

## EXPERIMENTO 5: ELIMINACIÓN DE CONTAMINANTES: TEST DE JARRAS Y ADSORCIÓN.

### OBJETIVO:

El objetivo de la práctica es el estudio de las propiedades de adsorción y de su variación en función de las condiciones de carga del sistema, aplicando dichos conceptos al caso de un sistema de interés industrial como es la eliminación de contaminantes por adsorción-decantación, mediante el ensayo normalizado conocido como "test de jarras" y la adsorción con un adsorbente.

La práctica consiste en el estudio y comparación de diferentes métodos de eliminación de colorantes en aguas residuales industriales, mediante la realización del "test de jarras" y la adsorción con sepiolita, para encontrar las condiciones óptimas de eliminación de colorantes en diversos tipos de aguas.

### 1.- Introducción.

Las aguas residuales industriales antes de ser vertidas al exterior deben sufrir un tratamiento que garantice su inocuidad y que las haga cumplir la normativa medioambiental vigente. La eliminación de metales pesados y agentes tóxicos es algo evidente, pero en muchos casos, estas aguas presentan además una coloración o turbidez debido a sustancias disueltas o en suspensión que en principio no se consideran tóxicas, aunque perturban el uso posterior de las mismas (contaminación). La eliminación de estas sustancias se realiza por:

- ✓ Precipitación o sedimentación de las partículas de gran tamaño (>1micra) que se encuentran en suspensión.
- ✓ Proceso físico-químico coagulación-floculación de partículas de tamaño intermedio que se presentan en forma de coloides.
- ✓ Absorción de partículas de menor tamaño (milésima de micra) que se encuentran disueltas

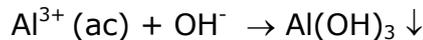
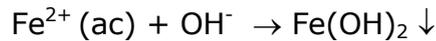
Todos estos procesos son de descripción sencilla pero hay que tener en cuenta que cuando nos manejamos con grandes cantidades de agua, a nivel industrial, hay que seleccionar y **optimizar** los parámetros adecuados para minimizar costes y esfuerzos.

En las partículas de tamaño intermedio (las que corresponden al tamaño coloidal) las propiedades superficiales y las cargas eléctricas tienen un mayor efecto sobre el peso relativo de la partícula en el agua, impidiendo en ese caso su sedimentación.

Las partículas coloidales presentan cargas superficiales electrostáticas que hacen que existan fuerzas de repulsión entre ellas que impiden su aglomeración y por consiguiente su precipitación. Estas cargas suelen ser negativas y, por tanto, la coagulación consistiría en neutralizar estas cargas superficiales mediante la adición de electrolitos de carga opuesta (coagulantes o floculantes catiónicos, por ejemplo,  $Al^{3+}$  ó  $Fe^{2+}$ ).

Cuando se añaden los agentes floculantes (normalmente sulfato de aluminio ó hierro II, cloruro de hierro II) parte de los iones trivalentes neutralizan las cargas negativas de los coloides, mientras que el resto,

después de ajustar el pH con NaOH para conseguir el mínimo de solubilidad, precipitan en forma de hidróxidos insolubles, según las reacciones:



Estos hidróxidos insolubles que se forman atrapan los coloides neutralizados, que contiene el agua residual, facilitando de esta manera su decantación.

Las partículas que se forman en la coagulación puede que sigan siendo pequeñas y de baja densidad. Sin embargo, el tamaño de las partículas puede crecer adicionando polielectrolitos, polímeros de moléculas de alto peso molecular y solubles en agua que pueden hacer de puente de unión entre diferentes partículas coaguladas, Por tanto, se puede separar la parte sólida de la líquida, ahora parcialmente depurada.

Para poder llevar a término un proceso de este tipo se debe tener en cuenta que:

- El pH de la mezcla agua residual-agente químico debe permitir formar la máxima cantidad de hidróxido de metal.
- El agua residual y el agente coagulante han de estar bien mezclados
- La mezcla ha de ser lenta para permitir que las partículas pequeñas formadas se aglomeren en partículas mayores (además de permitir una separación más rápida sólido-líquido).

