



OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE ELECTROCOAGULACIÓN DE UN LACTOSUERO ÁCIDO CON RECUPERACIÓN DE FÓSFORO.

Judith Callejas Hernández¹, Francisco Prieto García¹, Víctor Esteban Reyes Cruz², Yolanda Marmolejo Santillán¹, Erika Bustos Bustos³.

¹Área Académica de Química, ²Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo. Carretera Pachuca-Tulancingo km 4.5, C.P.42076, Pachuca, Hidalgo, México. ³Centro de Investigaciones y Desarrollo en Tecnologías Electroquímicas, CEIDETEQ, San Fandila, Querétaro.

RESUMEN

La electrocoagulación (EC) es una técnica utilizada para el tratamiento de diversas aguas residuales; los contaminantes son removidos, induciendo corriente eléctrica a través de placas metálicas paralelas de diversos materiales y no se hace uso de un coagulante químico. La corriente eléctrica provoca reacciones químicas, cuyo resultado final es la estabilidad de las moléculas contaminantes. Con ánodo de aluminio y cátodo de hierro, se logra optimizar el proceso de EC para depurar el lactosuero ácido obteniendo de forma simultánea un 63% de remoción de la DQO y un 83% de recuperación de fósforo en forma de fosfato a partir de los lodos obtenidos. Las condiciones encontradas son: 8h de tiempo del proceso, voltaje de 4.67V, flujo del lactosuero en la celda de 57.6L/h y distancia entre los electrodos de 1 cm.

INTRODUCCIÓN

Las aguas residuales de la industria láctea, varían generando sobrecargas en plantas de tratamiento por su demanda biológica de oxígeno (DBO), que oscila entre 40000 y 50000 ppm y elevada demanda química de oxígeno (DQO) (Donoso *et al.*, 2009; Parra, 2010; Guerrero *et al.*, 2011). La mayoría de plantas lácteas no tienen sistemas de tratamiento apropiados para la disposición de lactosuero y su vertimiento genera un significativo impacto ambiental por el alto contenido orgánico. La electrocoagulación (EC) es una técnica utilizada para el tratamiento de diversas aguas residuales donde los contaminantes suspendidos, emulsionados o disueltos en el medio acuoso, son removidos induciendo corriente eléctrica a través de placas metálicas paralelas de diversos materiales, siendo el hierro y el aluminio los más utilizados (Arango *et al.*, 2009); no se hace uso de un coagulante químico. La corriente eléctrica provoca reacciones químicas, cuyo resultado final es la estabilidad de las moléculas contaminantes. Este estado estable produce partículas sólidas menos coloidales y menos emulsionadas o solubles y los contaminantes precipitan o flotan, facilitando su remoción por algún método de separación. La tecnología electroquímica se considera como una técnica benigna al medio ambiente, en los últimos años, se ha observado que la EC es capaz de tener alta eficiencia de remoción de color, DQO, DBO y un tratamiento más eficiente y rápido que la coagulación tradicional y a su vez, más económico que otros métodos de tratamiento (Butler *et al.*, 2011). El empleo del electrón como reactivo evita la utilización de reductores y oxidantes. En su aspecto medioambiental, las posibilidades de aplicación de la tecnología electroquímica son muy variadas y reafirman el carácter “verde” de la misma. Según algunos autores la EC es la versión electroquímica de la coagulación química (Chen *et al.*, 2000; Morante, 2002; Adhoum *et al.*, 2004). Los objetivos del trabajo han sido, optimizar un proceso de EC en un reactor electroquímico tipo Batch para la reducción de carga orgánica en un lactosuero ácido, y remover el fósforo presente y recuperarlo en forma de estruvita a partir de los lodos generados.





METODOLOGÍA

Fue necesario caracterizar el Lactosuero inicial y final; se realizaron análisis de pH, potencial redox (Eh) y zeta (pZ), sólidos, DQO, densidad, grasas, proteínas, ácido láctico, lactosa, fosfato y otros (NMX-F-509-1988; NMX-AA-029-SCFI-2001; NMX-AA-030-SCFI-2001; NMX-AA-034-SCFI-2001; NMX-F-509-1988). Se determinaron las variables del proceso en ensayos preliminares en un reactor de 4L de capacidad, con electrodos de Al como ánodo, manteniendo constantes el área sumergida (50 cm²), la temperatura ambiente, el volumen de muestra (2L), y el pH inicial del lactosuero. El tiempo del ensayo, el flujo de recirculación en la celda, el voltaje y la distancia entre los electrodos, fue variable. Se analizó la concentración inicial y final de DQO y de fósforo (fosfatos), por cada uno por triplicado. Se monitoreó el comportamiento de otras variables que inciden en el proceso como variaciones de temperatura (20 ± 2°C) y pH (4.7 ± 0.2). Se realizó el proceso de optimización a partir de las condiciones encontradas en pruebas preliminares con las respuestas obtenidas durante la voltamperometría, cronoamperometría y potenciometría. Se siguió un diseño experimental factorial fraccionado (metodología de Taguchi) para obtener la mayor eficiencia en la remoción de DQO y remoción de fósforo (Chuaqui *et al.*, 2004; Medina *et al.*, 2007; Ravella *et al.*, 2008). Se estudiaron como variables de control: tiempo de tratamiento (t), voltaje de la fuente (V), flujo (L/h), distancia entre electrodos (d) y el tipo de electrodo como cátodo (C) fue considerado como factor de ruido (R) (Cesatrone, 2001; Sreenivas *et al.*, 2004).vSe consideró como factores de respuestas: el mayor porcentaje de remoción de la DQO o porcentaje de eficiencia (%EEC) y el mayor porcentaje de remoción de fósforo. Para el procesamiento de la información obtenida se utilizó el programa ANTM 3071, versión 2.5 (ANTM 3071, 1993). Los factores de control que intervienen en el proceso, se muestran en la tabla 1, donde además aparecen los tres niveles a los que se trabajó. Así mismo se indica el factor de ruido (R) en tres niveles. Este diseño da como resultado un arreglo ortogonal del tipo L₉(3)⁴, que da origen a 9 experimentos, que a tres niveles de ruido resultan en una matriz experimental de 27 (tabla 2).

