

## Eliminación del colorante rojo Congo de sistemas acuosos empleando materiales adsorbentes y catalíticos con métodos asistidos con irradiación ultravioleta y ultrasónica.

Removal of Congo red dye from aqueous systems using adsorbent and catalytic materials with ultraviolet and ultrasonic irradiation assisted methods.

Valeria Espinosa Armendáriz<sup>1</sup>, Ana Cristina González Azuela<sup>2</sup>, Felipe de Jesús Juárez Belman<sup>1</sup>, Ana Sofía Ponce Acosta<sup>2</sup>, Citlally Guadalupe Saavedra Dávalos<sup>3</sup>, Hambar Tapia Rodríguez<sup>1</sup>, Dra. Esthela Ramos Ramírez<sup>\*4</sup>, Dra. Norma Leticia Gutiérrez Ortega<sup>5</sup>

<sup>1</sup> [Licenciatura en Ingeniería Ambiental, División de Ingenierías, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato]

<sup>2</sup> [Licenciatura en Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato]

<sup>3</sup> [Licenciatura en Químico Farmacéutico Biólogo, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato]

<sup>4</sup> [Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato]

<sup>5</sup> [Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental, División de Ingenierías, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato]  
ramosre@ugto.mx<sup>4</sup>; normagut@ugto.mx<sup>5</sup>

### Resumen

A través de los años se ha agudizado a nivel mundial el problema de contaminación del agua con agentes que alteran sus características químicas, físicas y biológicas, convirtiéndolo en una prioridad que debe de ser atendida debido a los efectos nocivos que ésta tiene los ecosistemas. La contaminación de los embalses naturales de agua es generada principalmente por un gran abanico de actividades antropogénicas provenientes del sector industrial, entre los cuales sobresale la industria textil. Esta industria utiliza en su mayoría colorantes sintéticos, entre los cuales se encuentran los colorantes azoicos, que se caracterizan por ser recalcitrantes, altamente estables y tóxicos para el medio ambiente y la salud de las personas. Estos colorantes azoicos en su mayoría no pueden ser degradados por métodos de tratamiento de aguas convencionales debido a que son recalcitrantes, sin embargo, actualmente se ha encontrado que una alternativa potencial para su eliminación mediante procesos fisicoquímicos, como es la adsorción, así como el empleo de Procesos Avanzados de Oxidación (PAO's) entre los cuales se encuentra la catálisis heterogénea, asistida principalmente con irradiación ultravioleta (UV), aunque en los últimos años ha aumentado el interés por usar otros sistemas como la radiación ultrasónica (US). El presente trabajo de investigación propone el empleo de materiales del tipo Hidróxidos Dobles Laminares (HDL) para la remoción del colorante azoico rojo Congo de sistemas acuosos, mediante un sistema combinado de adsorción y degradación catalítica asistida, comparando la irradiación ultravioleta y con la irradiación ultrasónica con la intención de identificar si pueden ser procesos que contribuyan a hacer más eficiente la degradación hasta la mineralización. Los resultados obtenidos muestran una buena capacidad de eliminación hasta del 100% de colorante rojo Congo a concentraciones de 600 ppm empleando principalmente como catalizador al HDL tratado térmicamente a 500 °C asistido con irradiación ultrasónica.

**Palabras clave:** procesos de oxidación avanzada, materiales semiconductores, tratamiento de agua.

### Introducción

Los cuerpos de agua con aguas residuales contaminadas y aguas subterráneas de mares, ríos y lagos preocupan especialmente a quienes trabajan en la purificación del agua y el medio ambiente. En este sentido, las normas de control de calidad del agua y las regulaciones contra contaminantes peligrosos se han vuelto más estrictas en muchos países.

El crecimiento demográfico y la expansión de la actividad industrial en las últimas décadas han generado una demanda creciente de recursos hídricos. El deterioro de la calidad de los sistemas hídricos se ha convertido en un grave problema ambiental que afecta a la población y los ecosistemas, según la Organización Mundial de la Salud (OMS). La contaminación del agua se define como cualquier alteración física, química o biológica que resulta en una disminución de su calidad. Estos cambios adversos afectan a los organismos vivos y limitan su uso posterior. La presencia de contaminantes en cuerpos de agua tiene un impacto significativo en

Los ecosistemas. Estos contaminantes, presentes en solución, pueden acumularse y ser transportados a través de ríos, lagos, arroyos y depósitos subterráneos, afectando tanto a la flora y fauna como a la salud humana. Las principales fuentes de contaminación de las aguas superficiales y subterráneas son los municipios e industrias. Estos contaminan con compuestos químicos generalmente derivados de diferentes actividades humanas que afectan a los ecosistemas, generando un gran impacto ambiental al desechar compuestos orgánicos e inorgánicos sin un adecuado tratamiento. Muchas industrias no se responsabilizan por los daños que pueden llegar a provocar.

La contaminación por colorantes es un problema ambiental significativo, especialmente en el contexto de la industria textil, alimentaria y cosmética. La presencia de colorantes en el agua interfiere con la fotosíntesis de organismos acuáticos al bloquear la luz, lo que puede alterar las cadenas alimenticias y la biodiversidad. Además, algunos de estos compuestos han demostrado ser cancerígenos y mutagénicos, lo que puede generar riesgos adicionales para la salud humana a través de la bioacumulación en la cadena alimentaria.