***El test de Jarras*** es el procedimiento habitual utilizado en el laboratorio para determinar las condiciones óptimas de operatividad para el tratamiento de aguas residuales. Este test simula el proceso de coagulación/floculación que se utiliza para eliminar las partículas en disolución que pueden producir turbidez, olor o cambio de color del efluente.

Este método conlleva el ajuste del pH, selección del agente coagulante y de su dosis adecuados, elección de velocidad y tiempo de agitación de las palas así como tiempo de reposo posterior.

En esta práctica vamos a simular una muestra de agua residual de un hipotético vertido con contaminación visual, es decir, altamente coloreado y mediante el test de Jarras optimizaremos los parámetros que permiten depurar este efluente por floculación /coagulación y por otro lado utilizaremos una columna de adsorción para eliminar las partículas coloreadas para comparar los resultados obtenidos.

Las muestras de agua las prepararemos disolviendo un colorante alimentario como es el índigo carmín.

Mediante la técnica analítica de absorción molar UV-Visible (Ver anexo I) calcularemos la concentración de colorante en la muestra de agua. Mediante un floculador se llevará a cabo el test de Jarras y con una dispersión de sepiolita se realizarán los experimentos de adsorción de colorante.

### **TEST DE JARRAS**

Este test se realiza en un aparato denominado floculador que consiste en un montaje de seis vasos de precipitado con sus respectivos sistemas de agitación de velocidad regulable (ver figura).



Este aparato contiene seis agitadores para homogeneizar lo más posible el contenido de los seis vasos de precipitados en los que se varían las condiciones de operación analizándose luego los resultados en cada caso, para concluir cuales son los parámetros óptimos de depuración.

Mediante una agitación rápida se dispersa el coagulante en cada uno de los vasos, después se reduce la agitación para promover la floculación ya que aumenta las probabilidades de colisiones entre partículas dando lugar así a mayores tamaños de flóculo. Por último se cesa la agitación para que la disolución permanezca en reposo y estos flóculos sedimenten. Midiendo la absorbancia del líquido sobrenadante y comparando con la inicial concluimos que condiciones son las óptimas para la eliminación del colorante.

### **ADSORCIÓN**

La adsorción es un proceso donde se utiliza un sólido para eliminar una sustancia soluble en agua. En este proceso la sepiolita será el adsorbente, pues al tener una superficie interna muy elevada hace que su capacidad de adsorción sea muy alta.

Se dispersa el sólido absorbente en una disolución de índigo carmín, manteniéndose bajo agitación la mezcla durante aproximadamente 10 min, transcurrido este tiempo se deja en reposo la dispersión hasta que se presente clara ( $\approx 15$  min) y posteriormente se centrifuga.

Las moléculas a través de la fase del líquido se unirán a la superficie del adsorbente (sepiolita en nuestro caso). El proceso ocurre en tres pasos:

- ✓ Macro transporte: El movimiento del material orgánico a través del sistema de macro-poros del soporte (poros $>50$ nm)
- ✓ Micro transporte: El movimiento del material orgánico a través del sistema de micro-poros del soporte (micro-poros $<2$ nm, meso-poros 2-50nm)
- ✓ Adsorción: El acceso físico del material orgánico con la superficie del soporte en los meso-poros y micro-poros del mismo.

El nivel de actividad de la adsorción se basa en la concentración de sustancia en el agua, la temperatura y la polaridad de la sustancia.

### 2.- Parte experimental.

#### Experimento 1 (construcción de la recta de calibrado para el Índigo carmín disuelto en agua)

- A partir de la disolución ya preparada ( $10^{-2}$ M) y haciendo uso de matraces aforados de 100 ml preparar 5 disoluciones, de

Índigo carmín de distinta concentración (ojo esta concentración ha de ser conocida y lo mas exacta posible, la más concentrada debe serlo algo más que el agua problema, obteniéndose las demás por dilución a partir de la más concentrada. Antes de preparar las disoluciones consultar al profesor si los cálculos realizados y el método es correcto).

