

ESTUDIO DEL PROCESO DE COAGULACIÓN- FLOCULACIÓN DE AGUAS RESIDUALES DE LA EMPRESA TEXTIL "DESEMBARCO DEL GRANMA" A ESCALA DE LABORATORIO

Xiomara Cabrera Bermúdez*, Marisol Fleites Ramírez**, Ana M. Contreras Moya*
*Facultad de Química y Farmacia, Universidad Central de Las Villas, **INRH, Villa Clara

El proceso de Cooagulación–floculación resulta un método útil para la separación de partículas muy finas de naturaleza coloidal que presentan gran estabilidad en el agua. Por otra parte, los parámetros óptimos de operación en este proceso requieren ser establecidos de forma experimental. En el presente trabajo se realiza la simulación del proceso de coagulación–floculación del residual procedente de la etapa de degradación biológica de la planta de tratamiento de residuales de la Empresa Textil “Desembarco del Granma” de Villa Clara con el objetivo de evaluar la sustitución del residual que actualmente se utiliza en la práctica de la asignatura de Operaciones y Procesos Unitarios IV (OPU-IV) que se imparte en tercer año de Ingeniería Química y en Tratamiento Químico-Físico de residuales en la Maestría de Ingeniería en Saneamiento Ambiental, por sus características inadecuadas desde el punto de vista de seguridad y salud. La simulación se realiza mediante el procedimiento de pruebas de jarras, apoyado por un análisis estadístico aplicando el software de cálculo EXCEL incluido en el paquete de Microsoft Office y STATGRAPHIC versión 4.1. Se obtienen resultados que muestran la factibilidad de utilizar el residual propuesto, así como las condiciones óptimas de operación, que se corresponden con el uso de la alúmina a valor de pH= 7 y dosis de 40 mg/L.

Palabras clave: *tratamiento físico-químico, coagulación–floculación, coagulante sulfato de alúmina, coagulante cloruro férrico, parámetros óptimos.*

The coagulation- flocculation process is a very useful method for separating very thin nature colloidal particles that have a great stability in the water. The efficient operational parameters in this process must be established by experimental way. In this work, the simulation of the coagulation-flocculation process of waste water from the biological degradation step of the Residual Waste Water Treatment Plant in the “Desembarco del Granma” Textile Factory of Villa Clara, is done with the objective of evaluate the substitution of the wastewater that really is used in the laboratory of the subject “Operation and Unitary Process IV” (OPU-IV) that is taught in the third academic year of the Chemical Engineering career and in the Environmental Sanitary Master program by it's no adequate characteristics. The simulation is done through the use of jar test method, supported on statistical analysis applying Excel and Statgraphic Software. The obtained results show the feasibility of the use of the proposed wastewater, and the operational optimal conditions were fixed with the use of the alumina at pH= 7 and dosage of 40 mg/L.

Key words: *physical-chemical treatment-coagulation-flocculation process-sulfate of alumina Coagulant-ferric chloride coagulant-optimal parameters.*

Introducción

En la práctica de laboratorio de coagulación – floculación que se realiza en la asignatura de Operaciones y Procesos Unitarios IV (OPU-IV) que se imparte en tercer año de Ingeniería Química y en Tratamiento Químico-Físico de residuales en la Maestría de Ingeniería en Saneamiento Ambiental, se emplea el residual del proceso de

producción del CBQ que es tóxico y está causando serios problemas de corrosión a los impelentes del equipo Jar Test empleado para realizar el proceso de coagulación–floculación. Por lo que se pretende sustituir el tipo de agua residual a tratar de manera que los riesgos para la salud y el medio ambiente sean menores sin afectar los objetivos de la práctica. Es por esto que el principal objetivo de este trabajo es evaluar el proceso de coagulación–

floculación a escala de laboratorio cuando se emplea como agua residual madre la obtenida a la salida del proceso de tratamiento biológico en la textilera “Desembarco del Granma” de Villa Clara.

