencia máxima estimada es 110.1936%, la razón es que el software haces sus estimaciones como una ecuación matemática y no considera el significado físico, se sabe que máximo la eficiencia de degradación puede ser 100%.

3.2 Proceso de la prueba de hipótesis

El objetivo general es evaluar la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente, para lo cual se utilizó el diseño de Box-Behnken con tres variables independientes con tres niveles y tres puntos centrales y el planteamiento para la prueba hipótesis consiste en:

H_0= El persulfato activado térmicamente (dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción) no influye significativamente en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa.

H_1= El persulfato activado térmicamente (dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción) influye significativamente en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa.

Para la prueba de hipótesis se usó el análisis de varianza de tres factores o variables independientes y los resultados son:

Tabla 12

Análisis de varianza

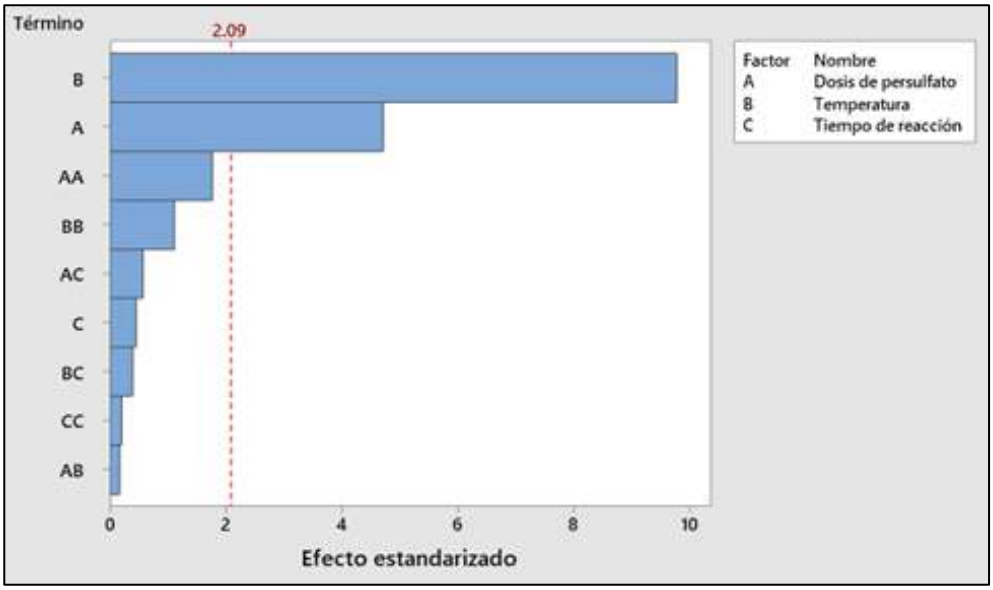
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	9	15646.8	1738.5	13.62	0.000
Lineal	3	15061.2	5020.4	39.33	0.000
Dosis de persulfato	1	2838.2	2838.2	22.24	0.000
Temperatura	1	12196.6	12196.6	95.55	0.000
Tiempo de reacción	1	26.4	26.4	0.21	0.654
Cuadrado	3	520.5	173.5	1.36	0.284
Dosis de persulfato×Dosis de persulfato	1	398.6	398.6	3.12	0.092
Temperatura×Temperatura	1	157.3	157.3	1.23	0.280
Tiempo de reacción×Tiempo de reacción	1	5.5	5.5	0.04	0.837
Interacción de 2 factores	3	65.1	21.7	0.17	0.915
Dosis de persulfato×Temperatura	1	3.8	3.8	0.03	0.865
Dosis de persulfato×Tiempo de reacción	1	41.6	41.6	0.33	0.574
Temperatura×Tiempo de reacción	1	19.7	19.7	0.15	0.699
Error	20	2552.9	127.6		
Total	29	18199.7			

En función al valor de p (menor que 0.05), las variables independientes dosis de persulfato y temperatura influyen significativamente en la eficiencia de degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente. Pero el tiempo de tratamiento, interacciones y componentes cuadráticos de las variables independientes no influyen en la eficiencia de degradación.

En el diagrama de Pareto de efectos estandarizados que muestra gráficamente la misma interpretación de la prueba de hipótesis. En la Figura 11, únicamente las barras horizontales que corresponde a la dosis de persulfato y temperatura pasan la línea de referencia (2.09), por lo cual se concluye que estas variables influyen en la eficiencia de degradación. Las barras del resto de términos no pasan la línea por lo cual se concluye que no influyen en la degradación de la anilina.

Figura 11

Diagrama de Pareto de efectos estandarizados



3.3 Discusión de resultados

Activar persulfato térmicamente o calor es una tecnología verde capaz de producir radicales sulfatos (RS, $SO_4^{\bullet-}$) sin el uso de ningún producto químico mediante la escisión de los enlaces peróxido de los aniones persulfato (PS, $S_2O_8^{2-}$), la reacción química se presenta en la Ec. (36). Este proceso de oxidación se denomina persulfato activado térmicamente (PAT) o persulfato activado por calor.

