

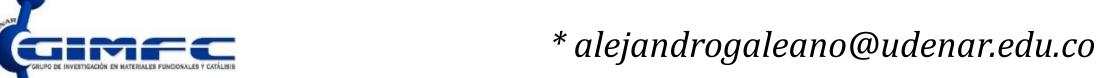


Helir Joseph Muñoza, Carolina Blancob, José Herney Ramírezc, Arsenio Hidalgo^d, Luis Alejandro Galeano^{a*}

^a Grupo de Investigación en Materiales Funcionales y Catálisis, Universidad de Nariño, 52001 Pasto, Colombia. ^b Departamento de Química, Universidad Nacional de Colombia, 11001 Bogotá D.C., Colombia.

^c Grupo de Investigación en Materiales, Catálisis y Medio Ambiente, Universidad Nacional de Colombia. 11001 Bogotá D.C., Colombia

^d Centro de Estudios y Asesoría en Estadística CEASE, Universidad de Nariño, 52001 Pasto Colombia.





X Simposio Colombiano de

Durante la última década diferentes estudios han demostrado que las arcillas pilarizadas con el sistema mixto Al/Fe presentan una excelente respuesta catalítica en la degradación de compuestos orgánicos tóxicos disueltos en agua mediante Peroxidación Catalítica en Fase Húmeda (PCFH) [1-3]. Sin embargo, la implementación de ésta tecnología en la descontaminación de aguas a escala real depende fuertemente de la preparación reproducible del catalizador a mayor escala, sin una pérdida significativa de sus propiedades tanto fisicoquímicas como catalíticas. Este trabajo tiene como objetivo principal determinar el efecto de la preparación del catalizador Al/Fe-PILC en tres diferentes escalas y concentración de sus precursores.

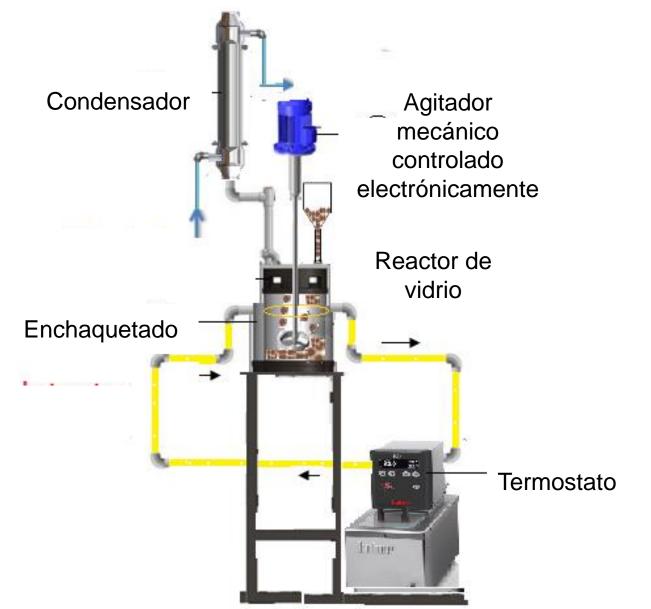


Figura 1. Montaje de preparación de arcilla pilarizada escala 1,2 kg.

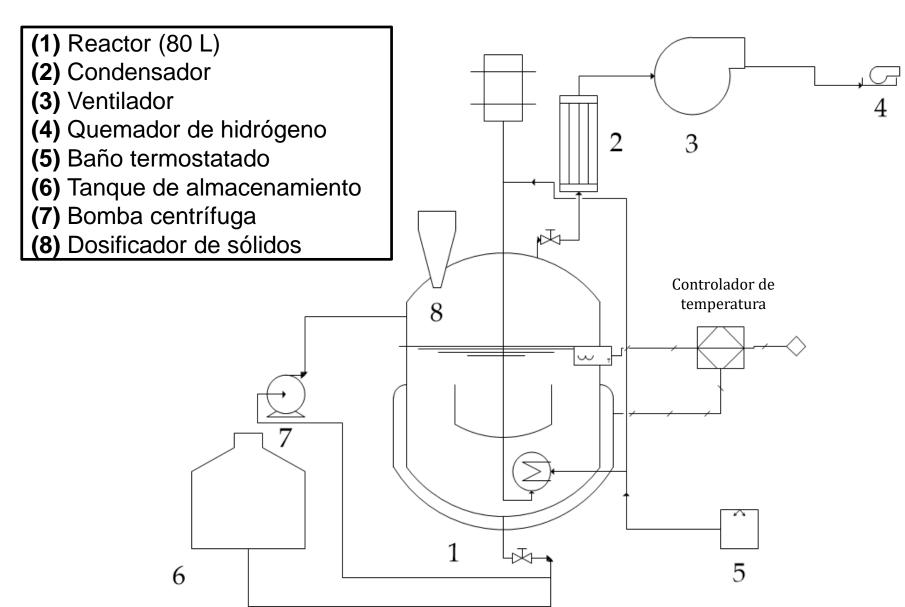


Figura 2. Diseño del sistema usado en la preparación de arcilla pilarizada escala 10 kg.

