

EVALUACIÓN DEL EFECTO DEL TAMAÑO DE GRANO DE LA ILMENITA
SOBRE LA ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA EN MEZCLAS DE
ILMENITA/CARBÓN ACTIVADO SOBRE LA REMOCIÓN DE AZUL DE
METILENO

LIZETH PEÑA REINA

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2019

EVALUACIÓN DEL EFECTO DEL TAMAÑO DE GRANO DE LA ILMENITA
SOBRE LA ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA EN MEZCLAS DE
ILMENITA/CARBÓN ACTIVADO SOBRE LA REMOCIÓN DE AZUL DE
METILENO

LIZETH PEÑA REINA

Proyecto Integral de Grado para optar al título
de INGENIERO QUÍMICO

Director
Dr. Sc. Cesar Augusto Quiñones Segura
Ingeniero Químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.
2019

Nota de aceptación:

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Bogotá D.C. Febrero de 2019

DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. JAIME POSADA DÍAZ

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS

Decano General de la Facultad de Ingenierías

Ing. JULIO CÉSAR FUENTES ARISMENDI

Director de Investigaciones

Ing. ARMANDO FERNÁNDEZ CÁRDENAS

Director del Departamento de Ingeniería Química

Ing. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a la autora.

DEDICATORIA

A Dios por guiarme en cada momento de mi vida y por haberme dado la oportunidad de culminar esta importante etapa.

A mi papito lindo, al que admiro tanto, el que siempre estuvo ahí para orientarme y darme su apoyo incondicional.

A mi mamita linda que siempre creyó en mí, por tenerme paciencia, por enseñarme tantas cosas que han sido cruciales para ser la persona que soy hoy.

A mis abuelos Alirio y Anabey, mis segundos padres que han sido una bendición en mi vida, a los que les debo tantas enseñanzas.

A mis hermanos, que son mi motor y a los que espero guiarlos con amor y sabiduría en cada etapa de su vida.

A mis amigos, mi pandilla de convivencia, que aunque la distancia nos separó siempre buscaron la forma para seguir haciendo parte de mi vida.

A mi Cata, una gran amiga que Dios me puso en el camino, la que me escuchó y con la que compartí muchas cosas.

A mi ángel, pieza fundamental en el inicio y fin de esta etapa, la que me enseñó tantas cosas, la que me apoyó de forma incondicional, la que estuvo en cada dificultad animándome con sus palabras, la que siempre intentaba subirme el ánimo, una de las pocas personas que vio un potencial que ni yo conocía, digna de llamarla ángel.

*“Nunca desistas de un sueño. Sólo trata de ver las señales que te lleven a él.”
Paulo Coelho*

AGRADECIMIENTOS

Le agradezco a Dios que me ama tanto y el que me dio una oportunidad más para seguir cumpliendo esos anhelos que solo los dos conocemos.

A mis papitos Andres Peña y Lina Paola Reina, por darme la vida, por los sacrificios que han hecho para que nunca me falte nada y por siempre querer lo mejor para mí. Gracias papitos por todas esas experiencias, soy muy feliz por aún tenerlos en mi vida. Este triunfo es de ustedes, los amo desde lo más profundo de mi corazón.

A mis abuelitos que siempre me tuvieron en sus oraciones, por la confianza que me han dado y por esos principios que me han inculcado. Gracias por el amor que me han dado desde pequeña y por permitirme seguir en sus vidas. Son los mejores abuelos que Dios me ha podido dar, que afortunada soy de tenerlos, los amo mucho.

Al Dr. Sc. César Augusto Quiñones Segura, que me dio la oportunidad de hacer parte del grupo de investigación Materiales Fotoactivos. Él, que me enseñó no solo cosas académicas sino también cosas para crecer como persona, uno de los mejores profesores que pude conocer en esta carrera.

A Leidy Herrera Torres por su ayuda incondicional en el laboratorio, que siempre tuvo la mejor disposición para colaborarme en todo el desarrollo de este proyecto de investigación.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	18
OBJETIVOS	19
1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	20
1.1 FOTOCATÁLISIS HETEROGÉNEA	20
1.1 ILMENITA	21
1.2 CARBÓN ACTIVADO	23
1.3 AZUL DE METILENO	24
1.4 REACTORES FOTOCATALÍTICOS	24
1.5 OPERACIONES UNITARIAS	25
1.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	26
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	28
2.1 CONDICIONES DE LA ILMENITA	28
2.2 CONDICIONES DEL CARBÓN ACTIVADO	28
2.3 MOLIENDA Y TAMIZADO	29
2.3.1 Operación de molienda	29
2.3.2 Operación de tamizado	29
2.4 ELABORACIÓN DE DISCOS	31
2.4.1 Mezcla de ilmenita y carbón activado	31
2.5 CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA	32
2.6 EVALUACIÓN DEL EFECTO DEL TAMAÑO DE GRANO DE LA ILMENITA	32
2.6.1 Curva de calibración de azul de metileno	33
2.6.2 Reactor fotocatalítico	34
2.6.3 Análisis de varianza (ANOVA)	34
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	35
3.1 TAMIZADO	35
3.2 CURVA DE CALIBRACIÓN	35
3.3 CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA ILMENITA/CARBÓN ACTIVADO	37

3.4	RESULTADOS DEL ANOVA	38
3.5	RÉPLICAS PARA CADA TAMAÑO DE GRANO ESTUDIADO	39
3.6	COMPARACIÓN ENTRE LOS DIFERENTES TAMAÑO DE GRANO	44
3.7	REMOCIÓN DE AZUL DE METILENO PARA CADA TAMAÑO DE GRANO	45
4.	CONCLUSIONES	51
5.	RECOMENDACIONES	52
	BIBLIOGRAFÍA	53
	ANEXOS	57

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Proceso de fotocatalisis heterogénea	20
Figura 2. Estructura de AC	24
Figura 3. a) Difractómetro Philips modelo X'Pert. b) Ejemplo de difractograma	27
Figura 4. Desarrollo experimental	28
Figura 5. Equipo Molino de bolas	29
Figura 6. Protocolo de tamizado	30
Figura 7. Equipo de tamizado	30
Figura 8. Estructura del disco	31
Figura 9. Proceso de DRX	32
Figura 10. Procedimiento para la evaluación del tamaño de grano de la ilmenita	33
Figura 11. Soluciones desde 1 ppm hasta 10 ppm para la curva de calibración	33
Figura 12. Montaje del fotoreactor	34

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Composición química de la ilmenita	22
Tabla 2. Tamices con su respectiva abertura.	35
Tabla 3. Datos para la curva de calibración.	36
Tabla 4. Diseño de experimento	38
Tabla 5. Resultados del análisis de varianza ANOVA	38

LISTA DE ECUACIONES

	pág.
Ecuación 1. Concentración de AM	36
Ecuación 2. Porcentaje de remoción de AM	45

LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Curva de calibración	36
Gráfica 2. Difractograma de la mezcla ilmenita/ carbón activado.	37
Gráfica 3. Degradaciones MIT30.	39
Gráfica 4. Degradaciones MIT35.	40
Gráfica 5. Degradaciones MIT40.	40
Gráfica 6. Degradaciones MIT50.	41
Gráfica 7. Degradaciones MIT60	41
Gráfica 8. Degradaciones MIT80	42
Gráfica 9. Degradaciones MIT100	43
Gráfica 10. Degradaciones MIT120	43
Gráfica 11. Degradaciones MITF	44
Gráfica 12. Comparación de las mejores remociones para cada tamaño de partícula estudiado.	45
Gráfica 13. Remoción de cada tamaño de partícula tras 60 minutos de actividad fotocatalítica.	46
Gráfica 14. Porcentaje de remoción para cada tamaño de partícula estudiado a los 10 minutos de actividad fotocatalítica.	47
Gráfica 15. Porcentaje de remoción para cada tamaño de partícula estudiado a los 20 minutos de actividad fotocatalítica.	48
Gráfica 16. Porcentaje de remoción para cada tamaño de partícula estudiado a los 30 minutos de actividad fotocatalítica.	49
Gráfica 17. Porcentaje de remoción para cada tamaño de partícula estudiado a los 50 minutos de actividad fotocatalítica.	50

LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. Certificado de origen de la ilmenita	58
Anexo B. Certificado de origen carbón activado	60

LISTA DE ABREVIATURAS

AC	Carbón activado
AM	Azul de metileno
DRX	Difracción de rayos X
I	Ilmenita
M	Mezcla Ilmenita y carbón activado
ppm	Partes por millón
R	Réplica
T	Tamiz

GLOSARIO

ADSORCIÓN: adherencia de compuestos sólidos, líquidos o gaseosos en la superficie de una sustancia con capacidad de adsorber.

ARREGLO: es una mezcla de ilmenita y carbón activado con diferentes tamaños de partícula de la ilmenita.

AZUL DE METILENO: compuesto orgánico utilizado como material de referencia para monitorear la fotodegradación.

BAND GAP: es conocida como banda prohibida, es la diferencia de energía entre la banda de conducción y la banda de valencia.

DEGRADACIÓN: es el proceso de disminución o reducción de un compuesto mediante reacciones químicas modificándolo o descomponiéndolo en una molécula más sencilla.

FOTOCATALIZADOR: sustancia o mineral que permite acelerar la reacción fotocatalítica que en este caso es la ilmenita.

FOTOREACTOR: es donde se lleva a cabo la reacción fotocatalítica.

JUNTA TÓRICA (O-RING): son empaques en forma de circunferencia generalmente hechos de caucho natural empleado normalmente para retención de líquidos.

REMOCIÓN: es un proceso de remoción y/o de adsorción de compuestos como contaminantes

SEMICONDUCTOR: material que posee dos extremos de conductividad eléctrica, una como conductor eléctrico y otro como aislante.

TAMIZADO: es una separación mecánica para mezclas heterogéneas sólidas con el fin de obtener diferentes tamaños de partícula.¹

¹ WARREN, McCabe; Julian C. Smith and Peter. Operaciones unitarias en Ingeniería Química. séptima ed. 2005. Hill Education p.1049

RESUMEN

En este proyecto se estudió el efecto que tiene el tamaño de grano de la ilmenita para la remoción de azul de metileno en procesos fotocatalíticos, para esto fue necesario ejecutar operaciones unitarias de molienda y de tamizado obteniéndose diferentes tamaños de grano para la ilmenita, con el fin de encontrar el tamaño más pertinente para mezclar con carbón activado; donde la ilmenita fue el catalizador para el proceso de fotocatalisis y el carbón activado el soporte. Posteriormente se construyeron discos con diferentes mezclas de ilmenita/ carbón activado, donde fue evaluada la remoción de azul de metileno por 1 hora, con resultados por encima del 90%. El mejor arreglo ilmenita/ carbón activado fue el del tamiz 30 removiendo un 97% de azul de metileno, siendo éste el de mayor tamaño.

Palabras claves: Ilmenita, carbón activado, azul de metileno, fotocatalisis, remoción, tamaño de grano.

INTRODUCCIÓN

Cada vez es más crítico el acceso de agua potable especialmente en zonas rurales debido a un saneamiento deficiente provocando que muchos hogares, centros de salud y escuelas estén expuestos a varias enfermedades, como la diarrea, el cólera, hepatitis A, la fiebre tifoidea, entre otras relacionadas con el agua,² siendo perjudiciales principalmente para la salud de los niños,³ ya que son más vulnerables de contraer enfermedades. Por consiguiente, se ha registrado que 361 000 niños menores de 5 años mueren cada año a causa de la diarrea.⁴

Teniendo en cuenta lo anterior y con el fin de implementar un método de purificación del agua de forma económica que ayude a la eliminación de los contaminantes, se propone la fotocatalisis heterogénea, con ilmenita para la eliminación de estos compuestos presentes en el agua.

Con el fin de que la población tenga acceso a una fuente hídrica en condiciones adecuadas, este proyecto propone utilizar la mezcla ilmenita/carbón activado para la eliminación de estos compuestos presentes en el agua donde la ilmenita será el catalizador para el proceso de fotocatalisis y el carbón activado será el adsorbente que tendrá como función retener los contaminantes en su área superficial facilitando el proceso fotocatalítico.

² UNICEF. Día Mundial del Agua – Los más pobres del mundo son quienes tienen menos acceso al agua potable, afirma UNICEF. [0]. Mar 21, [Consultado el Apr 02,2018]. Disponible en: <https://unicef.org.co/noticias/d%C3%ADa-mundial-del-agua-%E2%80%93-los-m%C3%A1s-pobres-del-mundo-son-quienes-tienen-menos-acceso-al-agua>

³ OMS y el UNICEF. Agua. [1]. Feb 7. [Consultado el Abr 4,2018]. Disponible en: <http://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/drinking-water>

⁴OMS y el UNICEF. Ibíd

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar el efecto del tamaño de grano de la ilmenita sobre la actividad fotocatalítica en mezclas de ilmenita/carbón activado sobre la remoción de azul de metileno.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Efectuar las operaciones unitarias pertinentes que permitan definir el tamaño de grano adecuado para la mezcla de ilmenita/carbón activado utilizado en la remoción de azul de metileno.
2. Caracterizar la mezcla ilmenita/carbón activado para ver el efecto del tamaño de grano en la remoción de azul de metileno.
3. Adecuar un sistema de arreglo de la mezcla ilmenita/carbón activado en el fotoreactor a escala laboratorio.
4. Determinar los porcentajes de remoción de azul de metileno utilizando el sistema fotocatalítico.