$$S_2O_8^{2-} \xrightarrow{(30-99\,^{\circ}C)} 2\,SO_4^{\bullet-} \qquad (36)$$

El principal inconveniente de este proceso puede ser el alto costo de energía para suministrar el calor necesario para las aguas residuales de baja temperatura. Sin embargo, si este proceso se utiliza para aguas residuales de alta temperatura, el potencial térmico de las aguas residuales puede activar PS sin necesidad de una fuente de calor externa. Algunas industrias, como la refinación de petróleo, extracción de aceite de palma, industrias de fertilizantes, textiles, papel y cartón y las industrias de fabricación de furfural, tienen aguas residuales calientes que contienen materia orgánica (Reza Samarghandi et al., 2020). Por otra parte, se considera al proceso persulfato activado térmicamente (PAT) como un método rentable, reactivo y que ahorra tiempo en comparación con su rendimiento. (Yabalak, 2021)

Los radicales $SO_4^{\bullet-}$ que se forman pueden iniciar reacciones en cadena, vista en la Ec. (37), Ec. (38) y Ec. (39). Los aniones (SO_4^{2-} y HSO_5^-) y radicales hidroxilos (•OH) generados por estas reacciones pueden participar en el proceso de degradación y afectar la eficiencia de la degradación. (Yabalak, 2021)

$$SO_4^{\bullet-} + H_2O \rightarrow {\bullet}OH + H^+ + SO_4^{2-} \qquad (37)$$

$SO_4^{\bullet-} + \bullet OH \rightarrow HSO_5^-$ (38)

$2 \bullet OH \rightarrow H_2O_2$ (39)

Como se observa en las reacciones químicas del proceso con persulfato activado, se forma radicales hidroxilos y RS quienes son responsables de la degradación de la molécula orgánica (contaminante) recalcitrante, Yuan et al (2023) indicaron que el principal agente oxidante de la reacción fue •OH. Sin embargo, el RS jugó un papel importante en el proceso de oxidación. Los RS son reactivos electrófilos y que las sustancias químicas con una mayor densidad electrónica son más susceptibles a ser atacadas por los RS. (Sun et al., 2019).

La eficiencia de degradación de un contaminante con persulfato activado térmicamente es función principalmente de la dosis o concentración de PS (oxidante), temperatura, tiempo de tratamiento o reacción, pH, concentración inicial del contaminante y contaminante (colorante). Estas variables interactúan y en función a sus valores la eficiencia del proceso varía, por ejemplo, se puede argumentar que la temperatura, tiempo de tratamiento y concentración de oxidante se pueden intercambiar para aumentar o disminuir el efecto de cada uno. Aumentar aún más el tiempo de tratamiento y concentración del oxidante, con un nivel razonable de COT y eliminación de color, puede no tener un efecto significativo más allá del aumento de los costos operativos (Yabalak, 2021). Como muchos procesos, los mejores valores u óptimos de las variables que afectan la eficiencia tienen que ser determinados mediante experimentos en laboratorio.

La dosificación del oxidante juega un papel crucial en cualquier POA y está relacionado con el costo del proceso. Es obvio que la eficiencia de degradación del contaminante y velocidad de degradación aumenta significativamente con el aumento de la concentración inicial o dosis del oxidante ($S_2O_8^{2-}$), una mayor concentración de PS produciría más especies oxidantes para aumentar la eficiencia de degradación (Sun et al., 2019; Yuan et al., 2023) o viceversa. Bajo ciertas condiciones de operación, existe una concentración inicial de persulfato óptima para la máxima mineralización o degradación de tal manera que el tratamiento de aguas residuales que contienen colorantes se rentable (Yang et al., 2023). Una cantidad excesiva de PS no mejora la eficiencia de la degradación, posiblemente debido a la recombinación de $SO_4^{\bullet-}$ y podría ocurrir una reacción con el persulfato como se muestra en las siguientes ecuaciones, así la concentración de radicales $SO_4^{\bullet-}$ disponibles para degradar disminuyen (Monteagudo et al., 2016; Reza Samarghandi et al., 2020) o se produce una eliminación de radicales (Sun et al., 2019). Sin embargo, la utilización de PS debe tener en cuenta las normas y estándares ambientales sobre la liberación de sulfatos en arroyos naturales, ya que algunos trastornos de salud estarían asociados con altos niveles de sulfatos en el agua. (Reza Samarghandi et al., 2020)

$SO_4^{\bullet-} + SO_4^{\bullet-} \rightarrow S_2O_8^{2-}$ (40)

$SO_4^{\bullet-} + S_2O_8^{2-} \rightarrow S_2O_8^{\bullet-} + SO_4^{2-}$ (41)

El $S_2O_8^{\bullet-}$ es menos activo que los otros radicales por lo que la eficiencia de degradación disminuye (Yuan et al., 2023). Al incrementar la temperatura y la concentración de PS podría suceder una producción proporcional más rápida de radicales $SO_4^{\bullet-}$ y •OH. (Shuchi et al., 2021)

Los niveles de PS en los estudios son diferentes y la degradación que se consigue también es variable. En la investigación, para la dosis de persulfato de 0.75, 1.00 y 1.25 g/L la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa es 56.809%, 77.084% y 83.447%, respectivamente, y según la tendencia de los resultados, la dosis óptima sería mayor a 1.25 g/L. El alto valor de la dosis probablemente se debe a la concentración inicial del colorante.

El radical $SO_4^{\bullet-}$ es selectivo, por lo que se enfocar en oxidar el contaminante objetivo, mientras que •OH es no selectivo y significa que oxida al contaminante y subproductos de la oxidación, quiere decir toda molécula orgánica existente en el agua residual.

