

**Minerales no metálicos activados para remoción de metales
pesados de aguas residuales**
Activated non-metallic minerals for removal of heavy metals from wastewater

Ybar Gustavo Palomino Malpartida
Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, Ayacucho
<https://orcid.org/0000-0002-7158-6972>
ybar.palomino@unsch.edu.pe

Gloria Inés Barboza Palomino
Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, Ayacucho
<https://orcid.org/0000-0003-0611-858X>
gloria.barboza@unsch.edu.pe

Tarcila Alcarraz Alfaro
Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, Ayacucho
<https://orcid.org/0000-0002-1022-4097>
tarcila.alcarraz@unsch.edu.pe

David Choque Quispe
Universidad Nacional José María Arguedas de Andahuaylas, Apurímac
<https://orcid.org/0000-0003-4002-7526>
dchoque@unajma.edu.pe

Mawome Pumallihua Ramos
Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, Ayacucho
<https://orcid.org/0009-0008-6844-0324>
mawome.pumallihua.30@unsch.edu.pe

Unidad de Innovación e Investigación de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia.
Grupo de investigación: IRNA
Área de investigación: Operaciones y Procesos Químicos.
Línea de Investigación: Procesos Químicos e Innovación Tecnológica

RESUMEN

Las aguas residuales textiles constituyen un problema ambiental porque contienen colorantes, metales, sales, alcalinos y otros químicos, muchos de los colorantes son de difícil degradación, hecho que ha motivado a realizar la investigación que tuvo como objetivo remover los metales pesados de estas aguas, mediante tratamiento con arcilla roja activada químicamente, para lo cual se pulverizó la arcilla hasta un tamaño de partícula de 0,071 mm. Posteriormente, se realizó una activación química en dos etapas: primero, con una solución de ácido fosfórico al 10% p/p, para eliminar la materia orgánica presente en el mineral y, segundo, con una solución salina de cloruro de sodio 1M, para incrementar la afinidad de la arcilla hacia los metales pesados. La arcilla activada adsorbió en un 100% al arsénico, cadmio y mercurio, en un 60% al vanadio y en 25,35 % al cromo, bario y plomo, en cambio su afinidad fue muy baja para el cobalto y manganeso.

Palabras claves: aguas residuales, metales pesados, arcilla activada.

ABSTRACT

Textile wastewater is an environmental problem because it contains dyes, metals, salts, alkalis and other chemicals; many of the dyes are difficult to degrade, a fact that has motivated the research aimed at removing heavy metals from this water by treatment with chemically activated red clay, for which the clay was pulverized to a particle size of 0.071 mm. Subsequently, chemical activation was carried out in two stages: first, with a 10% w/w phosphoric acid solution to eliminate the organic matter present in the mineral and, second, with a 1M sodium chloride salt solution to increase the clay's affinity for heavy metals. The activated clay adsorbed 100% of arsenic, cadmium and mercury, 60% of vanadium and 25.35% of chromium, barium and lead, while its affinity was very low for cobalt and manganese.

Key words: wastewater, heavy metals, activated clay.

I. Introducción

Actualmente se estima que el 80% del total de aguas residuales se vierten sin tratar a cuerpos receptores. Esto afecta la biodiversidad de los ecosistemas acuáticos y rompe la red fundamental en la que se apoyan nuestros sistemas de vida, en los cuales están implicados un amplio rango de sectores desde el desarrollo urbano hasta la producción de alimentos y la industria (Hernández-Sancho et al., 2015 citado por Marín, 2016).