Tabla 1. Matriz de parámetros para diseño experimental.

FACTOR	DENOMINACION	NIVELES			
A	TIEMPO	t (HORAS)	4	6	8
B	VOLTAJE	V (VOLTIOS)	2,67	3,67	4,67
C	FLUJO	L/h	57,6	39,6	76,8
D	DISTANCIA	d (cm)	1	1,5	2
R	RUIDO	R	HIERRO	GRAFITO	Ti RuO₂



Tabla 2. Matriz del diseño experimental.

EXP	VARIABLES DE CONTROL				RUIDO		
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO	Ti RuO ₂
1	4	2,67	57,6	1	1	2	3
2	4	3,67	39,6	1,5	4	5	6
3	4	4,67	76,8	2	7	8	9
4	6	2,67	39,6	2	10	11	12
5	6	3,67	76,8	1	13	14	15
6	6	4,67	57,6	1,5	16	17	18
7	8	2,67	76,8	1,5	19	20	21
8	8	3,67	57,6	2	22	23	24
9	8	4,67	39,6	1	25	26	27

Se evaluó la eficacia del proceso de EC en cuanto a la reducción de los valores de la DQO y a su vez, las variaciones que tienen de pH y Eh. La concentración remanente de fósforo presente en el efluente depurado al final del proceso de EC, como parte del fósforo que no es recuperable a menos de que sea sometido a posteriores tratamientos. Así mismo se evaluó el desgaste del material de los electrodos (ánodos) por diferencia de pesos y la desestabilización de suspensiones y emulsiones. El tratamiento estadístico de los datos experimentales, se realizó en dos etapas:

*ANÁLISIS REGULAR, para evaluar la influencia de los factores sobre el valor medio de la respuesta y representar en una gráfica factorial y de interacciones.

*ANÁLISIS SEÑAL/RUIDO, que evalúa como afectan los factores al valor medio y a la variación entorno a dicho valor medio.

En ambas etapas se realizó un análisis de varianza (ANOVA) que además dará el porcentaje de contribución de cada uno de los factores a la variación total y la variación debida al error residual (ANTM 3071, 1993).

RESULTADOS

En la tabla 3 se muestran los resultados de caracterización inicial del lactosuero.

Tabla 3. Análisis de caracterización del lactosuero inicial

Muestra	pH	Eh (mV)	pZ (mV)	CE (mS/cm)	%Cenizas	%ST	%STV	%SS
Media	4.82	157.52	-4.02	8.76	0.67	7.17	6.48	5.96
Des. Est.	0.019	5.085	0.258	0.173	0.044	0.050	0.070	0.012
%CV	0.40	3.23	6.43	1.97	6.49	0.70	1.08	0.20
Muestra	%Humedad	Densidad	DQO (mgO₂/L)	%Grasas	% Ác. Lác	%Lactosa	%Proteínas	%Fosfato
Media	92.83	1.026	111895.80	0.83	0.27	4.45	1.080	0.210
Des. Est.	0.050	0.001	4.778.942	0.039	0.007	0.018	0.033	0.001
%CV	0.05	0.06	4.27	4.70	2.63	0.40	3.02	0.53



De ensayos preliminares se obtuvo los resultados de áreas reales, geométricas, factor de rugosidad y corriente capacitiva para cátodos y ánodos (tabla 4). Se aprecia mayores rugosidades en los materiales catódicos y mayores áreas electroactivas e i_{cap} . El material anódico de aluminio el de menores valores.

Tabla 4. Área real electroactiva para los electrodos de estudio. (Bond *et al.*, 1997)

ELECTRODOS	ECUACIÓN	R ²	$i_{cap}=m=C_{dl}$	ÁREA REAL	ÁREA GEOMETRICA	FACTOR DE RUGOSIDAD
			$\mu F/cm^2$	ELECTROACTIVA	cm^2	
				cm^2		
GRAFITO	$y=0.9364x+0.0142$	0.9967	0.9364	15600.00	103.84	150.23
TiIRuO ₂	$y=1.2997x+0.0167$	0.9821	12.997	21661.70	107.05	202.35
ALUMINIO	$y=-0.002x+1E-5$	0.9990	0.0020	33.33	104.02	0.32
HIERRO	$y=0.0764x+0.02$	0.9776	0.0764	1273.33	105.02	12.12

La tabla 5 muestra los potenciales de electrodo y de celda para cada uno de los arreglos evaluados: hierro-grafito (FG), aluminio-grafito (AG), hierro-óx.Rutenio/Ti (FO) y aluminio-hierro-óx.Rutenio/Ti (AO). El más bajo y de menores consumos de energía fue el AO.

Tabla 5. Potenciales de electrodo y celda

ARREGLO	POTENCIAL (V)	
	ELECTRODO	CELDA
FG	1.737	4.380
AG	1.338	3.925
FO	1.068	3.780
AO	0.900	3.673

En los ensayos a períodos largos de tiempo (24 horas) se obtuvo los comportamientos de variaciones de pH y % remoción de DQO que se muestran en la figura 1. Para los arreglos con ánodo de aluminio la variación del pH sólo alcanzó finalmente valores de 6.3-6.8 en tanto para arreglos con ánodos de hierros se elevó considerablemente (8.3-9.3). Los % de remoción de DQO fueron >60% con ánodos de aluminio y <50% con ánodos de hierro. Esto permitió hasta aquí, definir el aluminio como mejor material anódico para los ensayos de optimización. De igual manera de estos ensayos se muestra en la figura 2 la remoción de fósforo, observándose que en los arreglos de aluminio, pasa de la fase acuosa a los flóculos que flotan y para los arreglos con hierro pasan hacia los sedimentos que se depositan en el fondo de la celda.