La temperatura de reacción es un factor crucial que influye en la degradación del contaminante por PAT, se pueden producir más especies activadas ($SO_4^{\bullet-}$ y •OH) en este sistema a temperaturas más altas debido a se aceleran la descomposición del PS, lo que resulta en una degradación más rápida de los contaminantes (Monteagudo et al., 2016; Shuchi et al., 2021; Sun et al., 2019). Aunque una temperatura más alta podría acortar el tiempo de reacción para la degradación completa del contaminante, el consumo de PS y consumo de energía pueden aumentar simultáneamente. Además, a temperaturas elevadas la vida útil de los RS disponibles es relativamente corta, lo que limitaba la difusión efectiva de PS en aplicaciones in situ (Sun et al., 2019). Por lo que es necesario determinar una temperatura óptima para maximizar la degradación o mineralización del contaminante; pero hay que tener en consideración que la temperatura también varía en función a la concentración inicial de PS, pH de la solución y otros. El sistema PAT está considerablemente influenciado por la temperatura y el PS por sí solo no puede degradar (Yuan et al., 2023).

Al respecto, Yuan et al. (2023) indica que los diferentes efectos de las diferentes temperaturas en la activación de PS podrían atribuirse a dos posibles factores: temperaturas más altas podrían dar como resultado la producción de especies más activas y que las especies activas se producen a temperaturas bajas y altas. No olvidar que, según el principio termodinámico, la velocidad de reacción debe acelerarse al aumentar la temperatura. Las reacciones son más rápidas y espontáneas a mayor temperatura, pero a temperatura ambiente o bajas, la reacción fue lenta y no espontánea (Shuchi et al., 2021) y obviamente la degradación del contaminante es insignificante.

A temperaturas más altas, la activación del PS conduce a la generación de una mayor cantidad de $SO_4^{\bullet-}$ y •OH, que pueden degradar eficientemente el contaminante, una representación de la reacción química de degradación es:

$$SO_4^{\bullet-} + \bullet OH + \text{Contaminante} \rightarrow \text{Contaminante}\bullet + \text{productos} \quad (42)$$

Respecto a la relación entre la temperatura y tiempo de tratamiento, se pueden obtener rendimientos elevados de eliminación de COT o degradación del contaminante en casi todos los tiempos de tratamiento cuando se aplicaron niveles de alta temperatura. Sin embargo, a temperaturas moderadas, sólo se pueden obtener altos rendimientos con tiempos de tratamiento prolongados. (Yabalak, 2021)

Mayormente en los estudios la temperatura que produce una mayor degradación es relativamente alta, entre 70 u 80 °C. La degradación de la anilina aumentó con el aumento de la temperatura; a 50, 60 y 70 °C la eficiencia de degradación fue 43.885%, 75.523% y 99.104%, respectivamente. Los resultados demostraron una mejora significativa en la eficiencia, a medida que la temperatura aumentó de 50 a 70 °C. Entre los investigadores que determinaron como temperatura recomendada de 70 °C para el tratamiento de aguas residuales tenemos a Reza Samarghandi et al. (2020), Yang et al. (2023) y Yuan et al. (2023).

El tiempo de operación es un parámetro influyente en el dimensionamiento y diseño de las unidades de tratamiento, que influyen en el costo energético e inversión de una planta de tratamiento de aguas residuales (Shuchi et al., 2021).

Respecto al tiempo de reacción o tratamiento, la eficiencia de degradación de la anilina fue 72.085%, 73.380% y 74.654% para 60, 90 y 120 min, respectivamente. Se observa que a medida que incrementa el tiempo la degradación no es significativa, tal es así que el tiempo óptimo estimado por el método de superficie es 60 min. La explicación sería que en la etapa inicial el contaminante fue oxidado directamente por los radicales $SO_4^{\bullet-}$ e •OH producido a partir de PS y por lo cual se produce la decoloración de la solución de anilina; sin embargo, al extenderse el tiempo de reacción, los productos de transformación también fueron atacados por los radicales, ello involucra más consumo de PS y radicales. Lo que si aumentaría es la reducción del COT con el tiempo de reacción. (Sun et al., 2019)

Las eficiencias de eliminación o degradación del colorante aumentan con el tiempo. La temperatura, dosis de PS y concentración de colorante afectan sustancialmente el tiempo de tratamiento. Esto indica que el tiempo de operación requerido para alcanzar un nivel particular de tratamiento se puede reducir con una dosis más alta de PS. (Shuchi et al., 2021)

En los antecedentes no se encontró una investigación de degrada la anilina con PS activado térmicamente, pero si otros colorantes o contaminantes. En la investigación la

mayor eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa fue 99.90% a la dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción de 1.25 g/L, 70 °C y 90 min, respectivamente, mientras que la menor eficiencia de degradación fue a 0.75 g/L, 50 °C y 90 min, respectivamente. Mientras que condiciones óptimas de dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción óptimo fue 1.25 g/L, 70 °C y 60 min, respectivamente, a tales condiciones se estima que la degradación es total.