El proceso de coagulación–floculación consiste en añadir al agua o agua residual determinados aditivos químicos con el objetivo de favorecer la sedimentación de materia coloidal no sedimentable o aumentar la rapidez de sedimentación por la formación de flóculos /1/.

La eliminación de estas partículas puede realizarse mediante la adición de los compuestos químicos llamados coagulantes que logran desestabilización en la partícula coloidal, las cuales están cargadas eléctricamente y presentan una doble capa eléctrica que le da estabilidad al sistema.

De acuerdo con la teoría de la doble capa eléctrica y la regla de Schultze-Hardy se plantea que los agentes coagulantes deben tener cargas positivas contrarias al ión determinante del potencial en la partícula en las aguas residuales (generalmente negativas) y por supuesto a mayor carga tendrá mejores características coagulantes. Entre las variables fundamentales que afectan el proceso se encuentran el tipo de coagulante, la dosis en que se emplea, pH del medio y el tiempo de la agitación que se emplea en la mezcla del coagulante y el agua residual /2/.

Entre los agentes coagulantes más utilizados por sus características físico químicas, se encuentran la alúmina ($Al_2(SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$), y el cloruro férrico. La primera es muy usada pues presenta algunas ventajas en cuanto a costo y disponibilidad, además de que se obtienen buenos resultados frente a aguas residuales de procesos similares a los valorados en el presente trabajo en los rangos de pH que recomienda la literatura entre 4,5-8, pero la literatura recomienda que la dosis requerida del agente coagulante deben obtenerse por experiencias de ensayos de laboratorio en las pruebas de jarra /3, 4/.

Se plantea que para romper la estabilidad de las partículas coloidales y poderlas separar, es necesario realizar tres operaciones /5, 6/. Estas

son la coagulación, la floculación y la decantación o flotación posterior.

La floculación trata la unión entre los flóculos ya formados con el fin de aumentar su volumen y peso de forma que pueden decantar. Consiste en la captación mecánica de las partículas neutralizadas dando lugar a un entramado de sólidos de mayor volumen. De esta forma, se consigue un aumento considerable del tamaño y la densidad de las partículas coaguladas, aumentando por tanto la velocidad de sedimentación de los flóculos.

El proceso de coagulación floculación es estudiado a nivel de laboratorio, realizando las pruebas de jarra al residual mencionado anteriormente. En este estudio se emplean dos coagulantes, el sulfato de alúmina y el cloruro férrico, por lo que es estudiada la influencia del pH, tipo de coagulante y dosis de coagulante en la eficiencia del proceso de tratamiento químico-físico simulado.

Se evalúa la turbidez como parámetro de respuesta en cada caso, pudiendo evaluarse la eficiencia del proceso determinando el por ciento de remoción, por la ecuación que se expresa a continuación

$$\% \text{ remoción} = \frac{\text{turbi} - \text{turbf}}{\text{turbi}} * 100 \quad (1)$$

La turbidez es la expresión de la propiedad óptica de la muestra que causa que los rayos de luz sean dispersados y absorbidos en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de la muestra. La turbiedad en el agua puede ser causada por la presencia de partículas suspendidas y disueltas de gases, líquidos y sólidos tanto orgánicos como inorgánicos, con un ámbito de tamaños desde el coloidal hasta partículas macroscópicas, dependiendo del grado de turbulencia. Puede ser medida con un turbidímetro del tipo nefelométrico que se basa en el efecto de Tyndall. La unidad de turbiedad, es definida "como la obstrucción óptica de la luz, causada por una parte por millón de sílice en agua destilada", la unidad nefelométrica de turbidez (NTU) equivale a 7,5 ppm de SiO_2 .

Métodos utilizados y condiciones experimentales

La investigación se realiza en el Laboratorio de Tratamiento de Residuales de la Facultad de Química-Farmacología en la UCLV donde se simula el proceso de coagulación floculación del agua residual posterior a la etapa de degradación biológica de la planta de tratamiento de residuales de la Empresa Textil “Desembarco del Granma” de Villa Clara.

