

PREPARACIÓN Y CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA Y FISICOQUÍMICA DE ARCILLAS PILARIZADAS A PARTIR DE BENTONITA PARA ADSORCIÓN DE CONTAMINANTES EMERGENTES

Ivan Pereira^{1*}, Karina Villarreal¹, Fressy Colpas¹

¹ Universidad de cartagena, facultad de ciencias exactas y naturales, cartagena colombia.
ipereirap@unicartagena.edu.co

Palabras Clave: Bentonita, Pilarización, SnO₂, Contaminantes emergentes.

Resumen

Uno de los tratamientos físico-químicos más estudiados para el tratamiento de aguas son los procesos de adsorción, especialmente para la eliminación de contaminantes emergentes. En este proyecto se prepararon arcillas pilarizadas de bentonita grado mineral y grado comercial con SnO₂ para crear adsorbentes para la eliminación de contaminantes de la orina humana.

Las bentonitas se sometieron a una serie de técnicas analíticas, que nos permiten mostrar las características de las bentonitas antes y después de la pilarización. Algunas de estas características son: el área superficial, identificación de grupos funcionales, morfología de la muestra y análisis químico elemental. Las arcillas iniciales y las modificadas se caracterizaron mediante, espectroscopia de energía dispersa (EDS), espectroscopia infrarroja (FT-IR), microscopía electrónica de barrido (SEM) y sortometría de nitrógeno (BET).

Introducción

Una fuente importante de contaminantes emergentes son las aguas residuales generadas en los hospitales, ya que contienen disueltos una gran cantidad de compuestos provenientes de los medicamentos consumidos por los pacientes y que persisten en las excreciones humanas o por medicamentos desechados; pero también las aguas residuales domésticas que llegan a los cuerpos de agua. Desde los hogares de las personas en zonas urbanas pueden llegar estos contaminantes a las aguas a través del sistema de alcantarillado; y a través de la escorrentías en zonas veredales sin un sistema de acueducto, donde se viene implementado el uso de baños secos, que no requieren de agua para su funcionamiento por lo que es utilizado por familias en condiciones de vulnerabilidad, que depositan los desechos cerca de sus casas, trayendo como consecuencia contaminación en los cuerpos de agua, generando crecimiento de algas en los ríos y desequilibrio ecológico debido a la eutrofización. La mayoría de los contaminantes emergentes en el agua se encuentran en orden de trazas, por lo general, por debajo de partes por billón, Sin embargo a estas bajas concentraciones estos contaminantes pueden afectar el desarrollo de organismos acuáticos. Además, debido a la baja concentración en la que se encuentran, se dificulta su tratamiento y eliminación; en las plantas de tratamiento de aguas residuales típicas no se logran eliminar estos contaminantes por lo que resulta necesario implementar un proceso capaz de la

eliminación eficaz de estos contaminantes y que además sea viable económicamente. Uno de los métodos con los que se puede cumplir con este propósito es el uso de adsorbentes, como carbón activado o arcillas pilarizadas, en especial aquellas del tipo montmorillonitas, estas tienen como una de sus características el poseer altos valores de capacidad de intercambio iónico, lo que confiere a estas arcillas la capacidad para insertar especies voluminosas orgánicas o inorgánicas en los espacios interlaminares.

Por ello, el presente trabajo tiene como objetivo sintetizar materiales adsorbentes a partir de arcilla de bentonita mediante pilarización y poder usarla para la eliminación selectiva de contaminantes emergentes.

MATERIALES Y MÉTODOS

Preparación de las bentonitas.

Se tomaron 12,5g de Bentonita sin ningún tratamiento previo y se mezclaron con 250mL de una solución de Na_2CO_3 0.5M, esta mezcla se dejó en agitación magnética por 24h. Se lavó con 100mL de agua desionizada y posteriormente se secó a 70°C durante 24h y finalmente se maceró.

Preparación del agente pilarizante y pilarización de la arcilla

Se prepararon 50mL de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.4M y 50mL de KOH 0.4M, luego la solución de SnCl_2 se mezclan con la solución de KOH dejando caer desde una bureta la solución de SnCl_2 sobre la solución de KOH, esto en forma de goteo rápido los primeros 20mL de SnCl_2 , luego con un goteo lento hasta completar la mezcla total de ambas soluciones. Todo el proceso de mezcla de las soluciones se realizó con agitación continua. Una vez mezcladas las dos soluciones se continuó la agitación constante con presencia de calor a 70°C durante 24h. Este proceso dio como resultado al agente pilarizante.

