

Diseño de un Experimento de Optimización del Proceso de Coagulación-Floculación de Aguas en el Laboratorio de Química

Design of an Experiment of Optimization of a Coagulation-Flocculation Process in Water in a Chemistry Laboratory

Rosa Devesa-Rey, Francisco Javier Rodríguez Rodríguez, Santiago Urréjola Madriñán
CENTRO UNIVERSITARIO DE LA DEFENSA, UNIVERSIDAD DE VIGO.
rosa.devesa.rey@udv.es, fjavierrodriguez@udv.es, urrejola@udv.es

Abstract

La aplicación de conceptos matemáticos y la generación de soluciones matemáticas a problemas de ingeniería son esenciales para la enseñanza de todos los estudiantes de grado de ingeniería. Como la ingeniería es una profesión de carácter eminentemente práctico, los enfoques multidisciplinares para experimentación de laboratorio pueden conducir a un mejor aprendizaje para los alumnos. En este trabajo se describe la aplicación de metodologías de superficie de respuesta (RSM) para un curso de Ingeniería Química. En particular, el documento considera la aplicación de un diseño experimental empleando software científico como STATGRAPHICS para simular la gestión de efluentes contaminados procedentes de las industrias, para que los estudiantes relacionen el “mundo real” con los conceptos más teóricos impartidos en el aula. Las principales competencias de laboratorio desarrolladas en este curso serán el trabajo por proyectos y la propuesta de soluciones, la comunicación y el trabajo en equipo.

The application of mathematical concepts and the generation of mathematical solutions to engineering problems are essential to the educational problems of all undergraduate engineering students. As engineering is a practising profession, multidisciplinary approaches to lab experiment courses can lead to a better experience for students. This paper describes the application of Surface Response Methodologies (RSM) to a Chemical Engineering course. In particular, the paper considers the application of an experimental design employing scientific software like STATGRAPHICS to mimic the management of polluted effluents from industries, so students will relate “real world” into an otherwise theoretical education. The main laboratory skills developed under the framework of this course will be problem-working, communication and teamwork.

Palabras clave: Metodología de Superficie de Respuesta, diseño experimental, Box-Behnken.
Keywords: [Response Surface Methodology](#), [experimental design](#), [Box-Behnken](#).

1. Introducción

El objetivo principal de los cursos introductorios de ingeniería química es establecer los fundamentos básicos de operaciones de flujo, transferencia de calor, transferencia de masa y otras operaciones unitarias. Además, en muchos temas de Ciencia e Ingeniería, los estudiantes tienen que llevar a cabo experimentos en un laboratorio como parte del curso. Los trabajos de laboratorio deben dar a los estudiantes experiencia en el uso de equipos y técnicas experimentales y también permiten a los estudiantes hacer conexiones entre el objetivo experimental y la teoría impartida en clase. Los principales objetivos como educadores de ingeniería deben incluir dotar a los estudiantes con la capacidad para resolver problemas, comunicación, trabajo en equipo, la auto-evaluación, gestión del tiempo y las habilidades de aprendizaje (Woods et al., 2000). Las técnicas de laboratorio de ingeniería química también deben proporcionar experiencia en la redacción de informes y análisis de datos estadísticos.

Los enfoques considerados más adecuados para cursos de laboratorio deben incluir la recopilación y análisis de datos experimentales para entender las operaciones unitarias; el desarrollo de habilidades de comunicación escrita mediante la presentación de resultados experimentales en los informes escritos; trabajar en equipo en un ambiente positivo y productivo; la aplicación de principios de diseño de experimentos; y la adquisición de destrezas en el manejo de soportes informáticos adecuados. Sin embargo, aunque parece que hay un acuerdo general en que los laboratorios son necesarios, también hay una falta de consenso sobre los objetivos básicos que tienen que cumplir (Feisel, Rosa, 2005). Así, la mayoría de las veces los estudiantes tienen que llevar a cabo diferentes experimentos siguiendo un protocolo en pocos días y no profundizan de manera científica, de forma que no establecen los vínculos entre la experimentación que están llevando a cabo y el contexto teórico.