Determinación de las características físico-químicas del agua residual

Para conocer la composición inicial del agua residual, se realiza una caracterización general de la misma. Los procedimientos analíticos y fundamentos de los métodos utilizados, son reportados en la tabla 1.

Tabla 1. Procedimientos analíticos utilizados para el análisis físico-químico del agua residual y resultados del muestreo realizado

Ensayo realizado	Método utilizado	Resultados del muestreo promedio
DQO (mg/L)	Dicromato. Reflujo abierto y cuantificación volumétrica	338
DBO ₅ (mg de O ₂ /L)	Incubación a 200 °C por 5 días	121
Sólidos totales (mg/L)	Gravimétrico a 103-105 °C	1 682
Sólidos totales volátiles (mg/L)	Gravimétrico a 500 °C	444
Sólidos totales fijos (mg/L)	Por diferencia	1 238
Sólidos suspendidos totales (mg/L)	Gravimétrico a 103-105 °C	126
Sólidos suspendidos volátiles (mg/L)	Gravimétrico a 500 °C	100
Sólidos suspendidos fijos (mg/L)	Por diferencia	26
Sólidos totales disueltos (mg/L)	Electrométrico	1 370
Conductividad (µs/cm)	Electrométrico	2 750
pH (unidades)	Electrométrico	7,1
Nitrógeno total (mg NH ₃ -N/L)	Digestión ácida, destilación y cuantificación volumétrica	< 5
Nitrógeno amoniacal (mg de N-NH ₃ /L)	Destilación y cuantificación volumétrica	< 5

Todas estas determinaciones analíticas fueron llevadas a cabo en los laboratorios del CEQA, empleando los métodos standard de análisis deguas y aguas residuales. Estos laboratorios del CEQA están enfrascados en procesos de acreditación por lo que los equipos y cristalería utilizados en las determinaciones, están debidamente verificados por la Oficina Territorial de Normalización (OTN) de Villa Clara.

Evaluación del proceso de coagulación floculación

El ensayo de Jar test se realiza con un agitador múltiple en seis vasos de precipitados de 1 litro en los que se dosifican los reactivos a ensayar. El equipo dispone de control de velocidad, lo que permite realizar la agitación rápida, lenta y

decantación en el propio recipiente. Una vez decantada la muestra se succiona parte del sobrenadante para realizar los análisis de sólidos en suspensión, DBO₅, turbidez, conductividad, etcétera. Que en este caso se evalúa la turbidez, la conductividad y el pH final de la disolución.

Los coagulantes utilizados son el Cloruro férrico hexahidratado; FeCl₃ * 6 H₂O y el sulfato de aluminio, también conocido como sulfato de alúmina Al₂ (SO₄)₃

El trabajo consistió en simular el proceso de coagulación–floculación a escala de laboratorio utilizando diferentes dosis de cada coagulante además de variar el pH de 4 a 9 unidades (tabla 2). Las dosis en que se emplean los coagulantes estudiados responden a las condiciones reportadas en /3/.

Tabla 2. Condiciones experimentales

Variables independientes	Niveles					
	4	5	6	7	8	9
pH inicial	4	5	6	7	8	9
Dosis Alúmina * (ml/L añadidos)	0	2	4	6	8	10
Dosis Fe Cl3 * (ml/L añadidos)	0	4	8	12	16	20

**Los mL/L de alúmina y cloruro férrico añadidos multiplicados por 10 se corresponden con la dosis expresada en mg/L.*

Se planificó un diseño de experimento factorial en 6 niveles, equivalentes a 36 corridas experimentales con una réplica en cada caso resultando al final 72 corridas experimentales. Las variables respuesta es la turbidez (NTU)

El turbidímetro empleado en las determinaciones es un instrumento 550 IR de Hanna Instrument, este permite realizar medidas de turbidez de forma rápida y confiable. Los métodos de medición utilizados en el turbidímetro corresponden a la norma ISO 7025/DIN 27027.