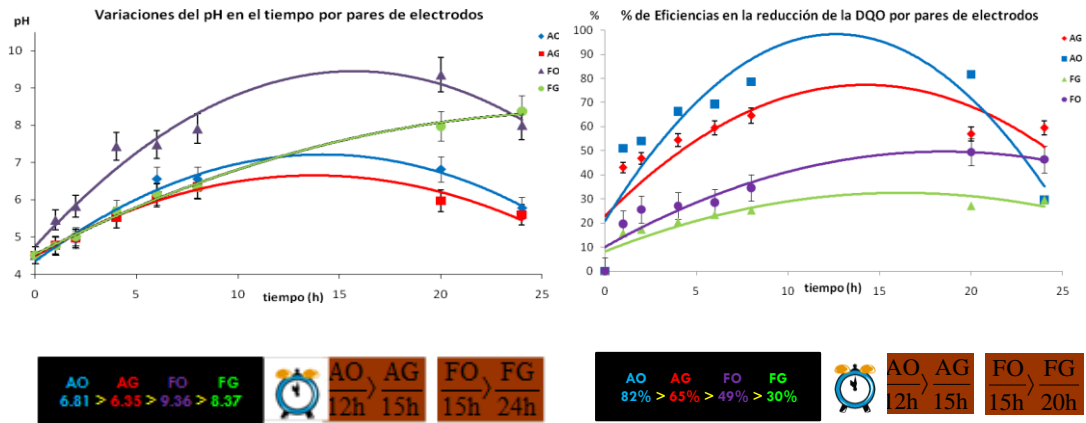


Figura 1. Variaciones de pH y % remoción de DQO en ensayos a períodos largo de tiempo.



Figura 2. % Remoción de fósforo. Cantidades retenidas en agua y que pasan a flóculos y/o sedimentos

Se aprecia que en los arreglos de aluminio se remueve cerca del 90% del fósforo contenido en el lactosuero en tanto para los arreglos de hierro >95% pasando a los flóculos y sedimentos respectivamente.

Según los resultados del proceso de optimización (tabla 6) y las respectivas eficiencias de remoción de DQO se obtuvo un máximo de 48.85% de eficiencia tras aplicar la EC 8 horas (A₃), un voltaje de 4.67 V (B₃) y un flujo de 39.6 L/h (C₁) con distancia de 1 cm entre electrodos (D₁) al utilizar cátodo de hierro (R₁); con las mismas condiciones pero un cátodo de grafito se obtuvo un 47.36% de eficiencia.

Encuentro de Investigación del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales



Tabla 6. Variable respuesta de DQO, expresada en términos de % de eficiencia de remoción al final de cada experimento.

EXP	VARIABLES DE CONTROL				% eficiencia de remoción de DQO		
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO	Ti RuO ₂
1	4	2.67	57.6	1	2.10	22.17	17.73
2	4	3.67	39.6	1.5	15.42	19.96	31.45
3	4	4.67	76.8	2	21.71	22.64	33.06
4	6	2.67	39.6	2	17.98	18.59	16.53
5	6	3.67	76.8	1	43.18	16.94	34.15
6	6	4.67	57.6	1.5	41.44	44.29	26.57
7	8	2.67	76.8	1.5	24.67	22.70	17.98
8	8	3.67	57.6	2	27.76	33.13	20.32
9	8	4.67	39.6	1	48.85	47.36	33.71

Es importante destacar que la diferencia entre cátodo de hierro y de grafito en eficiencias corresponde a 1.5%; por lo que se pueden utilizar indistintamente. Le sigue una eficiencia de 44.29% al trabajar con el mismo voltaje (4.67 V) durante 6 horas (A₂) y distancia de 1.5 cm (D₂) entre electrodos con cátodo de grafito (R₂).

Con eficiencia de 43.18% sigue un cátodo de hierro pero en menos tiempo (6h) y menor voltaje (3.67 V) y distancia entre electrodos de 1 cm pero con mayor flujo (76.8 L/h). Bajo las mismas condiciones se obtiene la mayor eficiencia de remoción de DQO pero con un cátodo de Ti|RuO₂ en toda la serie de experimentos realizados, solamente un máximo de 34.15% (menos del 40% de eficiencia), lo que sugiere descartar este cátodo. Por último con cátodo de hierro en el mismo tiempo (6h) pero con mayor voltaje (4.67 V) y menor flujo (57.6 L/h) y distancia de 1.5 cm se obtiene un 41.44% de eficiencia. Para elegir los cinco mejores experimentos, se utilizó el criterio de eficiencia de remoción >40%. De esta manera resultan mejor los cátodos de hierro y grafito bajo diferentes condiciones de tiempo (entre 6 y 8h), voltajes entre 3.67 y 4.67 V; flujos desde el mínimo hasta el máximo y distancias de 1 y 1.5 cm. Para el criterio de evaluación de optimización de la EC: obtener simultáneamente la mayor remoción de DQO y mayor porcentaje de remoción de fósforo, se observa que en los experimentos 16, 25 y 26 coinciden en ambos parámetros (ver tablas 6 y 7).

Tabla 7. Variable respuesta de fósforo, expresada como fosfatos (PO₄³⁻) en términos de % de eficiencia de remoción al final de cada experimento.

EXP	VARIABLES DE CONTROL				% eficiencia de remoción de fósforo		
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO	Ti RuO ₂
1	4	2.67	57.6	1	8.54	17.83	9.41
2	4	3.67	39.6	1.5	15.77	6.50	11.90
3	4	4.67	76.8	2	1.51	6.92	18.13
4	6	2.67	39.6	2	12.76	6.28	1.49
5	6	3.67	76.8	1	52.82	70.98	80.16
6	6	4.67	57.6	1.5	82.90	69.96	29.99
7	8	2.67	76.8	1.5	18.32	9.04	56.54
8	8	3.67	57.6	2	5.35	33.09	13.87
9	8	4.67	39.6	1	77.99	90.13	71.68





En la eficiencia de remoción de fósforo (PO_4^{3-}) (tabla 7) se observa que la mayor eficiencia (90.13%) se obtiene con cátodo de grafito a 8 h, voltaje de 4.67 V y distancia de 1 cm; seguido del cátodo de Fe con 82.90% en un tiempo de 6 h, voltaje de 4.67 V y 1.5 cm de distancia entre electrodos destacando aquí que la distancia también juega un papel muy importante en el tratamiento. Posteriormente con un 80.16% un cátodo de ÓxR/Ti en tiempo de 6 h, aplicando voltaje de 3.67 V y 1 cm de distancia entre electrodos; cabe mencionar que el incrementar el voltaje (hasta 4.67 V) para este material puede ocasionar una redisolución tanto de la materia orgánica como del fósforo removido, ya que en 6 h hay mayor remoción (80.16%) que a las 8 h (71.68%). Este mismo comportamiento se podría estar presentando en el hierro ya que disminuye de 82.90 a 77.99%. El utilizar un cátodo de grafito resulta mejor para la remoción de fósforo, ya que se tiene $\approx 10\%$ más de eficiencia de remoción cuando se compara con los cátodos de hierro y $\text{Ti}|\text{RuO}_2$ ambos con un $\approx 80\%$ de eficiencia.