Para efectos de referencia a continuación se presenta resultados de otras investigaciones. Monteagudo et al. (2016) aplicaron el persulfato activado para la eliminación de intermedios de la degradación de aguas residuales de antipirina refractaria, a las condiciones óptimas de la concentración inicial de $S_2O_8^{2-}$ de 1200 mg/L, temperatura de 50 °C, amplitud del 10%, pH de 2.8, tiempo de reacción de 25 min basado en •OH lograron una degradación completa en 120 min. Yang et al. (2023) realizaron el tratamiento mejorado de colorantes azoicos (rodamina B) en aguas residuales utilizando persulfato activado por calor con aireación de micronanoburbujas y obtuvieron la máxima de eliminación de 91.75% a las condiciones óptimas de reacción de temperatura de 40 °C, concentración de persulfato de 20 mM, concentración inicial de rodamina B de 10 mg/L a un pH de 4.7. Shuchi et al. (2021) investigaron el tratamiento con persulfato de potasio (KPS) activado por calor del colorante Sudan Black B (SBB) y lograron la degradación del colorante al 100% con la dosis más alta de persulfato de potasio (750 ppm) en 17 min de reacción. Reza Samarghandia et al. (2020) degradaron el colorante Azul Ácido 113 y realizaron el tratamiento de aguas residuales de la industria textil en un sistema binario de activación de persulfato basado en el uso simultáneo de calor (PAT) y un catalizador de carbón activado granular recubierto de ZnO (ZnO-GAC), la eficiencia máxima de eliminación de AB113 en los sistemas de oxidación PS/ZnO-GAC fue 26%, PAT de 83% y PA/ZnO-GAC de 94.2%. Huang et al. (2020) trataron aguas residuales que contienen 2-metoxifenol (MOP) mediante persulfato con activación sinérgica térmica y alcalina, y lograron la degradación mediante activación sinérgica térmica-álcali de 93.8% a pH 12 en 20 min.

Entre investigadores que degradaron la anilina, pero con otros procesos tenemos a Hussain et al. (2014) quienes investigaron la degradación de anilina con hierro cero valente (ZVI) como activador de persulfato en solución acuosa y a la dosis óptima de ZVI 0.4 g/L y un pH de 4.0, degradaron la anilina en 85%. Monteagudo et al. (2017) estudiaron la aplicabilidad de un proceso UV-H_2O_2 intensificado con persulfato (PS) para mineralizar un efluente sintético que contiene anilina en un reactor de vidrio dispuesto en configuración de cascada y degradaron al 100% con el proceso UV-H_2O_2-PS en 20 min. Shuang et al. (2007) investigaron los factores que influyen y el mecanismo de la combinación de ultrasonido (US) y ozono (O_3) para la degradación de la anilina en agua y degradaron el

64% de anilina. Comparando los resultados de la investigación con los de otros investigadores, los obtenidos que es próximo al 100% cumple con degradar totalmente la anilina.

Las aguas que contienen colorantes presentan diferentes valores de pH inicial y se sabe que esta variable afecta significativamente en la eficiencia de degradación en los POA, la oxidación de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente no es la excepción. Y. Sun et al. (2019) indicaron el porqué del efecto del pH en la degradación del contaminante y las razones son las siguiente:

- El pH de la solución podría afectar la reacción de degradación al alterar las especies oxidantes predominantes, la velocidad general de descomposición del PS y la especiación de los contaminantes objetivo.
- Los RS son las especies radicales predominantes a pH neutro.
- En condiciones ácidas, las especies menos reactivas, incluidas $HS_2O_8^-$, HSO_4^-, H_2SO_5 y H_2O_2 puede reducir la concentración de $SO_4^{\bullet-}$ según las siguientes ecuaciones, lo que lleva a una degradación del contaminante más lenta en condiciones ácidas.

  $$S_2O_8^{2-} + H^+ \rightarrow HS_2O_8^- \quad (43)$$

  $$S_2O_8^{2-} + H_2O \rightarrow H_2SO_5 + HSO_4^- \quad (44)$$

  $$H_2SO_5 + H_2O \rightarrow H_2O_2 + H_2SO_4 \quad (45)$$

- En condiciones alcalinas, los RS producidos podrían reaccionar con hidroxilos para generar radicales hidroxilos, que tienen un potencial redox similar (E^0 = 2.7 V) con los RS, como se muestra en la siguiente ecuación. Sin embargo, los radicales hidroxilos son menos selectivos y es más probable que reaccionen con muchos compuestos orgánicos, lo que resulta en una menor velocidad de degradación de la contaminación objetivo.

  $$SO_4^{\bullet-} + OH^- \rightarrow \bullet OH + SO_4^{2-} \quad (46)$$

  Además, el SO_4^{2-} puede desempeñar un papel en la eliminación del •OH en solución alcalina para ralentizar la tasa de degradación orgánica.

Respecto al efecto del pH en la degradación, otros autores como Yuan et al. (2023) y Reza Samarghandi et al. (2020) indicaron el mismo comportamiento.

En la investigación el pH inicial fue 7 y durante el tratamiento disminuyó ligeramente (6.5 aproximadamente), quiere decir que el tratamiento prácticamente fue a condiciones neutras.

La concentración inicial de la anilina fue 50 mg/L y es necesario evaluar el comportamiento del proceso a otras concentraciones porque las empresas que utilizan este colorante descargan efluentes con menores y mayores valores, se sabe que la

concentración inicial también influye en el grado de degradación del contaminante. La eficiencia de degradación del colorante disminuye con el aumento de la concentración inicial de colorante cuando las otras variables de entrada no cambian (temperatura, dosis de PS, etc.). La disminución en la eficiencia de degradación para una concentración y temperatura fija de PS al aumentar la concentración de colorante podría deberse a tres razones:

- La presencia de más sustrato de colorante en la solución con un aumento en la concentración de colorante en comparación con un número fijo de $SO_4^{\bullet -}$ y •OH.
- Una alta concentración inicial de colorante puede disminuir la probabilidad de reacción entre el colorante y especies reactivas; ya que el número de especies de radicales activos generados se supone constante pero la eficiencia de decoloración disminuye con el aumento de moléculas a oxidar para la misma condición operativa.
- Los radicales libres reactivos podrían haber sido consumidos por los intermedios provocando reacciones competitivas paralelas de estos radicales libres con el colorante y los intermedios.