Los datos experimentales obtenidos después de aplicar el diseño de experimento expuesto anteriormente, fueron procesados mediante el

software STATGRAPHIC versión 4.1. Finalmente, se realiza un test estadístico de diferencia entre medias muestrales para comparar los resultados entre los dos coagulantes para las mismas condiciones de pH y similares dosis añadidas, en el que se emplea las herramientas computacionales del EXCEL.

Resultados y discusión

Experimento 1: Cuando se usa sulfato de alúmina como coagulante

Puede plantearse que los mejores resultados experimentales en esta evaluación se tienen

cuando se trabaja a pH = 7, y se emplean 40 mg/L de alúmina. Esto puede observarse en la tabla 3 donde se expresan los resultados en por

cientos de remoción, equivalente a la eficiencia en el proceso de purificación, y en los gráficos 1 y 2 se visualizan correctamente estos resultados.

Tabla 3. Respuesta del sistema expresada en por ciento de remoción cuando se emplea la alúmina como coagulante

Dosis alúmina (mg/L)	20	40	60	80	100
PH inicial	%Remoción promedio				
4	55,29	64,91	61,86	60,60	59,48
5	78,99	91,65	91,12	87,54	86,28
6	81,30	94,53	94,11	93,00	91,82
7	83,27	94,89	94,55	93,42	92,71
8	77,70	91,99	91,52	90,81	89,21
9	72,84	88,09	85,48	83,74	83,26

De los resultados obtenidos (tabla 1) puede valorarse que:

- * No es conveniente realizar el proceso de tratamiento químico-físico de coagulación-floculación a pH bajos, sino a pH cercanos a la neutralidad.
- * Este proceso es favorecido con el incremento de la dosis de coagulante, disminuyendo la

turbidez con el correspondiente incremento del % de Remoción.

- * El pH final disminuye ligeramente cuando se incrementa la dosis de coagulante respecto a cada valor de pH inicial.
- * Los mejores resultados se obtienen a pH 7 y dosis de 40 mg/L

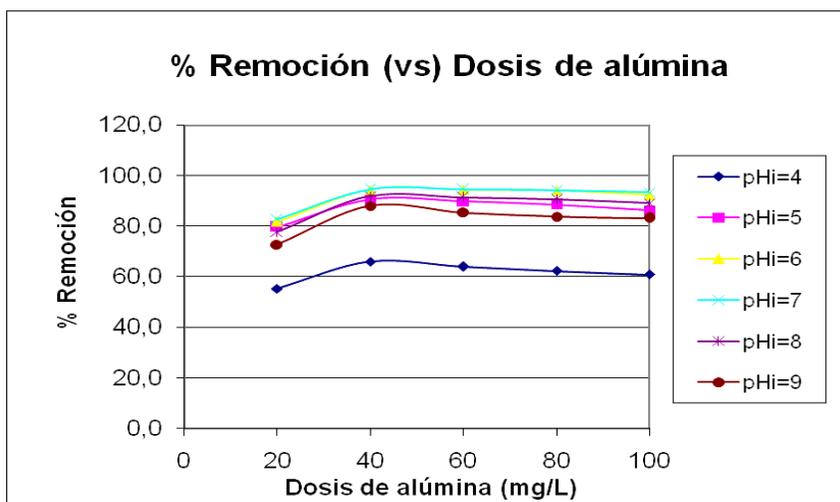


Gráfico 1: Por ciento de remoción (vs) dosis de alúmina.