Los colorantes azoicos son compuestos químicos utilizados en diversas industrias, especialmente en la textil, donde representan alrededor del 70% de los colorantes orgánicos del mercado. Estos colorantes se caracterizan por contener en su estructura un grupo funcional llamado grupo azo, formado por un doble enlace de nitrógeno que une dos radicales, generalmente anillos aromáticos. Se estima que entre el 2% y el 50% de estos colorantes se desechan en las aguas residuales durante los procesos de producción, lo que representa un desafío considerable para los sistemas de tratamiento de aguas. Estos colorantes son resistentes a la degradación, lo que significa que persisten en el medio ambiente y pueden acumularse en los organismos acuáticos, afectando su salud y la de los humanos que dependen de estos ecosistemas.

Los métodos de descontaminación del agua son técnicas diseñadas para eliminar contaminantes y hacer el agua segura para el consumo humano, agrícola, industrial y la preservación ambiental. Estos métodos se clasifican en biológicos y fisicoquímicos, y su elección depende de las características del agua y los contaminantes presentes, así como de los requisitos del proceso. A menudo, se requiere una combinación de estos métodos para lograr una descontaminación efectiva.

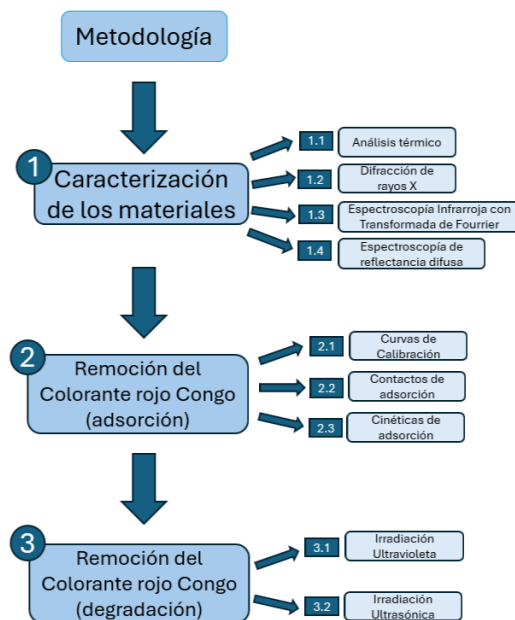
Los Procesos de Oxidación Avanzada (POAs) se basan en la alta reactividad del radical hidroxilo ( $\text{OH}\cdot$ ) para oxidar materia orgánica en el agua hasta mineralizarla. Este texto revisa de manera clara y concisa la eficacia de estos procesos para eliminar contaminantes difíciles, destacando la generación de radicales hidroxilos. Se analizan métodos como la cavitación ultrasónica, que utiliza ondas sonoras de alta frecuencia para descomponer compuestos orgánicos persistentes, y la oxidación fotocatalítica, que emplea luz UV. Sin embargo, a pesar de sus ventajas, la implementación de los POAs en países en desarrollo, como los de América Latina, aún es limitada. Esto se debe en parte a los altos costos iniciales de instalación y operación, así como a la falta de conocimiento y experiencia en la aplicación de estas tecnologías.

Los fotocatalizadores, como el dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ), son compuestos que activan reacciones químicas con luz. Estos materiales descomponen contaminantes orgánicos bajo la luz solar, lo que los hace efectivos para la descontaminación del agua. El  $\text{TiO}_2$  es considerado el fotocatalizador más eficiente y ecológico por su bajo costo, estabilidad química, no toxicidad, alta reactividad y resistencia a la fotocorrosión.

Los hidróxidos dobles laminares (HDLs) son estructuras sintéticas formadas por láminas de hidróxidos metálicos cargadas positivamente y aniones interlaminares. Sus grupos hidroxilo superficiales y aniones intercambiables los hacen ideales para funcionalizar o hibridar con moléculas orgánicas, obteniendo nuevos nanomateriales con diversas aplicaciones, desde biológicas hasta ambientales. A pesar de que la mayoría de la literatura sobre fotocatalisis en la degradación de compuestos orgánicos se centra en óxidos semiconductores como el  $\text{TiO}_2$ , se han implementado tres estrategias para usar el HDL en la fotocatalisis: calcinar hasta formar óxidos mixtos ( $T < 500^\circ\text{C}$ ), calcinar sin destruir la estructura e incorporar nanopartículas u otros sólidos, y emplear HDLs con estructura laminar preservada en reacciones fotocatalíticas. Debido a esto, estos materiales tienen gran potencial para aplicarse como catalizadores en procesos avanzados de oxidación.

## Metodología

En el siguiente esquema se muestra de manera ordenada el mapa de manera general que fue realizado para la metodología en dicha investigación.



Esquema 1. Metodología

### Caracterización de los materiales adsorbentes y catalíticos

**Análisis térmico:** El Hidróxido Doble Laminare (HDL), identificado en la investigación como HDL-100, fue sometido al Análisis Térmico Diferencial (DTA) y al Análisis Termogravimétrico (TGA), en un equipo Universal V4.5A TA Instruments: SDT Q600 V20.5 Build 15 para reconocer el perfil de evolución térmica.

**Difracción de rayos X:** Para la caracterización e identificación de las estructuras cristalinas presentes en el sólido fresco HDL-100, así como sus productos de calcinación a 350, 400, 450 y 500 °C, se empleó un difractómetro de polvos INEL equinox acoplado a un ánodo de cobre y usando una fuente de radiación monocromatizada de  $\text{CuK}\alpha$ , cuya longitud de onda ( $\lambda$ ) es de 1.5418Å, en un rango de 5° a 90° con un tamaño de paso de 0.02° y una velocidad de barrido de 2°/min.