La presencia de metales pesados en las aguas residuales es un problema de interés general, debido a los efectos perjudiciales sobre la salud de las personas y la contaminación del ambiente (Rosas, 2014). Las aguas residuales dependiendo de su origen pueden contener diversos contaminantes, muchos de ellos son peligrosos debido a su alta toxicidad para el ambiente en general (Valladares-Cisneros et al., 2017). Muchas investigaciones en las últimas décadas se han centrado en la eliminación de diferentes contaminantes tóxicos de las aguas residuales (Gu et al., 2019)

Las aguas residuales textiles contienen metales, constituyentes básicos de los colorantes además otros insumos químicos, que al ser vertidas sin tratamiento a cursos de agua constituyen un peligro para

el ambiente y la salud, es la razón que nos ha motivado a realizar esta investigación, cuyo objetivo fue remover metales pesados de aguas residuales utilizando arcilla, mineral no metálico abundante en la zona, activadas químicamente en dos etapas. En el proceso de remoción de metales pesados de las aguas residuales textiles se tuvo en cuenta la cantidad de adsorbente, pH y tiempo de contacto, los ensayos experimentales se realizaron en los laboratorios de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga, Universidad Nacional José María Arguedas – Andahuaylas y servicio de terceros. El uso de la arcilla activada permitió remover los metales pesados de las aguas residuales textiles.

II. Metodología de la investigación

Toma de muestra de aguas residuales

En un recipiente de 6 litros se recogió la muestra de agua del efluente de forma aleatoria como se muestra en la Figura 1, luego se envasó en un frasco esterilizado de 100 mL de color ámbar y se le añadió dos gotas de ácido nítrico concentrado para preservar la muestra, luego se refrigeró hasta enviar al laboratorio para la determinación del contenido de metales pesados.

Figura 1*Toma de muestra de agua residual de la PTAR "TOTORA"*

Nota: El muestreo de agua del effluente de la PTAR "TOTORA" Ayacucho, se realizó de acuerdo al protocolo de muestreo.

a. En tres recipientes de 2 litros se colectaron muestras de aguas residuales de procesos de teñido artesanal de tejido plano de lana de oveja, se tomaron 300 mL de aguas residuales de cada envase de color rosado, morado y naranja para conformar una muestra de agua residual que se utilizó para

las pruebas de adsorción de metales con arcilla activada y 100 mL de esta muestra fueron envasados en un frasco de color ámbar, se acidificó con 02 gotas ácido nítrico concentrado, se refrigeró hasta su envío al laboratorio para la determinación del contenido de metales por ICP.

Figura 2*Muestra de agua residual de proceso de teñido artesanal*

Reducción del tamaño de partícula de la arcilla roja de San Miguel

200 gramos de arcilla roja de San Miguel del Departamento de Ayacucho se sometieron a secado a 120 °C por un tiempo de tres horas,

luego fue chancado y pulverizado en un mortero de porcelana y se tamizó con malla 200 ASTM (tamaño de partícula de 0,071 mm de diámetro) (ver tabla 1)

Tabla 1

Datos de la preparación de la arcilla (ARS1)

Código arcilla	Temperatura Secado (°C)	Tiempo secado (h)	Tamiz	Tamaño partícula (mm)
ARS1	120	3	200 ASTM	0,071

Activación ácida de la arcilla

Tomando como referencia a Cifuentes y Acosta (2017) y Choque-Quispe et al. (2022), se pulverizó la arcilla hasta un diámetro de 0,071 mm (malla 200 ASTM). Se realizaron dos ensayos de activación ácida, con ácido fosfórico al 10%, en relaciones arcilla/ácido de 1:4 y 1:10, con agitación constante a 500 rpm

y 80 °C durante 2 horas. La arcilla activada se filtró con papel Whatman N° 42, se lavó con agua destilada hasta alcanzar un pH mayor a 5 y se secó en una estufa eléctrica MEMMERK a 80 °C durante 4 horas, hasta obtener una humedad inferior al 8%. Finalmente, se enfrió a temperatura ambiente y se pesó.

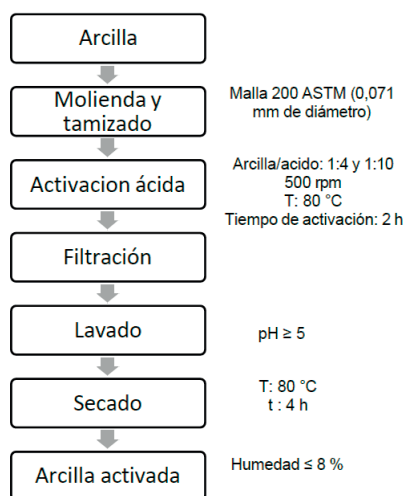
Figura 3

Activación ácida de la arcilla roja de San Miguel



Figura 4

Diagrama de bloques del proceso de activación ácida de arcilla roja.