Este documento propone la reducción del número de experimentos llevados a cabo en el laboratorio para aumentar el número de horas empleadas en un único experimento para resolver un problema específico. Se propone un experimento de laboratorio que requiere de 15 horas de realización (Figura 4) y que será llevado a cabo de forma complementaria por dos equipos de alumnos, de forma que han de desarrollar estrategias de comunicación y de trabajo en equipo para realizar el trabajo de manera satisfactoria. El trabajo requiere de una fase inicial de estudio del problema, estudio de los métodos a llevar a cabo, diseño de experimentos y análisis de resultados con un software específico utilizando metodologías de superficie de respuesta. Se propone un aprendizaje secuencial, donde los estudiantes obtendrán conocimientos linealmente, con cada paso necesitando la información obtenida en el anterior. Esto hará que los estudiantes sigan caminos por etapas lógicas en la búsqueda de soluciones, fortaleciendo sus habilidades de pensamiento a nivel general y relacionando cada nuevo tema con las cosas que ya conocen, previamente impartidas en el aula.

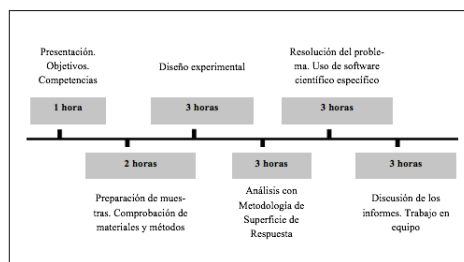


Figura 1: Cronograma para el experimento propuesto (horas).

2. Metodología empleada

El enfoque principal del trabajo de laboratorio será que los alumnos determinen la mejor forma posible de llevar a cabo un proceso de coagulación-floculación de aguas residuales con un elevado contenido de materiales en suspensión. Para ello, en primer lugar han de realizar un estudio preliminar de los coagulantes empleados a nivel industrial. Se les pedirá, asimismo, que realicen una búsqueda de coagulantes alternativos, para lo cual utilizarán bases de datos científicas. Elegirán tres coagulantes, con los que realizarán un análisis preliminar para determinar cuál de ellos produce los mejores resultados. Una vez determinado el mejor coagulante, realizarán una optimización del coagulante, estudiando las variables que consideran que más influyen en el proceso. El esquema general de su trabajo es el siguiente:

2.1. Estudio del proceso de coagulación-floculación

Para evitar o reducir las consecuencias de la contaminación, es necesario realizar una serie de procesos en plantas depuradoras por los cuales el agua mejore considerablemente su calidad. Dichos procesos se pueden dividir en cuatro etapas: preliminar, primaria, secundaria y terciaria. El tratamiento preliminar debe medir y regular el caudal de la planta y extraer los sólidos de gran tamaño, arenas y grasas mediante filtraciones. Se usan rejillas, tamices y trituradores. Los procesos del tratamiento primario serán la base de estudio del trabajo en laboratorio. Tienen como objetivo eliminar las partículas en suspensión por medio de un proceso de sedimentación simple por gravedad o asistida usando coagulantes y floculantes. Los coagulantes y floculantes ayudan a la sedimentación de los coloides, partículas de muy bajo diámetro que son responsables de la turbidez o del color del agua superficial.

Este proceso se explica mediante la teoría de la doble capa eléctrica es la teoría de la estabilidad de los coloides y parte de la base de que las partículas superficiales de la partícula coloidal atraen iones de carga opuesta, estableciéndose un estado de carga neutra entre la partícula y su alrededor más cercano. El continuo movimiento de las partículas de agua en esta zona de carga neutra crea una capa difusa de cargas eléctricas que se extienden en el agua. Aparecen así diferentes zonas; la capa superficial del coloide con carga negativa, la capa de Stern de cargas positivas y fuertemente atraídas por la superficie coloidal y la capa difusa de Gouy-Chapman, constituida por el resto de iones móviles hasta la superficie neutra del líquido. Aparece entonces una repulsión eléctrica entre cargas de igual signo. Para conseguir la formación de agregados de partículas habrá que reducir el potencial eléctrico rompiendo la estabilidad de los coloides.