**Espectroscopía infrarroja con transformadas de Fourier:** Para la caracterización por espectroscopia infrarroja con transformadas de Fourier (FTIR), se prepararon pastillas de las muestras de los HDL-100, 350, 400, 450, 500 °C y del  $\text{TiO}_2$ , en una proporción 1:9 con KBr con ayuda de una prensa, se obtuvieron los espectros de Infrarrojo Se realizó la lectura con un equipo Perkin-Elmer de la serie 1600 en una región de números de onda de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ .

Para definir la energía mínima requerida para excitar un electrón desde la banda de valencia a la banda de conducción (energía de banda prohibida), se obtuvieron los espectros UV-vis por espectroscopia de reflectancia difusa de las muestras HDL-100, 350, 400, 450, 500 °C y del  $\text{TiO}_2$  en un espectrofotómetro UV-Vis Recording S UV2401 Shimadzu instrument.

## Remoción del colorante rojo Congo de sistemas acuosos

Para la remoción del colorante rojo Congo: se estableció una curva de calibración mediante espectroscopia UV-Vis para cuantificar el colorante rojo Congo, determinando una longitud de onda máxima de 498 nm y preparando soluciones de 100 a 28 ppm. Para las pruebas de adsorción al equilibrio, se prepararon soluciones con concentraciones de 1 a 28 ppm, para la adsorción al equilibrio se utilizaron soluciones iniciales de 100 a 800 ppm evaluando la capacidad de adsorción de los sólidos HDL y TiO<sub>2</sub>, el cuál es comercial. Las cinéticas de adsorción se realizaron utilizando soluciones iniciales de 200 y 400 ppm, y llevando a cabo un muestreo en lapsos de tiempo específicos y haciendo sus respectivas disoluciones para mantenerlas dentro del rango de cuantificación según la curva.

Finalmente, en la cinética de degradación asistida: fue preparada una solución de 600 ppm del colorante para así, estudiar la degradación mediante la irradiación ultrasónica (US) y ultravioleta (UV). Para US se utilizó una solución de 100 ml tomando un intervalo de tiempos de 5, 10, 15, 30, 45 y 60 minutos que fueron diluidos y estudiados por espectroscopia UV-VIS a 498 nm. Para UV se preparó una solución de 500 mL, siguiendo el mismo procedimiento con US respecto al intervalo del tiempo y su estudio con espectroscopia UV-VIS.

## Resultados y discusión

### Caracterización de los materiales

#### a) Análisis térmico

En la Figura 1 se observa el perfil de evolución térmica del Hidróxido Doble Laminar. Para el gráfico del DTA (mostrado en color azul), se puede observar una reacción endotérmica centrada a 205°C debido a la eliminación de moléculas de agua ocluidas en la estructura cristalina, una reacción endotérmica de 374°C a 425°C atribuida a la deshidroxilación parcial y a la descarbonatación de los HDL, y a 500°C se eliminan los hidroxilos remanentes y se forman los óxidos de Magnesio y la espinela de MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

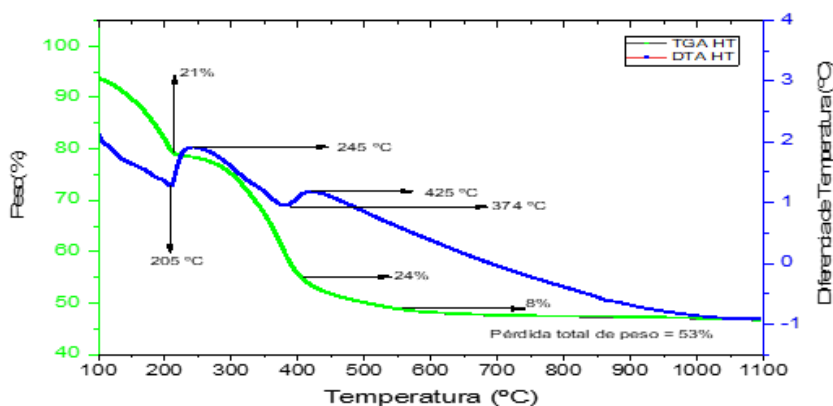
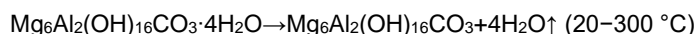
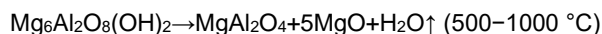
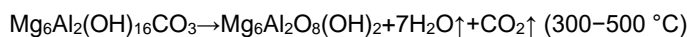


Figura 1. Análisis térmico diferencial DTA y análisis termogravimétrico TGA del HDL

Las reacciones de evolución térmica identificadas son:

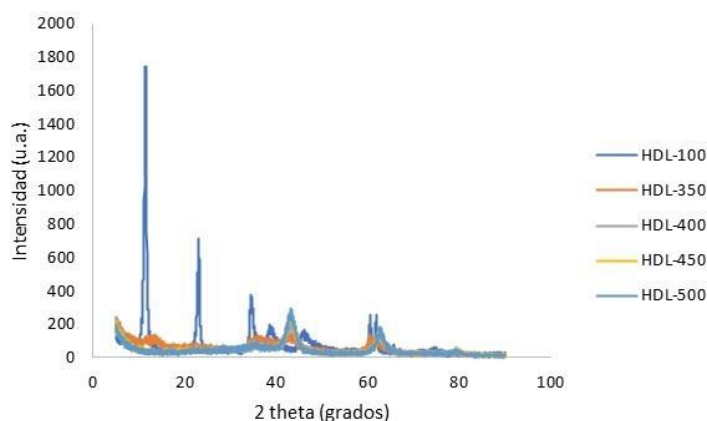




Respecto a la pérdida de peso (que se pueden observar en la misma figura 1 pero en el gráfico de color verde), se pueden ver 3 pérdidas significativas, una a 205 °C del 21% del peso, la segunda a 374 °C con una pérdida del 24%, y finalmente una tercera pérdida del 8% que concluye a los 500 °C. La pérdida de peso total fue del 53%. Lo anterior permitió proponer las temperaturas de 350, 400, 450 y 500 °C como temperaturas de transición estructural asociados a los puntos de inflexión del gráfico del TGA. Así pues, al momento de calcinar los materiales para su tratamiento, permitió saber las cantidades a tratar térmicamente a las diferentes temperaturas respecto a la pérdida de peso total para no calcinar material en exceso.