Activación salina de la arcilla

Teniendo en cuenta los resultados del trabajo de investigación de Choque-Quispe et al. (2022), se utilizó 3,123 g de arcilla activada con solución al 10% p/p de H₃PO₄, se agregó 21 mL de NaCl 1 M, luego se sometió a una agitación a 200 rpm a una temperatura de 60°C por 12 horas, se dejó sedimentar, se filtró y se lavó con agua bidestilada, el pH del segundo lavado fue de 5,45 y la conductividad de 857 µS, llegando estos parámetros en la sexta lavada a pH 6,5 y conductividad 8,9 µS. Finalmente, la muestra activada se secó a 60°C hasta obtener peso constante.

Figura 5

Activación salina de la arcilla



Tratamiento de las aguas residuales, empleando arcilla activada

Se realizaron dos ensayos, empleando 100 mL de agua residual textil en cada uno, con 0,0506 y 0,2036 gramos de arcilla activada respectivamente. Se utilizó un vaso de precipitado de 250 mL y un agitador magnético a 200 rpm, con un tiempo de contacto de 60 minutos. Finalizado el tiempo de contacto entre la arcilla activada y la solución de agua residual, se filtró la solución tratada, se trasvasó a un frasco de vidrio de color ámbar, se etiquetó y se envió al laboratorio Actlabs para su análisis de contenido de metales pesados por ICP-plasma.

Determinación de la composición química de la arcilla de San Miguel – Ayacucho

Se realizó el muestreo de la arcilla roja de San Miguel; luego, se secó empleando una estufa eléctrica a 120 °C durante 2 horas para ser sometida a un proceso de chancado, pulverizado y tamizado a malla 200 ASTM. Posteriormente, se envió al laboratorio acreditado Actlabs, para la determinación de la composición química en forma de óxidos, donde emplearon el equipo VH-ME-ICP2 ICP-OES.

Determinación del contenido de metales totales de las aguas residuales de la (PTAR) - Ayacucho y de una planta artesanal de teñido de textiles

El contenido de metales totales de las muestras de aguas residuales fue determinado en el laboratorio acreditado de Actlabs en el que emplearon el equipo VH-ME-ICP2 ICP-OES.

III. Resultados y discusión

Composición química de la arcilla roja de San Miguel - Ayacucho

La arcilla roja de San Miguel (ARS1) contiene 60,97 % de óxido de silicio (SiO₂), 15,61% de óxido de aluminio (Al₂O₃), y 5,78% de óxido férrico (Fe₂O₃) como componentes mayoritarios (tabla 2). A comparación de la arcilla roja de Huanta (ARH), la arcilla en estudio (ARS1) presentó 23,24% más en

óxido de silicio, casi igual porcentaje de óxido de aluminio (16,24%), pero menor contenido de óxido férrico (8,23%) (Palomino, et al. 2024). El mayor contenido de óxidos de silicio y aluminio en la arcilla roja de San Miguel

favorece la adsorción de metales pesados de las aguas residuales, por presentar capas octaédricas (SiO₂) y tetraédricas (Al₂O₃) (Cifuentes & Acosta, 2017).

Tabla 2
Composición Química de la arcilla San Miguel (ARS1)

Al ₂ O ₃	BaO	CaO	Cr ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	MnO	Na ₂ O	P ₂ O ₅	SiO ₂	SrO	TiO ₂	LOI 1000
%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%
15,61	0,05	1,60	0,01	5,78	3,03	2,33	0,11	1,47	0,47	60,97	0,03	0,73	6,15

Nota: El Código de Análisis de la arcilla fue ME-ICP-AES01, con un límite de detección de 0,01. Laboratorio certificado Actlabs.