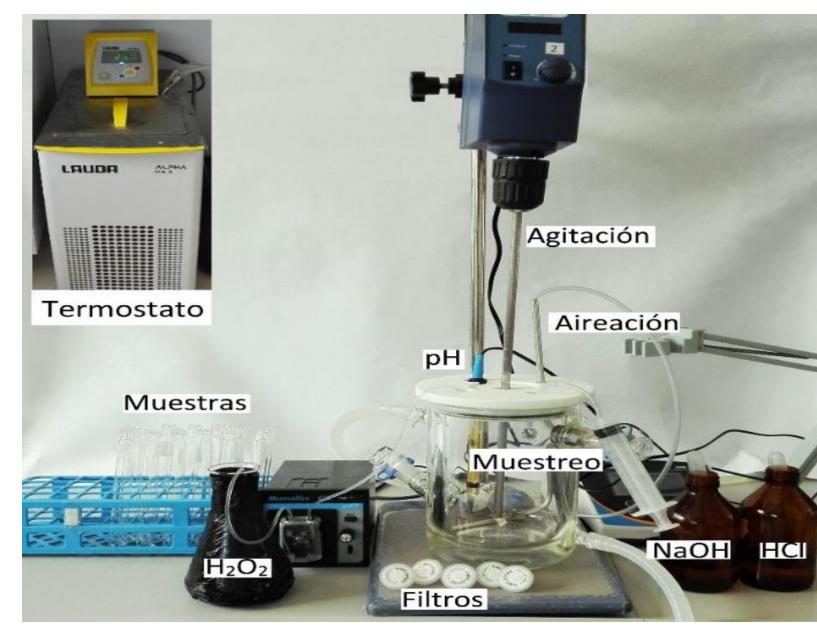


Figura 3. Montaje empleado en los ensayos catalíticos.

Optimización multirespuesta

Normalizada en una función de

deseabilidad (1*10⁴ g Al/Fe-PILC)

Tabla 1. Condiciones de preparación de catalizadores

| Cantidad | Condiciones de preparación de catalizadores | | | | | |
|---|---|-----------------|----------------|--|----------------|--|
| Al/Fe-PILC (g) | RAN _{Fe} (%) | CTM_f (mol/L) | RH (OH/Al +Fe) | Carga de pilares (meq. M ³⁺ /g arcilla) | Al^{3+}/Al^0 | |
| 15,0 | 5,0 | 0,06 | 2,4 | 20 | | |
| 10,0; 1,5 * 10 ³ y 1,0 * 10 ⁴ | 5,0 | 5,00 | 2,6 | 20 | 14/86 | |

| Muestra | Condiciones de tratamiento | *Fe _{incorporado} (Fe ₂ O ₃) (% p/p | d ₀₀₁) (Å) | S _{BET} (m ² /g) | V _{μp} (cm ³ /g) | | |
|--|-------------------------------|--|---------------------------|---|---|--|--|
| arcillas de partida y pilarizadas | | | | | | | |
| Tabla 2. Contenido de Fe incorporado, espaciado basal y propiedades texturales de las | | | | | | | |
| 10,0; 1,5 * 10^3 y 1,0 * 10^4 | 5,0 5 | ,00 2,6 | | 2 | 0 | | |
| 15,0 | 5,0 | ,06 2,4 | | 2 | 0 | | |

| Muestra | Condiciones de tratamiento | *Fe _{incorporado} (Fe ₂ O ₃) (% p/p) | d ₀₀₁ (Å) | S_{BET} (m ² /g) | $V_{\mu p}$ (cm ³ /g) |
|---------|-------------------------------|--|-------------------------|-------------------------------|----------------------------------|
| r | Refinada laboratorio | No aplica | 15,0 | 100 | 0,024 |
| R | Refinada bench | No aplica | 14,0 | 60 | 0,006 |
| RI | Refinada Industrial | No aplica | 15,9 | 96 | 0,012 |
| rLD | Al/Fe-PILC lab-diluido | 2,38 | 17,4 | 194 | 0,063 |
| RLC | Al/Fe-PILC lab-concentrado | 2,57 | 18,3 | 198 | 0,066 |
| RBC | Al/Fe-PILC bench-concentrado | 1,08 | 17,7 | 169 | 0,050 |
| RIPC | Al/Fe-PILC piloto-concentrado | 3,14 | 17,1 | 147 | 0,0,40 |