## b) Difracción de Rayos X

En la Figura 2, se muestran los diagramas de los materiales HDL-100, HDL-350, HDL-400, HDL-450 e HDL-500.



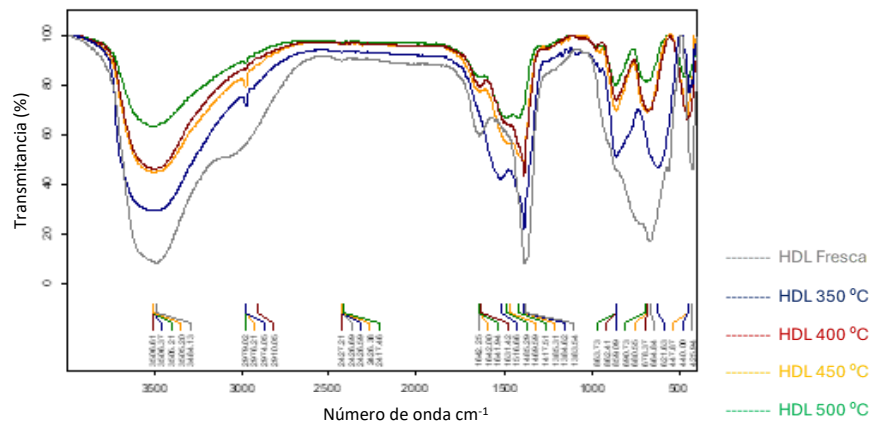
**Figura 2.** Difracción de Rayos-X de los HDL tratados a 100, 350, 400, 450 y 500 °C

Se puede observar que el material HDL-100 muestra el patrón de difracción del material tipo hidrotalcita, en la cual exhibe los distintos planos cristalográficos característicos (003), (006), (012), (015), (018), (110), (113) y (116) que corresponden a la tarjeta de difracción de acuerdo con la base de datos JCPDS 22 0700. Para el HDL-350 se puede ver la evolución a una mezcla de la hidrotalcita de ser un hidróxido doble laminar de Mg/Al cristalina a él sólido periclase (MgO) cristalino de acuerdo con la tarjeta JCPDS 4-0829. Para el material HDL-400 se puede ver solo la fase cristalina de periclase sin remanentes de la hidrotalcita cristalina. Para el sólido HDL- 450 y HDL-500 se puede apreciar que conforme aumenta la temperatura de tratamiento se aumenta la cristalinidad de la periclase, por lo cual se puede deducir que el aluminio queda segregado con una fracción de magnesio en una fase amorfa de espinela  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$  por lo cual no es apreciable en DRX.

## c) Espectroscopia infrarroja con transformadas de Fourier

En la Figura 3 se muestran los espectros obtenidos por espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) de HDL a 100 °C, así como el HDL calcinado a 350°C, 400°C 450 °C y 500°C. Para el sólido HDL a 100 °C se pueden observar varias frecuencias de vibración en el intervalo de 1200-500  $\text{cm}^{-1}$  que son atribuidos a las vibraciones características de Metal-oxígeno (M-O) y Metal-OH (M-OH) en la lámina y especialmente el número de onda centrado en 742  $\text{cm}^{-1}$  que corresponde al modo de vibración de Al-OH. Además se puede observar otra banda de absorción más intensa, centrada en 1366  $\text{cm}^{-1}$  y corresponde al modo de vibración de iones  $\text{CO}_3^{2-}$  localizados en la región interlaminar. Otra banda de absorción en 1649  $\text{cm}^{-1}$  es asignada a las moléculas de agua adsorbidas. Por último, se muestran dos bandas de absorción centradas en 3042 y 3453  $\text{cm}^{-1}$ , la primera es atribuida a la interacción entre las moléculas de agua y los

iones carbonato en la región interlaminar; la segunda es asociada a las vibraciones de estiramiento, deformación de grupos hidroxilo y agua presente en la estructura interlaminar de los HDL.

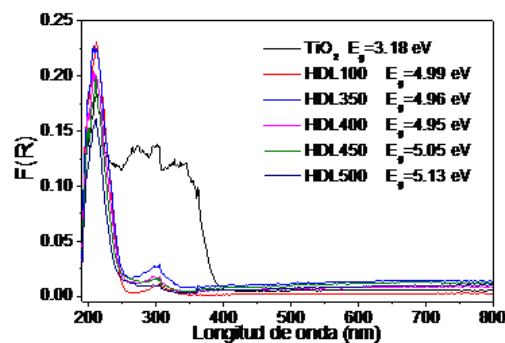


**Figura 3.** Espectros de FTIR de los Hidróxidos Dobles Laminares a Diferentes temperaturas de activación.

Para las muestras del HDL tratadas a 350, 400 450 y 500 °C, puede observarse notablemente la disminución de las bandas de absorción en 1649, 3042 y 3453  $\text{cm}^{-1}$ , lo cual corresponde a la pérdida de iones carbonato y grupos hidroxilo que da lugar al colapso de la estructura laminar con la formación de la estructura cristalina de MgO (periclasa).