Se tomaron 5g de arcilla homogeneizada en el intercambio catiónico y se mezclaron con los 100 ml del agente pilarizante y 400mL de agua desionizada, esto con una temperatura constante de 70°C y agitación magnética durante 24h. Luego de esto, se dejó en reposo para que el material precipitara durante 24h, pasado este tiempo se procedió a decantar el líquido suspendido el cual fue descartado, se hizo un lavado con agua desionizada del material resultante y se pasó a centrifugación a 1200 reb/min durante 15 minutos, el sólido obtenido en la centrífuga se pasó a un crisol para un secado a 80°C por 24h y luego se calcinó a una temperatura de 500°C en la mufla en atmósfera de oxígeno (aire) durante 3h y finalmente se maceró.

Este proceso se realizó tanto para la bentonita grado mineral como para la bentonita grado comercial. Por lo que todo el proceso descrito aquí, se realizó con una repetitividad de 3 veces para cada una de las bentonitas. las bentonitas se rotularon como: BMP - Bentonita Mineral Pilarizada, BM - Bentonita Mineral sin el Pilar, BCP - Bentonita Comercial Pilarizada, BC - Bentonita Comercial sin el Pilar.

Caracterización del material arcilloso.

Análisis por espectroscopía infrarroja.

El análisis de IR se llevó a cabo en un equipo Thermo Nicolet 6700 FT-IR spectrometer. Se prepararon pastillas con 0,2 mg de material arcilloso y 0,8 mg de KBr, a presión con la prensa hasta obtener una pastilla traslúcida, este proceso se realizó con cada una de las muestras de bentonita (BMP, BM, BCP y BC).

Análisis por SEM/EDS

se colocó una muestra de aproximadamente 0.2mg del material arcilloso esparcida formando una capa fina de manera uniforme sobre una cinta de carbono adherida al plato del equipo, y se procedió a analizar por el equipo OXFORD INSTRUMENT X-MAX SU3500 Scanning Electron Microscope, las imágenes se tomaron a una distancia de 300 μm y un voltaje de 10,0 KV.

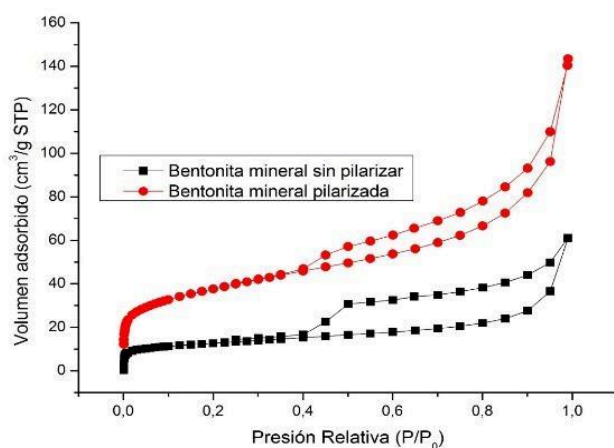
Adsorción de contaminantes emergentes.

Se tomaron 10 mL de la muestra de la orina humana con presencia de levonogestrel/etinilestradiol, con un gramo de muestra de cada una de las bentonitas (BMP, BM, BCP y BC), esta se agitaban constantemente y se tomó una alícuota a las 24 horas de cada una de estas, Esto se realizó con el fin de comparar el comportamiento de adsorción de las diferentes bentonitas. Esta medición se hizo por el método de HPLC con un equipo Agilent Technologies 1200 series, siguiendo el proceso descrito en The United States Pharmacopeial conversion (2014). pág 2559

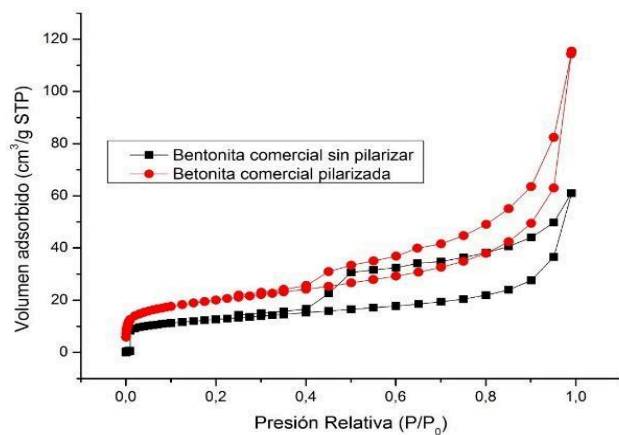
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

	Área superficial BET (m^2g^{-1})	Área de microporo (m^2g^{-1})	Área superficial externa (m^2g^{-1})	Tamaño de poro (nm)	Volumen de microporo (cm^3g^{-1})
Bt-min _{sin} pilar	44	13	31	4.20	0.005
Bt-min _{con} pilar	131	21	109	3.30	0.010
Bt-com _{sin} pilar	4	0,62	4	24.02	0.000
Bt-com _{con} pilar	70	16	53	4.99	0.007

Tabla 1. Comparación de las propiedades texturales de la bentonita mineral y comercial.



Grafica 1. Comparación de las isotermas de adsorción de la bentonita mineral.



Grafica 2. Comparación de las isoterma de adsorción de la bentonita comercial.