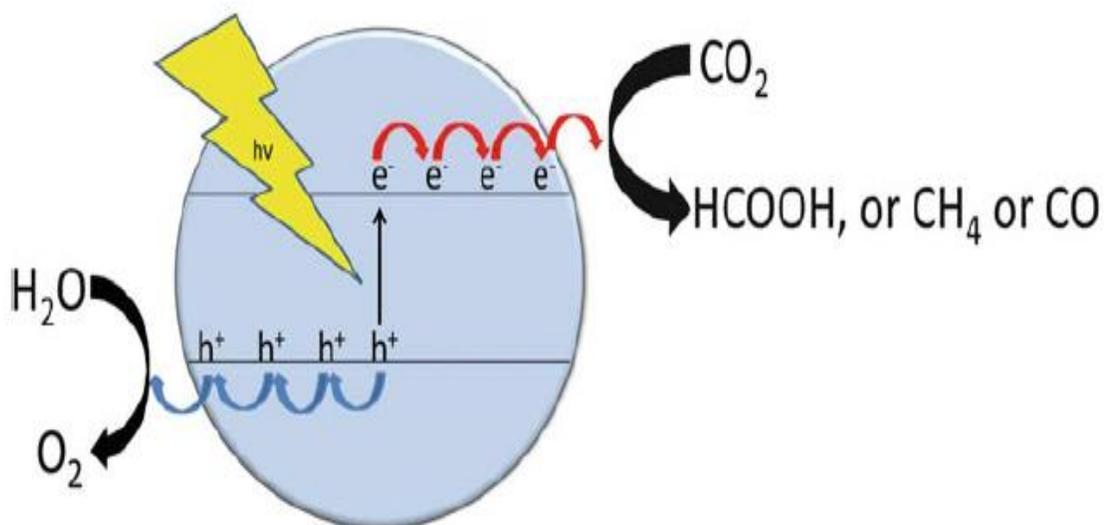
1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

En este capítulo se encuentra los términos que sirvieron como base para la realización de este proyecto de investigación.

1.1 FOTOCATÁLISIS HETEROGÉNEA

La fotocatalisis heterogénea es un proceso de oxidación avanzada. Este proceso se da cuando un sólido semiconductor llamado fotocatalizador entra en contacto con una fuente de energía (luz visible o UV) ya sea de forma directa o indirecta, en donde el fotocatalizador en presencia de oxígeno absorbe fotones que permite la formación de un conjunto de pares de electrón-hueco que se divide en foto-electrones libres en la banda de conducción y foto-huecos en la banda de valencia. Esto genera radicales de hidroxilo o también llamados agujeros libres que se encargan de atacar al contaminante que son oxidadas originando una descomposición de macromoléculas produciendo CO_2 , H_2O y ácidos inorgánicos diluidos.⁵ Esto se puede ilustrar en la figura 1.

Figura 1. Proceso de fotocatalisis heterogénea



Fuente: COLMENARES, Juan Carlos and XU, Yi-Jun. Heterogeneous Photocatalysis : From Fundamentals to Green Applications. 1st ed. 2016 ed. Berlín, Heidelberg: Springer, 2015.p. 4

La fotocatalisis heterogénea ha sido un tema muy importante de investigación ya que diferencia de la mayoría de los procesos fotoquímicos puede emplearse para tratar mezclas complejas de contaminantes. Además tiene un amplio campo que tiene para la solución de problemas ambientales, como el aire, tratamiento de aguas

⁵ LOFRANO, G., et al. Municipal wastewater spiramycin removal by conventional treatments and heterogeneous photocatalysis. En: SCIENCE OF THE TOTAL ENVIRONMENT. May 15, vol. 624, p. 461-469

residuales, destrucción de microorganismos, inactivación de células cancerosas, producción de energía y síntesis química.⁶

En cuanto a los catalizadores más comunes están los semiconductores sólidos, como algunos óxidos metálicos, calcogenuros y materiales carbonosos,⁷ pero el más utilizado principalmente es el TiO₂ por ser muy abundante en la tierra, sin embargo, para poder absorber luz visible se debe hacer modificaciones en su estructura por medio de sustancias químicas siendo una de las razones por la cual en este proyecto se escogió ilmenita que es la fuente principal del TiO₂.⁸

1.1 ILMENITA

Es un mineral de titanio,⁹ uno de los más empleados en la industria como la producción de titanio metálico y dióxido de titanio pigmentado.¹⁰ La ilmenita se forma en rocas ígneas y en algunas rocas metamórficas,^{11,12} tiene como fórmula general ATiO₃ donde A es principalmente hierro,¹³ sin embargo, el Fe puede ser sustituido por los elementos Mn, Mg y Cr.¹⁴ En la tabla 1 se encuentra la composición de la ilmenita.

⁶ COLMENARES, Juan Carlos and XU, Yi-Jun. Heterogeneous Photocatalysis : From Fundamentals to Green Applications. 1st ed. 2016 ed. Berlin, Heidelberg: Springer, 2015.

⁷: *Ibíd.*, p. 3

⁸ LOFRANO. *Op. Cit.* p. 461-469

⁹SHEFFIELD, Resources Ltd. Mineral Sands Market. [0]. [Consultado el Jul 28,2018]. Disponible en: <http://www.sheffieldresources.com.au/irm/content/mineral-sand-market.aspx?RID=385>

¹⁰ SAMAL, Sneha. Thermal Plasma Processing of Ilmenite. 1st ed. 2018 ed. Cham: Springer Verlag, 2018, p. 13

¹¹ *Ibíd.*, p.15

¹²TORRES, Luna; Nancy R. Sanabria and José G. Carriazo. Powders of iron(III)-doped titanium dioxide obtained by direct way from a natural ilmenite. En: POWDER TECHNOLOGY. Nov. 254-260

¹³ SÁENZ, Hermann. UN periódico No.151. [0]. Dec 8. [Consultado el oct,2018]. Disponible en: <https://issuu.com/mediosdigitales/docs/unperiodico151>

¹⁴ MEHDILO, Akbar; IRANNAJAD, Mehdi and REZAI, Bahram. Chemical and mineralogical composition of ilmenite: Effects on physical and surface properties. En: MINERALS ENGINEERING. Jan.vol. 70, p. 64-76

Tabla 1. Composición química de la ilmenita

Elemento	Composición (%)
Na ₂ O	0.2
MgO	1.2
Al ₂ O ₃	1.0
SiO ₂	4.1
P ₂ O ₅	0.3
SO ₃	< 0.1
K ₂ O	0.1
CaO	0.5
TiO ₂	47.3
Cr ₂ O ₃	0.1
MnO	0.5
Fe ₂ O ₃	44.6
ZrO	< 0.1
ZrO ₂	0.2
Nb ₂ O ₅	< 0.1

Fuente: ORTIZ, Diógenes. Distribuidores de ilmenita. [Print(0)]. [Consultado el julio /2019]. Disponible en: <http://distribuidoresdeilmenita.com/>

Sus principales propiedades físicas son:¹⁵

- Color: Negro.
- Brillo: Metálico.
- Sistema de cristal: Trigonal.
- Dureza: 5-6
- La gravedad específica: 4.5-5.0 (promedio para minerales metálicos).

Por otra parte, la ilmenita (FeTiO₃) es un mineral común de la corteza terrestre, con un band gap de (2.58–2.9 eV),¹⁶ lo que permite que absorba radiación visible y ultravioleta proveniente de la luz solar,¹⁷ es semiconductor,^{9,10,18} es muy resistente

¹⁵ SAMAL. Op. Cit. p.16

¹⁶ ZHANG, Xiaobo, et al. Shape controlled FeTiO₃ nanostructures: Crystal facet and photocatalytic property. En: JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS. Dec.vol. 653, p. 619-623

¹⁷ ZARAZÚA, Maria, et al. Synthesis, characterization, and catalytic activity of FeTiO₃/TiO₂ for photodegradation of organic pollutants with visible light. En: RESEARCH ON CHEMICAL INTERMEDIATES. Feb.vol. 42, no. 2, p. 1029-1043

¹⁸ CHEN, Y. H. Synthesis, characterization and dye adsorption of ilmenite nanoparticles. En: JOURNAL OF NON-CRYSTALLINE SOLIDS. vol. 357, no. 1, p. 136-139

al desgaste, de bajo costo¹⁹ y por tener un alto porcentaje de hierro y titanio^{10,13} en su estructura, se ha utilizado en aplicaciones como catalizador heterogéneo en procesos avanzados de oxidación (AOP) para la eliminación de contaminantes en aguas residuales.²⁰

1.2 CARBÓN ACTIVADO

El carbón activado (AC) es un adsorbente de bajo costo,²¹ muy utilizado en la industria para la purificación de agua y control de contaminación atmosférica; además está constituido por microcristales con distribución aleatoria. Este material sólido está determinado por sus propiedades físicas y químicas como su potencial de adsorción, el cual es determinado por la estructura, forma y distribución de la porosidad,²² como se observa en la figura 2.

Por consiguiente el carbón activado tiene una estructura porosa^{23,24} y una gran área superficial, buena estabilidad química,²⁵ por esto es usado como catalizador o soporte para catalizadores permitiendo realizar procesos químicos.²⁶ Por otra parte se ha comprobado la capacidad de adsorción en azul de metileno, yodo, metano entre otros.²⁷

¹⁹ SUN, Zhenkun, et al. O₂ uncoupling behaviour of ilmenite and manganese-modified ilmenite as oxygen carriers. En: FUEL PROCESSING TECHNOLOGY. Jan.vol. 169, p. 15-23

²⁰ GARCÍA, P., et al. Ilmenite (FeTiO₃) as low cost catalyst for advanced oxidation processes. En: JOURNAL OF ENVIRONMENTAL CHEMICAL ENGINEERING. Mar.vol. 4, no. 1, p. 542-548

²¹ OGUNGBENRO, Adetola E., et al. Physical synthesis and characterization of activated carbon from date seeds for CO₂ capture. En: JOURNAL OF ENVIRONMENTAL CHEMICAL ENGINEERING. Aug.vol. 6, no. 4, p. 4245-4252.

²² GÓMEZ, Alexander; KLOSE, Wolfgang; RINCÓN, Sonia. Carbón activado de hueso de palma. Estudio de termogravimetría y estructura. p. 2

²³ RECHNIA, Paulina; MALAIKA, Anna and KOZŁOWSKI, Mieczysław. Acidic activated carbons as catalysts of biodiesel formation. En: DIAMOND & RELATED MATERIALS. Aug.vol. 87, p. 124-133

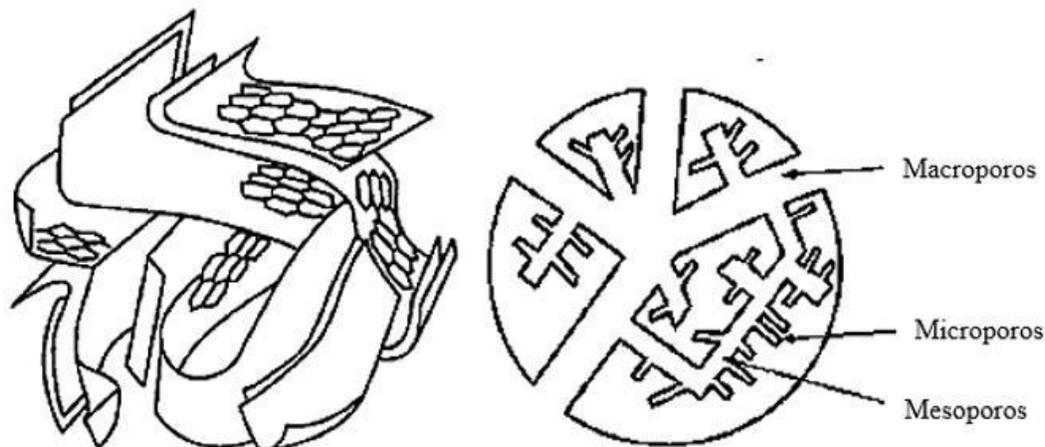
²⁴ GE, Shengbo, et al. Characteristics of activated carbon remove sulfur particles against smog. En: SAUDI JOURNAL OF BIOLOGICAL SCIENCES. Sep.vol. 24, no. 6, p. 1370-1374

²⁵ *Ibíd.*, p. 1370-1374

²⁶ GÓMEZ. *Op. Cit.*, p. 1

²⁷ OGUNGBENRO. *Op. Cit.*, p. 4245-4252

Figura 2. Estructura de AC



Fuente: MARTÍNEZ, María Cristina, et al. Preparación y caracterización de carbón activo a partir de lignina para su aplicación en procesos de descontaminación de aguas. En: Universidad Autónoma de Madrid, 2012, p. 7

1.3 AZUL DE METILENO

Es un colorante orgánico azul²⁸ soluble en agua y etanol. Su nombre químico es tetramethylthionine cloruro; 3,7 bis (dimetilamino) fenotiazinio.²⁹ Este compuesto es utilizado en la industria de teñido de algodón, fabricación de tinta, seda, siendo una sustancia que perjudica al ser humano y animales.³⁰ Por esta razón el azul de metileno es usado como patrón en el grupo de Materiales Fotoactivos para la eliminación de compuestos orgánicos en sustancias acuosas de forma análoga a un contaminante que se puede encontrar en el agua. La longitud de onda máxima de absorbancia aproximadamente del AM es a 665 nm.³¹

1.4 REACTORES FOTOCATALÍTICOS

Los procesos fotocatalíticos a escala requieren de fotoreactores, que son dispositivos que se componen de un fotocatalizador y reactivos. Los fotoreactores tiene unos criterios para su diseño: Proporcionar iluminación de forma eficiente al fotocatalizador y de qué forma se adapta los fotoreactores para garantizar la irradiación proporcionada por diferentes fuentes, también es importante tener en

²⁸ ZHENG, Ran, et al. Ag-ligand modified tungstovandates and their efficient catalysis degradation properties for methylene blue. En: JOURNAL OF SOLID STATE CHEMISTRY. Feb.vol. 246, p. 258-263

²⁹ OXFORD UNIVERSITY. Oxford Dictionary of Biochemistry and Molecular Biology. England: Oxford University Press, 2006.