#### d) Espectroscopía de reflectancia difusa

En la Figura 4 se muestra la energía de la banda prohibida ( $E_g$ ) para los materiales a emplear como fotocatalizadores. Se graficaron los espectros obtenidos y se trazó una línea recta en el espectro obtenido, posteriormente donde ocurre la intersección con las abscisas (eje X), se realizó la transformación de longitudes de onda (nm) a eV (energía). Se calculó mediante la ecuación de Kubelka-Munk  $[F(R) = (1-R)^2 / 2R]$ , extrapolando los bordes de absorción hacia  $F(R) = 0$  donde R es la reflectancia convertida (%) de los espectros de absorción UV.



**Figura 4.** Obtención de energía de banda prohibida a partir de los espectros de reflectancia difusa de los HDL tratados a 100, 350, 400, 450, 500 °C y  $\text{TiO}_2$ .

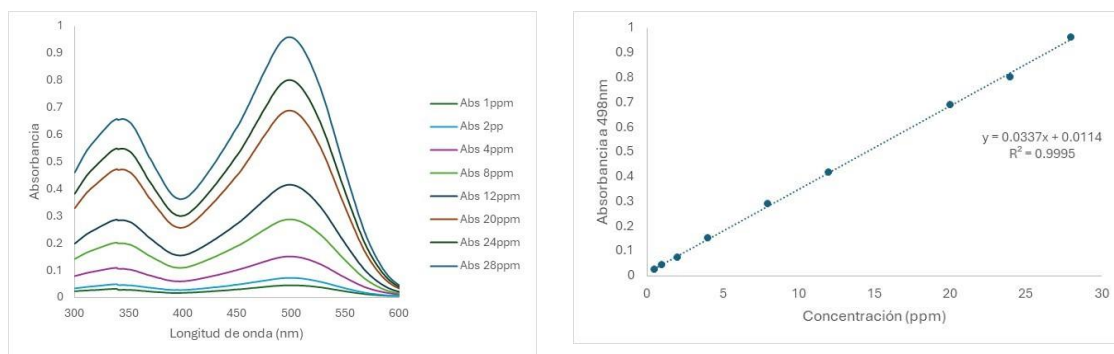
En la Figura 4 se observa que el  $\text{TiO}_2$ -P25 Degussa, empleado como material de referencia de actividad semiconductor, tiene un ancho de banda prohibida de 3.18 eV, muy cercano al valor reportado de 3.2 eV y que es común en semiconductores del tipo óxidos. Mientras que los valores de los HDL presentan valores de  $E_g$  más altos (de 4.99 eV a 5.13 eV), lo que sugiere una modificación estructural o composicional que aumenta

la energía necesaria para la transición electrónica. Conocer que tan conductores son los HDL, ayudará a predecir su potencial para formar radicales libres que son necesarios para llevar a cabo los procesos de degradación del contaminante rojo Congo.

## Remoción del colorante rojo Congo

### a) Curva de calibración

En la figura 5a se puede apreciar el espectro de adsorción de 300 a 600 nm, de las soluciones a diferentes concentraciones para la curva de calibración. Se puede observar cómo es que el rojo Congo absorbe la luz en función de la longitud de onda. Los picos que se observan nos indican las longitudes de onda a las cuales la sustancia absorbe más la radiación, y de acuerdo con el pico de mayor absorbancia, es que se decidió utilizar 498 nm para la curva. Además, el conocimiento de estos picos indicará, si se llegara a formar algún intermediario en el transcurso de las pruebas. La curva de calibración se realizó tomando los valores de absorbancia máxima a 498 nm para cada una de las diferentes concentraciones se muestra en la figura 5b. Se verificó la relación lineal entre la concentración y la respuesta del instrumento, obteniendo un coeficiente de correlación de 0.9995, asegurando que el método es adecuado.



**Figura 5.** a) Espectros de absorción de las diferentes concentraciones utilizadas en la curva de calibración (izquierda); b) Curva de calibración de rojo Congo por espectroscopía UV-Vis a 498 nm (derecha).

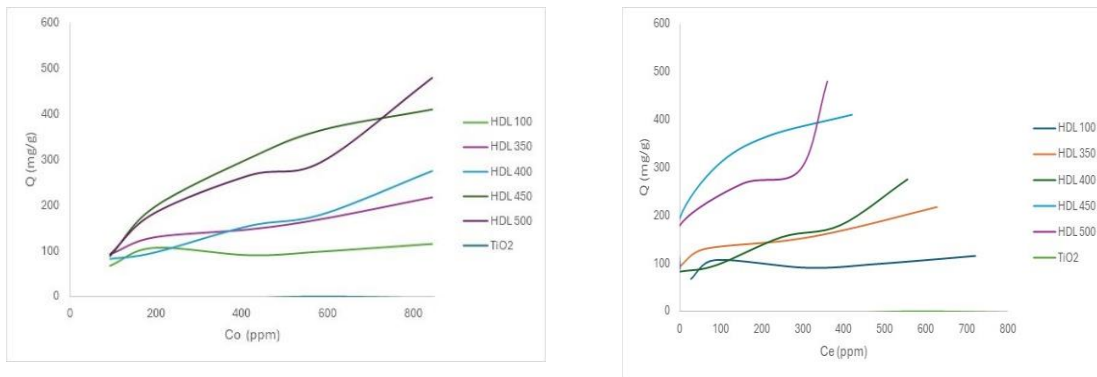
La curva de calibración permitió generar la ecuación necesaria para obtener concentraciones desconocidas a partir de la absorbancia más adelante. Misma ecuación utilizada para futuros cálculos de concentraciones desconocidas teniendo la absorbancia de éstas.

$$C = \frac{A - 0.0114}{0.0337}$$

Donde C corresponde a la concentración en ppm y A corresponde a la absorbancia.