Por otro lado, al aumentar la temperatura o la concentración de PS, se observa una rápida degradación para todas las concentraciones de colorante. (Shuchi et al., 2021)

En los diferentes experimentos la velocidad de agitación fue 300 rpm, el objetivo fue asegurar que la muestra en tratamiento se mantenga agitada y la temperatura en las distintas partes de la muestra sea prácticamente igual.

CONCLUSIONES

1. La dosis de persulfato y temperatura influyen significativamente en la eficiencia de degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente. El tiempo de tratamiento, interacciones y componentes cuadráticos de las variables independientes no influyen en la eficiencia de degradación. La mayor eficiencia de degradación que se logró es 99.90% y la máxima estimada por el método de superficie de respuesta es 100%.
2. La dosis de persulfato con la que se logra la mayor y máxima degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa con persulfato activado térmicamente es 1.25 g/L.
3. La mayor y máxima degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente es a la temperatura de 70 °C.
4. El tiempo de reacción al cual se logra la mayor degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa con persulfato activado térmicamente es 90 min y el óptimo es 60 min.
5. La dosis de persulfato, temperatura y tiempo de reacción presentan un efecto positivo o directo con la eficiencia de degradación de la anilina en solución acuosa en el intervalo de valores que se consideraron en la investigación, a mayores valores de las variables independientes se incrementa la eficiencia. La temperatura presenta un mayor efecto, seguido por la dosis de persulfato y finalmente el tiempo de reacción, el efecto de este último es mínimo.

RECOMENDACIONES

1. Investigar la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente con dosis de persulfato mayores a 1.25 g/L.
2. Estudiar la degradación de la anilina con persulfato activado térmicamente a 75 y 80 °C.
3. Evaluar el pH en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente.
4. Investigar el comportamiento de la concentración inicial del colorante en el tratamiento de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente.
5. Aplicar el proceso persulfato activado térmicamente para la degradación de otros contaminantes recalcitrantes.
6. Evaluar las otras formas de activación del persulfato en la degradación oxidativa de la anilina en solución acuosa.
7. Experimentar el proceso persulfato activado térmicamente en un reactor a nivel piloto.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Adeyemi Oladipo, A., Gazi, M., Olugbenga Ifebajo, A., Sulaiman Oladipo, A., & Odinaka Ahaka, E. (2020). Photocatalysts in advanced oxidation processes for wastewater treatment. In E. Fosso-Kankeu, S. Pandery, & S. Sinha Ray (Eds.), *Photocatalysts in Advanced Oxidation Processes for Wastewater Treatment* (pp. 1–305). Wiley.

Ahmadi, M., & Amiri, P. (2016). A comparative study on reaction kinetic of textile wastewaters degradation by UV/TiO2 and UV/ZnO. *Journal of Applied Research in Water and Wastewater*, *6*(2), 271–276.

Amin, N. K. (2009). Removal of direct blue-106 dye from aqueous solution using new activated carbons developed from pomegranate peel: Adsorption equilibrium and kinetics. *Journal of Hazardous Materials*, *165*, 52–62. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.09.067

Anjalin, M., Kanagathara, N., & Baby Suganthi, A. R. (2020). A brief review on aniline and its derivatives. *Materials Today: Proceedings*, *33*, 4751–4755. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.08.358

Arias Gonzáles, J. L., & Covinos Gallardo, M. (2021). *Diseño y metodología de la investigación* (Primera edición). Enfoques Consulting EIRL. https://www.researchgate.net/publication/352157132

Collivignarelli, M. C., Abbà, A., Carnevale Miino, M., & Damiani, S. (2019). Treatments for color removal from wastewater: State of the art. *Journal of Environmental Management*, *236*, 727–745. https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.11.094

Gürses, A., Güneş, K., & Şahin, E. (2021). Removal of dyes and pigments from industrial effluents. In *Green Chemistry and Water Remediation: Research and Applications* (pp. 135–187). https://doi.org/10.1016/b978-0-12-817742-6.00005-0

Haspulat Taymaz, B. (2023). A novel Ppy/ZnO@Co ternary nanocomposite with enhanced visible light-driven photocatalytic performance. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, *144*, 1–10. https://doi.org/10.1016/j.jtice.2023.104741

Hernández Sampieri, R., Fernández Collado, C., & Baptista Lucio, P. (2014). *Metodología de la investigación* (Sexta Edición). McGraw-Hill/Interamericana Editores S.A.