³⁰ ZHENG, Op. Cit, p. 258-263

³¹ WANG, Qiu Mei, et al. Research on the Photocatalytic Degradability of Methylene Blue Solution by Photocatalysis Bamboo Charcoal Fiber Knitted Fabric. En: ADVANCED MATERIALS RESEARCH. Sep.vol. 332-334, p. 1040-1044

cuenta el tipo y tamaño de partícula del fotocatalizador; con respecto al contaminante, se debe saber el tipo, contenido y su distribución.³² De igual forma es importante tener presente que existen otros factores que influyen en el rendimiento del reactor, como la fuente de luz y su intensidad, la concentración del contaminante, la humedad, la temperatura, el área de superficie y la actividad del fotocatalizador.³³ De esta forma existen diferentes fotoreactores, entre los más comunes están:³⁴

- Reactor de lecho
- Reactor discontinuo
- Reactor de película fina
- Reactor anular
- Reactor de flujo
- Reactor de lodo
- Reactor Merry-go-round

Por otro lado, la selección de un reactor fotocatalítico juega un papel importante en el tratamiento de agua contaminada, para esto es importante definir a que escala se va a trabajar dependiendo la finalidad del trabajo teniendo en cuenta las siguientes disyuntivas en el momento de diseñar el fotoreactor:³⁵

- Tratamiento de agua o aire
- Escala laboratorio o piloto
- Discontinuo o continuo
- Con o sin recirculación
- Irradiación solar o empleo de una fuente artificial
- Acoplamiento con otras tecnologías (reactor biológico, membranas de filtración, entre otros)

1.5 OPERACIONES UNITARIAS

Las operaciones unitarias hacen parte a una de las ramas de la ingeniería se emplean tanto a procesos físicos como a químicos. Estas operaciones son utilizadas para realizar las etapas físicas fundamentales de la preparación de separación y purificación de productos, reactantes entre otros. Dentro de estas operaciones se encuentran evaporación, cristalización, secado, molienda y tamizado.³⁶

³² COLMENARES. Op. Cit, p 1

³³ *Ibíd.*, p. 2

³⁴ AMETA, Rakshit, AMETA, Suresh C Photocatalysis principles and applications.

³⁵ PORTELA, Raquel. Eliminación Fotocatalítica de H₂S mediante TiO₂ soportado sobre sustratos transparentes en el UV-A. USC, 2008.

³⁶ WARREN. Op. Cit, p. 4

1.5.1 Molienda. Esta operación tiene como objetivo reducir el tamaño de los sólidos mediante equipos llamados molinos, en donde su interior tiene elementos móviles que por fricción reduce el tamaño de partícula. Existen varios tipos de molinos, entre estos están:³⁷

- Molinos de bolas: Tiene en su interior unas bolas de acero que trituran el material en el momento de girar el molino.
- Molinos de barras: En su interior hay unos cilindros horizontales con rotación axial.
- Molinos de martillos: Contiene martillos oscilantes.
- Molinos de chorro: Las partículas se introducen en una fuerte corriente de aire.

1.5.2 Tamizado. Hace parte de una operación unitaria que es utilizado como un método de separación por tamaños de partículas que consiste en pasar los sólidos por una serie de mallas llamadas tamices, que tienen aberturas de diferentes medidas, en donde las partículas de menor tamaño pasan a través de las aberturas y las de mayor tamaño quedan retenidos en el tamiz. Las mallas de los tamices están elaboradas de material metálico y sus dimensiones están bajo las normas de ASTM, DIN y Tyler.³⁸ Al final de la operación se obtienen diferentes tamaños de partícula según la cantidad de tamices utilizados.

Los tipos de tamizado más utilizados en la industria son:³⁹

- Tamices vibratorios: Tamices que vibran con rapidez. Las vibraciones se generan de forma mecánica o eléctrica.
- Tamices giratorios: Los tamices giran en un plano vertical alrededor de un eje horizontal.
- Tamices y parrillas estacionarias: Contiene una parrilla formada de barras paralelas metálicas.

1.6 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

La caracterización de un material tiene como finalidad conocer cuantitativamente y cualitativamente el catalizador, incluso si se le realiza un tratamiento térmico permite saber que transformaciones tiene la estructura del sólido.⁴⁰ Existen varios tipos de caracterización como microscopía Electrónica Analítica (AEM), microscopía Electrónica de Barrido (SEM), microanálisis de Rayos X (EPM), Difracción de rayos X (DRX), Espectroscopia Infrarroja (IR), pero entre los más utilizados por el grupo

³⁷COSTA, J., et al. Curso de Ingeniería Química. REVERTÉ S.A, 84-85 p.

³⁸ Ibíd., p. 85

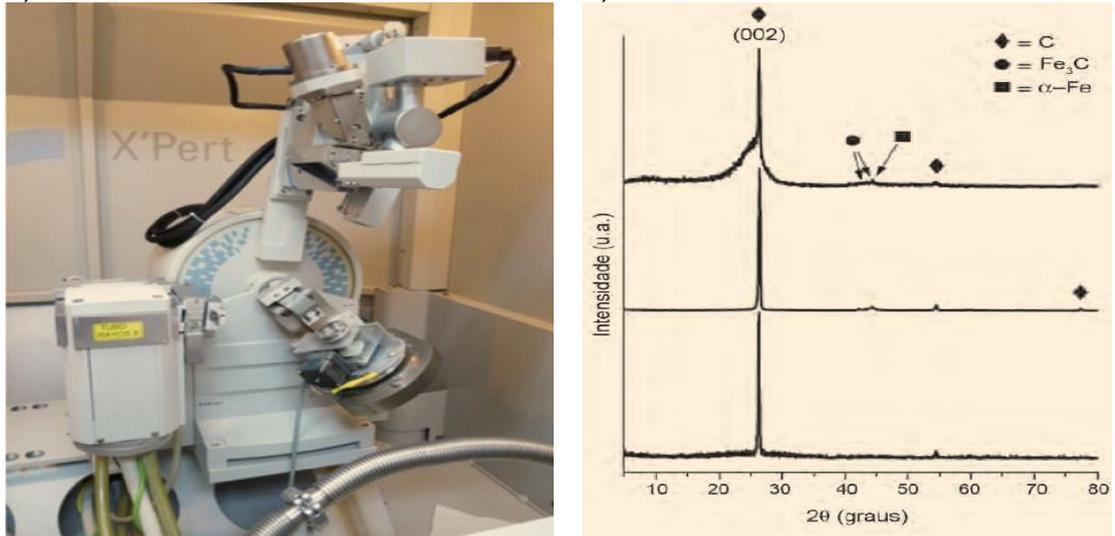
³⁹ WARREN. Op. Cit, p. 1051-1052

⁴⁰ SEDICI. Técnicas de caracterización. [0]. [Consultado el 30 de enero de 2019]. Disponible en: http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/2681/IV_T%C3%A9cnicas_de_caracterizaci%C3%B3n._Conceptos_generales.pdf?sequence=8

de materiales fotoactivos de la Fundación Universidad de América son DRX y SEM.⁴¹

Teniendo en cuenta los tipos de caracterización mencionados anteriormente, para este proyecto de investigación solo se utilizó difracción de rayos X (DRX), que fue descubierto por William Henry Bragg y su hijo William Lorentz, el cual consiste en el estudio de la estructura cristalina del material y permite identificar materiales fotocatalíticos, aleaciones, ferroeléctricos entre otras, que para este caso permitió corroborar las composiciones de la mezcla ilmenita/carbón activado (I/AC) a través de un difractómetro que es el nombre que recibe el equipo que realiza dicho análisis como se observa en la figura 3 a). Este equipo arroja unos resultados llamados difractogramas que son un conjunto de picos o reflexiones que indican las distancias nanométricas entre átomos como se muestra en la figura 3 b).⁴²

Figura 3. a) Difractómetro Philips modelo X'Pert. b) Ejemplo de difractograma



Fuente: APARICIO, Martha; GUADALUPE, Gregorio and ARIZAGA, Carvajal. Utilidad de la difracción de rayos x en las nano ciencias. En: MUNDO NANO. vol. Vol. 3, N.

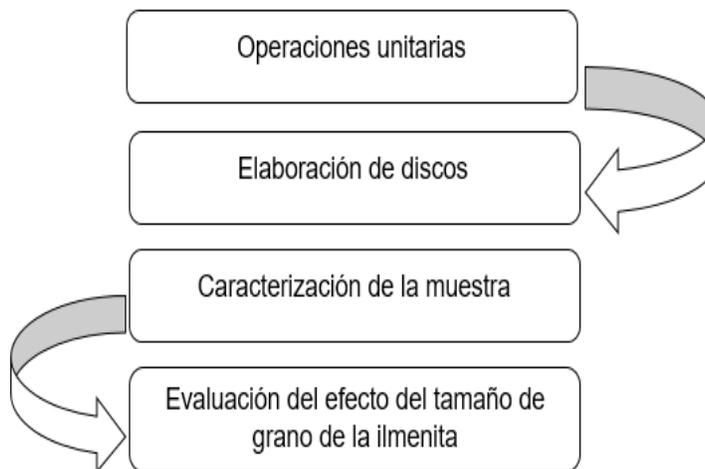
⁴¹GONZALES, Javier. Introducción a las Técnicas de Caracterización. [0]. [Consultado el 2 de febrero de 2019]. Disponible en: http://ocw.uc3m.es/ciencia-e-oin/caracterizacion-de-materiales/material-de-clase-1/Intoduccin_a_las_Tecnicas_de_Caracterizacion.pdf

⁴² APARICIO, Martha; GUADALUPE, Gregorio and ARIZAGA, Carvajal. Utilidad de la difracción de rayos x en las nanociencias. En: MUNDO NANO. vol. Vol. 3, No. 2,

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describe los procedimientos que fueron necesarios para el desarrollo del proyecto que se dividió en 4 partes como se aprecia en la figura 4. Primero se realizó el proceso de molienda, después tamizado, luego la elaboración de los discos y finalmente se realizaron las degradaciones.

Figura 4. Desarrollo experimental



Fuente: elaboración propia

2.1 CONDICIONES DE LA ILMENITA

Para este trabajo de grado el mineral utilizado fue extraído de minas de aluvión, del municipio de Barbacoas, Nariño⁴³ (ver anexo A). La ilmenita utilizada no fue modificada con ningún tipo de sustancia, ya que la ilmenita tiene las propiedades adecuadas para degradar porcentajes altos de AM como se explica en la sección 1.1, siendo comprobado por 9 proyectos de pregrado que se han realizado en grupo de Materiales Fotoactivos de la Fundación Universidad de América,⁴⁴ donde se concluyeron que era mejor las degradaciones presentadas por la ilmenita sin modificar químicamente; el único proceso que se le realizó a la Ilmenita fue el proceso de tamizado con el objetivo de obtener diferentes tamaños de esta.

2.2 CONDICIONES DEL CARBÓN ACTIVADO

Se utilizó carbón activado (AC) granulado con un tamaño de grano de 1.3 mm, el cual no se le realizó ningún tipo de proceso químico debido a que las propiedades que posee como adsorbente eran las necesarias para cumplir su papel de soporte (ver anexo B).

⁴³ MATIAS, Diógenes. Ilmenita. [0]. [Consultado el Jul 29,2018]. Disponible en: <http://distribuidoresdeilmenita.com/>

⁴⁴ FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA. Disponible en: <http://repository.uamerica.edu.co>

2.3 MOLIENDA Y TAMIZADO

Mediante las operaciones unitarias o también llamadas separaciones mecánicas que se mencionaron en la sección 1.5 fueron empleadas para obtener los distintos tamaños de grano para dar cumplimiento con el primer objetivo.

2.3.1 Operación de molienda. Para facilitar el proceso de tamizado fue necesario realizar el proceso de molienda por medio de un molino de bolas (figura 5) previo al proceso de tamizado con el fin de obtener tamaños de partículas con menor diámetro y así poder llevar a cabo la experimentación propuesta.