Se analizó también la pérdida de Al por diferencia de peso del ánodo al inicio y final de cada uno de los 27 experimentos, obteniendo los resultados que se muestran en la tabla 8. Al igual que en los casos anteriores se eligieron cinco experimentos, los cuales presentan una disolución de aluminio mayor a 1.5 g/L. Los experimentos 25, 26 y 27 son los que presentan mayor disolución 5.96, 4.71 y 5.54 g/2L, respectivamente; se corresponden con los tres cátodos en estudio Fe, Gra y Ti. Estos necesitan un tiempo de 8 h, un voltaje máximo de 4.67 V y una distancia mínima de 1 cm entre electrodos. Para este parámetro evaluado el experimento 25 coincide con la mayor remoción de DQO, no así para el de mayor remoción de fósforo, que corresponde al experimento 26; ya que ocupa el tercer sitio (4.71 g/2L). En el caso del cátodo de Ti, el cual presenta una disolución de 5.54 g/2L podría corroborarse que al existir mayor disolución de aluminio, esté ocurriendo una redisolución de la materia orgánica y del fósforo o existe un exceso de Al^{3+} disuelto que no alcanza a formar los polihidróxidos viéndose afectada la eficiencia de remoción de DQO (33%) y fósforo (72%).

Cabe resaltar que en este sentido es conveniente que la disolución anódica sea la menor posible por cuanto se encarecería el proceso de la EC.

Tabla 8. Disolución del ánodo de Aluminio al final del proceso de electrocoagulación, g/2L.

EXP	VARIABLES DE CONTROL				Aluminio disuelto (g/2L)		
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO	$\text{Ti} \text{RuO}_2$
1	4	2.67	57.6	1	1.08	0.68	1.02
2	4	3.67	39.6	1.5	1.59	1.10	1.32
3	4	4.67	76.8	2	1.60	1.39	1.62
4	6	2.67	39.6	2	1.15	0.88	1.21
5	6	3.67	76.8	1	3.20	2.34	3.22
6	6	4.67	57.6	1.5	2.89	2.08	2.17
7	8	2.67	76.8	1.5	1.95	1.42	1.96
8	8	3.67	57.6	2	2.11	1.46	2.21
9	8	4.67	39.6	1	5.96	4.71	5.54

En la tabla 8a se muestran los resultados de disolución de aluminio para las mayores remociones de DQO, en color rojo se resaltan los que coinciden con la mayor disolución del electrodo de aluminio y en color azul los que coinciden con el menor desgaste del ánodo. Puede observarse que para la mayor remoción de DQO (48%) se necesita mayor cantidad de aluminio disuelto, cumpliéndose para el experimento 25 (5.96 g/2L) y para el experimento 26 con una disolución de 4.71 g/2L y una remoción muy similar de DQO de 48-47%, ambos experimentos bajo las mismas condiciones, pero con diferentes tipos de materiales (cátodos



hierro y grafito respectivamente). Es importante remarcar que las variables de control como el voltaje (B), el tiempo de tratamiento (A) y la distancia entre electrodos (D) juegan un papel muy importante en el proceso de optimización. No así para la variable C ya que podría funcionar bajo cualquier nivel.

Tabla 8a. Disolución de aluminio para los experimentos con mayor remoción de DQO.

EXP	VARIABLES DE CONTROL				Al ³⁺ disuelto & % eficiencia de DQO		
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO	Ti RuO ₂
13	6	3.67	76.8	1	3.20*	-	-
16, 17	6	4.67	57.6	1.5	2.89	2.08	-
25, 26	8	4.67	39.6	1	5.96*	4.71*	-

Tabla 8b. Disolución de aluminio para el mayor % de remoción de fósforo.

EXP	VARIABLES DE CONTROL				Al ³⁺ disuelto & % de eficiencia en PO ₄ ³⁻		
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO	Ti RuO ₂
15	6	3.67	76.8	1	-	-	3.22*
16	6	4.67	57.6	1.5	2.89	-	-
25, 26, 27	8	4.67	39.6	1	5.96*	4.71*	5.54*

*Valores que coinciden con la máxima cantidad de Al³⁺ disuelto

En la tabla 8b se muestran resultados de disolución de aluminio para las mejores eficiencias de remoción de fósforo. Puede observarse que al utilizar un cátodo de grafito se logra remover hasta un 90% de fósforo, sin embargo no coincide con la mayor cantidad de aluminio disuelto ya que sólo se alcanza a disolver 4.71 g/2L. Posteriormente con una remoción del 83% utilizando un cátodo de hierro se disuelve únicamente 2.89 g/2L de aluminio, ambos experimentos se realizaron con el valor máximo en voltaje, pero con diferentes tiempos de tratamiento y distancia entre electrodos.

En la tabla 9 se muestran los resultados de variaciones del pH al final del experimento. El pH presentó una gran variación a través de cada experimento. Estas variaciones están determinadas por el tipo de material utilizado como cátodo así como el tiempo de tratamiento. Al utilizar un cátodo de Óx.R/Ti durante 4 h el intervalo de pH se mantiene entre 7 y 8, con un electrodo de grafito por debajo de 7 unidades de pH y en el caso del hierro el pH varía de 7 a 7.5. El voltaje (B) incide notablemente en el pH ya que al aumentar el tiempo pero manteniendo la variable B en el nivel más bajo el pH se mantiene por debajo de 7 para los tres materiales, con mayor voltaje y mayor tiempo el pH se incrementa por encima de 8.5 unidades hasta 9.1, tras aplicar el tratamiento durante 8 horas se presenta un comportamiento similar al nivel más bajo de la variable B y posteriormente se incrementa por encima de 8.5.