Coagulación y floculación. La coagulación es el proceso de desestabilización y posterior agregación de partículas en suspensión coloidal presentes en el agua para potenciar la etapa de decantación. La desestabilización se consigue neutralizando las cargas eléctricas, con las que dejan de actuar las fuerzas de repulsión, el potencial entre los coloides y la solución se anula permitiendo que los coloides puedan agregarse debido a la atracción entre masas, se cambian las propiedades de los elementos insolubles como procedimiento previo a la decantación. La coagulación tenderá a agrupar partículas pequeñas en otras mayores y más pesadas, denominadas flóculos, y el sistema será inestable debido a esta agregación de partículas.

El proceso de floculación precede al de coagulación. La floculación es la aglomeración de partículas desestabilizadas, primero en microflóculos, y después en flóculos más grandes que tienden a depositarse en los decantadores, en el fondo de los recipientes construidos para ese

fin. Durante el proceso se intenta conseguir flocúlos lo más pesados y grandes posibles para facilitar su sedimentación y eliminación.

2.2. Selección de tres coagulantes, de los cuales: uno un coagulante convencional (AlCl_3 , FeCl_3 ,...) y dos coagulantes alternativos, que mejoren al coagulante convencional, por ser menos tóxicos, más baratos, etc. (ácido cítrico, ácido láctico,...)

Los floculantes pueden clasificarse por su naturaleza (mineral u orgánica), su origen (sintético o natural) o el signo de su carga eléctrica. Entre los floculantes minerales están la sílice activa y los agentes adsorbentes (arcillas, carbonato cálcico, carbón activo, tierra de diatomeas) y entre los orgánicos los denominados polielectrolitos.

La sílice activada proporciona ciertas ventajas como un aumento de velocidad de la coagulación, empleo de dosis más reducidas de coagulante, márgenes de pH amplios para una coagulación óptima, formación de flocúlos mayores y mejor eliminación del color. Sin embargo, también presenta inconvenientes al necesitarse un minucioso control para evitar que gelifique, puede ser ineficaz para ciertos tipos de aguas y la sobredosificación puede inhibir la floculación.

Los polielectrolitos aumentan considerablemente el tamaño de los flocúlos, pero como ocurre con la sílice, existe una dosis óptima que, sobrepasada, produce una floculación deficiente. Sin embargo, uno de los principales inconvenientes es su posible toxicidad, por lo que es indispensable tener en cuenta la legislación vigente.

Los principales coagulantes utilizados son las sales de aluminio o de hierro. También se pueden emplear polímeros inorgánicos como el policloruro de aluminio. Es frecuente la utilización de sales de aluminio para el tratamiento de aguas como coagulantes para reducir la turbidez, el color y el contenido de materia orgánica y microorganismos. Sin embargo, este uso puede incrementar la concentración de aluminio en el agua tratada, y alcanzar cierta toxicidad no deseada.

A través del Real Decreto 140/2003 del 7 febrero, se reflejan las normas y técnicas reguladoras de las actividades relacionadas con la calidad del agua potable para consumo humano. En la SSI/304/2013 del 19 de febrero, donde se especifican las sustancias destinadas a la producción de agua potable se puede observar que las sales de aluminio y de hierro deben utilizarse bajo unas cantidades controladas y especificadas

2.3. Experimento de coagulación-floculación y selección del mejor coagulante

Entre los diferentes métodos de optimización de coagulantes y floculantes, destaca el test de jarras por su común uso en los laboratorios, donde se simulan las operaciones que realizarían estos compuestos en las plantas de tratamiento y purificación de las aguas. En la Figura 2 se muestra un típico floculador utilizado en el laboratorio.

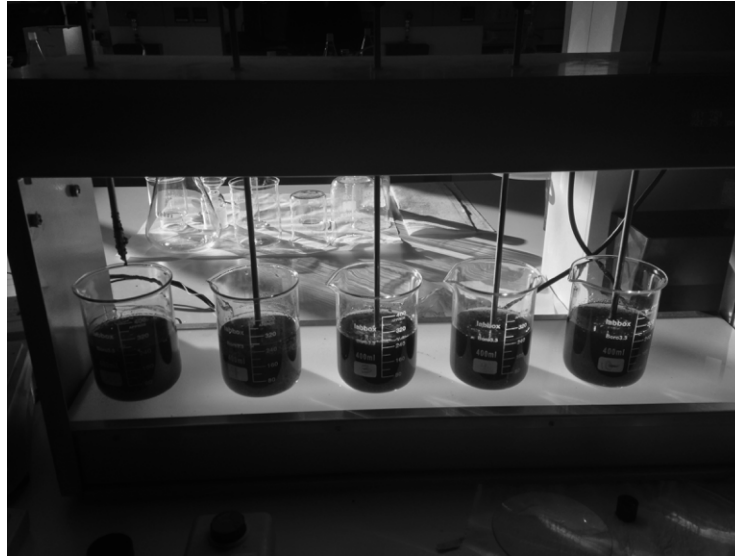


Figura 2: Floculador típico usado en el test de jarras.