Hodaifa, G., Paladino, O., Malvis, A., Seyedsalehi, M., & Neviani, M. (2019). Green techniques for wastewaters. *Interface Science and Technology*, *30*, 217–240. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814178-6.00010-8

Huang, Z. H., Ji, Z. Y., Zhao, Y. Y., Liu, J., Li, F., & Yuan, J. S. (2020). Treatment of wastewater containing 2-methoxyphenol by persulfate with thermal and alkali synergistic activation: Kinetics and mechanism. *Chemical Engineering Journal*, *380*, 1–9. https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122411

Hussain, I., Zhang, Y., & Huang, S. (2014). Degradation of aniline with zero-valent iron as an activator of persulfate in aqueous solution. *RSC Advances*, *4*(7), 3502–3511. https://doi.org/10.1039/c3ra43364a

Lellis, B., Fávaro-Polonio, C. Z., Pamphile, J. A., & Polonio, J. C. (2019). Effects of textile dyes on health and the environment and bioremediation potential of living organisms. *Biotechnology Research and Innovation*, *3*(2), 275–290. https://doi.org/10.1016/j.biori.2019.09.001

M' Arimi, M. M., Mecha, C. A., Kiprop, A. K., & Ramkat, R. (2020). Recent trends in applications of advanced oxidation processes (AOPs) in bioenergy production: Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *121*, 1–18. https://doi.org/10.1016/j.rser.2019.109669

Monteagudo, J. M., Durán, A., Latorre, J., & Expósito, A. J. (2016). Application of activated persulfate for removal of intermediates from antipyrine wastewater degradation refractory towards hydroxyl radical. *Journal of Hazardous Materials*, *306*, 77–86. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2015.12.001

Mota, A. L. N., Albuquerque, L. F., Beltrame, L. T. C., Chiavone-Filho, O., Machulek, A., & Nascimento, C. A. O. (2008). Advanced oxidation processes and their application in the petroleum industry: A review. *Brazilian Journal of Petroleum and Gas*, *2*(3), 122–142.

Muñoz Cruz, A. (2008). *Caracterización y tratamiento de aguas residuales* [Tesis licenciatura]. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo.

Niño Rojas, V. M. (2011). *Metodología de la Investigación. Diseño y ejecución* (Primera edición). Ediciones de la U.

Reza Samarghandi, M., Tari, K., Shabanloo, A., Salari, M., & Zolghadr Nasab, H. (2020). Synergistic degradation of acid blue 113 dye in a thermally activated persulfate (TAP)/ZnO-GAC oxidation system: Degradation pathway and application for real textile wastewater. *Separation and Purification Technology*, *247*, 1–17. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.116931

Sharma, J., Sharma, S., & Soni, V. (2021). Classification and impact of synthetic textile dyes on Aquatic Flora: A review. *Regional Studies in Marine Science*, *45*, 1–17. https://doi.org/10.1016/j.rsma.2021.101802

Shuchi, S. B., Suhan, M. B. K., Humayun, S. Bin, Haque, M. E., & Islam, M. S. (2021). Heat-activated potassium persulfate treatment of Sudan Black B dye: Degradation kinetic and thermodynamic studies. *Journal of Water Process Engineering*, *39*, 1–12. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101690

Siddique, K., Rizwan, M., Shahid, M. J., Ali, S., Ahmad, R., & Rizvi, H. (2017). Textile wastewater treatment options: A critical review. In *Enhancing Cleanup of*

Environmental Pollutants (Vol. 2, pp. 183–207). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-55423-5_6

Sun, Y., Zhao, J., Zhang, B. T., Li, J., Shi, Y., & Zhang, Y. (2019). Oxidative degradation of chloroxylenol in aqueous solution by thermally activated persulfate: Kinetics, mechanisms and toxicities. *Chemical Engineering Journal*, *368*, 553–563. https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.02.208

Tao, N., Liu, G., Bai, L., Tang, L., & Guo, C. (2017). Genotoxicity and growth inhibition effects of aniline on wheat. *Chemosphere*, *169*, 467–473. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.11.063

Telegang Chekem, C., Chiron, S., Mancaux, J. M., Plantard, G., & Goetz, V. (2020). Thermal activation of persulfates for wastewater depollution on pilot scale solar equipment. *Solar Energy*, *205*, 372–379. https://doi.org/10.1016/j.solener.2020.04.075

Yabalak, E. (2021). Treatment of agrochemical wastewater by thermally activated persulfate oxidation method: Evaluation of energy and reagent consumption. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, *9*(3), 1–11. https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105201

Yang, Y., Yao, X., Wu, S., Wang, X., Feng, L., Feng, X., & Ma, Y. (2023). Enhanced treatment of azo dyes in wastewater using heat-activated persulfate with micro-nano bubble aeration. *Chemical Engineering Research and Design*, *197*, 24–37. https://doi.org/10.1016/j.cherd.2023.07.013

Yin, H., Qiu, P., Qian, Y., Kong, Z., Zheng, X., Tang, X. Z., & Guo, H. (2019). Textile wastewater treatment for water reuse: A case study. *Processes*, *7*(1), 1–21. https://doi.org/10.3390/pr7010034

Yuan, X., Xiong, W., Peng, Y., Li, B., Zhang, J., Chen, M., Xiong, X., Yang, L., Shi, H., Luo, X., & Shao, P. (2023). Decomplexation of Ni-EDTA by thermally activated persulfate: Efficiency and mechanism. *Journal of Water Process Engineering*, *53*, 1–8. https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2023.103770

ANEXOS

Anexo A: Constacia de análisis



UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CENTRO DEL PERÚ
LABORATORIO DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL

CONSTANCIA DE ANÁLISIS

Conste por el presente documento que los tesistas: **ROJAS ROJAS JANETH IGRAINE**, han solicitado los servicios del Laboratorio de Análisis Instrumental para realizar el:

- ✓ Análisis por Espectrofotometría Ultravioleta Visible (UV-Vis) de unas soluciones de **AGUAS CONTAMINADAS CON COLORANTE ANILINA**, como parte de su trabajo de investigación.

