

# PORTADA EXTERNA

Raúl Samir Saleme Osornio

“SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE UN COMPÓSITO  
NANOESTRUCTURADO DE QUITOSANO-MAGNETITA-CÁSCARA DE  
PLÁTANO PARA ADSORCIÓN DE METALES PESADOS”

2019



Universidad Autónoma de Querétaro

Facultad de Ingeniería



“SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE UN  
COMPÓSITO NANOESTRUCTURADO DE QUITOSANO-  
MAGNETITA-CÁSCARA DE PLÁTANO PARA ADSORCIÓN DE  
METALES PESADOS”

## TESIS

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de:

INGENIERO EN NANOTECNOLOGÍA

### Presenta:

Raúl Samir Saleme Osornio  
Expediente: 219595

### Dirigido por:

Dr. Eduardo Arturo Elizalde Peña

Centro Universitario

Querétaro, Qro.

Mayo de 2019



Universidad Autónoma de Querétaro  
Facultad de Ingeniería



“SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE UN COMPÓSITO  
NANOESTRUCTURADO DE QUITOSANO-MAGNETITA-CÁSCARA DE  
PLÁTANO PARA ADSORCIÓN DE METALES PESADOS”

**TESIS**

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de:

INGENIERO EN NANOTECNOLOGÍA

**Presenta:**

Raúl Samir Saleme Osornio

**Dirigido por:**

Dr. Eduardo Arturo Elizalde Peña

Dr. Eduardo Arturo Elizalde Peña

Presidente

\_\_\_\_\_

Firma

Dra. Beatriz Liliana España Sánchez

Secretario

\_\_\_\_\_

Firma

Dr. José Alberto Rodríguez Morales

Vocal

\_\_\_\_\_

Firma

Dr. Carlos Guzmán Martínez

Suplente

\_\_\_\_\_

Firma

Centro Universitario  
Querétaro, Qro.  
Mayo 2019  
México



Universidad Autónoma de Querétaro  
Facultad de Ingeniería



**"SÍNTESIS, CARACTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE UN COMPÓSITO  
NANOESTRUCTURADO DE QUITOSANO-MAGNETITA-CÁSCARA DE  
PLÁTANO PARA ADSORCIÓN DE METALES PESADOS"**

**TESIS**

Que como parte de los requisitos para obtener el grado de:

**INGENIERO EN NANOTECNOLOGÍA**

**Presenta:**

**Raúl Samir Saleme Osornio**

**Dirigido por:**

**Dr. Eduardo Arturo Elizalde Peña**

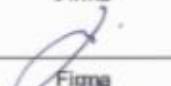
Dr. Eduardo Arturo Elizalde Peña  
Presidente

  
Firma

Dra. Beatriz Liliانا España Sánchez  
Secretario

  
Firma

Dr. José Alberto Rodríguez Morales  
Vocal

  
Firma

Dr. Carlos Guzmán Martínez  
Suplente

  
Firma

Centro Universitario  
Querétaro, Qro.  
Mayo 2019  
México

## RESUMEN

En la actualidad, la naturaleza y los seres humanos se encuentran amenazados entre otras cosas por la presencia de metales pesados disueltos en el agua tanto de desecho como de uso humano, esto es debido a que este tipo de contaminación puede ser ocasionada ya sea por la misma naturaleza o más comúnmente por actividades antropogénicas. Como es sabido estas sustancias son de difícil detección ya que en general se encuentran como iones que son solubles en el agua y no suelen generar marcadores para su detección como color u olor debido a que se encuentran en cantidades muy pequeñas, sin embargo, esto no significa que su toxicidad sea menor.

Hoy en día según la Norma Oficial Mexicana “NOM-001-ECOL-1997” metales como Cobre, Níquel, Zinc, Plomo, etc. pueden estar presentes en determinadas cantidades en el agua de descarga a suelos, ríos, embalses naturales y aguas costeras. Uno de los mayores problemas que se generan al verter agua contaminada con metales pesados es la acumulación de estos metales por los seres vivos lo cual desencadena problemas de salud pública. Los metales pesados son sustancias que son bioacumulables y biomagnificables lo cual significa que los organismos los acumulan y que esta acumulación va incrementándose de acuerdo con la posición de los seres vivos en la cadena alimenticia, es decir, mientras más arriba se esté de la cadena mayor será la acumulación de los metales en él organismo.

En este proyecto de tesis se presenta el uso de un compósito nanoestructurado a base de Quitosano-Magnetita-Cáscara de plátano para la remoción de iones de metales pesados del agua por medio de adsorción. La razón de esto recae en que el método de adsorción es uno de los procesos de remoción más amigables cuando de medio ambiente se trata, ya que no es necesario agregar sustancias químicas a los efluentes que se están tratando, como es el caso de la precipitación química además de tener un menor costo comparada con la electrodeposición.

Para llevar a cabo esto, se hace uso de los conocimientos previos tanto del quitosano como de la cáscara de plátano (específicamente de la pectina que contiene) los cuales son materiales con propiedades que permiten la adsorción de iones ya comprobadas, pero con las dificultades de que en el caso del quitosano únicamente se pueden adsorber iones divalentes y en el caso de la cáscara de plátano la dificultad para extraerlo una vez que ha llevado a cabo su tarea de adsorción.

