



**Encuentro Internacional de
Educación en Ingeniería ACOFI**

Innovación en las facultades de ingeniería:
el cambio para la competitividad y la sostenibilidad

Centro de Convenciones Cartagena de Indias

4 al 7 de octubre de 2016



REDUCCIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE ANILINA POR MEDIO DEL MÉTODO ELECTRO- FENTON CONTROLADO POR LABVIEW

**Yulieth Verónica Lozano Quiroga, Paola Andrea Sepúlveda Grisales, Jhon Erick Navarrete Gómez,
César Augusto Quiñónez**

**Universidad Santo Tomás
Bogotá, Colombia**

Resumen

En este trabajo se realizó el diseño conceptual y la construcción de un equipo Electro-Fenton escala laboratorio, el cual sirve para la degradación de compuestos orgánicos tales como la anilina, mediante este equipo los estudiantes aprenderán con mayor facilidad electroquímica ambiental, ya que con este podrán realizar prácticas experimentales, por lo anterior se suministrará a la Universidad Santo Tomás un equipo a escala laboratorio.

El equipo EF está conformado por un reactor electroquímico, hardware y software. El reactor electroquímico tiene una capacidad de 300 mL y dos electrodos de hierro con un área de 45 cm² cada uno. El hardware es capaz de suministrar la energía necesaria para los electrodos y la activación y desactivación de las electroválvulas que dosifican los reactivos usados en la reacción. El software permite que el usuario controle la variación de voltaje de los electrodos, como también que maneje la cantidad de reactivos dosificados, el tiempo de la reacción, el registro de los usuarios, el almacenamiento y representación gráfica de los valores de absorbancia obtenidos del espectrofotómetro UV-Vis, este programa se comunica con el hardware mediante la tarjeta de adquisición de datos (DAQ), el hardware está compuesto por una serie de circuitos, componentes electrónicos y conexiones eléctricas.

Los reactivos que se agregaron a la reacción electroquímica fueron sulfato de sodio 0,05 M como electrolito, peróxido de hidrógeno como agente oxidante y finalmente ácido sulfúrico 0,01 M para mantener y ajustar el pH en 3. En la comprobación del sistema, la reducción de la concentración de anilina alcanzada fue de 99,4 % para una concentración inicial de 100 mg/L en un tiempo de 150 minutos, con un voltaje de 9V y se mantuvo a una corriente de 0,03 amperios.

Palabras clave: electro- Fenton; electroquímica Ambiental; software

Abstract

In this work, the conceptual design of an Electro-Fenton (EF) equipment was developed to afterwards set up and start a laboratory scale device which allows degradation of organic compounds, as aniline. The device aims to ease the understanding of environmental electrochemistry, enabling students to perform laboratory work, reason for which one of this laboratory scale devices will be donated to the Universidad Santo Tomás.

The EF apparatus is formed by an electrochemical reactor, hardware and software. The electrochemical reactor has a capacity of 300 mL and two iron electrodes with an area of 45 cm² each. The hardware is able to supply the energy required for the electrodes and the activation/deactivation of the electrovalves responsible for dosify the reactivates. The software let the user to control the voltage variation of the electrodes, as well as operate the amount of dosified reactivates, reaction time, users data base, storage and graphic representation of the absorbance values, obtained with the UV-Vis spectrophotometer. This program communicates with the hardware through a Data Acquisition card (DAQ). The hardware is formed by a series of circuits, electronical components and electric conections.

The reactivates added to the electrochemical reaction were sodium sulfate 0.05 M as electrolyte, hydrogen peroxide as oxidizing agent and sulfuric acid 0.01 to set pH in 3. In the system testing, aniline removal efficiency of 99.4% was obtained after 150 minutes, at a voltage of 9 V and a constant current of 0.03 A, for a sample with initial concentration of 100 mg/L.