En el experimento se realizarán pruebas en el laboratorio con diferentes dosis químicas, realizando mezclas a diferentes velocidades y tomando muestras a diferentes tiempos de reposo. El fin es obtener la dosis ideal mínima de coagulante-floculante requerida para alcanzar la calidad de agua deseada.

2.4. Optimización del uso del coagulante seleccionado, identificando las tres variables que más influyen en el proceso (dosis, pH, temperatura, tiempo de agitación,...)

Será clave la selección de las tres variables que condicionan la optimización del proceso (paso 4) —llamadas variables independientes— que pueden influir en el comportamiento de una cuarta variable —llamada variable dependiente— que es el parámetro de salida que, en este caso, será la reducción de la turbidez (expresada en NTU).

El modelo estadístico de optimización del proceso se basa en un diseño factorial incompleto 3^3 que ayudará a dilucidar la influencia de los tres factores ambientales. La secuencia del trabajo experimental se establece aleatoriamente para limitar la influencia de los errores sistemáticos en la interpretación de los resultados. El modelo incluye repeticiones en el punto central del diseño para estimar la influencia del error experimental. También, con el fin de anular la influencia de la magnitud de las variables, éstos están estandarizados como variables independientes adimensionales codificados, con límites de variación $(-1, 1)$. La correspondencia entre variables codificadas y no codificadas puede ser establecida por ecuaciones lineales deducidas a partir de sus respectivos límites de variación, de acuerdo con la Ecuación (1) (Bezerra et al., 2008):

$$x_i = \frac{z_i - z_i^0}{\Delta z_i} \beta_d, \quad (1)$$

donde Δz_i es la distancia entre el valor real en el punto central y el valor real en el nivel superior o inferior de una variable; β_d es el valor codificado en la matriz para cada variable; y z^0 es el valor real en el punto central. A las variables codificadas se les asignan valores de -1 , 0 y $+1$, que corresponden a los límites de variación, mínimo, central y máximo para cada variable. Por lo tanto, la superficie de respuesta obtenida a partir de las variables codificadas no estará

influenciada por la magnitud de cada variable, lo que permite la combinación de factores en una escala adimensional.

2.5. Modelización del proceso con un software específico (Statgraphics)

Metodología de superficie de respuesta. La metodología de superficie de respuesta consiste en un grupo de técnicas matemáticas y estadísticas que se basan en el ajuste de modelos empíricos a datos experimentales obtenidos en relación con el diseño experimental (Bezerra et al., 2008). Los diseños Box-Behnken son un ejemplo de diseños experimentales, caracterizados por ser diseños de segundo orden rotatorios basados en tres niveles (Box y Behnken, 1960). El número de experimentos (N) necesarios para el diseño completo Box-Behnken viene dado por la fórmula $N = 2k(k - 1) + C_0$, donde k es el número de factores y C_0 es el número de puntos centrales (Ferreira et al., 2007). La ecuación simple que describe una función lineal se describe por la Ecuación (2):

$$y = \beta_0 \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \epsilon, \quad (2)$$

donde β_0 es una constante de ajuste de la ecuación; β_i representa los coeficientes de los parámetros lineales; k es el número de variables; x_i representa las variables; y ϵ es el factor residual asociado a los experimentos.