Tabla 9. Resultados de pH al termino de cada experimento.

SERIE	VARIABLES DE CONTROL				pH		
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO	Ti/RuO ₂
1	4	2.67	57.6	1	6,93	5,96	7,15
2	4	3.67	39.6	1.5	7,50	6,85	7,54
3	4	4.67	76.8	2	7,48	6,79	7,76
4	6	2.67	39.6	2	7,02	6,04	6,83
5	6	3.67	76.8	1	8,71	8,56	8,82
6	6	4.67	57.6	1.5	8,95	8,42	9,10
7	8	2.67	76.8	1.5	7,97	6,70	7,44
8	8	3.67	57.6	2	7,81	6,53	7,75
9	8	4.67	39.6	1	9,03	8,86	8,94

En la tabla 10 se muestran los valores de pH, que pertenecen a la máxima disolución del electrodo de sacrificio (ánodo). Al igual que en la remoción de fósforo se observa que para lograr la máxima disolución se requieren valores de pH entre 8.7 y 9.

Tabla 9. Valores de pH cuando se tiene la mayor disolución de aluminio.

EXP	VARIABLES DE CONTROL				Al ³⁺ disuelto & % de eficiencia en PO ₄ ³⁻		
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO	Ti/RuO ₂
15	6	3.67	76.8	1	8.71	-	8.82
25, 26, 27	8	4.67	39.6	1	9.03	8.86	8.94

Una vez obtenidos los datos se realizó un análisis de varianza considerando primero las variables junto con el factor ruido; primero se realizó el análisis para la DQO y los resultados se muestran en la tabla 11. Se observa que el factor B (voltaje) es el que presenta mayor contribución individual a las variaciones de las señales de respuesta, con un porcentaje de 41.95 %; seguido del factor tiempo (A) con 14.98%. Esto quiere decir, que para obtener buenas eficiencias de remoción en la carga orgánica el voltaje a aplicar así como el tiempo de tratamiento, son los factores más importantes a considerar ya que tienen mayor efecto en la remoción. También se observa que el tipo de material utilizado como cátodo no tiene un efecto significativo en la remoción de carga orgánica ya que su contribución es mínima (0.05%).

En la figura 1 se muestra el efecto individual de cada factor sobre la variable a optimizar. Considerando que trabajamos bajo el criterio de mayor es mejor, se pueden definir los niveles de cada factor para trabajar y obtener las mayores eficiencias de remoción de DQO, tomando en cuenta aquellos que se muestren por encima de la línea de tendencia de los datos. En este caso corresponde a la combinación A3-B3-C2-D1 y para el factor Ruido sería R2 (grafito). Esto quiere decir, que para tener los mayores porcentajes de eficiencia de remoción de carga orgánica se debe trabajar a tiempo de 8 h (**A3**), voltaje de 4.67 V (**B3**), flujo de 57.6 L/h (**C2**) y distancia entre electrodos de 1 cm (**D1**). El material catódico que pudiera dar mejor respuesta es el de grafito (**R2**). Al analizar nuevamente la tabla 2 (matriz del diseño experimental), se observa que ningún experimento se realizó bajo esas condiciones: **A3, B3, C2, D1, R2** por tanto corresponde analizar los resultados a obtener en experimentos confirmatorios. El análisis de varianza a cualquier nivel del factor ruido (es decir a cualquier material catódico) para visualizar el efecto de cada factor bajo optimización





para la remoción de DQO se muestra en la tabla 12. El análisis demuestra que el factor B (voltaje) es el que presenta mayor contribución al sistema con 38.27%; seguido del factor tiempo (A) con 23.25%. Se puede reafirmar, que para obtener buenas eficiencias de remoción en la DQO el voltaje a aplicar así como el tiempo de tratamiento, son los factores más importantes a considerar ya que tienen mayor efecto en la remoción. En la figura 2 se muestra el efecto de cada factor sobre el % de eficiencia de remoción de DQO. Una vez definidos los niveles de cada factor se obtuvieron las mayores eficiencias de remoción de DQO, que en este caso corresponde a la combinación **A3-B3-C2-D2**. Para tener los mayores porcentajes de eficiencia de remoción de carga orgánica se debe trabajar a tiempo de 8 h (**A3**), voltaje de 4.67 V (**B3**), flujo de 57.6 L/h (**C2**) y distancia entre electrodos de 1.5 cm (**D2**). Al revisar la matriz de diseño experimental, se observa que ningún experimento se realizó bajo esas condiciones.

Tabla 11. Análisis de varianza del efecto principal de cada factor, así como del factor ruido. Remoción de DQO

Fuente de variación	Grados Libertad	Desv Est (S)	Varianza	F	S ²	% Cont. Factores
TIEMPO (horas)	2	511,77	255,89	37,11	497,98	14,98
VOLTAJE (Volts)	2	1408,06	704,03	102,12	1394,27	41,95
FLUJO (L/h)	2	13,79	6,89	1,00	1,61	0,02
DISTANCIA (cm)	2	167,09	83,55	12,12	153,3	4,61
RUIDO	2	15,62	7,81	1,13	1,83	0,05
e1	16	1207	75,44	10,94	1096,69	33
e2	0	0,00				
e	2	13,79	6,89		179,25	5,39
TOTAL	26	3323,33	127,82			100,00

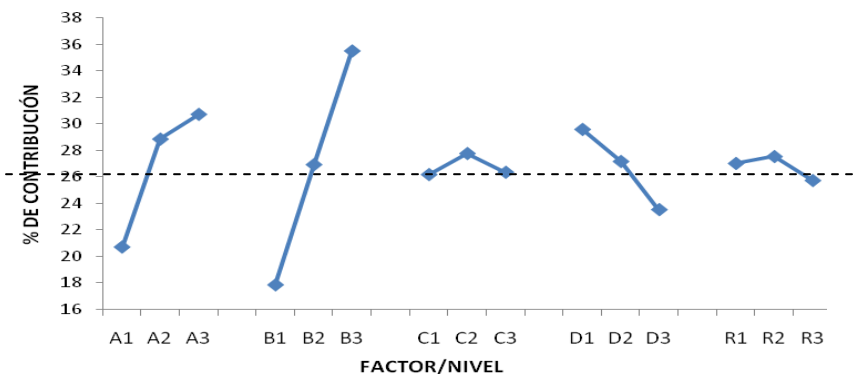


Figura 1. Variación de factores y niveles incluyendo el factor Ruido, en el análisis de respuesta % de eficiencia en la remoción de DQO (mayor es mejor).