Metales en agua residual

Se determinó presencia de metales en el efluente de la PTAR - Ayacucho y en agua residual del proceso de teñido artesanal – Ayacucho

Tabla 3
Metales en efluente PTAR y agua residual textil – Ayacucho

Analito	Agua residual textil (mg/L)	Efluente PTAR - Ayacucho (mg/L)
As	0,001	
Ba	0,167	0,005
Ca	118,271	27,948
Cd	0,002	
Co	0,013	
Cr	0,007	0,003
Ga	0,024	
Hg	0,022	
K	7,919	28,340
Mg	8,385	6,467
Mn	0,417	0,007
P	51,181	8,120
Pb	0,017	0,008
S	14,440	24,736
Sr	0,673	0,227
V	0,010	-

El agua residual textil presentó mayor contenido de metales pesados en comparación al efluente PTAR – Ayacucho, tales como: arsénico, bario, cadmio, cobalto, cromo,

galio, mercurio, manganeso, plomo y vanadio. Por lo que los ensayos de adsorción de metales se realizaron con el agua residual textil.

Activación ácida de la arcilla roja San Miguel

Se realizó dos ensayos de activación ácida

de la arcilla, cuyos parámetros de trabajo y resultados se muestran en la tabla 4.

Tabla 4

Activación de la arcilla con una solución de ácido fosfórico al 10 % p/p.

Masa arcilla (g)	Volumen H ₃ PO ₄ 10% (mL)	Temperatura activación (°C)	Tiempo agitación (h)	Revolución (RPM)	H	Tiempo Secado (h)	Temperatura secada (°C)	Color arcilla activada
5	20	80	2	500	6,0	4	105	Rosado
5	50	80	2	500	6,0	4	105	Gris claro

Se obtuvo arcilla activada de color rosado y gris claro, respectivamente, como se puede ver en la tabla 4, figura 6.

Figura 6

Coloración de la arcilla antes y después de la activación ácida



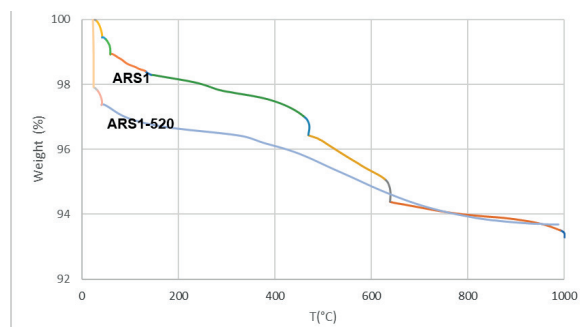
Nota: Arcilla sin activación (a). Arcilla activada (b)

La activación ácida removió materia orgánica, carbonatos y otros óxidos que están presentes como impurezas en la composición de la arcilla. Este tratamiento ácido térmico también modificó la polaridad de la superficie de las capas de arcilla (Tuesta et al., 2005)

La remoción de materia orgánica con el tratamiento con ácido fosfórico al 10%p/p en una relación de 1/4 es similar al tratamiento con 1/10, por ello para la activación salina se tomó la muestra activada de arcilla con relación 1/4, con la finalidad de utilizar menor cantidad de reactivos y disminuir costos.

Figura 7

Variación del peso de la arcilla con respecto a la temperatura antes y después de la activación ácida



La presencia de materia orgánica en las muestras de arcilla (ARS1) y arcilla activada (ARS1- 520) en medio ácido fueron evaluadas por medio de análisis termogravimétrico en un rango de 30 °C a 1000 °C, en atmósfera inerte con el analizador STA 409C, Netzsch Co., Ltd., Selb, Alemania. La pérdida de peso en el rango de temperatura ambiente hasta los 140°C en ambos gráficos, está asociado con la pérdida de humedad, moléculas de agua presentes en la superficie y entre las láminas de la arcilla; la pérdida de peso pronunciada en el gráfico correspondiente a ARS1 a temperaturas mayores a 150 °C hasta aproximadamente 450 °C corresponde a la descomposición térmica de la materia orgánica presente en la composición de la arcilla, la variación de peso en este rango de temperatura para la muestra ARS1-520 es mucho menor debido

a que la activación ácida eliminó gran parte de la materia orgánica contenida en la arcilla (Neira et al., 2011)