### b) Contactos de adsorción al equilibrio

Fueron registrados los valores de absorbancia en longitud de onda de 498 nm y con ellos, se calculó las respectivas concentraciones que servirían para el cálculo de la capacidad de adsorción (Q en mg de colorante rojo Congo / g de material adsorbente) y así, obtener los gráficos de las isotermas de adsorción mostrados en la figura 6a en función de la concentración inicial ( $C_0$ ), y 6b en función de la concentración en el equilibrio ( $C_e$ ).

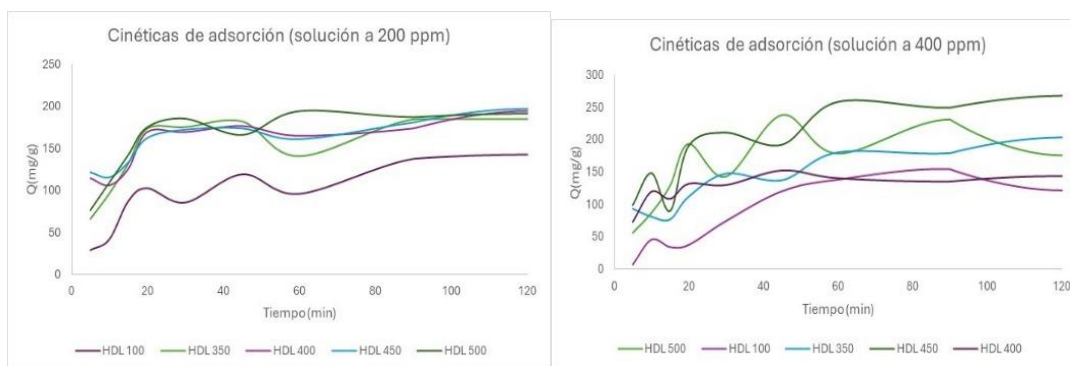


**Figura 6.** Isotermas de adsorción del colorante rojo Congo empleando HDL tratados térmicamente, y del  $TiO_2$  empleado como material de referencia, en función de la Concentración inicial y de la Concentración al equilibrio.

Estos gráficos brindan información para conocer cuáles es la cantidad máxima de colorante adsorbido por cada uno de los sólidos en soluciones a distintas concentraciones. Se observó el comportamiento del material en base al aumento de la concentración. Se observa como al aumentar la concentración, aumenta la capacidad de adsorción, sin embargo, no es directamente proporcional, ya que a un mismo tiempo el sólido tratado a 100 °C adsorbe 100 ppm, el tratado a 350 °C adsorbe 200 ppm, pero el tratado a 400 °C absorbe solo 300 ppm por lo que es necesario analizar los diferentes modelos de adsorción para ver el porqué del cambio en comportamiento. Se puede ver que se tiene una tendencia a retener menor cantidad de colorante a mayores concentraciones, lo cual podría estar asociado por el tipo de porosidad de los materiales, así como de los grupos funcionales de la superficie de estos. Se puede observar que el mejor material adsorbente hasta concentraciones de 600 ppm es el HDL 450°C y a concentraciones de 800 ppm el HDL 500°C tiene una mayor capacidad. De manera general en el equilibrio de adsorción se puede ver que si hay un aumento de la capacidad de adsorción al haber aumentado la temperatura de tratamiento térmico del HDL. Adicionalmente se logró observar que el sólido  $TiO_2$  comercial, no es capaz de adsorber prácticamente nada del colorante.

### c) Cinéticas de adsorción

La figura 7 muestra los estudios cinéticos de adsorción del colorante rojo Congo con las soluciones a 200 y 400 ppm, mediante la obtención de los gráficos de la capacidad de adsorción (Q) en función del tiempo.



**Figura 7.** Cinéticas de adsorción del colorante rojo Congo: a) solución a 200 ppm y b) solución a 400 ppm.

Se puede observar que, para el caso de las concentraciones iniciales de 200 ppm, a partir de los 20 min los sólidos adsorben la mayor cantidad del colorante, lo cual se mantiene casi par todos los casos hasta los 120 min, lo cual confirmaría que a ese tiempo si se ha alcanzado el equilibrio. Se observa claramente a esta concentración no tan alta de 200 ppm, el HDL-100 presente una menor capacidad de adsorción, y para el



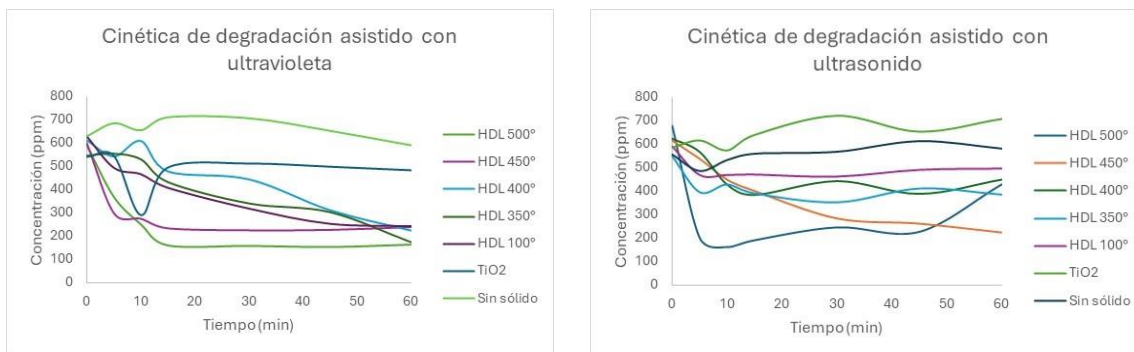
caso de los sólidos tratados térmicamente el comportamiento final es muy similar dado que todos presentan buena capacidad de adsorción removiendo casi el 100% del colorante. Para el caso del TiO<sub>2</sub> no se cuenta con datos cinéticos, dado que ya se había revisado que su capacidad de adsorción es nula.