- Se mide la absorbancia de cada una de las disoluciones a la longitud de onda seleccionada previamente Avisad al profesor que os indique como funciona el equipo.
- Se representa absorbancia, A, frente a concentración, [ ].
- Se obtienen una serie de puntos que se ajustan a una recta siempre que las absorbancia no superen el valor de 2

*Precauciones:*

➤ Las pesadas y medidas de volúmenes han de ser muy exactas, luego hay que utilizar matraces aforados, pipetas adecuadas al volumen que se quiere tomar y al menos dos números decimales en la pesada. Los matraces se deben agitar una vez aforados, para garantizar la homogeneidad de la disolución.

➤ Las cubetas disponen de dos caras lisa y otras dos estriadas, las caras lisas son por las que debe pasar el haz de luz incidente y se deben mantener siempre limpias, cuidando de no tocar con los dedos ya que la grasa de la huella dactilar también absorbe luz. *Para manipular la cubeta se hace a través de las caras estriadas.*

➤ El volumen que se añade en la cubeta para la medida de absorbancia no es relevante, solo es necesario que supere al menos los 2/3 de la capacidad total por lo que este se puede añadir con una pipeta Pasteur. La cubeta se lava con agua y posteriormente se enjuaga con la disolución a medir, rellenándose a continuación para la medida.

- Una vez obtenida la representación Abs vs. [Índigo carmín] hay que ajustar los datos a una recta, para así poder extrapolar a cualquier valor dentro de ese rango. Este ajuste se puede hacer utilizando la aplicación Origin 6.0<sup>®</sup> cuyo manual esta disponible en la documentación aportada.

**Experimento 2 (test de Jarras)**

En sendos matraces aforados de 250 ml se preparan las disoluciones de NaOH 0,1 M y  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (0,12 M). Una vez realizados los cálculos y antes de preparar las disoluciones consultar con el profesor responsable si estos son correctos.

Tomamos 9 ml de índigo carmín disuelto en agua,  $10^{-2}$  M, y lo añadimos a cada uno de los vasos que previamente hemos llenado con 900 ml de agua (del grifo).

I. Ponemos a agitar todos los vasos con una velocidad de 250 rpm durante 1min.

II. En los vasos 1, 2, 3, 4, 5 y 6, añadimos las diferentes cantidades de  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  (0,12M) indicadas en la tabla adjunta.

Vaso nº	1	2	3	4	5	6
ml de Fe(II)	30	30	30	30	5	10

III. Dejamos agitar las mezclas durante 5 min. a la máxima velocidad (250rpm).

IV. Añadimos NaOH (0,1M) a cada una de las disoluciones para generar un medio básico.

Vaso nº	1	2	3	4	5	6
ml de NaOH	5	10	20	30	30	30

V. Agitamos a 100rpm durante 10min.

VI. Dejamos reposar las disoluciones 45min.

Se toma una muestra del líquido sobrenadante mediante una pipeta Paster y se lleva en una cubeta al espectrofotómetro ( $\lambda_{\max}(\text{absorción}) = 611 \text{ nm}$ ), se mide la absorción y se calcula la concentración de colorante en cada muestra haciendo uso de la recta de calibrado obtenida anteriormente.

### **Experimento 3 (adsorción).**

I. Se diluye 0,1ml de disolución madre de índigo carmín en 50 ml de agua, determinándose la concentración de Índigo carmín en la disolución resultante mediante absorción UV-Vis, por interpolación en la recta de calibrado.

II. Se dispersa 5gr de sepiolita en la disolución obtenida en "I".

III. Se mantiene bajo agitación durante 10 min con un agitador magnético.

IV. Se centrifuga el sobrenadante (ver normas de centrifugación en práctica 4).

V. Se llena una cubeta de espectrometría con el sobrenadante clarificado y se lleva al espectrofotómetro midiéndose la absorción.

VI. A través de la recta de calibrado se obtiene la concentración en colorante del agua tras pasar por la columna.

### **3.- Materiales y reactivos.**

#### **Reactivos:**

- Disolución  $10^{-2}$  M de índigo carmín
- NaOH
- $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$
- Sepiolita

#### **Material:**

Floculador.

Espectrofotómetro UV-Visibles.

6 vasos de 1L.

Cubetas de metacrilato.

Pipetas de 10 ml.

5 matraces aforados de 100ml.

2 matraces aforados de 250ml.

Pipetas Pasteur.

1 vaso de precipitados 100 ml.

1 agitador magnético con "barrita" agitadora.