Posteriormente se plantea el desarrollo del compuesto y su caracterización fisicoquímica seguido de pruebas de adsorción para llevar a cabo la evaluación del material y finalmente el diseño de un filtro de uso doméstico que permita reducir la cantidad de iones disueltos en los efluentes.

Por medio de esta investigación se obtienen resultados de gran interés como la capacidad del compuesto para remover iones polivalentes y el aumento de la adsorción con respecto a los materiales previamente reportados.

**Palabras clave:** cáscara de plátano, pectina, magnetita, adsorción, metales pesados, compuesto nanoestructurado.

## **ABSTRACT**

Nowadays, nature and human beings are threatened, among other things, by the presence of heavy metals dissolved in water, both waste and human use, this is because this type of pollution can be caused either by the same nature or more commonly by anthropogenic activities. As it is known these substances are difficult to detect since they are generally found as ions that are soluble in water and do not usually generate markers for their detection as color or odor because they are found in very small quantities, however, this does not mean that its toxicity is less.

Today according to the Official Mexican Standard "NOM-001-ECOL-1997" metals such as Copper, Nickel, Zinc, Lead, among others can be present in certain quantities in the discharge water to soils, rivers, natural reservoirs and coastal waters. One of the biggest problems that arise when we discharge contaminated water by heavy metals is the accumulation of those metals by living beings, which triggers big public health problems. Heavy metals are substances that are bioaccumulable and biomagnificable and this means that organisms accumulate them and that through the food chain the accumulation is increased according to the position of living beings in the food chain, that is, the higher up of the chain the higher is the accumulation of metals in the organism.

In this thesis project, the use of a nanostructured composite based on Chitosan-Magnetite-Banana peel is presented to carry out the removal of the heavy metal ions from water by means of an adsorption. The reason for this lies in the fact that the adsorption method is one of the friendliest ways to remove pollutants when it comes to the environment since it is not necessary to add chemical substances to the effluent that is being treated, as is the case of chemical precipitation and lower cost compared to electrodeposition.

To carry out this is made use of the prior knowledge of both the chitosan and the banana peel (specifically the pectin it contains) which are materials with proven ion adsorption properties, but with the difficulties that in the case of Chitosan can only

adsorb divalent ions and in the case of banana peel the difficulty to extract it once it has carried out its task of adsorption.

After this, is proposed to carry out the development of the composite and its physicochemical characterization, followed by adsorption tests to carry out an evaluation of the material and finally the design of a domestic filter to reduce the amount of dissolved ions in the domestic incoming effluents.

Through this research results of great interest are obtained such as the capacity of the composite to remove polyvalent ions and the increase of the adsorption with respect to the materials previously reported.

**Key words:** banana peel, pectin, magnetite, adsorption, heavy metals, nanostructured composite.

A mi familia, mis amigos, mi grupo de trabajo y profesores por ser la guía para llegar a donde he llegado.

“El logro de un objetivo debe ser el punto de partida de otro.”

Alexander Graham Bell

## **AGRADECIMIENTOS**

A mi familia por el apoyo y enseñanzas que me han brindado en todos los aspectos de mi vida; desde la formación como ser humano hasta lo económico para llevar a cabo mis estudios.

A mi compañera de vida y a mis amigos por los momentos de trabajo, relajo y apoyo incondicional sin los cuales este trayecto habría sido aburrido y más complicado.

Al Dr. Eduardo Arturo Elizalde Peña director de esta tesis y uno de los mejores docentes que he conocido por todo el conocimiento transmitido, así como el apoyo para concretar este proyecto.

A mis sinodales: Dra. Beatriz Liliana España Sánchez, Dr. José Alberto Rodríguez Morales y el Dr. Carlos Guzmán Martínez, así como a mis profesores que fueron quienes se encargaron de transmitir su conocimiento con la intención de formar profesionistas preparados y competentes.

A Gabriela Soto Jiménez por el apoyo brindado a lo largo de la escritura de esta tesis de licenciatura.

Al laboratorio de materiales nanoestructurados y funcionales por ser el lugar donde se llevó a cabo este proyecto de investigación.

Al equipo de trabajo del laboratorio por el apoyo y la convivencia.

A los investigadores: MC Luz María Avilés Arellano, Dr. Juan Francisco Pérez Robles, Dra. Sandra Rivas Gándara y la Dra. Vanessa Vallejo Becerra por el apoyo referente al uso de laboratorios y equipos de laboratorio indispensables para la realización de este proyecto.

Al Programa de Desarrollo Profesional Docente por el apoyo económico en el proyecto 4077665150101 Apoyo a la Incorporación de Nuevos PTC.

## ÍNDICE

RESUMEN .....	I
ABSTRACT.....	III
DEDICATORIA .....	V
AGRADECIMIENTOS.....	VI
ÍNDICE .....	VII
1. CAPITULO I. INTRODUCCIÓN.....	1
2. CAPITULO II. REVISION DE LITERATURA.....	2
2.1. <i>Contaminación del agua</i> .....	2
2.2. <i>Metales pesados</i> .....	2
2.3. <i>Bioacumulación y biomagnificación</i> .....	3
2.4. <i>Métodos de recuperación de metales pesados</i> .....	4
2.5. <i>Biosorción</i> .....	5
2.6. <i>Compósitos y nanocompósitos</i> .....	6
2.7. <i>Quitosano</i> .....	8
2.8. <i>Plátano (Musa x paradisiaca)</i> .....	9
2.8.1. <i>Pectina</i> .....	10
2.9. <i>Magnetita</i> .....	11
2.10. <i>Agua de reuso</i> .....	11
2.10.1. <i>Norma oficial mexicana NOM-003-ECOL-1997</i> .....	12
3. CAPITULO III. OBJETIVOS E HIPÓTESIS.....	14
3.1. <i>Justificación</i> .....	14
3.2. <i>Hipótesis</i> .....	14
3.3. <i>Objetivo</i> .....	15
3.4. <i>Objetivos particulares</i> .....	15
4. CAPITULO IV. METODOLOGÍA .....	16
4.1. <i>Ruta crítica</i> .....	16
4.2. <i>Síntesis del material</i> .....	21
4.3. <i>Materiales empleados</i> .....	21