Para el caso de una mayor concentración, es decir 400 ppm se puede ver que hay buena adsorción desde los 5 min, sin embargo, el equilibrio se alcanza hasta los 60 min, observándose aquí una mejora de la capacidad de adsorción en función de la temperatura de tratamiento térmico del HDL:

El objetivo de estos estudios cinéticos, fue observar cuanto adsorbían, y en cuanto tiempo, sino que además sirve como criterio para determinar cuál es la mayor cantidad de colorante que potencialmente se podría eliminar del medio acuoso, es decir para este caso poder predecir que a concentraciones más altas de 600 ppm del colorante rojo Congo se podría presentar un efecto combinado de adsorción y/o degradación del colorante por parte de los materiales, favoreciéndose la degradación por la concentración del colorante que no puede ser absorbida en el mismo intervalo de tiempo identificado al equilibrio, es decir a los 60 min.

#### d) Cinéticas de degradación asistida con irradiación ultravioleta y ultrasónica.

La figura 8 muestra los resultados de los estudios cinéticos de los procesos de degradación del colorante rojo conmigo mediante sistemas asistidos de irradiación tanto ultravioleta como ultrasónico.



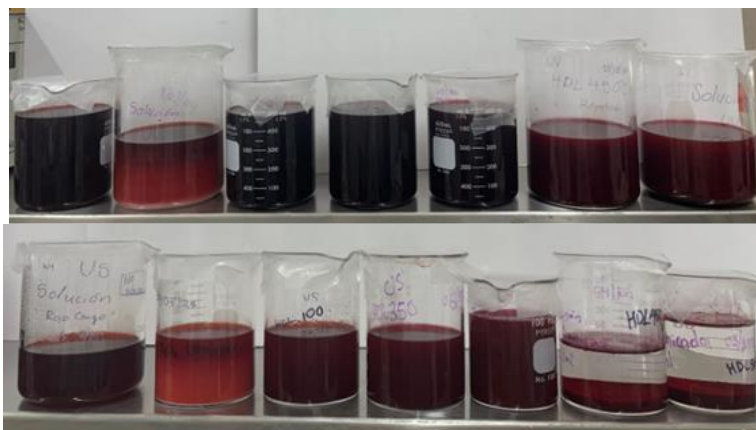
**Figura 8.** Cinética de degradación asistido con irradiación: a) Ultravioleta (UV) y b) Ultrasónica (US).

Para el caso del proceso asistido con irradiación UV se puede ver que la propia irradiación no tiene un efecto directo degradando el colorante, pero si al actuar como facilitador de energía para los sólidos semiconductores. Para el TiO<sub>2</sub> que se empleó como material de referencias como fotocatalizador, se observa que en los primeros minutos logra disminuir la concentración del colorante, después de los 10 min solo logra eliminar menos del 10% del colorante rojo Congo a una concentración de 600 ppm. Para el caso del HDL tratado térmicamente a diferentes temperaturas, se desde los 15 min se alcanza el equilibrio para la mayoría de los casos, excepto para el sólido a 400 °C, que a los 30 min comienza nuevamente a tener actividad logrando remover una mayor cantidad de colorante. A los 60 min prácticamente todos alcanzaron la misma capacidad de eliminación del colorante, entre un 50 y un 75% de eliminación.

Para el caso del proceso asistido por irradiación ultrasónica, se puede ver también que la propia irradiación no tiene un efecto directo degradando el colorante, y también actúa como facilitador de energía para los sólidos semiconductores. En este caso, se puede ver que desde los 5 min para algunos materiales ya se ha logrado eliminar la mayor parte del colorante, en donde el HDL-500 logra eliminar en ese corto tiempo cerca del 80% del colorante. El segundo mejor material fue el HDL-450 el cual también elimina el 60% de colorante, pero le toma 30 min lograrlo. El HDL-400 y el HDL-350 solo remueven poco más del 30%, mientras que el HDL-100 no elimina más del 20%. Respecto al TiO<sub>2</sub> se observa una nula actividad de degradación, lo cual implicaría que no presenta actividad sonocatalítica.

Comparando ambos procesos, que para el caso de los HDL se puede ver que es más rápido y eficiente cuando es asistido con irradiación US, aunque se confirma una excelente actividad fotocatalítica y sonocatalítica.

En la figura 9 se muestran los residuos de las soluciones tratadas por método ultravioleta después de 24 horas. De izquierda a derecha la solución sin sólido, TiO<sub>2</sub>, HDL-100, HDL-350, HDL-400, HDL-450 y HDL-500. Como se puede ver, si hay una disminución de la concentración, pero no la suficiente para remover todo el colorante.



**Figura 9.** Residuos del colorante rojo Congo a las 24 horas: a) asistido con UV, y b) asistido con US.

Con respecto del proceso asistido por irradiación US, se puede observar que se logra eliminar el 100% de colorante con los sólidos HDL-450 y HDL-500 mediante un proceso combinado de adsorción/degradación.