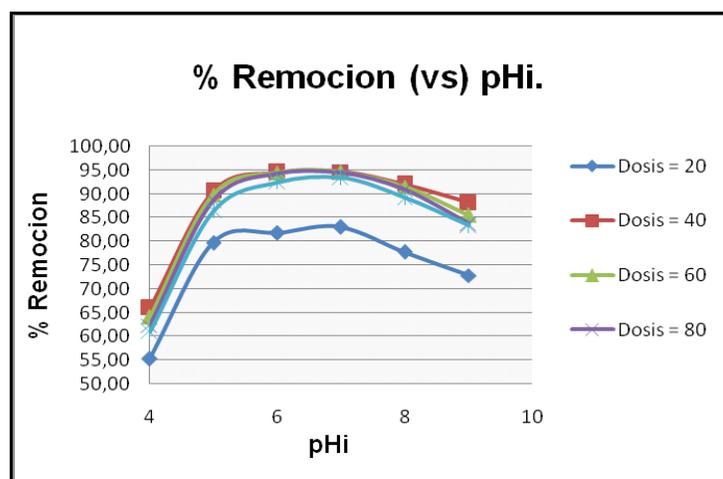


Gráfico 2: Por ciento de remoción (vs) pHi para diferentes dosis de alúmina.

Estos resultados experimentales al ser procesados por el STATGRAPHIC versión 4.1 se encontró que se ajustaban al siguiente

$$Y = 74,2075 - 13,524(pHi) - 8,62321(Dosis) + 1,00543(pHi)^2 - 0,110473(pHi)(Dosis) + 0,705264(Dosis)^2$$

Con un coeficiente de regresión R de 0,858 23 y probabilidad P= 1 -a del 95 % de confiabilidad. La superficie respuesta aparece en el gráfico 3, que se muestra a continuación,

modelo de regresión no lineal donde son significativas las dos variables independientes (dosis y pHi inicial):

y ratifica el análisis expuesto anteriormente. Se aclara que en este caso la dosis está expresada en mL de coagulante por litro de disolución de agua residual.

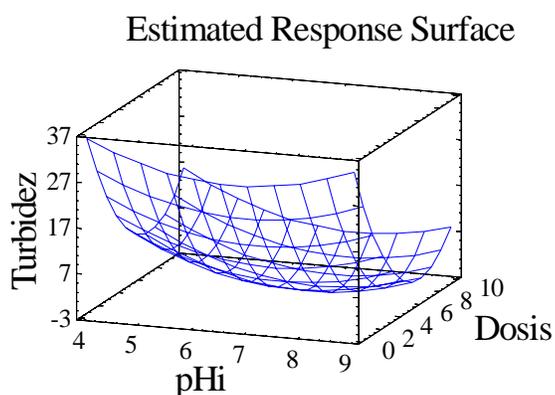


Gráfico 3: Superficie respuesta cuando se emplea la alúmina como coagulante.

Experimento 2: Cuando se usa cloruro férrico como coagulante

Los resultados expresados en por ciento de remoción obtenidos con el segundo coagulante

empleado pueden ser observados en la tabla 4 y los gráficos 4 y 5.

Sin embargo, respecto al pHi a diferencia de cuando se usa la alúmina, los peores resultados se tienen cerca de la neutralidad (gráfico 5).

Los resultados obtenidos en el caso en que se emplea el cloruro férrico como coagulante pueden ser resumidos a continuación:

* Los mayores por cientos de remoción se tienen siempre con la menor dosis de coagulante empleada para cada valor de pH y a medida que

se incrementa la dosis disminuye el por ciento de remoción de turbidez, ese comportamiento es similar para los diferentes pH iniciales.

* Los mejores resultados experimentales se tienen cuando se trabaja a pH entre 4 y 5, y se emplean 40 mg/L de este coagulante.

Tabla 4. Respuesta del sistema expresada en por ciento de remoción cuando se emplea el cloruro férrico como coagulante

Dosis (mg/L)	FeCl ₃	40	80	120	160	200
		% remoción promedio				
pH inicial						
4		77,5	65,0	62,5	60,5	59,5
5		80,0	73,0	64,0	57,0	53,5
6		75,5	54,0	50,0	43,0	41,5
7		63,5	32,0	26,5	20,5	18,5
8		75,0	65,0	52,0	37,0	29,5
9		65,0	49,0	41,0	37,5	33,5