Keywords: electro- Fenton; environmental electrochemistry; software

1. Introducción

La ingeniería consiste en solucionar problemáticas utilizando la investigación y los conocimientos científicos para desarrollar tecnologías e innovación usando teorías científicas y herramientas tecnológicas actuales. Las teorías en las que se basa este proyecto de grado son la electroquímica, la reacción Fenton, ley de Beer y espectrofotometría UV-Vis además se usan herramientas tecnológicas como el software LabVIEW y los circuitos integrados del hardware. El desarrollo de prototipo a nivel laboratorio es un ejercicio intelectualmente avanzado que permite poner en práctica las competencias del ingeniero ambiental con el fin de generar productos y beneficios que cubren demandas y necesidades que la sociedad y su entorno presentan en la actualidad.

El principal objetivo de este proyecto de grado es construir un equipo Electro-Fenton conformado por un reactor, hardware y software. Se busca suministrar a la Universidad Santo Tomás un equipo a escala laboratorio, para que

Los estudiantes puedan facilitar su aprendizaje realizando prácticas de electroquímica ambiental, ya que esta electiva actualmente no cuenta con equipos para realizar experimentación.

Los resultados obtenidos en el trabajo de grado son el diseño conceptual y la construcción de un equipo EF conformado por un reactor electroquímico, un hardware y un software.

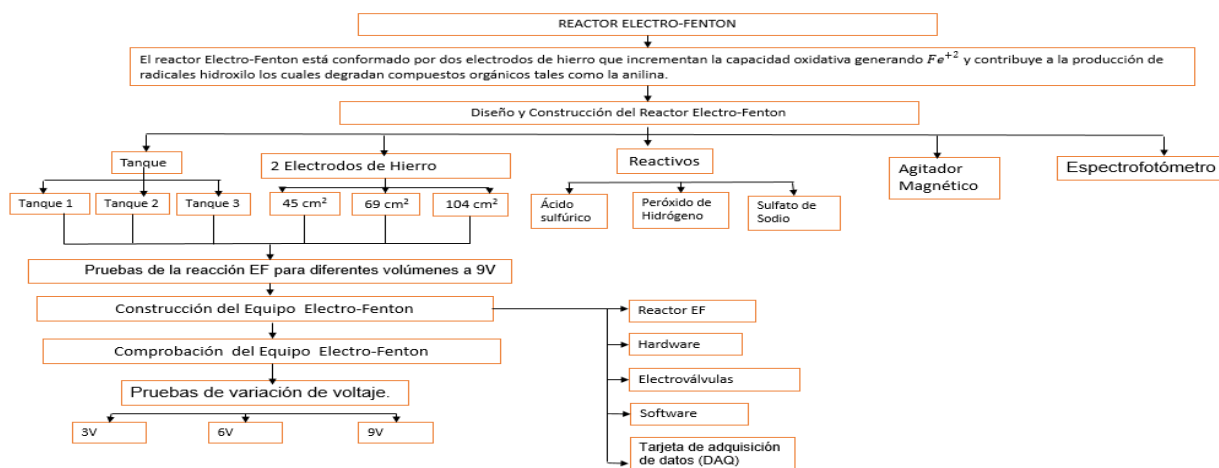
En la descripción del equipo electro-Fenton se especifica la metodología experimental del reactor encargado de la degradación de compuestos orgánicos considerados de difícil degradación por tratamientos convencionales (APHA. American Public Health Association, 1998), cabe resaltar que el compuesto orgánico con el que se prueba el funcionamiento de este equipo es la anilina mediante el análisis espectrofotométrico UV-Vis; en este también se muestra la descripción del sistema, el diseño experimental, las pruebas de la reacción EF y la construcción y la comprobación del equipo EF.

En la sección de software se presentan las funciones requeridas, el diseño, el desarrollo de la programación en LabVIEW.