## Conclusiones

Con los resultados obtenidos de esta investigación, se concluye de manera general que los HDL activados térmicamente a 350, 400, 450 y 500 °C son buenos materiales adsorbentes y catalizador en la eliminación del colorante rojo Congo, tanto procesos asistidos por irradiación ultravioleta, como por radiación ultrasónica, debido que presentan propiedades texturales, estructurales y semiconductoras que favorecen la remoción de este contaminante del agua. Ambos procesos de asistencia catalítica mostraron ser eficientes para la degradación de colorante, en mayor o menor medida dependiendo del tratamiento térmico que se le haya dado. Sobresale el material HDL-500 el cual alcanzó capacidades de remoción del 100% para el método asistido por irradiación ultrasónica para concentraciones superiores a las 600 ppm en menos de 10 min, lo anterior debido a que este sólido que se trató térmicamente se activa de manera más eficiente generando sitios de adsorción y de reacción para favorecer la formación de radicales libres capaces de degradar la molécula de rojo Congo.

## Referencias

Alulema-Pullupaxi, P., Espinoza-Montero, P. J., SigchaPallo, C., Vargas, R., Fernández, L., Peralta-Hernández, J. M., & Paz, J. L. (2021). Fundamentals and applications of photoelectrocatalysis as an efficient process to remove pollutants from water: A review. *Chemosphere*, 281, 130821. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.130821>

- Álvarez, M. S. Á. (2015). *Remediación de efluentes contaminados mediante métodos físicos y biológicos* [Universidad de Vigo]. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/tesis?codigo=124531>
- (S/f). Hielscher.com. Recuperado el 28 de julio de 2024, de [https://www.hielscher.com/es/sonocatalysis\\_catalysis.htm](https://www.hielscher.com/es/sonocatalysis_catalysis.htm)
- Torices, D. P. (s/f). *PROCESOS DE OXIDACIÓN AVANZADA: AVANCES RECIENTES Y TENDENCIAS FUTURAS*. Recuperado el 29 de julio de 2024, de <https://repositorio.unican.es/xmlui/bitstream/handle/10902/14217/409513.pdf?isAllowed=y&sequence=1>
- Abreu, A. G. (2021). Obtaining of biodiesel from *Jatropha curcas* and *Moringa oleifera* oils assisted by ultrasounds. *Revista Estudiantil Nacional de Ingeniería y Arquitectura. Facultad de Ingeniería Química. Universidad Tecnológica de La Habana "José Antonio Echeverría"*, Vol 2 (1).
- Biblioteca del Congreso Nacional de Chile/BCN. (5 de Julio,2018). *Técnicas y métodos de tratamiento para diferentes tipos de aguas residuales*. [https://obtienearchivo.bcn.cl/obtienearchivo?id=repositorio/10221/25552/2/Informe\\_Tratamiento\\_Aguas\\_Residuales.pdf](https://obtienearchivo.bcn.cl/obtienearchivo?id=repositorio/10221/25552/2/Informe_Tratamiento_Aguas_Residuales.pdf)
- Prieto-Rodriguez, L., Miralles-Cuevas, S., Oller, I., Agüera, A., Puma, G. L., & Malato, S. (2012). Treatment of emerging contaminants in wastewater treatment plants (WWTP) effluents by solar photocatalysis using low TiO<sub>2</sub> concentrations. *Journal of Hazardous Materials*, 211–212, 131–137. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2011.09.008>
- Domènech, X., & Jardim y Marta I. Litter, W. F. (s/f). *PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN PARA LA ELIMINACIÓN DE CONTAMINANTES*. Psa.es. Recuperado el 29 de julio de 2024, de <https://psa.es/en/units/stw/projects/solwater/files/CYTED01/06cap01.pdf>
- Rauf, M. A., & Ashraf, S. S. (2009). Fundamental principles and application of heterogeneous photocatalytic degradation of dyes in solution. *Chemical Engineering Journal*, 151, 10–18. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.02.02>
- Zou, F., Hu, J., Miao, W., Shen, Y., Ding, J., & Jing, X. (2020). Synthesis and characterization of enhanced photocatalytic activity with Li<sup>+</sup>-doping nanosized TiO<sub>2</sub> catalyst. *ACS Omega*, 5, 28510–28516. <https://doi.org/10.1021/acsomega.0c03054>
- Johnson, A. C., & Sumpter, J. P. (2001). Removal of endocrine-disrupting chemicals in activated sludge treatment works. *Environmental science & technology*, 35(24), 4697–4703. <https://doi.org/10.1021/es010171j>
- Mills, A., & Le Hunte, S. (1997). An overview of semiconductor photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology. A, Chemistry*, 108(1), 1–35. [https://doi.org/10.1016/s1010-6030\(97\)00118-4](https://doi.org/10.1016/s1010-6030(97)00118-4)
- Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes <https://psa.es/en/units/stw/projects/solwater/files/CYTED01/06cap01.pdf>
- TECNOLOGÍA DEL OZONO y de AOPs en el tratamiento de aguas. (s/f). Ozono21.com. Recuperado el 29 de julio de 2024, de <https://www.ozono21.com/actualidad-interna/tecnologia-del-ozono-aops-tratamiento-aguas/399/>
- Yu, G., Wang, Y., Cao, H., Zhao, H. & Xie, Y. (2020). Reactive Oxygen Species and Catalytic Active Sites in Heterogeneous Catalytic Ozonation for Water Purification. *Environ. Sci. Technol.*, 54 (10) 5931-5946. DOI: 10.1021/acs.est.0c00575
- Rosario Elena Armijo Miranda – Nathalia Vanini Basegio Castellani – Brinidilda Dolores Cofrade Romero – Teresa Ramos Carreño. (s/f). *Contaminantes Químicos del Agua: Contaminación Antropogénica*. Upo.es. Recuperado el 29 de julio de 2024, de <https://www.upo.es/cms1/export/sites/upo/moleq/la/documentos/Numero35/Destacado-3.pdf>