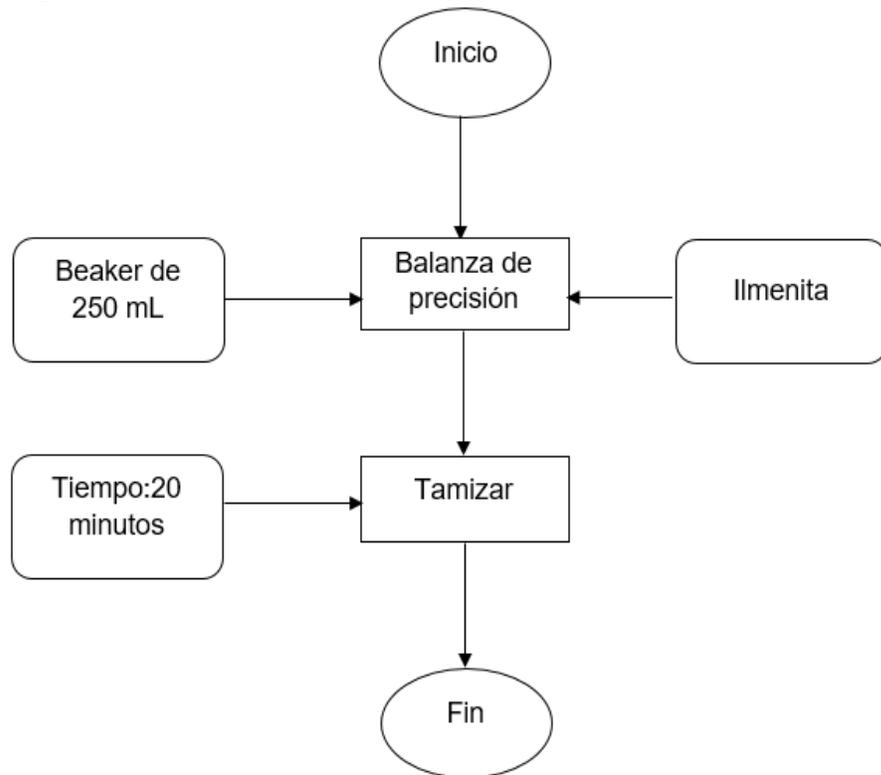
Figura 5. Equipo Molino de bolas



Fuente: MEDICAL EXPO. Molino de bolas / para la industria farmacéutica / de laboratorio / criogénico. [0]. [Consultado el 3 de febrero de 2019]. Disponible en: <http://www.medicalexpo.es/prod/retsch/product-99363-710325.html>

2.3.2 Operación de tamizado. Posteriormente se tamizó la ilmenita utilizando el protocolo mostrado en la figura 6 con el fin de obtener diferentes tamaños de grano de este material. Para esto se utilizaron los siguientes tamices según la norma ASTM E11: 30, 35, 40, 50, 60, 80, 100, 120 y fondos. Luego de escoger los tamices se colocaron en una base que tiene como función generar vibración constante entre los tamices permitiendo la separación según el tamaño de partícula. De esta manera se fue clasificando el material en donde las partículas de mayor tamaño quedaron retenidas en los primeros tamices y las de menor tamaño quedaron en los últimos. En la figura 7 se muestra el equipo utilizado.

Figura 6. Protocolo de tamizado



Fuente: elaboración propia

Figura 7. Equipo de tamizado

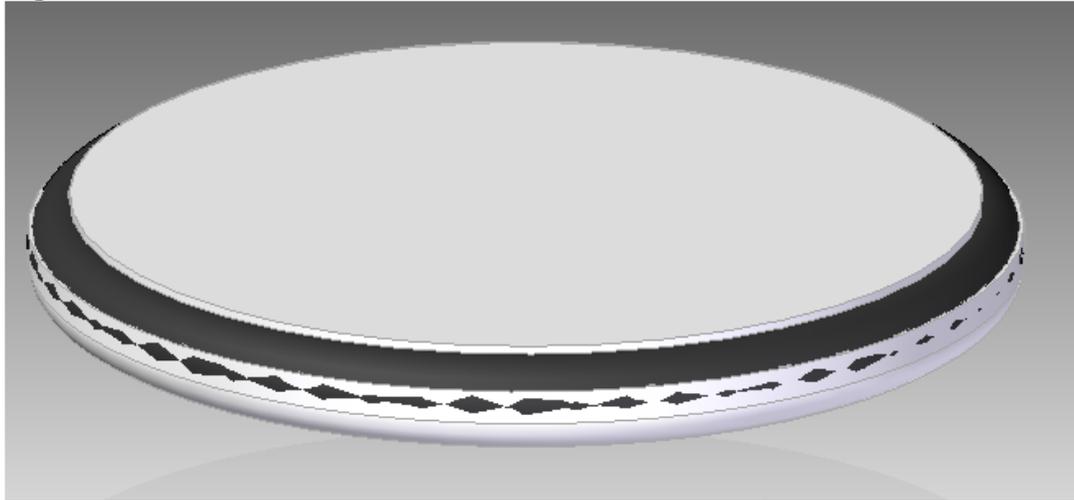


Fuente: elaboración propia

2.4 ELABORACIÓN DE DISCOS

Para dar cumplimiento al tercer objetivo de este proyecto que consiste en implementar un sistema de arreglo de la mezcla I/AC para el fotoreactor a escala laboratorio se optó por la realización de discos tomado del proyecto de grado “construcción de un reactor fotocatalítico monitoreado por labview para determinar el ciclo de vida de la ilmenita”.⁴⁵ Estos discos se construyeron con una junta tórica (o-ring) para su soporte, material permeable que recubre el o-ring y silicona líquida como sellante del disco, el resultado de esto se muestra en la figura 8.

Figura 8. Estructura del disco



Fuente: Beltrán, Tatiana, Rivera, Cristian. COSTRUCCIÓN DE UN REACTOR FOTOCATALÍTICO MONITOREADO POR LabVIEW PARA DETERMINAR EL CICLO DE VIDA DE LA ILMENITA. Fundación universidad de América, 2018.

2.4.1 Mezcla de ilmenita y carbón activado. Al obtener los tamaños de granos, se prosiguió a realizar discos con diferentes mezclas de I/AC para observar cómo afecta la variación de la ilmenita y poder definir el arreglo que tenga mayor porcentaje de remoción de AM.

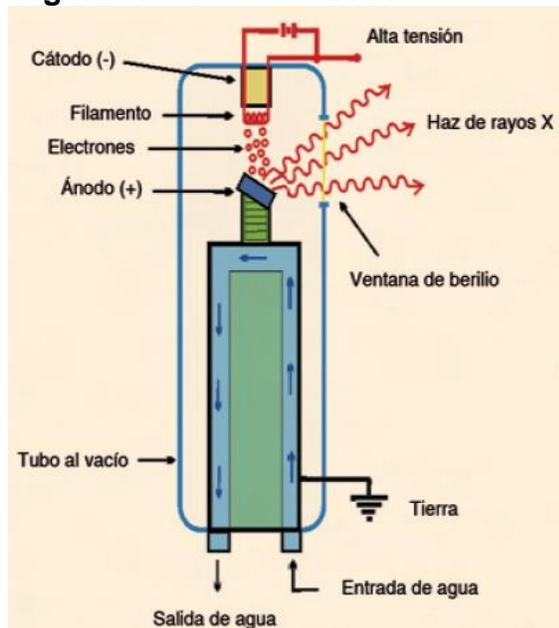
Para realizar los discos se utilizaron cantidades iguales de I y de AC por lo que para simplificar y trabajar una nomenclatura en las réplicas, M hará referencia a la mezcla, IT indicará que la ilmenita fue tamizada seguido del valor del tamiz utilizado; a modo de ejemplo, el disco MIT30R1 representa la réplica 1 de la mezcla I/AC del tamiz 30.

⁴⁵ BELTRAN, Tatiana, RIVERA, Cristian. construcción de un reactor fotocatalítico monitoreado por labview para determinar el ciclo de vida de la ilmenita. Universidad de América. 2018, P. 34.

2.5 CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA

De acuerdo con el segundo objetivo y teniendo en cuenta lo mencionado en sección 1.6 se realizó la caracterización de la mezcla I/AC por medición de difracción de rayos X (DRX). Este análisis se realizó a temperatura ambiente con el fin de identificar la composición presente en los discos. El equipo utilizado fue un difractómetro Philips X'Pert ProPANalytical con una corriente de 40mA, una radiación Cu-K α (1.540598 Å) y un voltaje de aceleración de 30kv, en un rango de (10 a 69.96). En el interior del difractómetro hay un tubo al vacío donde el cátodo (-) contiene un filamento de cobre por donde viajan los electrones que al chocar con la muestra genera los picos que forman el difractograma. Esto se ilustra en la figura 9.

Figura 9. Proceso de DRX

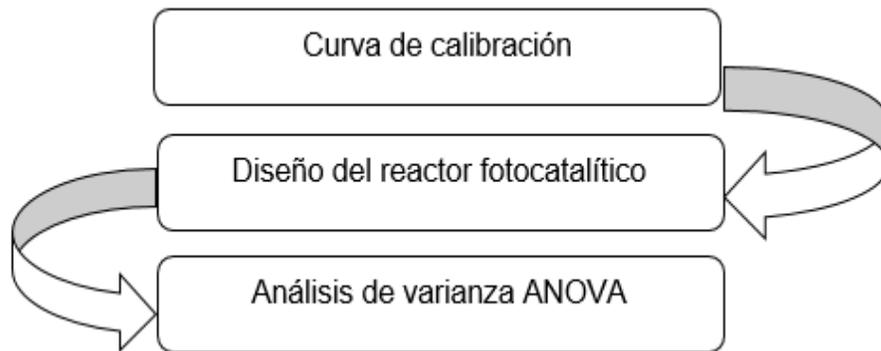


Fuente: APARICIO, Martha; GUADALUPE, Gregorio and ARIZAGA, Carvajal. Utilidad de la difracción de rayos x en las nano ciencias. En: MUNDO NANO. vol. Vol. 3, No.

2.6 EVALUACIÓN DEL EFECTO DEL TAMAÑO DE GRANO DE LA ILMENITA

Para dar cumplimiento con el objetivo general fue necesario realizar una curva de calibración para poder establecer los porcentajes de remoción de azul de metileno, diseñar un reactor donde se lleve a cabo las degradaciones y por último un análisis estadístico para evaluar el efecto del tamaño de grano de la ilmenita.

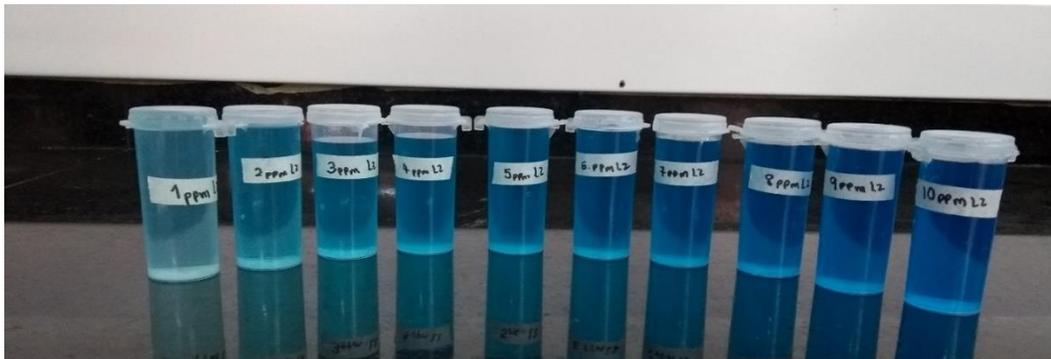
Figura 10. Procedimiento para la evaluación del tamaño de grano de la ilmenita



Fuente: elaboración propia

2.6.1 Curva de calibración de azul de metileno. El procedimiento que se realizó para la curva de calibración partió de la ley de Lambert-Beer que consiste en la elaboración de una recta de calibrado que permite relacionar la concentración de un analito absorbente con el espesor de la muestra y con su absorbancia.⁴⁶ Para esto se partió de una solución patrón de 100 ppm con el que se prepararon 10 soluciones de azul de metileno (AM) como se ilustra en la figura 11 desde 1 hasta 10 ppm. Posteriormente se midió las absorbancias con un espectrofotómetro Spectrocuant Prove 300 a una longitud de onda de 665nm ya que es la longitud en la que se absorbe mejor el azul de metileno.⁴⁷

Figura 11. Soluciones desde 1 ppm hasta 10 ppm para la curva de calibración



Fuente: elaboración propia

⁴⁶ GARCÍA, Eva María. Aplicación de la ley de Lambert-Beer en espectroscopía UV-visible. [0]. Jun 29, [Consultado el Ago 29,2018]. Disponible en: <https://riunet.upv.es/handle/10251/16360?show=full>

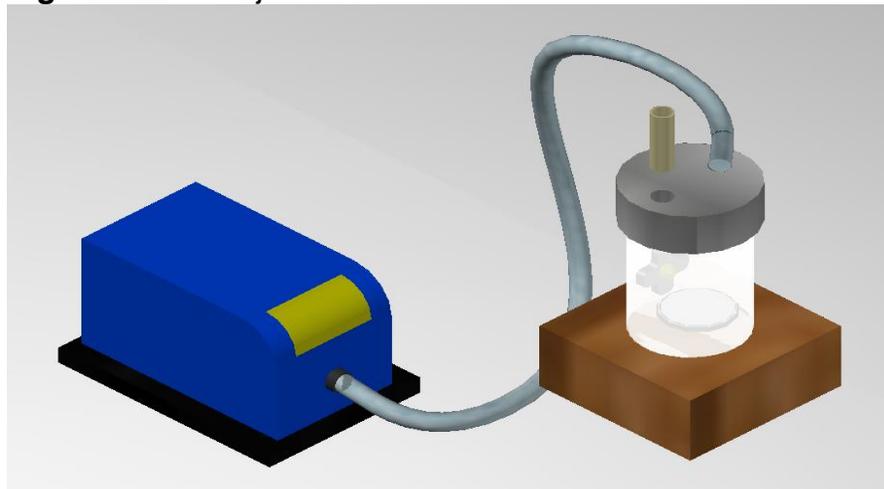
⁴⁷ ROSAS, José. Aplicación de residuos agrícolas para el tratamiento de agua contaminada con colorantes. Universidad Autónoma de Nuevo León, 2012.