2. Descripción Equipo Electro-Fenton

A continuación, se muestran las etapas del desarrollo del diseño y construcción del reactor EF, se presenta el método de análisis espectrofotometría UV-Vis. Los procedimientos experimentales fueron realizados en los laboratorios de Ingeniería Ambiental y Electrónica de la Universidad Santo Tomas sede central, Bogotá; finalmente para la comprobación del sistema del equipo EF se integra el software en LabVIEW y el hardware que controlan su funcionamiento.

Figura 2. Metodología Experimental Equipo EF



Fuente: autoría propia

El reactor Electro-Fenton está conformado por dos electrodos de hierro que incrementan la capacidad oxidativa generando Fe^{+2} y contribuye a la producción de radicales hidroxilo. Se diseñó el reactor con un ánodo y un cátodo que permiten la oxido-reducción del reactor, se dosificaron los reactivos que son introducidos en el reactor mediante electroválvulas. La circulación de la corriente en el electrolito es de ánodo a cátodo y regresa desde el cátodo al ánodo a través del hardware. De acuerdo con las pruebas de diseño experimental se construyó el equipo EF conformado por:

Agitador magnético: Encargado de la aireación en el reactor EF, suministrado por el laboratorio de la facultad de ingeniería ambiental de la Universidad Santo Tomás.

Reactor EF: Construido con medidas de 9.2 cm * 10 cm * 8 cm con volumen graduable hasta 600 mL, el reactor está conformado por dos electrodos de hierro de 1 mm de espesor y un área de 45 cm².

Electroválvulas: Son tres electroválvulas que permiten la dosificación de los reactivos, estas son manipuladas por el usuario y provistas de energía por el hardware (PCB) diseñado y construido.

Tanques contenedores de reactivos: Son tres tanques con capacidad de 500 mL los cuales almacenan cada uno de los reactivos como la disolución de ácido sulfúrico, peróxido de hidrógeno y sulfato de sodio.

Hardware: Componente encargado de energizar las electroválvulas y suministrar la energía para los electrodos.

Tarjeta de adquisición de datos (DAQ): Dispositivo que permite la comunicación entre hardware y software.

Software: Programa mediante el cual el usuario controla la cantidad de reactivos que se agregan al reactor mediante las electroválvulas y controla el voltaje suministrado a los electrodos.

Espectrofotómetro: Equipo encargado de la medición de absorbancia de las muestras de la anilina en la reacción EF.

Figura 3. Equipo para la reacción EF

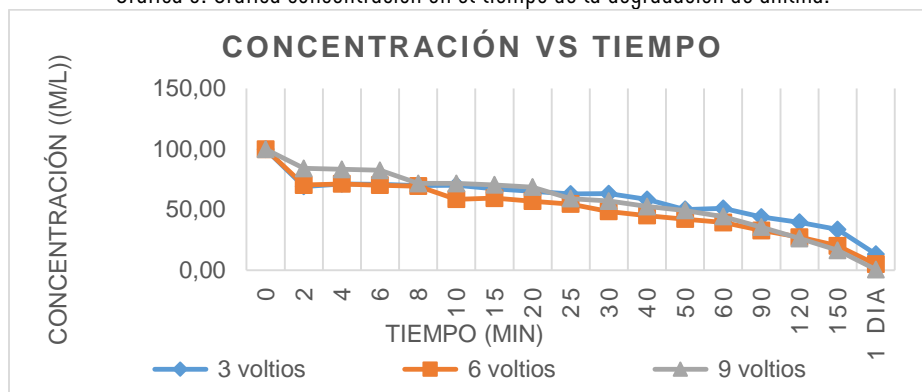


Fuente: Autoría propia

La concentración de anilina en el reactor electro-Fenton fue removida satisfactoriamente para el tanque 1 a diferentes Voltajes, se identificó una concentración final a 3V de 13,2 mg/L, a 6V una concentración final de anilina de 4,8 mg/L y una concentración final a 9V de 0,6 mg/L, esto ocurre porque al aumentar el voltaje aplicado a la celda electroquímica la velocidad de la reacción EF genera mayor producción de radicales encargados de la oxidación de la anilina.