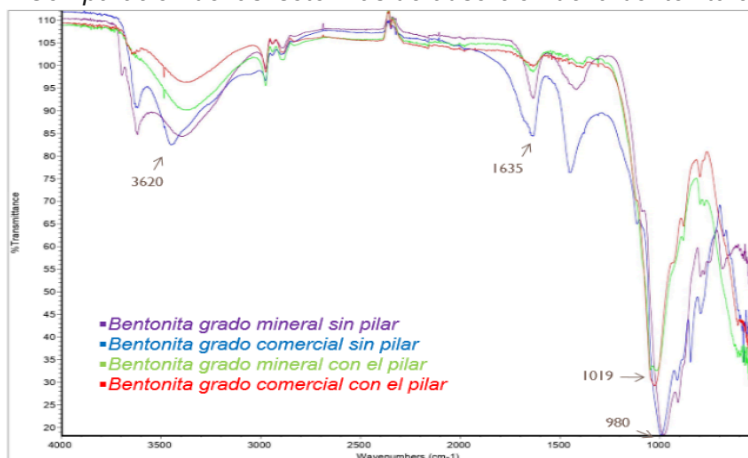


Figura 5. Espectros infrarrojos de la bentonita mineral y la bentonita comercial.

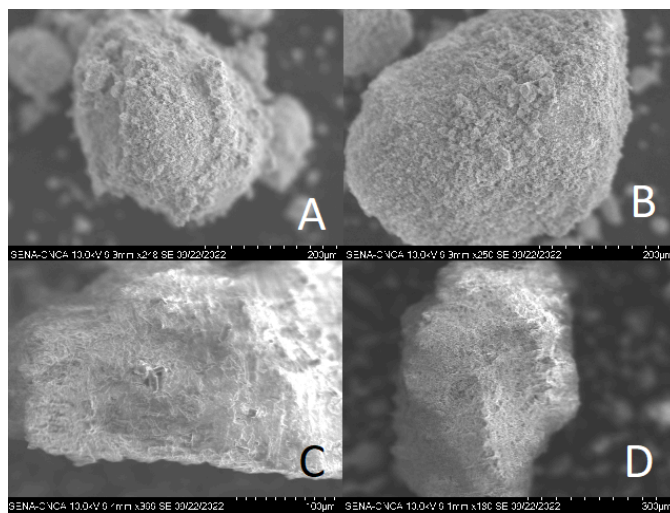


Figura 6. A) micrografía bentonita mineral pilarizada. B) Micrografía bentonita comercial pilarizada. C) micrografía bentonita comercial sin el pilar. D) micrografía bentonita mineral sin el pilar.

Muestra	Elementos químicos presentes en la muestra (%)							
	O	Si	Al	Fe	Na	Ca	Sn	C
BM	43,8	3,1	1,6	1,7	36,6	-	-	11,2
BMP	24,7	5,5	3,1	1,6	-	-	63,6	1,5
BC	49	20,6	7,1	2,4	13,3	0,5	-	6,1
BCP	26	1,9	0,3	-	-	-	68,9	2,6

Tabla 2. Análisis elemental por EDS de las muestras de bentonita empleadas

CONCLUSIÓN

Las características fisicoquímicas, texturales y morfológicas de las bentonitas pilarizadas distan bastante de las de estos mismos materiales sin pilarización. Los resultados del SEM nos ilustran un aumento significativo en la rugosidad de la superficie de los granos de los materiales pilarizados, demostrando también gracias al BET un aumento en la porosidad que se traduce como una mejora en la capacidad de adsorción de estos materiales

AGRADECIMIENTOS

Gracias principalmente a la universidad de cartagena por brindar todo el equipamiento y materiales necesarios para realización de estos materiales, también por brindar los recursos necesarios para los análisis requeridos, gracias también a todas las personas que nos apoyaron y a el equipo de trabajo que hicieron posible la realización de este proyecto.

Referencias

1. Virkutyte, J., Varma, R.S. & Jegatheesan, V. (2010). Treatment of Micropollutants in Water and Wastewater, IWA Publishing, London. Giger, W., Brunner, P.H. & Schaffner, C. (1984). 4-Nonylphenol in sewage sludge: accumulation of toxic metabolites from non-ionic surfactants. Science, 225, 623–625.
2. Estevinho, B.N., Martins, I., Ratola, N., Alves, A. & Santos, L. (2007). Removal of 2,4. dichlorophenol and pentachlorophenol from waters by sorption using coal fly ash from a Portuguese thermal power plant. J. Hazard. Mater., 143 (1-2), 533-540.
3. Rivera-Utrilla, J. Sánchez-Polo, M., Ferro-García, M.A., Prados-Joya, G. & Ocampo-Pérez, R. (2013). Pharmaceuticals as emerging contaminants and their removal from water. A review. Chemosphere, 93 (7), 1268-1287.