Se emite la presente para los fines que estime conveniente.

Huancayo, 19 de octubre del 2023.



Dr. SALVADOR B. BENDEZÚ MONTES

c.c./Archivo

Ciudad Universitaria Av. Mariscal Castilla N° 3909 - El Tambo – Huancayo
Pabellón "C" segundo piso
Correo electrónico: lab_analisisinstrumental@uncp.edu.pe

DATOS: CURVA DE CALIBRACIÓN

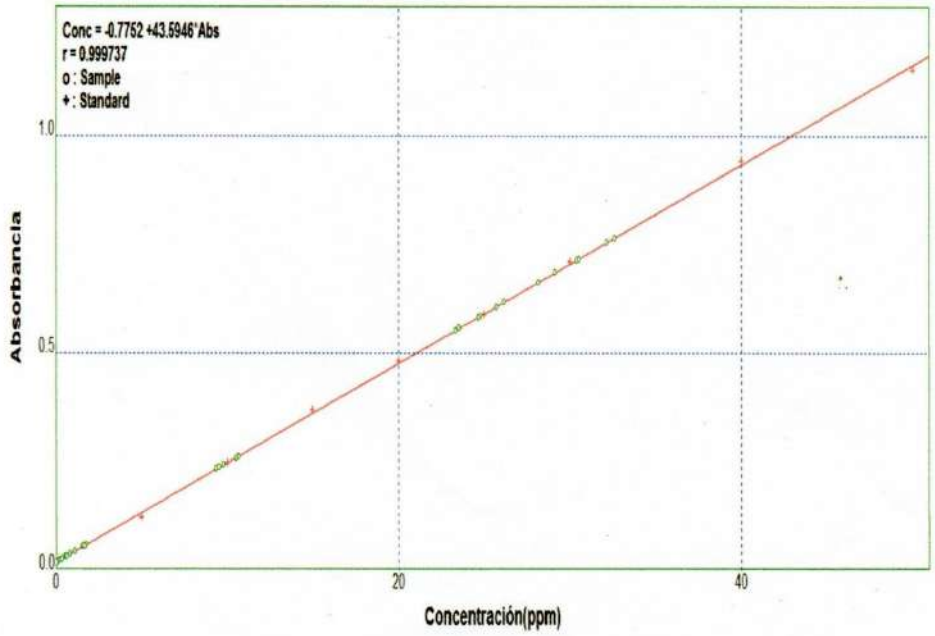
ESTANDAR	ABSORBANCIA
STD 5 PPM	0.1219
STD 10 PPM	0.2458
STD 15 PPM	0.3691
STD 20 PPM	0.4811
STD 25 PPM	0.5892
STD 30 PPM	0.7126
STD 40 PPM	0.9432
STD 50 PPM	1.1524

DATOS: MUESTRAS

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACION
01	0.6864	29.1494
02	0.0369	< 5ppm
03	0.6072	25.6973
04	0.0255	< 5ppm
5	0.6644	28.1908
6	0.0434	< 5ppm
7	0.6181	26.1713
8	0.0217	< 5ppm
9	0.2420	9.7734
10	0.2327	9.3705
11	0.2364	9.5325
12	0.2359	9.5088
13	0.2623	10.6594
14	0.2589	10.5130
15	0.5866	24.8048

MUESTRA	ABSORBANCIA	CONCENTRACION
16	0.0537	< 5ppm
17	0.5579	23.5455
18	0.0574	< 5ppm
19	0.5838	24.6768
20	0.0557	< 5ppm
21	0.5531	23.3367
22	0.0195	< 5ppm
01	0.0201	< 5ppm
02	0.0309	< 5ppm
03	0.7154	30.4108
04	0.7553	32.1505
5	0.0178	< 5ppm
6	0.0316	< 5ppm
7	0.7161	30.5308
8	0.7660	32.6166

CURVA DE CALIBRACIÓN 5 - 50 ppm



Anexo B: Fotografías

Figura 12

Persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$)

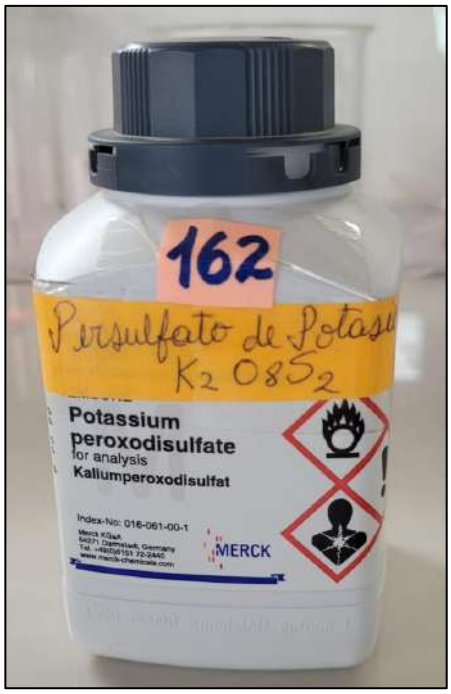


Figura 13

Pesado de la anilina

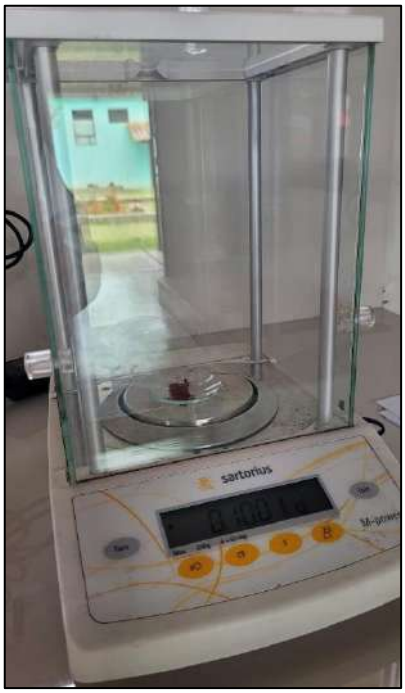




Figura 14

Soluciones de anilina a diferentes concentraciones para la curva de calibración



Figura 15

Pesado de persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$)