<b>4.4. Metodología</b> .....	<b>22</b>
<b>4.5. Caracterización física del material</b> .....	<b>24</b>
<b>4.6. Actividad del material</b> .....	<b>25</b>
<b>5. CAPITULO V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> .....	<b>27</b>
<b>6. CAPITULO VI. CONCLUSIONES</b> .....	<b>39</b>
<b>7. REFERENCIAS</b> .....	<b>42</b>
<b>8. APENDICE</b> .....	<b>46</b>
<b>8.1. Difracción de rayos X</b> .....	<b>46</b>
<b>8.2. Dispersión de luz</b> .....	<b>47</b>
<b>8.3. Espectroscopía UV-vis</b> .....	<b>48</b>
<b>8.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)</b> .....	<b>49</b>
<b>8.5. Potencial Z</b> .....	<b>50</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

2.1	Clasificación de materiales compuestos.....	<b>7</b>
2.2	Límites máximos de contaminantes en aguas de reuso según la norma 003-ECOL-1997.....	<b>12</b>
2.3	Límites máximos permisibles para metales pesados agua según la norma 001-ECOL-1996.....	<b>13</b>
5.1	Reflexiones de Bragg características de la magnetita.....	<b>28</b>

## ÍNDICE DE IMÁGENES

2.1	Biomagnificación.....	4
2.2	Molécula de quitosano.....	8
4.1	Diagrama de la metodología empleada para la síntesis del Quitosano-GMA.....	16
4.2	Diagrama de la metodología empleada para la síntesis de Magnetita.....	17
4.3	Diagrama de la metodología empleada para preparar la cáscara de plátano.....	18
4.4	Diagrama de la metodología empleada para la elaboración del nanocompósito.....	19
4.5	Diagrama de la metodología empleada para la adsorción de iones por medio del nanocompósito.....	20
5.1	Difractograma de la magnetita a) difractograma completo, b) ampliación de la señal de mayor intensidad.....	28
5.2	Distribución del tamaño de partícula.....	29
5.3	Microscopía óptica de la cáscara de plátano.....	30
5.4	Preparación de muestras para microscopía electrónica de barrido.....	31

5.5	Microscopía electrónica de barrido de la cáscara de plátano.....	32
5.6	Microscopía electrónica de barrido de la magnetita.....	32
5.7	Microscopía electrónica de barrido del compósito.....	33
5.8	Comportamiento del compósito quitosano-magnetita con cloruro de cobre respecto al tiempo.....	34
5.9	Comportamiento del compósito quitosano-magnetita-cáscara de plátano con cloruro de cobre respecto al tiempo.....	34
5.10	Comparativa del comportamiento del compósito quitosano-magnetita y quitosano-magnetita-cáscara de plátano con cloruro de cobre.....	35
5.11	Comportamiento del compósito quitosano-magnetita con cloruro de plomo respecto al tiempo.....	35
5.12	Comportamiento del compósito quitosano-magnetita- cáscara de plátano con cloruro de plomo respecto al tiempo.....	36
5.13	Comparativa del comportamiento del compósito quitosano-magnetita y quitosano-magnetita-cáscara de plátano con cloruro de plomo.....	36
5.14	Comportamiento del compósito quitosano-magnetita con cloruro férrico respecto al tiempo.....	37
5.15	Comportamiento del compósito quitosano-magnetita- cáscara de plátano con cloruro férrico respecto al tiempo.....	37

5.16	Comparativa del comportamiento del compuesto quitosano-magnetita y quitosano-magnetita-cáscara de plátano con cloruro férrico.....	<b>38</b>
8.1	Diagrama difracción de rayos X.....	<b>46</b>
8.2	Diagrama espectroscopía UV-Vis.....	<b>47</b>
8.3	Diagrama microscopio electrónico de barrido.....	<b>49</b>

## 1. CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

Actualmente uno de los grandes problemas que enfrenta la humanidad es la contaminación de los recursos hídricos. El problema recae principalmente en que el agua accesible para la vida humana es menos del 1% del agua total del planeta. Sin embargo, una gran parte de esta agua se encuentra actualmente contaminada y por lo tanto no es apta para el consumo por los seres vivos.

Uno de los contaminantes mayormente generados tanto de manera natural como por las actividades humanas son los metales pesados. La razón por la cual los metales pesados son tan contaminantes y peligrosos es que son difíciles de detectar debido a que se encuentran disueltos en los efluentes y que incluso en dosis muy bajas son tóxicos, además de que muchos de ellos son bioacumulables.

Existen diversos métodos que son usados para la remoción de los contaminantes de los efluentes. Sin embargo, algunos de ellos no son adecuados para la remoción de los metales pesados y aquellos que lo son pueden ser bastante costosos.