2.6.2 Reactor fotocatalítico. Se diseñó el reactor teniendo en cuenta las disyuntivas mencionadas en sección 1.4. Dicho lo anterior las características del reactor son:

- Tratamiento de agua
- Escala laboratorio
- Discontinuo
- Sin recirculación
- Fuente artificial
- Sin acoplamiento con otras tecnologías

Por otro lado, las degradaciones que se llevaron a cabo en el reactor iniciaron con una concentración de 8 ppm con una capacidad de 25 mL, en donde solo se agregaron 15 mL de AM con el fin de evitar pérdidas de dicha solución en el momento de introducir el disco con la mezcla de I/AC. Para llevar a cabo la reacción fotocatalítica dentro del reactor, se utilizó un LED junto con una bomba que tiene como función producir el oxígeno necesario para llevar a cabo la reacción. Este montaje se ilustra en la figura 13.

Figura 12. Montaje del fotoreactor



Fuente: elaboración propia

2.6.3 Análisis de varianza (ANOVA). Con respecto a los datos obtenidos de las degradaciones por ser datos experimentales que se le realizaron réplicas fue necesario hacer un método estadístico llamado análisis de varianza ANOVA ya que es la técnica central de los experimentos.⁴⁸ El objetivo general de este análisis es observar el efecto que tienen las variables sobre los resultados que para este caso las variables independientes fueron el tamaño de grano y el tiempo.

⁴⁸ GUTIÉRREZ, Pulido. Análisis y Diseño de Experimentos

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La experimentación realizada arrojó los siguientes resultados dando cumplimiento con el objetivo general de este proyecto de grado.

3.1 TAMIZADO

Aplicando el protocolo de la figura 5 para llevar a cabo el proceso de tamizado, se utilizó una alimentación de 2000 g de ilmenita en donde fue necesario tamizar 4 veces por 20 minutos obteniéndose 9 tamaños de partícula. Adicionalmente en los tamices: 30, 35, 40 y 50, fueron los que más se obtuvieron mayor retención de material que se evidencia en la tabla 2.

Tabla 2. Tamices con su respectiva abertura.

Tamiz	Abertura (μm)	Masa retenida (g)
30	600	217.4
35	500	134.1
40	425	172.3
50	300	567.9
60	250	243.6
80	180	390.1
100	150	49.3
120	125	22.2
Fondos		13.4

Fuente: elaboración propia

3.2 CURVA DE CALIBRACIÓN

Los datos arrojados por el espectro Spectrocuant Prove 300 se encuentra en la tabla 3; con los cuales se realizó la gráfica 1 con un $R^2 = 0.999$ que evidencia un comportamiento lineal dando cumplimiento a la ley de Lambert-Beer.⁴⁹

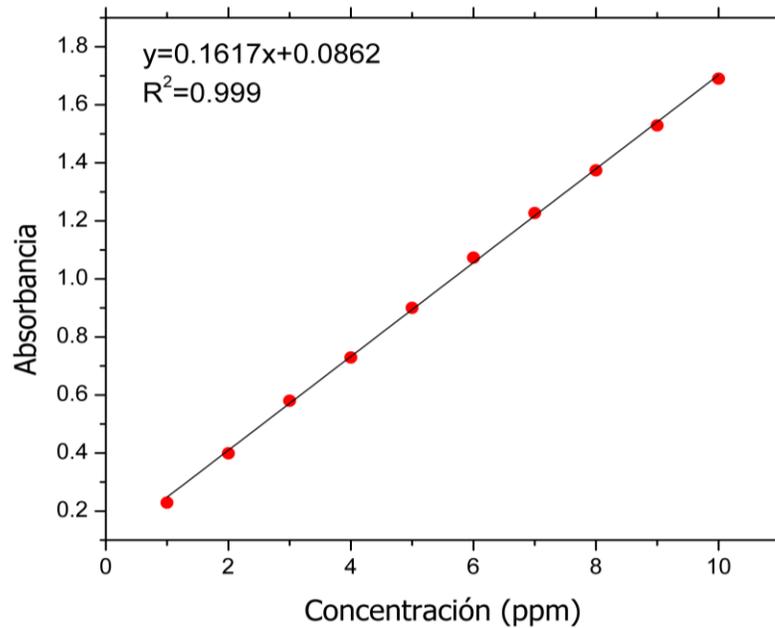
⁴⁹ HARRIS, Daniel. Análisis químico cuantitativo. 3 ed. Barcelona: Reverté, 2007, p. 210-213

Tabla 3. Datos para la curva de calibración.

Concentración (ppm)	Absorbancia
1	0.229
2	0.399
3	0.580
4	0.729
5	0.923
6	1.073
7	1.227
8	1.374
9	1.529
10	1.690

Fuente: elaboración propia

Gráfica 1. Curva de calibración



Fuente: elaboración propia

A partir de la gráfica 1 se obtuvo la ecuación 1, la cual permitió calcular la concentración de AM durante las degradaciones.

Ecuación 1. Concentración de AM

$$x = \frac{y + 0.0823}{0.1877}$$

Fuente: elaboración propia

Donde:

y = Absorbancia

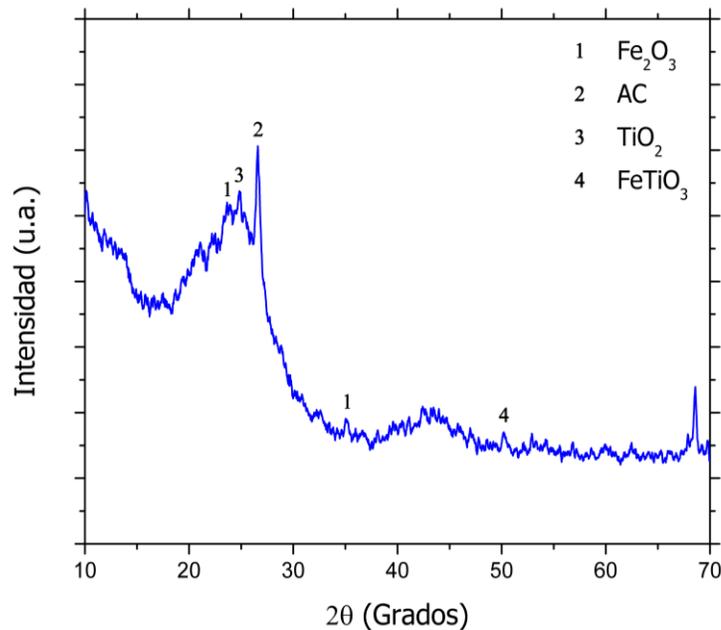
x = concentración

3.3 CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA ILMENITA/CARBÓN ACTIVADO

En el análisis de DRX arrojo un difractograma que se muestra en la gráfica 2, donde se puede observar que en 2θ alrededor de 50° aparece el pico que indica la presencia de ilmenita (FeTiO_3); por otra parte, el pico correspondiente al carbón activado (AC) se aprecia en 2θ alrededor de 26° , comprobando que efectivamente la mezcla posee los componentes que se necesitan para la elaboración de este proyecto. Este difractograma se comparó con el proyecto de grado “evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO_2 soportado en carbón activado para la degradación de azul de metileno”.⁵⁰

Así mismo se muestra para 2θ aproximadamente en 24° y 34° la existencia de Fe_2O_3 y en 2θ alrededor de 25° aparece TiO_2 corroborando la presencia de ilmenita en la mezcla puesto que estos son los compuestos que hacen parte de su composición y que se encuentran en mayor cantidad como se observa en la tabla 1.

Gráfica 2. Difractograma de la mezcla ilmenita/ carbón activado



Fuente: elaboración propia

⁵⁰ DIAZ, David, PERDOMO, Karen. Evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO_2 soportado en carbón activado para la degradación de azul de metileno. Universidad de América. 2017, P. 42.

3.4 RESULTADOS DEL ANOVA

Para saber si realmente el tamaño de grano tiene un efecto sobre las remociones se realizó el análisis de varianza de ANOVA, en donde se establecieron rangos de (0-20), (20-40) y (40-60) minutos, ya que en estos tiempos se observó remociones significativas. Por otro lado, la variable respuesta en este caso son los porcentajes de remoción y como variables independientes se tomó el tiempo y tamaño de grano, de esta forma dio un diseño factorial de 3^2 con $n=3$ réplicas, dando como resultado 27 ensayos. Estos resultados se muestran en la tabla 4.

Tabla 4. Diseño de experimento

Rango	Tamaño de grano									
	MIT30	MIT35	MIT40	MIT50	MIT60	MIT80	MIT100	MIT120	MITF	
0-20	0,716	2,126	0,252	0,277	2,052	3,666	2,275	1,199	1,718	
	0,110	1,687	1,335	1,390	0,172	6,338	2,194	1,199	0,660	
	0,524	1,545	0,110	0,716	0,463	3,431	5,614	3,258	0,562	
20-40	-0,187	0,339	-0,193	-0,106	0,506	0,827	0,660	0,475	0,500	
	-0,199	0,184	0,005	0,116	0,017	1,904	0,277	0,475	0,271	
	-0,063	-0,007	-0,026	0,092	1,866	1,755	3,753	1,532	0,475	
40-60	-0,323	-0,267	-0,242	-0,205	-0,038	-0,020	0,122	0,122	0,129	
	-0,292	-0,143	-0,168	-0,193	0,098	0,104	-0,199	0,122	0,228	
	-0,280	-0,125	-0,026	-0,075	0,110	0,543	2,565	0,654	0,574	

Fuente: elaboración propia

Teniendo en cuenta datos de la tabla 4, los cuales se le aplicó el análisis de varianza ANOVA permitiendo conocer las interacciones entre las variables independientes con un nivel de significancia del 0.05, lo que asegura una confiabilidad del 95 % del resultado mostrándose en la tabla 5.

Tabla 5. Resultados del análisis de varianza ANOVA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Tiempo	35,915	2	17,958	26,776	0,000	3,168
Tamaño de grano	40,154	8	5,019	7,484	0,000	2,115
Interacción Dentro del grupo	18,960	16	1,185	1,767	0,061	1,835
Total	36,216	54	0,671			
Total	131,245	80				

Fuente: elaboración propia

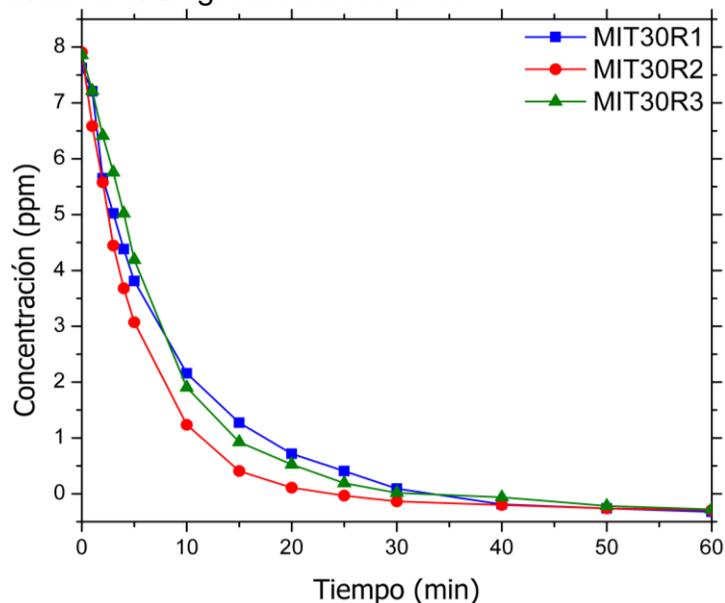
Según los resultados mostrados en la tabla 5 se puede ver que para la variable tiempo el F calculado es mayor al F crítico indicando que hay un efecto a medida que se va removiendo el AM en el tiempo; al igual para el tamaño de grano comprobando que si afecta esta variable con respecto al porcentaje de remoción de AM. 4

3.5 RÉPLICAS PARA CADA TAMAÑO DE GRANO ESTUDIADO

En las gráficas de la 3 a la 11 se observan tres réplicas que se realizaron para cada arreglo de I/AC efectuando las degradaciones bajo las mismas condiciones: temperatura ambiente, concentración inicial de 8 ppm y por un tiempo de 60 minutos verificando de esta forma si existe una tendencia entre sus mismas réplicas.

Para las degradaciones de los discos MITT30 (gráfica 3), en las tres réplicas se aprecia una tendencia, aunque solo en el minuto 40 no hay un cambio representativo comparado con los primeros minutos obteniéndose un promedio de remoción 97,18%.