Cuando los datos experimentales no se ajustan a una ecuación lineal, debido a que la solución a un problema no es necesariamente el valor más alto o el más bajo ensayado para cada variable, entonces es deseable incluir niveles en las variables de entrada. En este caso, puede generarse un polinomio como superficie de respuesta. Este tipo de diseños Box-Behnken pueden construirse para situaciones en las que puede ser deseable para adaptarse a un modelo de segundo orden —Ecuación (3)—:

$$y = \beta_0 \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \sum_{i \geq 1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \epsilon, \quad (3)$$

donde β_{ij} representa los coeficientes de los parámetros de interacción. Estos diseños incluyen un punto central empleado para determinar la curvatura, y la determinación de las condiciones óptimas se deduce de la función de segundo orden anterior mediante la inclusión de términos cuadráticos —Ecuación (4)—:

$$y = \beta_0 \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{i \geq 1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \epsilon, \quad (4)$$

donde β_{ij} representa los coeficientes de los parámetros cuadráticos. Por lo tanto, los datos experimentales permiten el desarrollo de modelos empíricos que describen la interrelación entre variables operacionales y experimentales por las ecuaciones incluyendo interacciones lineales y cuadráticas. Se espera que al final del curso los alumnos serán capaces de hacer comparaciones entre resultados experimentales y modelos teóricos.

Optimización del diseño mediante software en el laboratorio. El uso de software científico implica la creación de un diseño experimental, donde se crea el experimento, completando una secuencia de cuadros de diálogo. En estos cuadros de diálogo, el usuario especifica los factores experimentales y las respuestas obtenidas, las variables independientes que condicionan el

proceso, las variables dependientes, la asignación al azar de los experimentos realizados, y las variables de bloqueo (Figura 3).

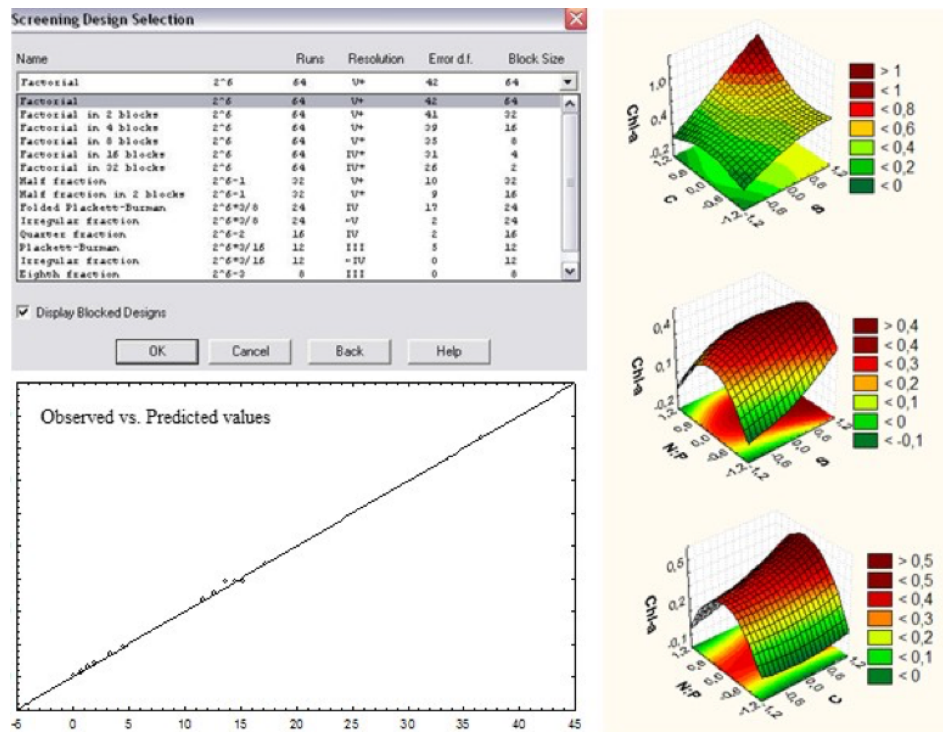


Figura 3: Floculador típico usado en el test de jarras.

El nivel de significación de cada variable se determina por los p-valores que permiten el desarrollo de modelos empíricos que describen la relación entre las variables operacionales y experimentales. El ajuste del modelo se evalúa a través de coeficientes de regresión y el nivel de significación, basado en la prueba F, que se calcula teniendo en cuenta las interacciones lineales y cuadráticas. Los valores positivos de los coeficientes indican que la variable de respuesta aumenta en función de las variables independientes ensayadas, mientras que valores negativos indican que la variable dependiente disminuye con las variables independientes ensayadas. Los resultados obtenidos permitirán construir superficies de respuesta (Figura 3) que muestra la respuesta predicha para la variable dependiente en función de las variables independientes ensayadas. Una inspección visual de las superficies 3D obtenidos de esta manera proporciona información acerca de las condiciones óptimas del experimento.