En este trabajo se trata de hacer uso de las capacidades de biosorción del quitosano y de la cáscara de plátano, así como de las propiedades magnéticas de la magnetita que permiten una fácil recuperación del material por medio de un campo magnético en forma de un compósito nanoestructurado quitosano-magnetita-cáscara de plátano. El objetivo es remover los iones de metales pesados del agua por un método amigable con el medio ambiente, por la naturaleza de los materiales y, además, barato ya que la cáscara de plátano es considerada un desecho y es bastante común.

Para lograr lo anterior se pretende diseñar un método que permita generar un compósito cuyo fin es mejorar las propiedades quelantes del quitosano y de la cáscara de plátano a fin de remover iones polivalentes y obtener un material con mejores propiedades adsorbentes a las de los materiales ya existentes.

## **2. CAPÍTULO II. REVISIÓN DE LITERATURA**

### **2.1. Contaminación del agua**

Se considera como agua contaminada al agua que tiene microbios, parásitos o sustancias tóxicas y dañinas para la salud ya sea de los humanos o de los animales en general.

A lo largo de la historia, la calidad del agua potable ha sido un factor determinante del bienestar humano. Las enfermedades propagadas por agua “potable” contaminada con materia fecal diezmaron a la población de ciudades enteras. Incluso, hoy en día, el agua insalubre contaminada por fuentes naturales o humanas sigue causando grandes problemas a las personas que se ven obligadas a usarla, tanto para beber como para la irrigación de hortalizas y otras plantas comestibles crudas.

En la actualidad, la mayor preocupación sobre la seguridad del agua es la presencia potencial de contaminantes químicos. Estos pueden incluir productos químicos orgánicos e inorgánicos y metales pesados, procedentes de fuentes industriales, agrícolas y de la escorrentía urbana. [1]

Aunque más de las tres cuartas partes de la superficie terrestre están cubiertas de agua, sólo es dulce una cantidad inferior al 3%, y de ésta, más de sus tres cuartas partes se encuentran heladas en los polos y glaciares. De la restante, el 99% se localiza bajo la tierra (aguas subterráneas) y sólo un 1% en la superficie. Por tanto, sólo alrededor de una centésima parte del total del agua del planeta está disponible para la vida terrestre. [2] De la cual un gran porcentaje se encuentra actualmente contaminada porque más del 80% de las aguas residuales son vertidas sin tratamiento alguno, según la UNESCO. [3]

### **2.2. Metales pesados**

La contaminación de las fuentes hídricas a causa del incremento de los contaminantes tóxicos provenientes de los efluentes generados por las actividades

antropogénicas es uno de los mayores problemas ambientales a los que se enfrenta el hombre contemporáneo. [4] Entre los principales contaminantes se encuentran los metales pesados debido a las actividades industriales y a la agricultura. Estos constituyen un grupo cercano a los 40 elementos de la Tabla Periódica que tienen una densidad mayor o igual a  $5 \text{ g/cm}^3$ . El rasgo distintivo de la fisiología de los metales pesados es que —aun cuando muchos de ellos son esenciales para el crecimiento como lo son el sodio, potasio, magnesio, calcio, vanadio, hierro, entre otros— se ha reportado que también tienen efectos tóxicos sobre las células, principalmente como resultado de su capacidad para alterar o desnaturalizar proteínas. Además, los metales pesados son sustancias bioacumulables, lo cual incrementa de manera considerable su toxicidad. [5]

Los metales pesados como el plomo, mercurio, cadmio, arsénico, cromo, etcétera son muy dañinos para la salud de los humanos y las diversas formas de vida. [6] Entre las afecciones a la salud originadas por el consumo de trazas de estos elementos tóxicos se destacan: daño al sistema reproductivo, inmune, cardiovascular, nervioso, digestivo e incluso daño celular. [7] Los efectos de los metales pesados sobre el funcionamiento del ecosistema varían considerablemente y son de importancia económica y de salud pública. Entre los mecanismos moleculares que determinan la toxicidad de los metales pesados se encuentran: 1. El desplazamiento de iones metálicos esenciales de biomoléculas y bloqueo de sus grupos funcionales; 2. Modificación de la conformación activa de biomoléculas, especialmente enzimas y polinucleótidos; 3. Ruptura de la integridad de biomoléculas; y 4. Modificación de otros agentes biológicamente activos. [5]

### **2.3. Bioacumulación y biomagnificación**

Como ya se ha mencionado, uno de los problemas de los metales pesados es la acumulación de estos en los seres vivos que puede ser causada ya sea por la imposibilidad del organismo para eliminar la sustancia tóxica o porque la tasa de eliminación es menor a la tasa de consumo de la sustancia. Esta acumulación genera un mayor deterioro en la salud de los seres vivos. Por otro lado, existe otro fenómeno relacionado con la acumulación llamado biomagnificación el cual se

refiere a la bioacumulación en los organismos a través de la red trófica. De modo tal que los depredadores tope tendrían una mayor bioacumulación de la sustancia toxica, es decir, mientras más alta sea la posición en la cadena alimenticia, el consumo de sustancias toxicas es mayor. Esto tiene su origen en que además de consumir la sustancia tóxica desde su fuente primaria —en este caso el agua contaminada con metales pesados— se consumen organismos que ya han consumido y acumulado previamente los contaminantes, aumentando así la cantidad ingerida por el consumidor final. [8]