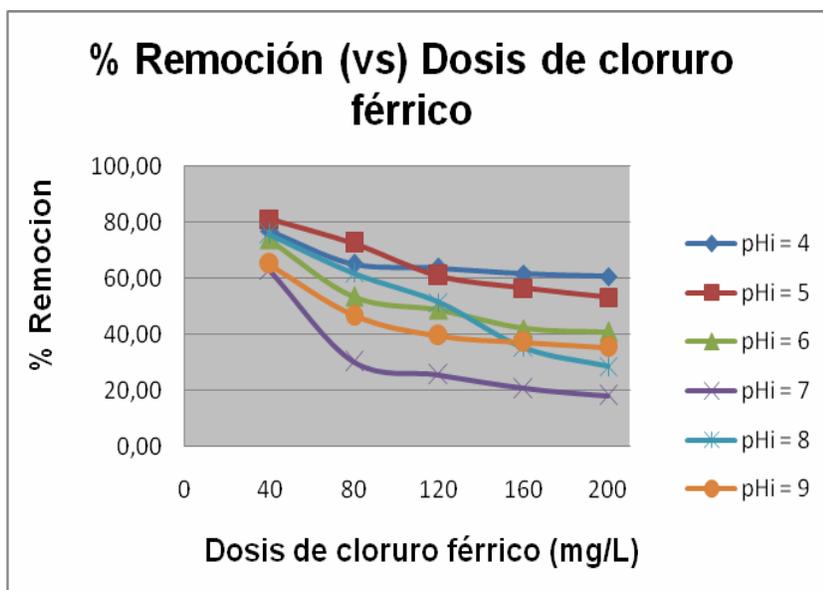


Gráfico 4. Por ciento de remoción (vs) dosis de cloruro férrico.

El modelo matemático que se ajusta a los datos experimentales es un modelo de regresión no lineal similar al obtenido cuando se emplea la alúmina, pero

se obtiene un coeficiente de regresión en este caso mucho más bajo (R^2 de 0,518 62 y probabilidad $P= 1 -\alpha$ del 95 % de confiabilidad).

$$Y=1\ 902,58 - 65,541(pHi) + 4,436\ 9(Dosis) + 5,089\ 29(pHi)^2 + 0,442\ 857(pHi)(Dosis) + 0,133\ 929(Dosis)^2$$

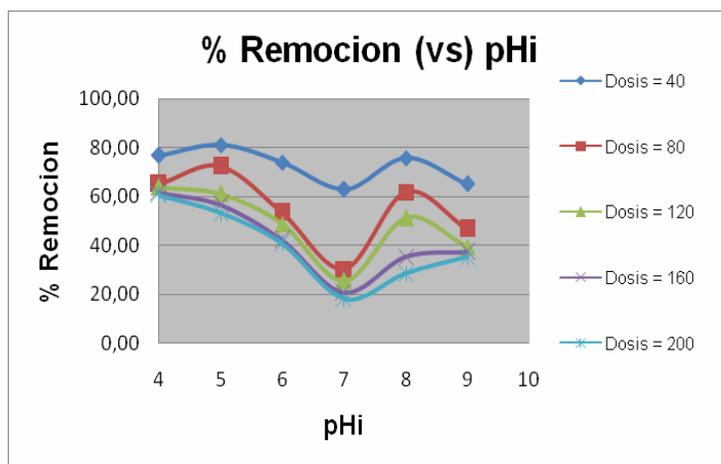


Gráfico 5. Por ciento de remoción (vs) pH inicial.

En el gráfico 6 se muestra la comparación de los resultados experimentales de por ciento

remoción de los dos coagulantes empleados respecto al pH inicial empleado.