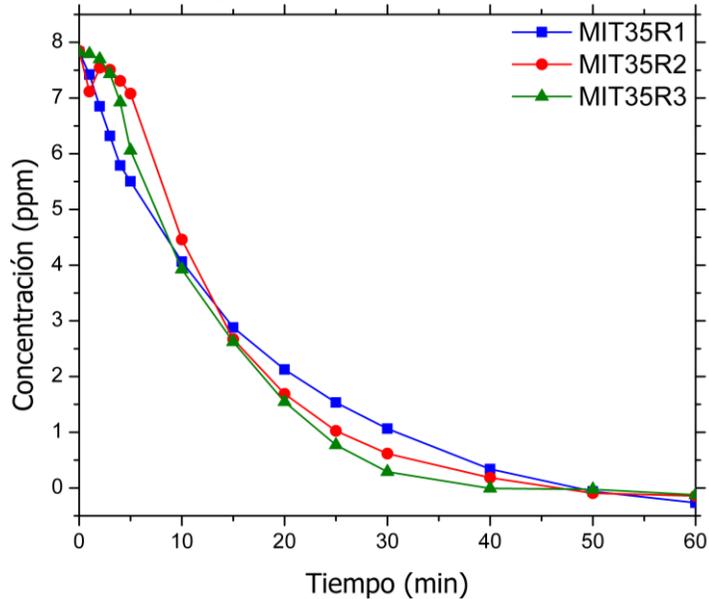
Gráfica 3. Degradaciones MIT30



Fuente: elaboración propia

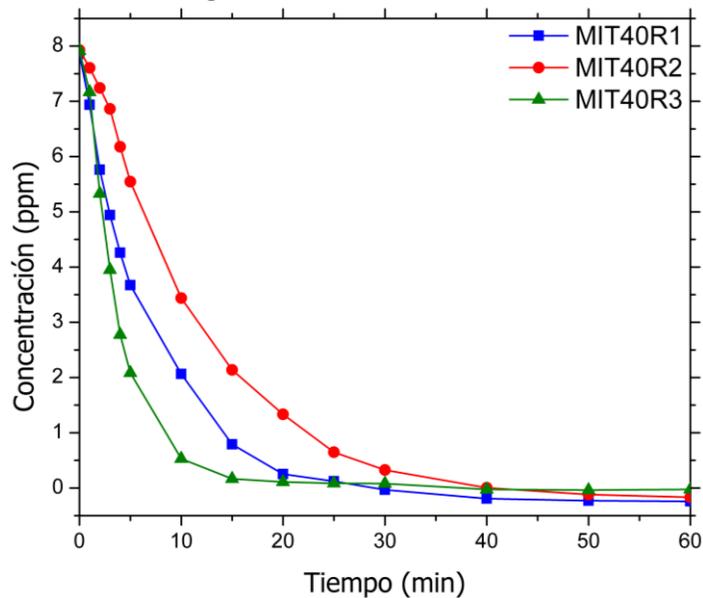
Con respecto a las degradaciones de MIT35, MIT40, MIT50 y MIT60 (gráfica 4, 5,6 y 7) se puede apreciar un comportamiento similar entre sus respectivas réplicas en donde todas al minuto 40 ya han removido gran parte de AM.

Gráfica 4. Degradaciones MIT35



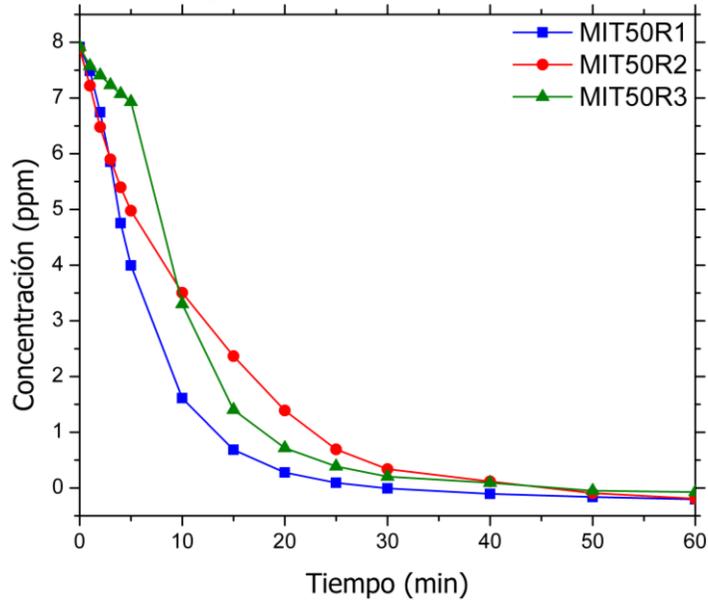
Fuente: elaboración propia

Gráfica 5. Degradaciones MIT40



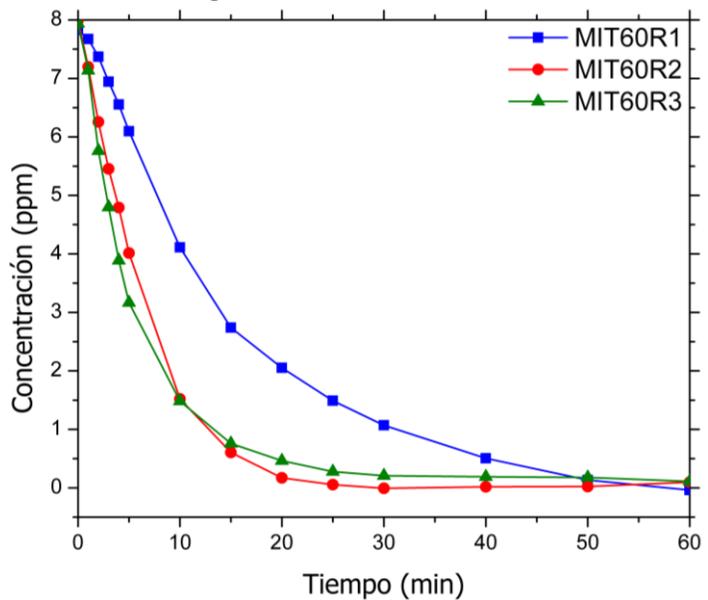
Fuente: elaboración propia

Gráfica 6. Degradaciones MIT50



Fuente: elaboración propia

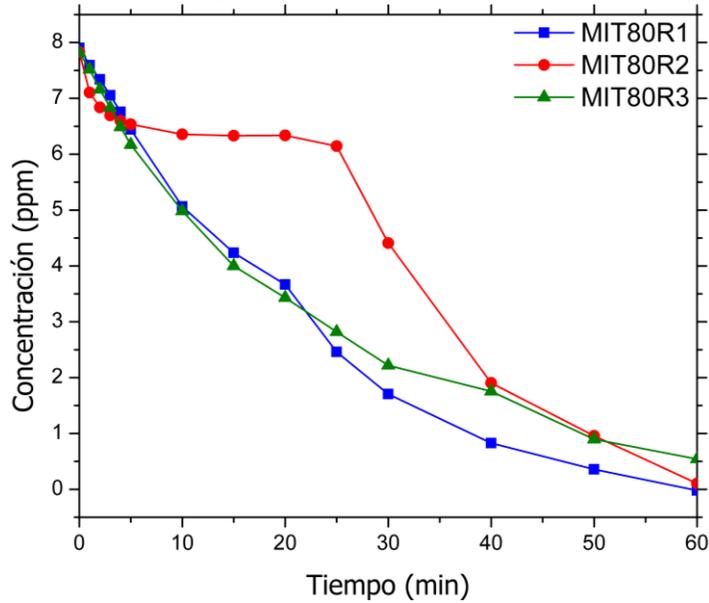
Gráfica 7. Degradaciones MIT60



Fuente: elaboración propia

La gráfica 8 muestra que el disco MIT80R2 no presenta una buena degradación y no logra establecerse en ningún tiempo, explicándose que en los primeros tiempos la intensidad del burbujeo no era muy alto, motivo por el cual en el minuto 35 se le aumento mostrando una mejor velocidad de degradación en el minuto 40. Para este arreglo se obtuvo un promedio de remoción del 91,13%, que en comparación a las primeras mezclas ya no logra tener un porcentaje tan significativo.

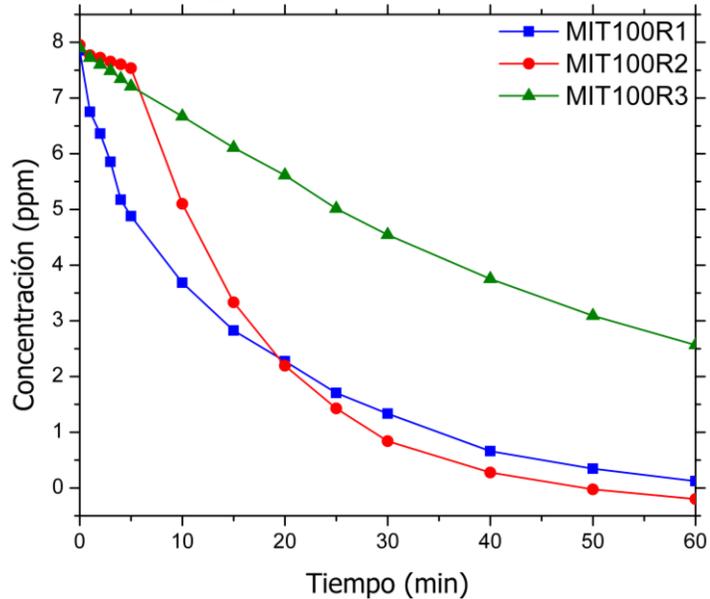
Gráfica 8. Degradaciones MIT80



Fuente: elaboración propia

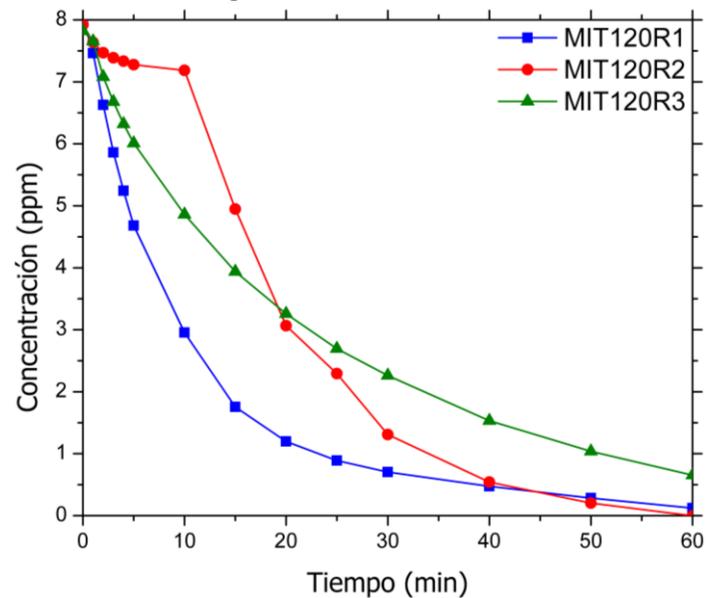
En los discos MIT100 y MIT120 (gráfica 9 y 10) no se logra ver una tendencia y al igual que la mezcla MIT80 se presenta problemas causadas por disminución de oxígeno en la reacción para estas réplicas se tuvieron un porcentaje de 83,83% y 90,6% respectivamente, y por último se encuentra los arreglos de fondos (gráfica 11) que, si muestra un comportamiento muy parecido, sin embargo, la degradación no logra ser tan buena como los primeros arreglos teniendo una remoción promedio de 8,76%.

Gráfica 9. Degradaciones MIT100



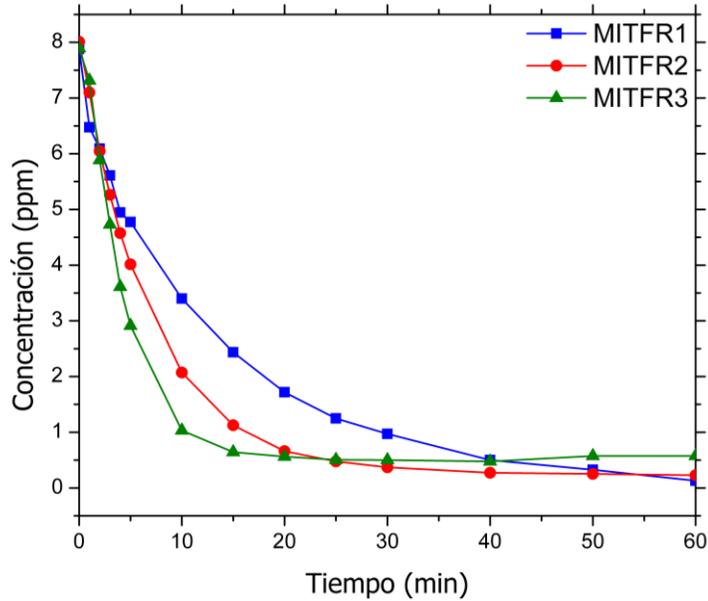
Fuente: elaboración propia

Gráfica 10. Degradaciones MIT120



Fuente: elaboración propia

Gráfica 11. Degradaciones MITF

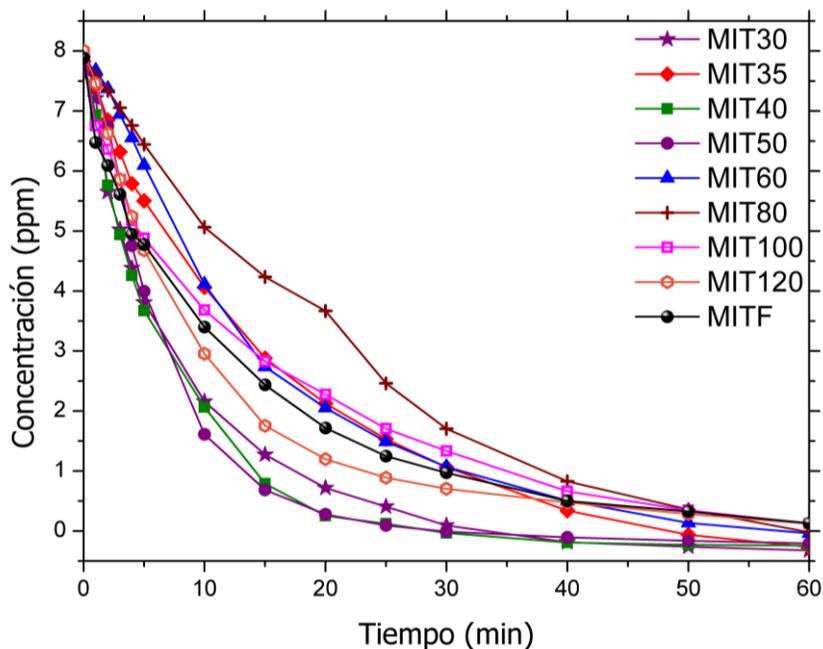


Fuente: elaboración propia

3.6 COMPARACIÓN ENTRE LOS DIFERENTES TAMAÑO DE GRANO

Teniendo en cuenta los tamaños de grano obtenidos, se escogieron la primera réplica de cada arreglo de ilmenita/AC representado en la gráfica 12 se encuentran las remociones realizadas con una concentración inicial de 8ppm. Mostrando MIT30R1, MIT40R1, MIT50R1 están removiendo más rápido en los primeros 50 minutos, luego de esto el disco MIT35R1 inicia a remover en la misma velocidad. Por otra parte, el disco MIT80R1 fue el que más se demoró en remover. Sin embargo, a los 50 minutos todos los discos ya habían removido un considerable porcentaje de AM. De esta manera se corrobora que dieron mejores porcentajes los de mayor tamaño de partícula que fueron tamiz 30, 35, 40 y 50.