Figura 16

Adición de la anilina al agua destilada



Figura 17

Adición del persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$)

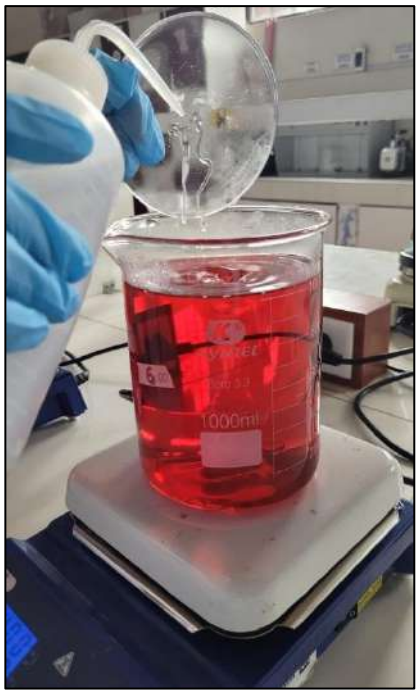


Figura 18

Control del pH en la oxidación de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente



Figura 19

Control de la temperatura en la oxidación de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente

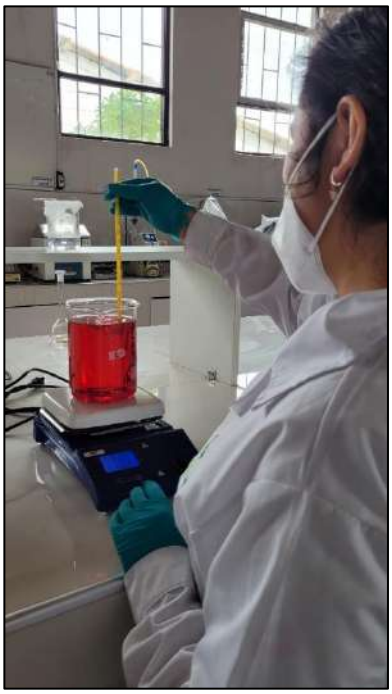


Figura 20

Muestras en degradación de la anilina en solución acuosa utilizando persulfato activado térmicamente

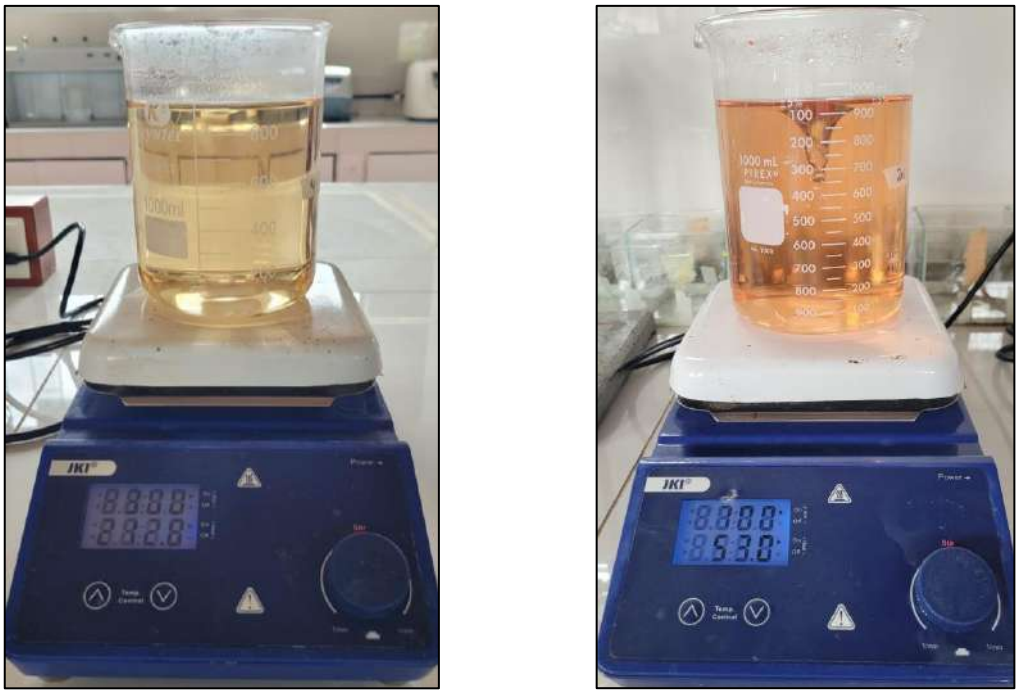


Figura 21

Espectrofotómetro Macy UV-1700



Figura 22

Cubetas con la muestra para la lectura en el espectrofotómetro Macy UV-1700