Tabla 11. Análisis de varianza del efecto principal de cada factor. Remoción de DQO

Fuente de variación	Grados Libertad	Desv Est (S)	Varianza	F	S ²	% Cont. Factores
TIEMPO (horas)	2	95,25	47,63	3,64	69,09	23,25
VOLTAJE (Volts)	2	139,87	69,94	5,35	113,71	38,27
FLUJO (L/h)	2	35,89	17,94	1,37	9,73	3,27
DISTANCIA (cm)	2	26,16	13,08	1,00	7,09	2,38
e1	0	0,00				
e2	0	0,00				
e	2	26,16	13,08		104,63	32,83
TOTAL	8	297,17	37,15			100,00

De igual forma, los datos correspondientes al % de eficiencia en la remoción de fósforo, los cuales se muestran en la tabla 13. Al valorar la contribución de cada factor incluyendo el Ruido se observa que el factor D (distancia) es el de mayor contribución al sistema, 33.19 %; seguido del factor tiempo (A) y el voltaje (B) con 26.82 y 21.81% respectivamente. Esto quiere decir, que para obtener buenas eficiencias de remoción de fósforo se debe considerar la distancia entre electrodos (ánodo|cátodo), el tiempo de tratamiento y el voltaje a aplicar. En la figura 3 se muestra el efecto individual de cada factor considerando el criterio de mayor es mejor. En este caso corresponde a la combinación de trabajo a un tiempo de 6 h (**A2**), voltaje de 4.67 V (**B3**), flujo de 76.8 L/h (**C3**) y distancia entre electrodos de 1 cm (**D1**). El material que pudiera dar mejor respuesta es el de grafito (**R2**). En la matriz de diseño experimental, se observa que ningún experimento se realizó bajo esas condiciones: **A2, B3, C3, D1, R2**.

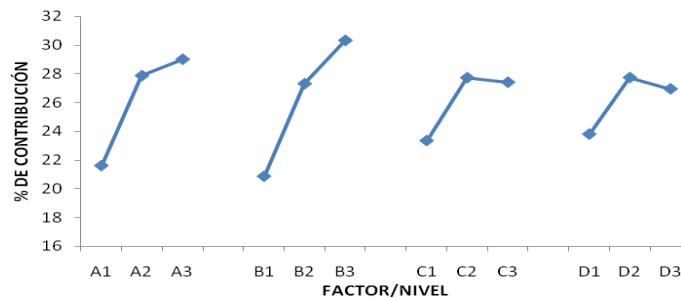


Figura 2. Variación de factores y niveles independientes del ruido en el análisis de respuesta: % de eficiencia en la remoción de DQO (mayor es mejor).



Tabla 13. Análisis de varianza del efecto principal de cada factor, así como del factor ruido. Remoción de fósforo.

Fuente de variación	Grados Libertad	Desv Est (S)	Varianza	F	S ²	% Cont. Factores
TIEMPO (horas)	2	6508,04	3254,02	96,89	6440,87	26,82
VOLTAJE (Volts)	2	5305,85	2652,93	79,00	5238,68	21,81
FLUJO (L/h)	2	105,27	52,64	1,57	38,11	0,16
DISTANCIA (cm)	2	8037,85	4018,92	119,67	7970,68	33,19
RUIDO	2	67,17	33,58	0,03	14,48	0,06
e1	16	3992,64	249,54	7,43	3455,31	14,32
e2	0	0,00	0,00			
e	2	67,17	33,58		873,16	3,64
TOTAL	26	24016,82	923,72			100,00

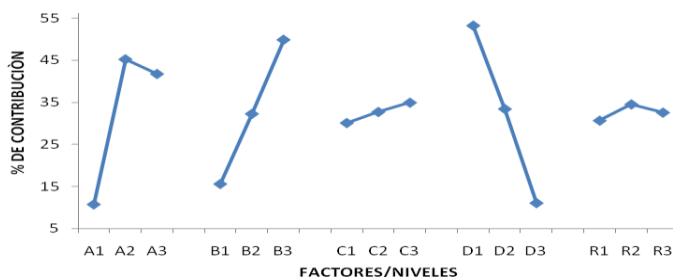


Figura 3. Variación de factores y niveles en el análisis de respuesta: % de Remoción de fósforo (mayor es mejor).

El análisis de varianza sin el factor ruido se presenta en la tabla 14 para visualizar el efecto de cada factor; se observa que existe una mayor individual del factor D (distancia entre electrodos) con un porcentaje de 62.01%; seguido del factor tiempo (A) con 20.33% y con menor influencia en el tratamiento el voltaje aplicado, 14.37%.

En la figura 4 se muestra el efecto de cada factor sobre el % de eficiencia de remoción de fósforo. Con los niveles definidos en cada factor se obtuvieron las mayores eficiencias de remoción de fósforo, en este caso corresponde a la combinación **A3-B3-C1-D1**. Es decir, para tener los mayores porcentajes de eficiencia de remoción de fósforo se debe trabajar a tiempo de 8 h (**A3**) voltaje de 4.67 V (**B3**), flujo de 39.6 L/h (**C1**) y distancia entre electrodos de 1.0 cm (**D1**). Se observa que esta combinación experimental ya se realizó para los tres materiales catódicos y se corresponde a los experimentos 25-27. Como se observó, en la figura 3, trabajando a ruido 2 (cátodo de grafito) se obtiene el mejor resultado en remoción de fósforo (90.13%).