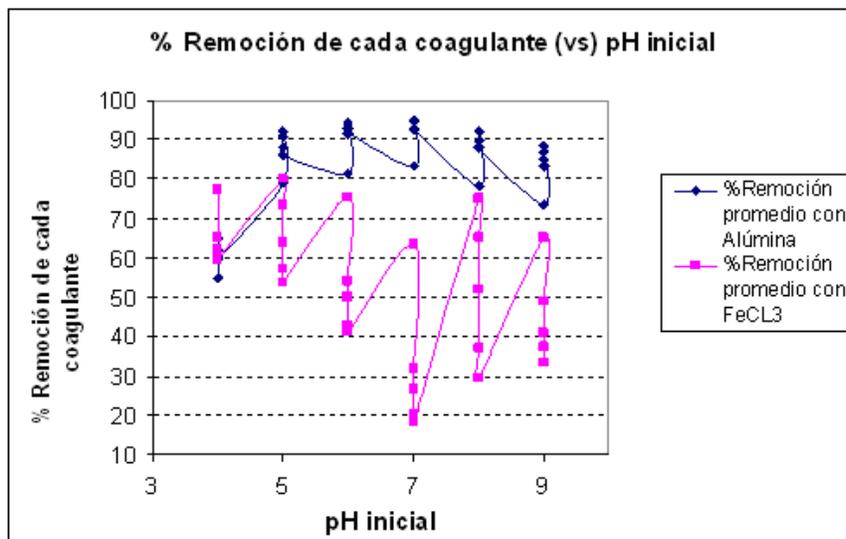


Gráfico 6. Por ciento de remoción de cada coagulante (vs) pH inicial.

De la valoración de este gráfico puede verse que el por ciento de remoción es superior cuando se emplea la alúmina respecto a cuando se emplea el cloruro férrico como coagulante para todos los valores de pH estudiados excepto el menor es

decir pH= 4, pero además resulta evidente que la dispersión de los resultados experimentales es mayor cuando se emplea el cloruro férrico a cuando se emplea la alúmina, véase la separación entre los resultados experimentales del por ciento

de remoción para cada valor de pH y coagulante empleado.

De esta gráfica anterior y de todo el análisis realizado respecto a los resultados experimentales obtenidos por los dos coagulantes evaluados se pudo constatar la superioridad de la alúmina respecto al cloruro férrico para el sistema de tratamiento estudiado para prácticamente todos los valores de pH evaluados, pero también se realiza la comprobación desde el punto de vista estadístico.

Para saber si esta diferencia es significativa o no estadísticamente debe aplicarse un test de comparación entre dos medias muestrales. El test más empleado es el paramétrico de la **t de student**, pero para aplicar éste se requiere comprobar primero que las varianzas sean similares desde el punto de vista estadístico de lo contrario se aplicaría el test no paramétrico: **U de Mann-Whitney**.

La prueba de comprobación de varianzas iguales (F de Snedecor) arrojó que las varianzas no son iguales, por lo que se procedió a aplicar el test no paramétrico: **U de Mann-Whitney**. Este test se utiliza para comparar las diferencias entre dos medianas, por lo que se basa en rangos en lugar de en los parámetros de la muestra (media, varianza).

En este caso se plantea la hipótesis ecológica que se contrasta contra la hipótesis nula.

H_{ecol} : Se logra mayor de por ciento de remoción con la alúmina que con el cloruro férrico

H_{ecol} : $M_{Alúmina} > M_{Cloruro\ férrico}$

Hipótesis nula:

H_o : $M_{Alúmina} = M_{Cloruro\ férrico}$

Procedimiento de cálculo

* Asignación de rangos a cada dato. Para ello se ordenan todos los datos (juntando los dos grupos) en orden creciente. El rango de cada dato será el número de orden que le corresponde a cada dato. Cuando se repita el mismo valor numérico, el rango que se asigna

a esos datos es la media aritmética de los rangos que les corresponderían en función del número de orden que ocupan.