Gráfica 12. Comparación de las mejores remociones para cada tamaño de partícula estudiado



Fuente: elaboración propia

3.7 REMOCIÓN DE AZUL DE METILENO PARA CADA TAMAÑO DE GRANO

Para conocer el porcentaje de remoción que obtuvo cada disco se empleó la ecuación 2:

Ecuación 2. Porcentaje de remoción de AM

$$\%R = 100 - \frac{A_F * 100}{A_I}$$

Fuente: DIAZ, David, PERDOMO, Karen. Evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO_2 soportado en carbón activado para la degradación de azul de metileno. Universidad de América. 2017

Donde:

%R: Remoción de azul de metileno

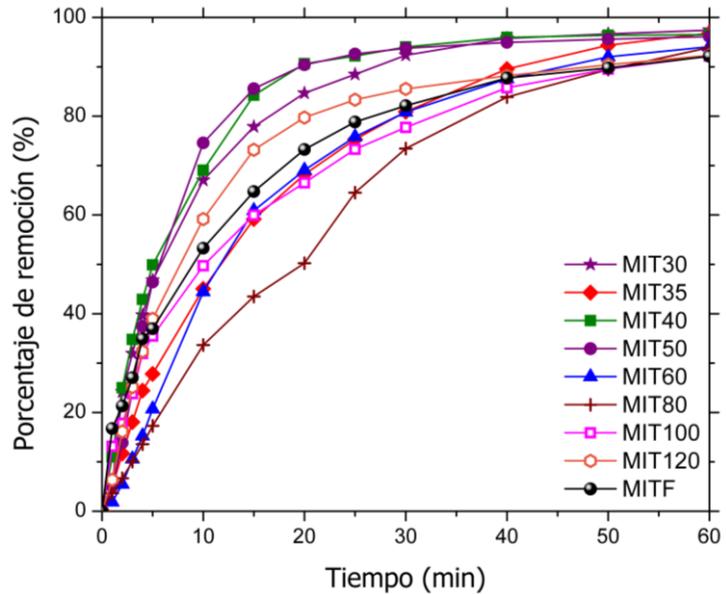
A_F : Absorbancia final.

A_I : Absorbancia inicial.

Teniendo en cuenta la ecuación anterior se procedió hallar los porcentajes correspondientes mostrados en la gráfica 13. En general los porcentajes obtenidos fueron significativos para cada disco, pero el disco con mayor remoción fue el MIT30R1 con un porcentaje de 97.42% y el de menor porcentaje fue de 92.14% que corresponde al disco MITFR1.

Para evidenciar con mayor precisión la actividad fotocatalítica presente en la gráfica 13 se graficó los porcentajes de remoción en los tiempos de 10.20.30 y 50 minutos para todos los arreglos realizados

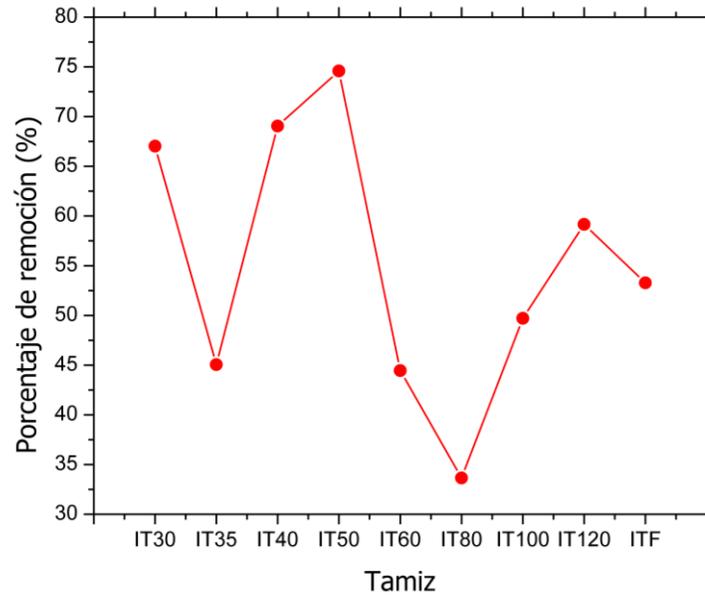
Gráfica 13. Remoción de cada tamaño de partícula tras 60 minutos de actividad fotocatalítica



Fuente: elaboración propia

La gráfica 14 representa el porcentaje de remoción de los 10 minutos de iniciado el proceso de degradación, en dónde se evidenció que el disco MIT50 ya ha removido casi un 75%, seguido del MIT40 llegando a un 70%. Por otro lado, el arreglo MIT80 para este intervalo no ha removido un alto porcentaje de AM siendo menor del 35%.

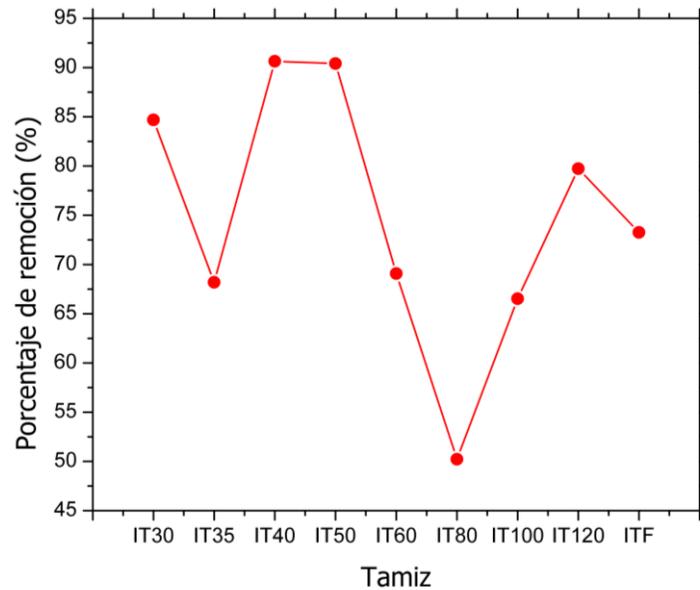
Gráfica 14. Porcentaje de remoción para cada tamaño de partícula estudiado a los 10 minutos de actividad fotocatalítica



Fuente: elaboración propia

En la gráfica 15 se muestra el porcentaje de remoción a los 20 minutos, tiempo en el que ya se ven remociones por encima del 90% para los discos MIT40 y MIT50, pero el disco MIT80 sigue siendo el arreglo que menos ha removido comparado con los demás discos.

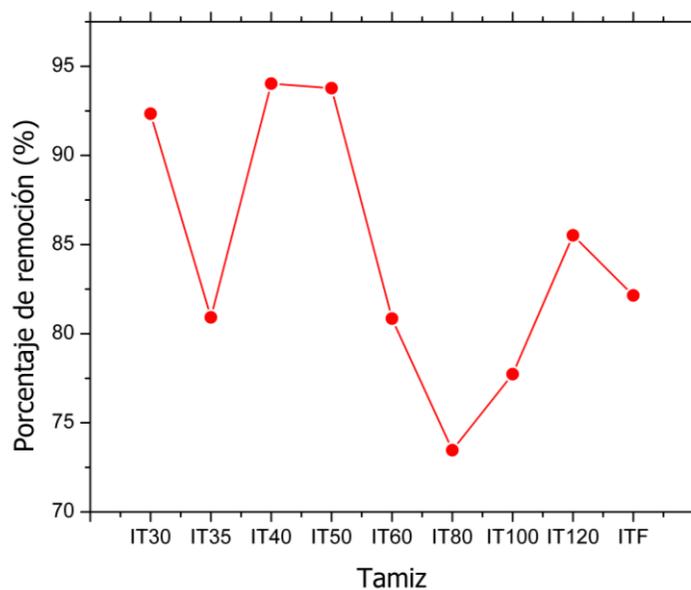
Gráfica 15. Porcentaje de remoción para cada tamaño de partícula estudiado a los 20 minutos de actividad fotocatalítica



Fuente: elaboración propia

Por otra parte, en la gráfica 16 se muestra la actividad fotocatalítica para los minutos 30, en donde se evidencia la tendencia MIT40 y MIT50 siguen siendo los que más han removido AM con porcentajes de 94% y 93.7% respectivamente mientras que el disco MIT80 es el que menos ha removido con un porcentaje de 73.5%.

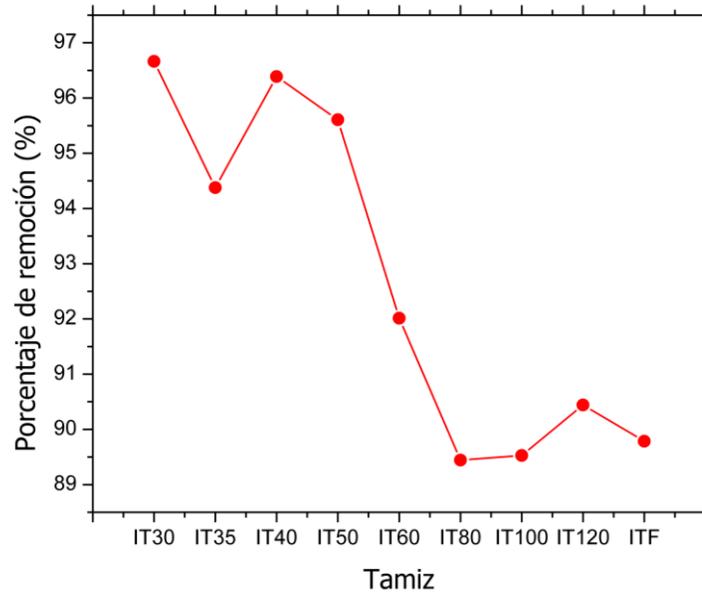
Gráfica 16. Porcentaje de remoción para cada tamaño de partícula estudiado a los 30 minutos de actividad fotocatalítica



Fuente: elaboración propia

Por último, está la gráfica 17 en la que se observa que a los 50 minutos de la degradación ya se pierde la tendencia que venían teniendo los discos MIT40 y MIT50 de ser de mayor remoción, puesto que el MIT30 superó sus remociones llegando a un valor de 96.7% de remoción AM.

Gráfica 17. Porcentaje de remoción para cada tamaño de partícula estudiado a los 50 minutos de actividad fotocatalítica



Fuente: elaboración propia

4. CONCLUSIONES

- Se le dio cumplimiento al objetivo general de este proyecto de investigación demostrando que si existe un efecto del tamaño de grano de la ilmenita encontrándose que para la remoción más representativa de cada arreglo realizado se obtuvieron porcentajes de remoción por encima del 90%.
- Por medio de las operaciones unitarias que fueron molienda y tamizado, se logró obtener 9 tamaños de grano de la ilmenita permitiendo así observar el efecto del tamaño del catalizador en las remociones de AM.
- Para la caracterización de la mezcla ilmenita/ carbón activado (I/AC) solo fue necesario la realización del análisis de difracción de rayos X (DRX), por el cual se corroboró que la mezcla tuviera la composición que se requería para este proyecto de investigación.
- Los discos MIT50 Y MIT40 en los primeros 30 minutos mostraron los mayores porcentajes de remoción en comparación a los demás tamaños de partícula, pero a partir del minuto 50 su porcentaje de remoción no varía considerablemente llegando a un 95.6% y 96.3% respectivamente a diferencia de la mezcla MIT30 que para este tiempo logró una remoción del 96.7% de AM.