La pérdida de materia orgánica en la muestra ARS1 se da en dos etapas muy marcadas en el rango de temperatura de 140 °C a 445 °C y de 445 °C a 610°C, además en el rango de 445 °C a más de 610°C la pérdida de peso de las muestras de arcillas corresponden a deshidroxilación de las láminas de arcilla (grupos OH de los bordes de las láminas), que ocurre en dos etapas, a temperaturas superiores

a 610 °C además ocurren reordenamientos estructurales en la arcilla (Zacur Vercellone et al., n.d.)

Activación salina de la arcilla activada

La activación salina en la arcilla produce el intercambio de iones calcio presentes en la arcilla por iones sodio monovalentes, aumentando su capacidad de adsorción por intercambio iónico de los metales pesados en las aguas residuales.

Tabla 5

Activación salina de la arcilla activada en medio ácido

Masa arcilla (g)	Volumen NaCl 1M (mL)	Temperatura activación (°C)	Tiempo agitación (h)	Revolución (RPM)	pHi	pHf	Temperatura de secado (°C)	Color arcilla activada
3,123	20	60	12	200	6,28	6,5	70	Beige

Remoción de metales pesados con arcilla activada

Las aguas residuales textiles contienen además de metales pesados otros elementos químicos tales como calcio, potasio, magnesio,

fósforo, azufre y estroncio entre otros en concentraciones considerables, la tabla 6 mostró mayor afinidad de la arcilla activada hacia los metales pesados y menor remoción de los otros elementos químicos.

Tabla 6

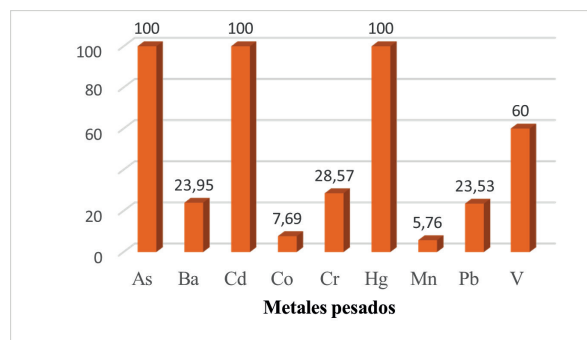
Variación de la concentración de metales de agua residual textil tratada con arcilla activada

Analito	MAR (ppm)	MT2 (ppm)
As	0,001	0,000
Ba	0,167	0,127
Ca	118,271	113,647
Cd	0,002	0,000
Co	0,013	0,012
Cr	0,007	0,005
Ga	0,024	0,015
Hg	0,022	0,000
K	7,919	6,748
Mg	8,385	8,256
Mn	0,417	0,393
P	51,181	48,679
Pb	0,017	0,013
S	14,440	14,358
Sr	0,673	0,647
V	0,010	0,004

Nota: MAR muestra de agua residual textil, MT2 muestra de agua residual textil tratada con arcilla activada.

Figura 8

Porcentaje de remoción de metales pesados de agua residual textil con arcilla activa



Los metales pesados mejor removidos al ser tratados con arcilla activada fueron As, Cd, Hg en un 100%, seguido de vanadio 60%, Cr, Ba y Pb en un aproximado de 25%, los menos removidos fueron cobalto y manganeso alrededor del 6%.

IV. Conclusiones

1. La arcilla activada logró una remoción completa (100 %) de arsénico (As), cadmio (Cd) y mercurio (Hg); una eficiencia del 60 % para vanadio (V); 28,57 % para cromo (Cr); 23,95 % para bario (Ba); 23,53 % para plomo (Pb); así como valores menores de remoción para cobalto (Co) con 7,69 % y manganeso (Mn) con 5,76 %.
2. El pH óptimo para la remoción de metales pesados del agua residual textil fue de 4,6.
3. La cantidad de arcilla activada necesaria para remover metales pesados fue de 0,2 gramos por cada 100 mL de agua residual textil.
4. El tiempo de contacto adecuado entre el agua residual textil y la arcilla activada para la remoción de metales pesados fue de 60 minutos.