2.6. Preparación del informe final y discusión de resultados









Una vez que los estudiantes han llevado a cabo el trabajo experimental, proceden a desarrollar sus competencias de comunicación, escribiendo un informe final de resultados y presentándolo delante de sus compañeros. La capacidad de comunicarse con claridad y concisión, tanto oralmente como por escrito, es una habilidad importante que todos los ingenieros necesitan obtener en su carrera profesional (Ludlow y Schulz, 1994). Así, los experimentos requieren de los estudiantes no sólo recoger datos, sino también realizar tratamiento de datos y análisis, ajustando los datos a un modelo físico o químico, así como la optimización de las condiciones de uso. El énfasis del informe escrito es crear un informe breve, claro y conciso que simule un proyecto en ingeniería (Ludlow y Schulz, 1994).

Los estudiantes deben preparar informes precisos, sin asumir que cualquier información es evidente o una simple cuestión de sentido común. También, es importante realizar un informe centrado en el tema, sin divagaciones o falsas suposiciones, y asegurarse de que lo que se dice es lo que se pretendía que decir. Una comunicación verbal, escrita o visual inexacta o insuficiente puede dar lugar a confusiones en la interpretación de resultados por parte de la audiencia y el resultado esperado del experimento será insatisfactorio. La capacidad de comunicar los resultados de forma eficaz no debe considerarse un tema trivial en el desarrollo del experimento, ya que diversas encuestas indican que una de las capacidades menos desarrolladas por los ingenieros, y considerada de gran importancia, es la comunicación escrita eficaz. Esas mismas encuestas también indicaron que el 90 % de los altos ejecutivos dicen que la comunicación escrita es la habilidad más necesaria para el reconocimiento profesional (Baird, 2007).

3. Conclusiones

Los ingenieros químicos suelen trabajar en un entorno multidisciplinar donde tienen que crear métodos eficientes, seguros y rentables, convirtiendo los descubrimientos de los químicos en productos del “mundo real”. Por lo tanto, la integración de las tareas multidisciplinarias, utilizando metodologías cualitativas, permite desarrollar una enseñanza integral y un marco de aprendizaje, alineando los experimentos de laboratorio y las tareas de comunicación, y todo ello abordando los problemas desde una perspectiva de equipo y de relaciones interpersonales, desarrollando habilidades de carácter experimental así como de comunicación.

Referencias

-  Baird B. (2007).
The importance of written communication skills.
Indian Gaming, 48.
-  Bezerra M. A., Santelli R. E., Oliveira E. P., Villar L. S., Escalera, L. A. (2008).
Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry.
Talanta, 76, 965–977.
-  Box G. E. P. , Behnken D. W. (1960).
Simplex-sum designs – A class of 2nd order rotatable designs derivable of those of 1st order.
Annals of Mathematical Statistics, 31(4), 838–864.
-  Devesa-Rey R., Moldes A. B., Sanmartín P., Prieto-Fernández A., Barral M. T. (2010).
Application of an incomplete factorial design for the formation of an autotrophic biofilm on river bed sediments at a microcosms scale.
Journal of Soils and Sediments, 10, 1623–1632.
-  Feisel L. D., Rosa A. J. (2005).
The Role of the Laboratory in Undergraduate Engineering Education.
Journal of Engineering Education, 94(1), 121–130.
-  Ferreira S. L. C., Bruns R. E., Ferreira H. S., Matos G. D., David J. M., Brandão G. C., da Silva E. G. P., Portugal L. A., dos Reis P. S., Souza A. S., dos Santos W. N. L. (2007).
Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods.
Analytica Chimica Acta, 597(2), 179–186.
-  Ludlow D. K., Schulz K. H. (1994).
Writing across the chemical engineering curriculum at the University of North Dakota.
Journal of Engineering Education, 83(2), 161–168.
-  Woods D. R., Felder R. M., Rugarcia A., Stice J. E. (2000).
The future of engineering education III. Developing critical skills.
Chemical Engineering Education, 34(2), 108–117.

Modelling in Science Education and Learning
<http://polipapers.upv.es/index.php/MSEL>