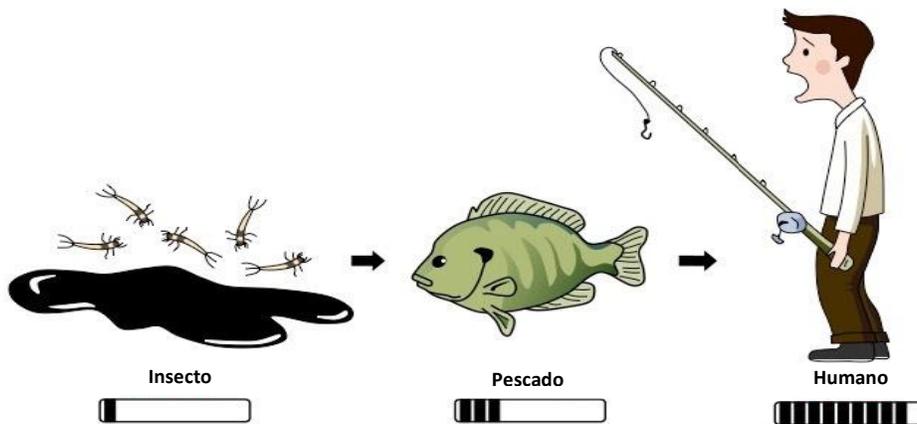


Figura 2.1. Biomagnificación [8]

#### 2.4. Métodos de recuperación de metales pesados

Existe una gran cantidad de métodos de tratamiento de aguas residuales. Tales tratamientos pretenden eliminar contaminantes como los sólidos en suspensión, materia orgánica biodegradable, compuestos tóxicos, metales pesados, entre otros. La dificultad que existe cuando se habla de la recuperación de los metales pesados es que estos se encuentran dispersos en forma de iones por lo cual los métodos físicos como el desbaste o la sedimentación no pueden ser usados para este fin.

Algunos de los métodos comúnmente usados para la eliminación de metales pesados de efluentes hídricos son:

- Precipitación química: Consiste en añadir ciertos productos químicos al agua residual para conseguir que estos alteren el estado físico de los sólidos disueltos o en suspensión y se produzca una eliminación por sedimentación. Sin embargo, presenta desventajas como el volumen de lodos residuales, la dificultad para ser tratados por digestión anaerobia y el aumento de la concentración de químicos y sus componentes contaminantes.
- Adsorción: Es el proceso mediante el cual los iones, o las moléculas, son retenidos sobre la superficie de un sólido, cuando esta adsorción se lleva a cabo por una biomasa se le denomina biosorción; el carbón activado es el adsorbente más utilizado en el tratamiento de aguas residuales. Sin embargo, este método es poco usado y su mayor utilización se encuentra en el refinado de aguas de tratamiento químico. [9]
- Tratamiento con cal: El tratamiento con cal precipita los metales pesados como hidróxidos insolubles, sales básicas o coprecipitados con el carbonato de calcio o el hidróxido de hierro (III). Este es un ejemplo de la precipitación química.
- Electrodeposición: Consiste en la reducción de los iones metálicos por los electrones de un electrodo. [10]
- Ósmosis inversa: Consiste en hacer uso de una membrana semipermeable y usar una presión mayor a la presión osmótica para generar un flujo contrario a la ósmosis. [11]

No obstante, existen inconvenientes como el costo, la adición de químicos contaminantes o la baja eficiencia cuando se trata el agua y es por eso que los métodos de tratamiento se encuentran en constante desarrollo.

## **2.5. Biosorción**

La biosorción es un proceso fisicoquímico que incluye los fenómenos de adsorción y absorción de moléculas e iones.

Este término es utilizado mayormente en la relación de la captación de metales que lleva a cabo una biomasa viva o muerta, a través de mecanismos fisicoquímicos

como la adsorción o el intercambio iónico. Este proceso involucra una fase líquida que contiene las especies disueltas que van a ser sorbidas. [12]

La biosorción ocurre cuando los cationes de los metales se unen por interacciones electrostáticas a los sitios aniónicos que se encuentran en los biosorbentes. Estos sitios que sirven como centros activos para la biosorción se encuentran ubicados en los grupos de los carboxilos, hidroxilo, amino, sulfónico, que forman parte de la estructura de la mayoría de los polímeros de origen natural. [13]

Los biosorbentes son materiales naturales disponibles en grandes cantidades que pueden ser utilizados solos o en forma de compósitos con la intención de capturar contaminantes, a causa de su bajo costo. Algunos de los sólidos que han sido empleados son: cortezas y hojas de coníferas, cáscara de plátano, etc.