Esto indica que no es posible que exista otra combinación de variables y niveles que permita mayores % de remoción. Para comprobarlo se realizaron 4 experimentos confirmatorios, en donde se probaron las siguientes combinaciones para encontrar la mejor respuesta: **A3-B3-C2-D2**, **A3-B3-C2-D1** y **A3-B3-C1-D2**, también la combinación **A3-B3-C1-D1** ya realizada en la corrida 9 y que corresponde a los experimentos 25 y 26 con los materiales de hierro y grafito. En cada caso se deberá obtener como % de eficiencia de remoción de DQO $\geq 49\%$;



% remoción de fósforo $\geq 90\%$ y con las menores cantidades posibles de disolución anódica (entre 1-3 g/L), es decir, entre 3-10% m/m de pérdida anódica. En la tabla 15 se muestran los resultados bajo las condiciones encontradas en el análisis estadístico y utilizando los cátodos de hierro y grafito. Se encontró que al utilizar hierro bajo las condiciones **A3-B3-C2-D1**(8h, 4.67V, 57.6L/h y 1 cm) se puede alcanzar una eficiencia de remoción de DQO de 63%, mejorando de manera significativa el % de eficiencia encontrado. Con el mismo cátodo pero a diferente flujo y distancia (**A3-B3-C1-D2**) se obtuvo 60% de eficiencia. Se puede decir que para tener mayor eficiencia de remoción de DQO se necesita mayor flujo pero menor distancia entre electrodos. Con el cátodo de grafito se obtuvo un máximo de 46% de eficiencia bajo las mismas condiciones que el hierro con 63% de eficiencia (**A3-B3-C2-D1**), no cumpliendo con lo estipulado: % de eficiencia de remoción de DQO $\geq 49\%$. Esto permite descartar el material de grafito para la depuración del lactosuero por medio de EC, ya que la eficiencia de remoción de DQO en todos los experimentos confirmatorios es menor al 49% de eficiencia.

Tabla 14. Análisis de varianza del efecto principal.

Fuente de variación	Grados Libertad	Desv Est (S)	Varianza	F	S ²	% Cont. Factores
TIEMPO (horas)	2	209.03	104.52	25.68	200.89	20.33
VOLTAJE (Volts)	2	150.10	75.05	18.44	141.96	14.37
FLUJO (L/h)	2	8.14	4.07			
DISTANCIA (cm)	2	620.95	310.47	76.28	612.81	62.00
e1	0	0.00				
e2	0	0.00				
e	2	8.14	4.07		32.56	3.30
TOTAL	8	988.22	123.53			100,00

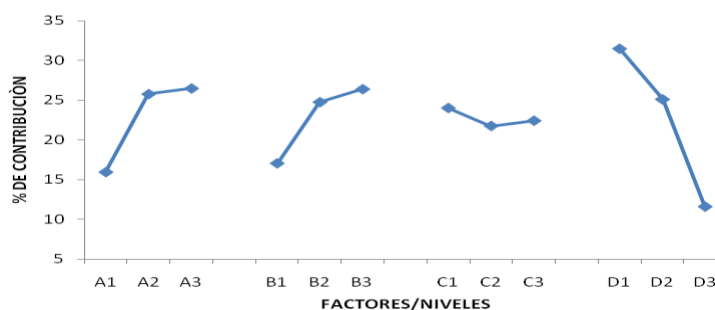


Figura 4. Variación de factores y niveles independientes del ruido en el análisis de respuesta: % de Remoción de fósforo (mayor es mejor).

Respecto a la eficiencia de remoción de fósforo se corroboró que las mejores condiciones corresponden a las ya realizadas en la corrida 9 (**A3-B3-C1-D1**) y que no hay otras condiciones que puedan superar lo establecido anteriormente para los experimentos confirmatorios: % de remoción de fósforo $\geq 90\%$. En este caso vuelve a ser el material de grafito el que mayor eficiencia de remoción presentó 83.83% con las condiciones: **A3-B3-C1-D2**; seguido del hierro con un 83.22% de eficiencia y con otras condiciones **A3-B3-C2-D1**, pero con una diferencia mínima de 0.6%. A partir de estos resultados pudiera entonces descartarse el material de hierro para ser utilizado como cátodo, sin embargo en este caso



se pretende lograr un objetivo simultáneo: mayor % de eficiencia de remoción de DQO y mayor % de eficiencia de remoción de fósforo; lo que significa que, el hierro puede utilizarse como la mejor opción. Logrando ambas eficiencias con la misma condición de trabajo: **A3-B3-C2-D1** (8h, 4.67V, 57.6L/h y 1 cm), descartando por completo así el material de grafito.

La menor disolución del ánodo (aluminio), se refleja en bajas eficiencias de remoción de DQO; no así en remoción de fósforo, donde se requiere 4.71 g/2L para un 90% de remoción. Otra de las premisas era obtener las máximas eficiencias de remoción con la menor disolución del ánodo, sin embargo no se cumple, ya que se requieren 6.86 g Al/2L para lograr el 63% de eficiencia de remoción de DQO y 83% de remoción de fósforo. No es posible bajo este esquema tener la mínima disolución con las máximas eficiencias, ya que para lograr buena remoción de DQO se requiere mayor cantidad de aluminio.

Tabla 15. Condiciones experimentales para experimentos confirmatorios y su respuesta en % de eficiencia de remoción de DQO y fósforo.

CONDICIONES EXPERIMENTALES					% Eficiencia remoción DQO	
	VARIABLES DE CONTROL				RUIDO	
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO
A3-B3-C2-D2	8	4.67	57.6	1.5	41.97	19.91
A3-B3-C2-D1	8	4.67	57.6	1	63.02	45.58
A3-B3-C1-D2	8	4.67	39.6	1.5	60.24	35.97
A3-B3-C1-D1	8	4.67	39.6	1	48.85	47.36

					% de remoción de Fósforo	
	VARIABLES DE CONTROL				RUIDO	
	A	B	C	D	HIERRO	GRAFITO
A3-B3-C2-D2	8	4.67	57.6	1.5	46.57	4.72
A3-B3-C2-D1	8	4.67	57.6	1	83.22	78.98
A3-B3-C1-D2	8	4.67	39.6	1.5	79.15	83.83
A3-B3-C1-D1	8	4.67	39.6	1	77.99	90.13

CONCLUSIONES

* Los experimentos 25, **26** y **17** presentaron la mejor remoción de carga orgánica con un 49, 47 y 44% respectivamente. Estos experimentos difieren en el factor A, ya que toman el nivel 2 y 3; ambos coinciden en el máximo nivel del factor B (**B3**) no así para el flujo (**C2**) y (**C1**) y la distancia (**D2**) y (**D1**). Utilizando hierro y grafito como cátodos. Con cátodo de Ti/RuO₂ las eficiencias de remoción de DQO son < 40% (\cong 34%). Este material se descarta y que a su vez es el más costoso.