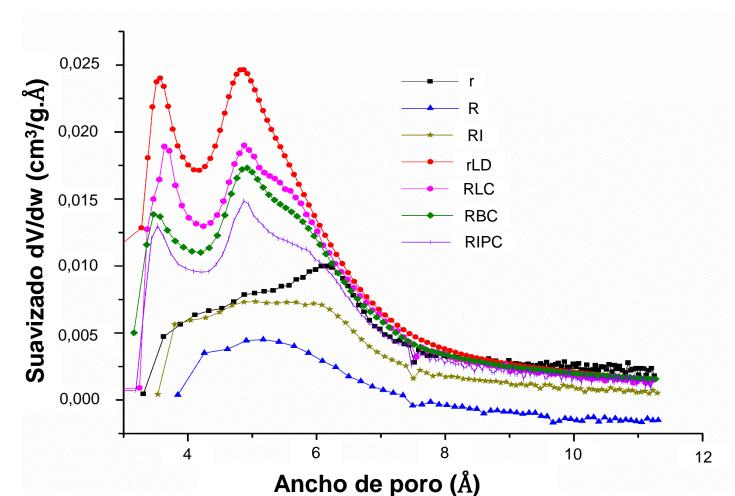


Figura 4. Distribuciones de tamaños de microporos, análisis por el método de Horvath y Kawazoe de las arcillas de partida y pilarizadas

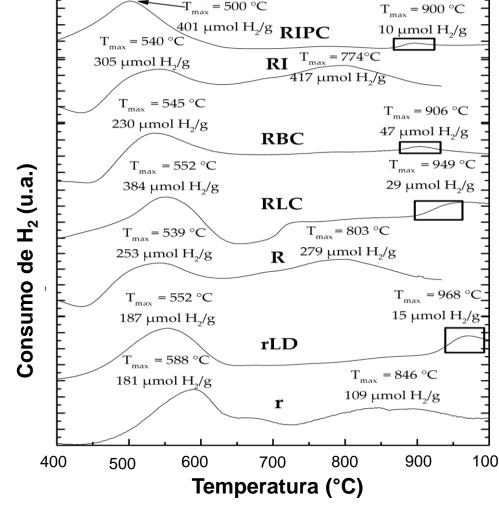


Figura 5. Diagramas TPR-H₂ de arcillas de partida y pilarizadas

La nueva metodología empleada permitió preparar catalizadores tipo Al/Fe-PILCs desde un precursor intercalante altamente concentrado (80 veces más de lo habitual), logrando una significativa intensificación de una de las etapas críticas que involucra la preparación de estos catalizadores, haciendo más factible su escalamiento.

La carga de catalizador mostró una influencia estadísticamente significativa sobre el rendimiento catalítico en la PCFH de fenol, en términos de: mineralización de TOC, moles de peróxido que reaccionaron y degradación de fenol, simultáneamente.

Agradecimientos Se agradece especialmente soporte financiero del proyecto Agua Potable Nariño - SGR (BPIN 2014000100020). GP agradece la beca de maestría concedida por el Departamento de Nariño.

bla 3. Diseño experimental empleado para optimizar principales parámetros de PCFH catalizador a 10 kg. (Central compuesto, 10 experimentos)

| Variables experimentales | Rango experimental | Covariables | Rango experimental | | | |
|---|-----------------------|--|-----------------------|--|--|--|
| Dosis de peróxido $[H_2O_2]_d$ (% estequiométrico) | 53,70-71,30 | Concentración inicial PhO TOC (mg C/L) | 5,8 - 14,9 | | | |
| Concentración de catalizador (RIPC) (g/L) | 4,39-11,39 | Temperatura de reacción (°C) | 6,1 - 23,3 | | | |
| | | рН | 6,7 – 8,9 | | | |
| Respuestas | | | | | | |
| Mineralización de PhO (% COT/g catalizador) | | | | | | |
| $[H_2O_2]_f$ (espectrofotométrico: Método metavanadato, $\lambda = 444$ nm) | | | | | | |
| Degradación de PhO (HPLC) (%/g catalizador) | | | | | | |

Tabla 4. Valor p obtenido en el diseño experimental

Mineralización

Términos

 $[H_2O_2]_f$

Degradación

de PhO

| | | | | | 1 |
|----------|---|-----------|-------------|---------|---|
| | | p valor | p valor | p valor | |
| | $A:[H_2O_2]_d(\%)$ | 0,2095 | 0,0569 | 0,3098 | |
| | B: [RIPC] (g/L) | 0,0032 | 0,0002 | 0,0007 | |
| | AA | - | - | 0,3225 | |
| | AB | - | - | - | |
| | ВВ | 0,0101 | 0,0133 | 0,143 | |
| seabilid | 1 0,8 0,6 0,4 0,2 0 50 55 60 [H ₂ O ₂] _d (%) | | | 15 | abilidad 0,0 0,1 0,2 0,3 0,4 0,5 0,6 0,7 0,8 0,9 1,0 |
| | | Deseabili | dad = 0.971 | | |

Figura 6. Superficie de respuesta multirespuesta

[1] Khankhasaeva S, Dambueva D, Dashinamzhilova E, Gil A, Vicente M, Timofeeva M. J. Hazard. Mater., 293 **(2015)**, 21-29

[2] Catrinescu C, Arsene D, Teodosiu C. Appl. Catal B-Environ., 101 (2011), 451-460

[3] Galeano L.A, Bravo P. Luna C, Vicente M, Gil A. Appl. Catal B-Environ., (2012), 527-535.

Metodología

ntroducciór