Las paredes celulares de los materiales bioadsorbentes contienen polisacáridos, proteínas, lípidos y, por tanto, numerosos grupos funcionales capaces de enlazar metales pesados en la superficie. [14]

## **2.6. Compósitos y nanocompósitos**

No hay una definición realmente adecuada de material compuesto. Sin embargo, se puede considerar que un material es compuesto si cumple con lo siguiente: i) Consta de dos o más materiales físicamente distintos y separables mecánicamente. ii) Puede fabricarse mezclando los distintos materiales de tal forma que la dispersión de un material en el otro pueda hacerse de manera controlada para alcanzar propiedades óptimas. iii) las propiedades son superiores y posiblemente únicas en algún aspecto específico a las propiedades de los componentes por separado. [15]

Los materiales compuestos se han clasificado de muchas maneras, según los conceptos necesarios para identificarlos. Una clasificación útil y completa se muestra en la tabla 2.1 con algunos ejemplos. La mayoría de los materiales que aparecen en la naturaleza obtienen sus propiedades de una combinación de dos o más componentes que pueden distinguirse prontamente cuando se examinan con microscopios ópticos o electrónicos. Así, por ejemplo, muchos tejidos del cuerpo, que tienen una alta resistencia combinada con una enorme flexibilidad, están

hechas de fibras resistentes tales como el colágeno, embebidas en una matriz de menos rigidez. [15]

<b>Ejemplos</b>	
<b>Materiales compuestos naturales</b>	Madera Hueso Bambú Músculos y otros tejidos
<b>Materiales microcompuestos</b>	Aleaciones metálicas: p. ej. aceros Termoplásticos endurecidos: p. ej. poliestireno de impacto, ABS Hojas para moldeo continuo (SMC) Termoplásticos reforzados
<b>Macrocomposites (productos ingenieriles)</b>	Acero galvanizado Vigas de hormigón armado Palas de helicópteros Esquíis

**Tabla 2.1. Clasificación de materiales compuestos [15]**

Una clasificación común para los materiales compuestos o compósitos es la siguiente:

1. Fibras compuestas en matriz; orientadas o en distribución aleatoria.
2. Fibras cortas en matriz; orientadas o en disposición aleatoria.
3. Particulado (macropartículas esféricas, planas, elipsoidales, irregulares, huecas o macizas) en matriz.
4. Dispersión reforzada, pueden ser las tres anteriores con partículas menores a  $10^{-8}$  m.
5. Estructuras laminares.
6. Esqueletos o redes interpenetrantes.
7. Multicomponentes, fibras, partículas, etc. [15]

Un nanocompuesto o nanocompósito es un material reforzado con algún componente ya sea orgánico o inorgánico; la característica fundamental es que uno de los materiales tiene al menos una dimensión nanométrica, proporcionando al

nanocompósito una mejora en la dureza, tenacidad, permeabilidad, propiedades ignífugas, etc. [16]

Dentro de los materiales existe una clasificación debida a la matriz que puede ser metálica, polimérica o cerámica. La matriz más usada debido a las propiedades que proporciona al compósito es la polimérica; algunos ejemplos son: resinas fenólicas, resinas de poliéster, quitosano, alcohol polivinílico, entre otras.

## 2.7. Quitosano

Por su amplia distribución en la naturaleza la quitina es el segundo polisacárido en abundancia, después de la celulosa. Por su parte el quitosano también es un polisacárido que se encuentra en estado natural en las paredes celulares de algunos hongos; ahora bien, su principal fuente de producción es la hidrólisis de la quitina en medio alcalino a altas temperaturas. Es posible decir que el quitosano es la forma desacetilada de la quitina. [17]

La presencia de grupos aminos en la cadena polimérica ha hecho del quitosano uno de los materiales más versátiles que se estudian desde hace ya algún tiempo por las amplias modificaciones posibles como el anclaje de enzimas, reacciones de injerto, obtención de películas entrecruzadas, como es el caso del quitosano-GMA. [17]

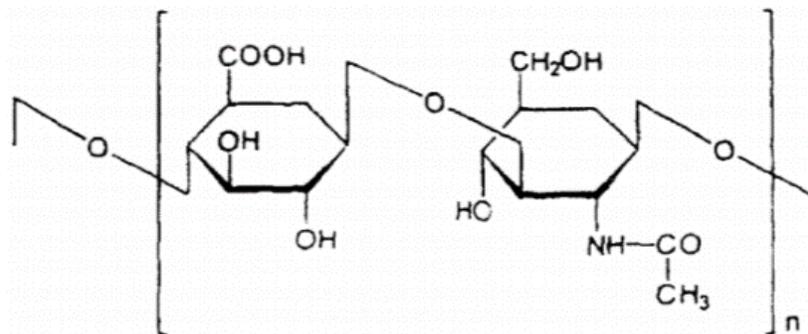


Figura 2.2. Molécula de quitosano [18]

El tratamiento de aguas es una de las áreas más importantes para el uso del quitosano debido a que es una sustancia amigable con el medio ambiente. Entre los

principales usos que tiene este material en la actualidad están su uso como coagulante primario para aguas residuales de alta turbidez y alcalinidad, floculante para la remoción de partículas coloidales sólidas y aceites y adsorción de metales pesados. [19]

El método de adsorción se considera uno de los procesos más eficaces y económicos en el tratamiento de aguas contaminadas. Entre los polímeros naturales, el quitosano tiene la capacidad de adsorber diversos iones metálicos [20]; esto porque presenta en su estructura grupos  $-NH_2$  y  $-OH$  que actúan como sitios de quelación. En diversos estudios, se ha demostrado que los iones de metales pesados en función del pH de la solución forman iones complejos, de carga negativa o positiva o bien como iones libres; es aquí, en esta última especie, que es sencillo que estos se unan al centro de adsorción interno y externo del adsorbente.