- * Se suman los rangos de cada uno de los inventarios (grupos) y se calcula la suma de los rangos de los datos de cada uno de los grupos (R_1 y R_2).
- * Se calculan los estadísticos U_1 y U_2 a partir de las siguientes fórmulas: $n_1 n_2$.

$$U_1 = n_1 \cdot n_2 + \frac{n_2(n_{2+1})}{2} - R_2 \quad (2)$$

$$U_2 = n_1 \cdot n_2 + \frac{n_1(n_{1+1})}{2} - R_1 \quad (3)$$

- * Se obtiene el estadístico U_{cal} escogiendo el valor más grande entre U_1 y U_2 .
- * Se comprueba la significación estadística del estadígrafo U_{cal} comparando este valor con el valor de un estadístico U_{crit} a partir de las tablas correspondientes.

Si $U_{cal} \geq U_{crit}$ ($\alpha = 0,05$ o inferior) \Rightarrow Se rechaza H_o y se acepta H_{ecol} (las medianas son diferentes).

Si $U_{cal} < U_{crit}$ ($\alpha \equiv 0,05$ o inferior) \Rightarrow Se acepta H_o y se rechaza H_{ecol} (las medianas son iguales).

Los valores calculados para este caso fueron $U_1 = 837$ y $U_2 = 63$

$U_1 = U$ calculado (el mayor) 837

$U_{crit}(30,30,0,05) = 384$

Como $U_{cal} \geq U_{crit}$ ($\alpha = 0,05$ o inferior) \Rightarrow Se rechaza H_o y se acepta H_{ecol} (las medianas son diferentes), por lo que puede concluirse que existen diferencias significativas desde el punto de vista estadístico entre los por ciento de remoción de ambos coagulantes, y que se logra mayor por ciento de remoción con la alúmina que con el cloruro férrico que era la hipótesis ecológica que se había planteado al inicio de este test no paramétrico **U de Mann-Whitney**.

Conclusiones

1. De acuerdo con los resultados obtenidos en el desarrollo del trabajo, queda demostrado que el agua residual procedente de la etapa de degradación biológica de la planta de tratamiento de residuales de la Empresa Textil “Desembarco del Granma” de Villa Clara, puede ser empleada para realizar la simulación del proceso de coagulación- floculación a nivel de laboratorio con resultados satisfactorios.
2. La simulación del proceso de tratamiento químico físico a escala de laboratorio permite determinar el tipo de coagulante, el pH y la dosis óptima a emplear para el agua residual que se utilizará en la realización de la práctica de laboratorio.
3. Existen diferencias significativas desde el punto de vista estadístico entre los por cientos de remoción de los dos coagulantes empleados, logrando mayor por ciento de remoción la alúmina que el cloruro férrico a todos los valores de pH evaluados.
4. Los análisis realizados para cada coagulante utilizado en el estudio del proceso de coagulación–floculación permiten concluir que con el sulfato de alúmina a pH cercano a la neutralidad y dosis 40 mg/L, se obtienen los mejores resultados.

Recomendaciones

Utilizar el agua residual procedente de la etapa de degradación biológica de la planta de tratamiento de residuales de la Empresa Textil “Desembarco del Granma” de Villa Clara para el desarrollo de las prácticas de laboratorio de Coagulación floculación que se realizan en tercer año de Ingeniería Química y en la maestría de Ingeniería en Saneamiento Ambiental.

Bibliografía

1. Bueno, J. L., “Contaminación e Ingeniería Ambiental”. FICYT. T III. Contaminación de las aguas. Tema 17: Tratamientos secundarios físico-químicos de efluentes líquidos Pág. 432-450, escrito por Sastre, A.H.. 1997.
2. Hernández, A., “Depuración de aguas residuales. Editora Paramimbo. 3ra edición. 1994.
3. Bijlsma, E.,. Material docente. Maestría en Ing en Saneamiento ambiental .IHE Holanda.1999
4. Chudova, J. y otros, “Fundamentos teóricos de algunos procesos para la purificación de aguas residuales”. La Habana. Edit ISPJAE, 1986.
5. Ramírez, C., “Tratamiento de aguas residuales industriales.” UNUM. Colección de texto, 1992.
6. <http://www.es.wikibooks.org>
7. NC 27:1999, “Vertimiento de aguas residuales a las aguas terrestres y al alcantarillado”. Especificaciones.