De acuerdo con la tabla de potenciales eléctricos fuerza electromotriz (FEM) potencial de celda, se necesitan mínimo 0.77 V para que el hierro se reduzca de hierro Fe^{3+} a hierro Fe^{2+} ; el hierro Fe^{3+} actúa con el peróxido de hidrógeno para que este se descomponga en iones hidroxilo e hidrógeno, por lo cual se requiere un voltaje de 1.31 V, debido a esto se generan radicales hidroxilo encargados de la oxidación del compuesto orgánico lo que exige un voltaje de 2.06 V en condiciones de temperatura ambiente.

Gráfica 3. Gráfica concentración en el tiempo de la degradación de anilina.



Fuente: Elaboración propia

3. Función del Software

En el software LabVIEW se realizó la programación gráfica del reactor electro-Fenton. Que tiene como función que permitir el registro de los usuarios, la dosificación de los reactivos mediante la apertura y cierre de tres electroválvulas, la variación del voltaje de los electrodos, el tiempo de la reacción, el almacenamiento de datos y su representación gráfica de los valores de absorbancia obtenidos del espectrofotómetro UV visible y la generación de un informe con dichos resultados. A continuación, se explica cómo se dará cumplimiento a las funciones del software:

Registro de usuarios. Se crea una interfaz entre el software y el usuario que permite acceder como estudiante, docente u otro, insertar sus datos e ingresar al entrenamiento del reactor EF.

Entrenamiento. En esta sección del software, el usuario debe identificar cada uno de los componentes del reactor EF, reconociéndolos por el movimiento del cursor en la imagen del reactor EF que indica sus partes con su respectivo nombre.

Dosificación de los reactivos por medio de las electroválvulas. El usuario una vez identifica el manejo del reactor EF, se dispone a insertar las cantidades de volumen de disolución del peróxido de hidrógeno, sulfato de sodio y ácido sulfúrico, una vez se da clic en continuar, las electroválvulas son activadas para dispensar las cantidades insertadas por el usuario (ver anexo E).

Variación del voltaje de los electrodos. Permite que el usuario inserte el voltaje deseado en los rangos de 1.4V a 10V para la reacción EF.

Control del tiempo. Una vez el usuario acepta el voltaje de salida para los electrodos, inicia el tiempo de la reacción EF, mediante pruebas de laboratorio se estableció un tiempo de 150 minutos (ver capítulo 2), cabe aclarar que el usuario puede disminuir, interrumpir y extender este tiempo.

Almacenamiento de datos, representación gráfica y generación de informe: Cuando se da inicio a la reacción EF, se generan cuadros de diálogo para insertar los valores de absorbancia cada determinado tiempo, estos se van almacenando para construir una representación gráfica en la misma interfaz con el usuario y al finalizar la reacción EF se puede generar un informe con dichos resultados.

Se creó en el software una interfaz de comunicación entre el usuario y software para el control del reactor EF, primero el usuario ejecuta el programa y esta espera a que el usuario de una orden de ingreso o salida, si ordena ingresar hay una etapa de registro e identificación que permite entrar al Programa Principal para continuar con las otras etapas que se realizaron para el desarrollo del software.

Una vez el usuario ingresa al programa principal debe verificar el Check-List de cada uno de los componentes que conforman el equipo EF ver figura 10 para ingresar al Sub-VI de válvulas, donde se insertan las cantidades

de electrolito, agente oxidante y peróxido de hidrógeno ver figura 11, una vez el usuario da la orden, se dispensan dichas cantidades en el reactor EF; para dicho Sub-VI se usó la programación tipo máquina de estados ver figura 9; algoritmo diseñado para que el usuario inserte los valores de voltaje en el panel frontal, estos valores de voltaje tienen unos rangos establecidos con los que el usuario podrá contar el valor de voltaje de salida es el que suministra de energía a los electrodos.