* A partir del análisis estadístico se encontró que el arreglo **A₃, B₃, C₂, D₂, R₂** debe ser aquel que permita alcanzar remociones de la DQO iguales o superiores al 49%. Estos ha de ser utilizando las condiciones de 8h, 4.67 V, Flujo de 57.6 L/h y una distancia de 1.5 cm con un material de Grafito.

* Para la mayor remoción de fósforo los experimentos **26**, **16** y **17** presentaron un 90, 83 y 80% respectivamente. Estos difieren en el factor A, que toman el nivel 2 y 3 nuevamente, ambos coinciden en el máximo nivel del factor B (**B3**) no así para el flujo (**C2**) y (**C1**) y la distancia (**D2**) y (**D1**). Utilizando también hierro y grafito como cátodos. Se remarcan en negritas los resultados de los experimentos **17** y **26** que coinciden para ambas respuestas a optimizar y los objetivos propuestos, simultáneamente.



* Con el análisis estadístico se encontró que el arreglo **A₃, B₃, C₁, D₁, R₂** debe ser igual o mayor al 90% encontrado a través de la matriz de diseño experimental en la eficiencia de remoción de fósforo. Utilizando las condiciones de 8h, 4.67 V, Flujo de 57.6 L/h y distancia de 1 cm con cátodo de Grafito. Esta experiencia se corresponde con el experimento **26**.

* A partir de los experimentos confirmatorios se encontró que el mejor arreglo para realizar la EC corresponde a los materiales de aluminio (ánodo) y hierro (cátodo). Esto se afirma sobre la base de haber encontrado la mejor combinación con la mejor respuesta: **A₃-B₃-C₂-D₁** (8h, 4.67V, 57.6L/h y 1 cm), que se cumple con ambos parámetros estipulados, mayor eficiencia de remoción de DQO (63%), aunque no con la mayor eficiencia de remoción de fósforo, pero si la mejor con este material (83%).

BIBLIOGRAFÍA

1. Adhoum, N. and Monser, L. (2004). Decolourization and removal of phenolic compounds from olive mill wastewater by electrocoagulation. In: Chemical Engineering and Processing. Vol. 43, No. 10; p.1281-1287.
2. ANTM 3071. (1993). Analysis of variance using Taguchi Methods. Copyright 1987-1993. Advanced Systems and Desings, Ica. Certified by the American Supplier Institute, Inc. Version 2.5.
3. Arango, A., Garcés, L. F. (2009). Influencia de la conductividad eléctrica en la electrocoagulación de aguas residuales de la industria láctea. Producción + Limpia – Julio-Diciembre, Vol.4, No.2:54-64.
4. Bond, M.; S. Kratsis and S. Mitchell, (1997) *J. Analyst* 122, 1147.
5. Butler, E., Tse, Y. T., Yu-Li, T., Suleiman, M. (2011). Electrocoagulation in Wastewater Treatment. Review. Water, 3:495-525.
6. Cesatrone, John. (2001). The Power of Taguchi. IIE Solutions, November, pp. 36-40.
7. Chen, G.; Chen, X.; and Yue , P. L.(2000). Electrocoagulation and electroflotation of restaurant wastewater. In: Journal of environmental engineering. Vol. 126, No. 9; p. 858-863.
8. Chuaqui, P. S., Wittig de Penna, E., Villarroel, M. (2004). Método de Taguchi para optimizar calidad de postres funcionales destinados al adulto mayor y estudio de prefactibilidad técnico – económica. Rev. Chil. Nutr., vol.31, n.2:118-127.
9. Donoso, A., M. Carballa, G. Ruiz and R. Chamy.(2009).Treatment of low strength sewage with high suspended organic matter content in an anaerobic sequencing batch reactor and modeling application. Electronic Journal of Biotechnology 12(3):1-10.
10. Guerrero-Haberl, J. M.,Ramírez-Perúll, A. L., Puente-Vidall, W. (2011). Caracterización del suero de queso blanco del combinado lácteo Santiago de Cuba. Tecnología Química, 31(3):93-100.





11. Medina, P. D., Cruz, E. A., Restrepo, J. H. (2007). Aplicación del modelo de experimentación Taguchi en un ingenio azucarero del Valle del Cauca. *Scientia et Technica*. Universidad Tecnológica de Pereira. ISSN 0122-1701 337. Año XIII, No 34:337-341.
12. Morante, G. (2002). Electrocoagulación de aguas residuales. En: *Revista Colombiana de Física*. Universidad Nacional de Colombia. Manizales. Vol. 34, No. 2; p.484-487.
13. NMX-F-509-1988. (1988). Norma mexicana. Alimentos. Determinación de lactosa en leche Reconstituída. Método de Lane y Eynon.
14. NMX-AA-029-SCFI-2001 (2001). Norma Mexicana. Análisis de agua – Determinación de la demanda Química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – Método de prueba.
15. NMX-AA-030-SCFI-2001. (2001). Norma Mexicana. Análisis de agua – Determinación de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – Método de prueba.
16. NMX-AA-034-SCFI-2001. (2001). Norma mexicana. Análisis de agua – Determinación de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – Método de prueba.
17. Parra, R. A. (2010). Digestión Anaerobia de Lactosuero: Efecto de Altas Cargas Puntuales. *Rev.Fac.Nal.Agr.Medellín* 63(1): 5385-5394.
18. Ravella, R., Ganesh, C., Shetty, R., Hobbs, P. J. (2008). La metodología de Taguchi como herramienta estadística para los usos biotecnológicos: Una valoración crítica. *Diario de la biotecnología* 3:510-523.
19. Sreenivas, R., Prakasham, R. S., Krishna, K., Rajesham, S., Sarma, L. (2004). Producciones del Xylitol de Venkateswar Rao (por el SP de Candida): Optimización del parámetro usando el acercamiento de Taguchi, *Bioquímica de proceso*, 39:951–956.