### **2.8. Plátano (*Musa x paradisiaca*)**

El plátano de fruto comestible es una hierba gigante que alcanza una altura promedio de tres metros. El tallo verdadero es corto y permanece soterrado, sobresaliendo únicamente para la época de floración. El centro de origen del plátano es la parte sudeste de Asia. El plátano comestible se originó a partir de las especies *Musa acuminata* y *Musa balbisiana*, y otros frutos pequeños con semillas y no comestibles. Es importante aclarar que la variedad conocida en México como plátano tabasco o banano proviene de la variedad *acuminata*, mientras el plátano macho de la variedad *balbisiana*. [21]

El cultivo posteriormente pasó de Asia a la India y África. En 1516, los europeos lo introdujeron en América y las Antillas. En la actualidad es un cultivo de amplia distribución por su adaptación tanto en los trópicos como en los subtrópicos. [21]

El plátano en estado verde posee más almidones que el banano, pero con la maduración van desapareciendo. Los taninos presentes en los frutos son los que le dan astringencia, pero de igual forma se pierden con la maduración. [22]

El principal subproducto del proceso industrial del plátano es la cáscara la cual representa aproximadamente 30% del peso del fruto; las aplicaciones potenciales para la cáscara dependen de su composición química. La cáscara de plátano es rica en fibra dietética, proteínas, aminoácidos esenciales, ácidos grasos poliinsaturados y potasio; entre los esfuerzos para utilizar la cáscara se han obtenido proteínas, metanol, etanol, pectinas y enzimas. Entre otros usos se ha obtenido carbón vegetal, una fuente de combustible alternativa para cocinar. [22]

Este material, además de ser un residuo barato y altamente disponible, cuenta en su composición con una alta cantidad de pectina (entre 8 y 23%), capaz de adsorber metales pesados bajo determinadas condiciones.

### **2.8.1. Pectina**

La pectina es un coloide por excelencia que tiene la propiedad de absorber una gran cantidad de agua. Pertenece al grupo de los polisacáridos y se encuentra en la mayoría de los vegetales, esencialmente en frutas como plátano, naranja, toronja, limón y limonzón. La pectina se deposita principalmente en la pared primaria y en la lámina media, siendo los tejidos mesenquimáticos y parenquimáticos particularmente ricos en dicha sustancia, teniendo la función de cemento intercelular. La pectina juega un papel fundamental en el procesamiento de los alimentos como aditivo y como fuente de fibra dietética. Los geles de pectina se usan para crear o modificar texturas. [23]

El uso de la pectina más extendido es en el área culinaria, sobre todo en la elaboración de mermeladas y como agente aglutinante para obtener texturas. Sin embargo, la característica de interés por la pectina en esta investigación va más allá y se centra en su uso como agente de quelación de metales pesados debido a que es posible generar sitios activos de quelación ya que es un polisacárido que cuenta con grupos carboxílicos y grupos hidroxilo los cuales a determinados pH se disocian y permiten llevar a cabo la quelación de iones metálicos.

## 2.9. Magnetita

La magnetita  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  es un mineral que surge de un óxido mixto de  $\text{Fe}^{2+}$   $\text{Fe}^{3+}$ . Tiene diversas aplicaciones debido a sus propiedades magnéticas. Una partícula cargada eléctricamente crea un dipolo magnético cuando gira (conocido como magnetrón) al aplicar un campo magnético externo; los dipolos magnéticos se ordenan con el campo dando lugar a un momento magnético dentro del material y este campo puede ser manipulado para diversas aplicaciones. [24]

La magnetita pertenece al grupo de estructuras de la forma  $\text{AB}_2\text{O}_4$  del tipo de las espinelas. La celda elemental cristalográfica de esta estructura contiene 32 átomos de oxígeno en empaquetamiento idealmente cúbico compacto y en dicha celda hay posiciones equivalentes para ocho átomos rodeados octaédricamente por 6 átomos de oxígeno. Tiene una estructura cúbica centrada en las caras (FCC) y los iones A y B se pueden encontrar en los sitios tetraédricos y octaédricos, dependiendo de la espinela en particular. Podemos decir que la magnetita es una espinela inversa porque el catión divalente  $\text{Fe}^{2+}$  se encuentra en los huecos octaédricos cuando el catión trivalente  $\text{Fe}^{3+}$ , están distribuidos en ambos sitios. [24]

En este caso la magnetita se encuentra en forma de nanopartículas y tiene dos aplicaciones importantes: una de ellas es jugar un papel activo en la recuperación del compuesto por medio de un campo magnético y la otra es hacer fingir como un agente de atracción de metales —como el arsénico o el hierro— debido a su distribución electrónica, ya que siendo un material paramagnético es posible que se orienten los espines y existan fuerzas de atracción intermoleculares.

## 2.10. Agua de reuso

El reuso de agua permite compaginar las necesidades de desarrollo planteadas por la industria, la agricultura y los asentamientos humanos, en lugares donde escasea el agua. La doctora Mali Falkenmark, en 1986 propuso como patrón idea de reuso el siguiente: doméstico, industrial y agrícola, siempre y cuando sea posible técnica y económicamente. [25]

El reuso es una práctica muy antigua, que se sabe en forma inconsciente. La necesidad del reuso intencional aumenta día con día en diversas regiones del mundo. Esta es la clave para el manejo eficiente y efectivo del recurso hídrico. En algunos países como Estados Unidos de Norteamérica los requerimientos de descarga propician que muchas veces resulte rentable el reuso y no el tratamiento de agua para desecharla, pero en otros simplemente la escasez es la que genera la necesidad. [25]

Actualmente, el reuso del agua puede llegar a tal punto que involucra un pequeño tratamiento del agua de “desecho” para usarla ya no solo en actividades donde no es necesario un tratamiento como en la agricultura, sino en labores domésticas como la limpieza del hogar o incluso hasta para lavar ropa.