Tubos de centrifuga.

Centrífuga.

Granatario.

#### 4.- Medidas de seguridad y vertido de residuos.

Se tomarán las medidas de seguridad generales descritas al inicio de este "Guión de Prácticas".

## EXPERIMENTO 5: ELIMINACIÓN DE CONTAMINANTES: TEST DE JARRAS Y ADSORCIÓN.

Nombre y apellidos del coordinador:

Nombre y apellidos de los otros miembros del equipo:

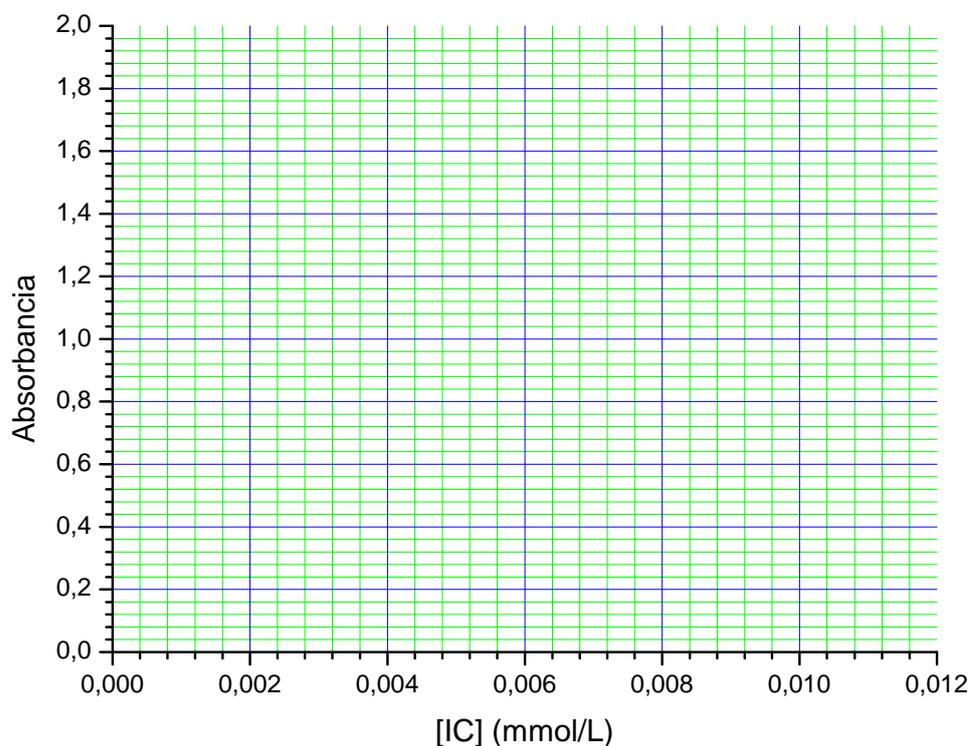

Grupo de laboratorio:

Fecha de realización de la práctica:

---

Abs						
[IC]						

Construir y ajustar la recta de calibrado (sobre papel milimetrado) para el Índigo carmín disuelto en agua del grifo y obtener el coeficiente de extinción,  $\epsilon$ , para este colorante a partir de la gráfica.



Coefficiente de extinción molar:  $\epsilon =$

abs<sub>0</sub> =

[IC]<sub>0</sub> = mol/L

Vaso	índigo carmín / (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Fe(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ·6 H <sub>2</sub> O / NaOH			
	[Fe <sup>2+</sup> ]	[OH <sup>-</sup> ]	Abs <sub>611nm</sub>	[colorante] <sub>final</sub>
1				
2				
3				
4				
5				
6				

### **CUESTIONES**

- Calcular los rendimientos de eliminación para cada uno de los procesos.
- Para este colorante ¿es mejor utilizar el método del floculante o el de la adsorción? ¿Porqué?
- Si la K<sub>s</sub> del Fe(OH)<sub>2</sub> es 5·10<sup>-15</sup>, calcular el pH mínimo para que estas sales precipiten, ¿se cumple en todas las disoluciones ensayadas? ¿Puede ser esta la razón de que no se elimine el colorante?

(Continuad las respuestas en el anverso de esta hoja)