V. Agradecimiento

Agradecemos a la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga y a la Universidad Nacional José María Arguedas de Andahuaylas, por brindarnos facilidades para el empleo de sus laboratorios.

VI. Contribuciones de autores

Ybar Gustavo Palomino Malpartida: Diseño y coordinación general de la investigación, supervisión de la metodología experimental, análisis e interpretación de resultados, redacción y revisión final del manuscrito.

Gloria Inés Barboza Palomino: Apoyo en la toma y preservación de muestras, procesamiento de datos experimentales y elaboración de gráficos y tablas.

Tarcila Alcarraz Alfaro: Ejecución de las pruebas de activación ácida y salina de la arcilla, control de calidad de los procedimientos y registro de datos de laboratorio.

David Choque Quispe: Asesoría técnica en procedimientos de activación química, interpretación de análisis ICP-OES y aporte bibliográfico especializado.

Mawome Pumallihua Ramos: Apoyo en la recolección de muestras de aguas residuales, tratamiento de las muestras en laboratorio y colaboración en la redacción de la sección de metodología.

VII. Referencias bibliográficas

- Cifuentes C, & Acosta D. (2017). *Method for producing activated clays*. <https://patentimages.storage.googleapis.com/6a/71/eb/7d68f3c2ef83c9/WO2017195121A1.pdf>.
- Choque-Quispe, D., Ligarda-Samanez, C. A., Ramos-Pacheco, B. S., Solano-Reynoso, A. M., Quispe-Marcatoma, J., Choque-Quispe, Y., Peralta-Guevara, D. E., Martínez- Huamán, E. L., Correa-Cuba, O., Masco-Arriola, M. L., Lechuga- Canal, W. J., & Montalvo Amanca, F. (2022). Formulation of Novel Composite (Activated Nanoclay/ Hydrocolloid of Nostoc sphaericum) and Its Application in the Removal of Heavy Metals from Wastewater. *Polymers*, 14(14), 2803. <https://doi.org/10.3390/polym14142803>
- Gu, S., Kang, X., Wang, L., Lichtfouse, E., & Wang, C. (2019). Clay mineral

- adsorbents for heavy metal removal from wastewater: a review. *Environmental Chemistry Letters*, 17(2), 629–654. <https://doi.org/10.1007/s10311-018-0813-9>
- Marín, M. (2016). *Trabajo Fin de Máster Ingeniería Ambiental Reutilización de aguas regeneradas y sus implicaciones para el riego en agricultura*. <https://www.mendeley.com/reference-manager/reader-v2/714b1b0b-bc11-38ac-8731-365f0e0b029f/32fa070f-e366-6cff-1491-d4cfc8f22673>
- Neira, G., Pinilla, A., & Henao, J. A. (2011, April 14). Arcilla bentonítica modificada con quitosano para materiales compuestos biodegradables. <https://Revistas.Unal.Edu.Co/Index.Php/Dyna/Article/Download/25763/39351?Inline=1>. <https://revistas.unal.edu.co/index.php/dyna/article/download/25763/39351?inline=1>
- Rosas, N., G. V. (2014). *Activación química de nanoarcillas y su aplicación en la remoción de metales pesados*. 9. <https://journal.espe.edu.ec/ojs/index.php/cienciaytecnologia/article/view/92/90>
- Tuesta, E. G., Vivas, M., Sun, R., & Gutierrez, A. (2005). Modificación química de arcillas y su aplicación en la retención de colorantes. *Revista de La Sociedad Química Del Perú*, 71(1), 26–36. http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2005000100005&lng=es&nrm=iso&tlng=es
- Zacur Vercellone, S. S., Farfán Torres, E. M., & Sham, E. L. (n.d.). *Termogravimetría de arcillas pilareadas y organoarcillas pilareadas con TiO₂*.