4. Conclusiones

En el reactor EF se obtuvieron altos porcentajes de remoción de anilina por un tiempo de 150 minutos, se identificó que si se prolonga el tiempo de la reacción EF se podría alcanzar la máxima degradación del compuesto orgánico en CO_2 y H_2O .

Se demostró que por medio del Reactor EF se logra una degradación eficiente de la anilina, alcanzando una remoción del 99,4% empleando un voltaje de 9V, una concentración inicial de 100mg/L a un volumen de 300 mL y un pH de 3, generando rangos de corriente de 0,01 a 0,03 A.

Las pruebas realizadas experimentalmente para la comprobación del funcionamiento del equipo EF se realizaron variando el voltaje de 3V a 9V, teniendo en cuenta que la corriente eléctrica aplicada en la celda electroquímica se transporta del ánodo al cátodo porque existe un diferencial de energía potencial eléctrico entre electrodos, este potencial eléctrico se denomina fuerza electromotriz (FEM) que permite la producción de los radicales hidroxilo encargados de la oxidación de la anilina, tienen un potencial de oxidación mínimo de 2,8V, en el agua a 25°C.

Fue necesario el diseño y la construcción de un hardware para el reactor EF que permitiera controlar las variables establecidas por el usuario desde el software, ya que sin este no hubiera sido posible el control del reactor con el software.

A partir del análisis de resultados de las pruebas experimentales del reactor EF, fue posible diseñar y desarrollar una interfaz electrónica en el software LabVIEW, para la adquisición, procesamiento de datos y el suministro de voltaje a las electroválvulas dosificadoras y a los electrodos encargados de la reacción electroquímica.

El desarrollo de la programación gráfica en el software (LabVIEW) se realizó mediante algoritmos para controlar el reactor EF, ya que en este se programó la dosificación de los reactivos mediante las electroválvulas, la aplicación del voltaje para los electrodos, el registro de los usuarios, el almacenamiento de datos, la representación gráfica de estos y el procesamiento de los datos medidos en el espectrofotómetro de forma interactiva.

Los electrodos son reutilizables para numerosas pruebas experimentales de la reacción EF mientras los valores de pH estén ajustados en 3, ya que si sobrepasa un pH de 4 se forman en la solución hidróxidos de Hierro $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

5. Bibliografía

Artículos de revistas

- Anotai, Chi Su, Tsai, Chun Lu. (2010). Effect of hydrogen peroxide on aniline oxidation by electro-Fenton and fluidized-bed Fenton processes. Elsevier B.V. ScienceDirect, Journal of Hazardous Materials(183 (2010) 888–893), 889-892.
- Apaydin. (2014). REDUCTION OF COD IN WASTEWATER FROM A TEXTILE INDUSTRY BY ELECTRO-FENTON PROCESS. Global NEST Journal, 16(X), 1-7.
- Badawy, M.I. & Ali, M.E. (2006). Fenton's peroxidation and coagulation processes for the treatment of combined industrial and domestic wastewater. Journal of hazardous.
- Benatti, C., Granhen, C.R. & Guedes, T.A. (2006). Optimization of Fenton's oxidation of chemical laboratory wastewaters using the response surface methodology. Journal of environmental management.
- Blanco, A. (2012). *Procesos electroquímicos de oxidación avanzada aplicados a la recuperación de aguas contaminadas con el colorante azoico direct yellow-4*. Barcelona.
- Centro de automatización Industrial, SENA Regional Caldas. (2008). manual de uso del programa de diseño de circuitos y simulación Proteus. Layout Editor.
- Domenech, J., Jardim, W., & Litter, M. (s.f.). Capítulo 1. En *PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN PARA LA ELIMINACIÓN*. Argentina.
- Gomara FL, Correr CJ, Sato Meo, Pontarolo R. (2004). Desarrollo y validación de un método espectrofotométrico para cuantificación de ácido kójico. *Ars Pharm*(45 (2): 145-153), 145-153.
- Kommineni, S. et al. (2000). *Treatment technologies for removal of methyl tertiary butyl ether from drinking water*(2nd ed.). (F. V. Edition. G. Melin, Ed.) National Water Research Institute.
- Martínez, L. e. (2011). *Degradation of organic matter in olive-oil mill wastewater through homogeneous Fenton-like reaction*. Chemical Engineering Journal.
- Munter, R. (2001). *Advance Oxidation Processes: Current Status and Prospects*. Chemistry Keemia.
- Ramirez, J.H., Costa, C.a. & Madeira, L.M. (s.f.). *Experimental design to optimize the degradation of the synthetic dye Orange II using Fenton's reagent*. Catalysis Today.
- Raymond Chang Williams College. (2002). *Química* (7ma ed.). (R. Zugazagoltía Herranz, & M. Ramirez Medeles, Trads.) Buenos Aires, Caracas, Guatemala, Madrid, Bogota, Santiago, Sao Paulo, Mexico: McGraw-Hill.
- Rodrigues, C.S., Madeira, L.M. & Boaventura, R.a. (2009). *Optimization of the azo dye Procion Red H-EXL degradation by Fenton's reagent using experimental design*. Journal of hazardous materials.