5. RECOMENDACIONES

- Efectuar la operación de tamizado con tamices menores con el fin de conocer el comportamiento para tamaños de granos mayores
- Determinar el ciclo de vida para cada arreglo de I/AC para conocer cuántas veces es posible utilizar el disco obteniéndose los mismos porcentajes de remoción.
- Para la realización de los discos buscar un material más permeable que permita una mejor interacción entre el fotocatalizador y la luz.
- Llevar a cabo las degradaciones por mayor tiempo para saber si es posible remover un 100 % el AM o si en cierto tiempo no es posible remover más AM.
- Realizar discos más grandes para realizar pruebas en un reactor de mayor escala y observar los porcentajes de remoción.

BIBLIOGRAFÍA

AMETA, Rakshit AMETA, Suresh C Photocatalysis principles and applications. [1]: a.

APARICIO, Martha; GUADALUPE, Gregorio and ARIZAGA, Carvajal. Utilidad de la difracción de rayos x en las nano ciencias. En: MUNDO NANO. vol. Vol. 3, No. 2,

APONTE, Andres and BENAVIDES, Diana. ADECUACIÓN DE UN SISTEMA SUSTENTABLE DE BAJO COSTO PARA LA PURIFICACIÓN DE AGUA LLUVIA CON FOTOCATÁLISIS SOLAR. 2017.

BELTRÁN, Tatiana, RIVERA, Cristian. COSTRUCCIÓN DE UN REACTOR FOTOCATALÍTICO MONITOREADO POR LabVIEW PARA DETERMINAR EL CICLO DE VIDA DE LA ILMENITA. Fundación universidad de América, 2018.

CHEN, Y. H. Synthesis, characterization and dye adsorption of ilmenite nanoparticles. En: JOURNAL OF NON-CRYSTALLINE SOLIDS. vol. 357, no. 1, p. 136-139

COLMENARES, Juan. Heterogeneous photocatalysis. Springer, 215 p.

COLMENARES, Juan Carlos and XU, Yi-Jun. Heterogeneous Photocatalysis : From Fundamentals to Green Applications. 1st ed. 2016 ed. Berlín, Heidelberg: Springer, 2015.

COSTA, J., et al. Curso de Ingeniería Química. REVERTÉ S.A, 84-85 p.

David Alejandro Díaz Mieles and Karen Daniela Perdomo Rojas. Evaluación de la actividad fotocatalítica del tio₂ soportado en carbón activado para la degradación de azul de metileno. [1]:

GARCÍA, Eva María. Aplicación de la ley de Lambert-Beer en espectroscopía UV-visible. [0]. Jun 29. [Consultado el Ago 29,2018]. Disponible en: <https://riunet.upv.es/handle/10251/16360?show=full>

GARCÍA, P., et al. Ilmenite (FeTiO₃) as low cost catalyst for advanced oxidation processes. En: JOURNAL OF ENVIRONMENTAL CHEMICAL ENGINEERING. Mar.vol. 4, no. 1, p. 542-548

GE, Shengbo, et al. Characteristics of activated carbon remove sulfur particles against smog. En: SAUDI JOURNAL OF BIOLOGICAL SCIENCES. Sep.vol. 24, no. 6, p. 1370-1374

GONZALES, Javier. Introducción a las Técnicas de Caracterización. [0]. [Consultado el 2 de febrero de 2019]. Disponible en: <http://ocw.uc3m.es/ciencia-e-oin/caracterizacion-de-materiales/material-de-clase-1/Introduccion-a-las-Tecnicas-de-Caracterizacion.pdf>

GUTIÉRREZ, Pulido. Análisis y Diseño de Experimentos.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Compendio de normas para trabajos escritos. NTC-1486-6166

LOFRANO, G., et al. Municipal wastewater spiramycin removal by conventional treatments and heterogeneous photocatalysis. En: SCIENCE OF THE TOTAL ENVIRONMENT. May 15, vol. 624, p. 461-469

MATIAS, Diogenes. Ilmenita. [0]. [Consultado el Jul 29, 2018]. Disponible en: <http://distribuidoresdeilmenita.com/>

MEDICAL EXPO. Molino de bolas para la industria farmacéutica / de laboratorio / criogénico. [0]. [Consultado el 3 de febrero de 2019]. Disponible en: <http://www.medicaexpo.es/prod/retsch/product-99363-710325.html>

MEHDILO, Akbar; IRANNAJAD, Mehdi and REZAI, Bahram. Chemical and mineralogical composition of ilmenite: Effects on physical and surface properties. En: MINERALS ENGINEERING. Jan. vol. 70, p. 64-76

OGUNGBENRO, Adetola E., et al. Physical synthesis and characterization of activated carbon from date seeds for CO₂ capture. En: JOURNAL OF ENVIRONMENTAL CHEMICAL ENGINEERING. Aug. vol. 6, no. 4, p. 4245-4252

OMS y el UNICEF. Agua. [1]. Feb 7. [Consultado el Abr 4, 2018]. Disponible en: <http://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/drinking-water>

OXFORD UNIVERSITY. Oxford Dictionary of Biochemistry and Molecular Biology. England: Oxford University Press, 2006.

PALLARÉS, Javier; GONZÁLEZ-CENCERRADO, Ana and ARAUZO, Inmaculada. Production and characterization of activated carbon from barley straw by physical activation with carbon dioxide and steam. En: BIOMASS AND BIOENERGY. Aug. vol. 115, p. 64-73

PORTELA, Raquel. Eliminación Fotocatalítica de H₂S mediante TiO₂ soportado sobre sustratos transparentes en el UV-A. USC, 2008.

RECHNIA, Paulina; MALAIKA, Anna and KOZŁOWSKI, Mieczysław. Acidic activated carbons as catalysts of biodiesel formation. En: DIAMOND & RELATED MATERIALS. Aug.vol. 87, p. 124-133

ROSAS, José. Aplicación de residuos agrícolas para el tratamiento de agua contaminada con colorantes. Universidad Autónoma de Nuevo León, 2012.

SÁENZ, Hermann. UN periódico No.151. [0]. Dec 8. [Consultado el oct,2018]. Disponible en: <https://issuu.com/mediosdigitales/docs/unperiodico151>

SAMAL, Sneha. Thermal Plasma Processing of Ilmenite. 1st ed. 2018 ed. Cham: Springer Verlag, 2018.

SEDICI. Técnicas de caracterización. [0]. [Consultado el 30 de enero de2019]. Disponible en: http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/2681/IV_-_T%C3%A9nicas_de_caracterizaci%C3%B3n._Conceptos_generales.pdf?sequence=8

SHEFFIELD RESOURCES LTD. Mineral Sands Market. [0]. [Consultado el Jul 28,2018]. Disponible en: <http://www.sheffieldresources.com.au/irm/content/mineral-sand-market.aspx?RID=385>

SUN, Zhenkun, et al. O₂ uncoupling behaviour of ilmenite and manganese-modified ilmenite as oxygen carriers. En: FUEL PROCESSING TECHNOLOGY. Jan.vol. 169, p. 15-23

TORRES, Luna; Nancy R. Sanabria and José G. Carriazo. Powders of iron(III)-doped titanium dioxide obtained by direct way from a natural ilmenite. En: POWDER TECHNOLOGY. Nov. 254-260

UNICEF. Día Mundial del Agua – Los más pobres del mundo son quienes tienen menos acceso al agua potable, afirma UNICEF. [0]. Mar 21. [Consultado el Apr 02,2018]. Disponible en: <https://unicef.org.co/noticias/d%C3%ADa-mundial-del-agua-%E2%80%93-los-m%C3%A1s-pobres-del-mundo-son-quienes-tienen-menos-acceso-al-agua>

WANG, Qiu Mei, et al. Research on the Photocatalytic Degradability of Methylene Blue Solution by Photocatalysis Bamboo Charcoal Fiber Knitted Fabric. En: ADVANCED MATERIALS RESEARCH. Sep.vol. 332-334, p. 1040-1044

WARREN L. McCabe; Julian C. Smith and Peter. Operaciones unitarias en Ingeniería Química. séptima ed. 2005. Hill Education p.

XU, Zhihua. Highly mesoporous activated carbon synthesized by pyrolysis of waste polyester textiles and MgCl₂: Physicochemical characteristics and pore-forming

mechanism. En: JOURNAL OF CLEANER PRODUCTION. Aug 10,. vol. 192, no. 1, p. 453-461

ZARAZÚA, Maria, et al. Synthesis, characterization, and catalytic activity of FeTiO₃/TiO₂ for photodegradation of organic pollutants with visible light. En: RESEARCH ON CHEMICAL INTERMEDIATES. Feb.vol. 42, no. 2, p. 1029-1043

ZHANG, Xiaobo, et al. Shape controlled FeTiO₃ nanostructures: Crystal facet and photocatalytic property. En: JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS. Dec.vol. 653, p. 619-623

ZHENG, Ran, et al. Ag-ligand modified tungstovandates and their efficient catalysis degradation properties for methylene blue. En: JOURNAL OF SOLID STATE CHEMISTRY. Feb.vol. 246, p. 258-263

ANEXOS

ANEXO A.
CERTIFICADO DE ORIGEN DE LA ILMENITA
CERTIFICADO DE ORIGEN

Bogotá DC, Febrero 13 de 2018

Por medio del presente documento certifico que el material “Arena de ilmenita (TIO₂) proviene del municipio de Barbacoas, Departamento de Nariño, extraída de minas de aluvión de este municipio, circundantes a los ríos Telembi y Telpi y que contiene un 47% aproximado de FeO y un 53% de TIO₂.

Usos recomendados:

Materia prima para la producción de pigmentos de dióxido de titanio.
Materia prima para la fabricación del rutilo sintético.
Se emplea también como fundente de soldadura, en siderurgia con hornos BOF, y para lodos de perforación.
Purificación de agua potable

No se identifica ningún peligro de acuerdo a la clasificación de Worksafe1 Australia

PELIGROS:

Clase y Riesgo Secundario: Ninguna mención
Código Hazchem: Ninguna mención
Listado de sustancias tóxicas: Ninguna mención

POSIBLES EFECTOS SOBRE LA SALUD

INGESTIÓN: Sin toxicidad. No se conoce ningún riesgo derivado de la ingestión fortuita de pequeñas cantidades, como pudiera ocurrir durante las tareas normales de manipulación. Sin embargo, debido a la agresividad de este

C.I. M&M EXPORT S.A.S.
NIT. 900.374.582-4
Av. Carrera 9 No. 100-07 Oficina 304
Telefax 2563808
Mail: ci_mmsas@hotmail.com
Bogotá D.C. - Colombia

material, su ingestión en cantidades más grandes podría ocasionar irritación al sistema digestivo.

OJOS: Los sólidos y polvos podrán causar irritación moderada debido a su aspereza.

PIEL: Riesgo bajo

INHALACIÓN: Si bien se suele considerar como polvo ambiental inerte, su inhalación en concentraciones altas podrá provocar irritación. Se han de emplear controles contra el polvo en todas aquellas situaciones en que la manipulación o procesamiento del material pudieran crear cantidades apreciables de polvo.

INFORMACIÓN ECOLÓGICA

La posibilidad de que este material ocasione daños medioambientales es escasa; no se disuelve en el agua y es poco probable que contamine el medio hidráulico y las cadenas alimenticias.

Atentamente,



DIóGENES MATIAS ORTIZ CORTES

Manager

Tel. (051) - 2563808

Cel. (057) -3209140485

Web: www.mineralescolombianos.com

Bogotá-Colombia

C.I. M&M EXPORT S.A.S.
NIT. 900.374.582-4
Av. Carrera 9 No. 100-07 Oficina 304
Telefax 2563808
Mail: cj_mmsas@hotmail.com
Bogotá D.C. - Colombia

ANEXO B. CERTIFICADO DE ORIGEN CARBÓN ACTIVADO



CARBÓN ACTIVADO CLARIMEX CAGR 8 X 30

El Carbón Activado CLARIMEX CAGR es un producto de alta calidad, de origen mineral, fabricado a partir de lignita y lavado con ácido. Diseñado para cubrir las necesidades de operación en columnas de adsorción y susceptible de ser reactivado térmicamente.

Este producto por su alta eficiencia es ideal para aplicaciones de decoloración en fase líquida, también adsorbe eficientemente pesticidas y herbicidas, así como otros químicos tóxicos y precursores de trihalometanos, lo que lo hace un carbón ideal para tratamiento de agua.

El carbón CLARIMEX CAGR es ampliamente usado en la industria embotelladora debido a su alta eficiencia de decoloración. El carbón CLARIMEX CAGR cumple con los estándares de la AWWA B604.

	ESPECIFICACIONES	PROPIEDADES TÍPICAS
Humedad al empaçar, %	8 máx	4
pH	4.0 – 7.0	5.0 – 6.0
Actividad relativa de melazas, %	98 mín	102
Número de Iodo, (mg I ₂ / g)	600 mín	660
Densidad Aparente, g / cc		0.38
Valor de Taninos (p.p.m)		220
Número de Melazas		425
Polvo %		0.30 max
Area superficial (Método N2 BET m ² / g)		600
Diámetro promedio de poro, A		56
Volumen de poro, ml / g		0.93
Número de abrasión (NBS)		80
Densidad Lavado y Drenado gr/cc		0.35
Tamaño promedio de Partícula mm		1.3
GRANULOMETRIAS DISPONIBLES:		
8X30 + M 8	5 % máx.	2 %
- M 30	5 % máx.	2 %

EPT-CAGR
07-03 R00