Libros

- Alcalde, P. (2010). *Electrónica General* (2da ed.). Madrid: Paraninfo.

- Chaverri Benavidez, G. (1984). *Fundamentos de Química* (3ra ed.). San Jose, Costa Rica: Universidad Estatal a distancia.
- Harris, D. (2007). *Análisis Químico cuantitativo* (3ra ed.). California: REVERTÉ.
- Lajara, Jose; Pelegri, Jose. (2011). *LabVIEW, Entorno gráfico de programación* (2da ed.). Barcelona: MARCOMBO.
- Martínez Avila, O. M. (2012). *Evaluación de un proceso integrado de adsorción y oxidación avanzada para el tratamiento de aguas residuales industriales reales, "Tesis M.S", Ing. Química y Ambiental*. Bogota, Colombia: Universidad Nacional de Colombia.
- Montenegro, D. (2013). *Introducción a G con aplicaciones*. Bogota: Ediciones USTA.
- National Instrument . (2012). *LabVIEW Core 2 manual de Curso*. Austin, Texas.

Fuentes electrónicas

- APHA. American Public Health Association. (1998). *Estándar Methods for the Examination of Waster and Wastwater*. Washington DC: American Public Health Association.
- National Instrument . (s.f.). *¿Qué es Adquisición de Datos?* Recuperado el 13 de octubre de 2015, de <http://www.ni.com/data-acquisition/what-is/esa/>
- National Instruments. (2016). *NI LabVIEW - NI.com*. (National Instruments Corporation) Recuperado el Enero de 2016, de <http://www.ni.com/labview/whatsnew/esa/>
- National Instruments Corporation. (2011). *LabVIEW Core 1 Manual de Curso. Versión del software actual 2011*. Texas, USA: Copyright. Obtenido de ni.com/patents

Sobre los autores

- **Yulieth Verónica Lozano Quiroga:** Ingeniera Ambiental. vero_lozano13@hotmail.com
- **Paola Andrea Sepúlveda Grisales:** Ingeniera Ambiental. pasaje92@gmail.com
- **Jhon Erick Navarrete Gómez:** Ingeniero Electrónico. Profesor titular. jhonerik15769@hotmail.com
- **César Augusto Quiñónez:** Químico. Profesor titular. cesarquinones@usantotomas.edu.co

Los puntos de vista expresados en este artículo no reflejan necesariamente la opinión de la Asociación Colombiana de Facultades de Ingeniería.

Copyright © 2016 Asociación Colombiana de Facultades de Ingeniería (ACOFI)