### 2.10.1. Norma oficial mexicana NOM-003-ECOL-1997

La norma NOM-003-ECOL-1997 es la norma que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reusen en servicios públicos, con el objetivo de proteger el medio ambiente y la salud de la población. Esta norma es de observancia obligatoria para las entidades públicas responsables de su tratamiento y reuso. [26]

Los límites máximos permisibles de contaminantes se presentan en la tabla 2.2.

Tipo de reuso	Coliformes fecales NMP/100 mL	Huevos de helminto (h/l)	Grasas y aceites mg/l	DBO mg/l	SST mg/l
Servicio al público con contacto directo	240	≥1	15	20	20
Servicio al público con contacto indirecto u ocasional	1000	≥5	15	30	30

Tabla 2.2. Límites máximos de contaminantes en aguas de reuso según la norma 003-ECOL-1997 [26]

Los niveles máximos permisibles de contaminantes establecidos en la NOM-001-ECOL-1997 —específicamente metales pesados en agua— se presentan en la tabla 2.3. Si bien, la norma 001 establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales, en la norma 003 no se establece la cantidad máxima de metales pesados que pueden estar presentes en el agua y es por esta razón que para llevar a cabo este proyecto de investigación se hace uso de los datos de la norma 001 como valores de referencia.

Metal	Ríos	Embalses	Aguas costeras (ppm)	Suelos (ppm)
	Riego, uso urbano (ppm)	Riego, uso urbano (ppm)		
Cobre	4 – 6	4 – 6	4 - 6	4 - 6
Níquel	2 – 4	2 – 4	2 - 4	2 - 4
Plomo	0.5 – 1	0.5 – 1	0.5 - 1	0.2 – 0.4
Zinc	10 – 20	10 – 20	10 - 20	10 - 20
Cromo	1 - 1.5	1 - 1.5	1 - 1.5	1 - 1.5

\*promedio mensual – promedio diario

**Tabla 2.3. Límites máximos permisibles para metales pesados agua según la norma 001-ECOL-1996 [26]**

### **3. CAPÍTULO III. OBJETIVOS E HIPÓTESIS**

#### **3.1. Justificación**

La contaminación de los recursos hídricos por medio de metales pesados es, actualmente, un importante foco de preocupación puesto que entre las amenazas que estos presentan se encuentran su difícil detección ocasionada por su solubilidad y ausencia de indicadores como olor o color (dependiendo de su concentración), así como su alta toxicidad aun en cantidades muy pequeñas, todo ello aunado a la bioacumulación.

En este proyecto se pretende hacer uso de las propiedades quelantes del quitosano y de la cáscara de plátano (pectina) para generar un material compuesto que permita la adsorción de una mayor variedad de iones y que además sea económico y amigable con el medio ambiente. Lo anterior es posible gracias al uso de un biopolímero y de un material que es considerado un desecho y que es bastante abundante.

Se han encontrado trabajos que incorporan la cáscara de plátano micropulverizada y, por otro lado, el uso de un compuesto nanoestructurado de quitosano con magnetita, la cual permite una recuperación más sencilla del compuesto que es dispersado en el agua para llevar a cabo la adsorción. En esta investigación se pretende combinar las propiedades de los diversos componentes a fin de crear un material compuesto, que posea las propiedades del quitosano y de la cáscara de plátano, y que sea posible recuperarlo mediante un campo magnético una vez que ha llevado a cabo su tarea de remoción de los iones de metales pesados.

#### **3.2. Hipótesis**

Haciendo uso de las propiedades quelantes del quitosano y de la cáscara de plátano, así como de las propiedades magnéticas de la magnetita se podrá generar un compuesto nanoestructurado que adsorba iones polivalentes de efluentes contaminados; y que este sea de fácil recuperación.

### **3.3. Objetivo**

Sintetizar un compuesto nanoestructurado a partir de quitosano-magnetita-cáscara de plátano y evaluar su capacidad de remoción de metales pesados del agua de reuso.

### **3.4. Objetivos particulares**

- a) Sintetizar Magnetita de tamaño nanométrico por método de coprecipitación química.
- b) Estandarizar el método de dispersión de las nanopartículas en la matriz polimérica, así como la relación de la cáscara del plátano en el compuesto.
- c) Caracterizar los materiales obtenidos por medio de técnicas fisicoquímicas (Difracción de rayos X, Dispersión de luz, Determinación del Potencial Z, Microscopía SEM).
- d) Evaluar la adsorción de  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  y  $\text{Pb}^{2+}$  por el compuesto quitosano-magnetita-cáscara de plátano, por medio UV-Vis, y comparar con el compuesto quitosano-magnetita reportado en la literatura.
- e) Diseñar un filtro prototipo que pueda ser usado en efluentes domésticos de reuso.
- f) Evaluar la capacidad de adsorción del filtro en corriente continua y estimar su vida útil.

## 4. CAPÍTULO IV. METODOLOGÍA

### 4.1. Ruta crítica

Las rutas críticas empleadas en la elaboración del material compósito se encuentra esquematizadas a continuación.



Figura 4.1. Diagrama de la metodología empleada para la síntesis del Quitosano-GMA.

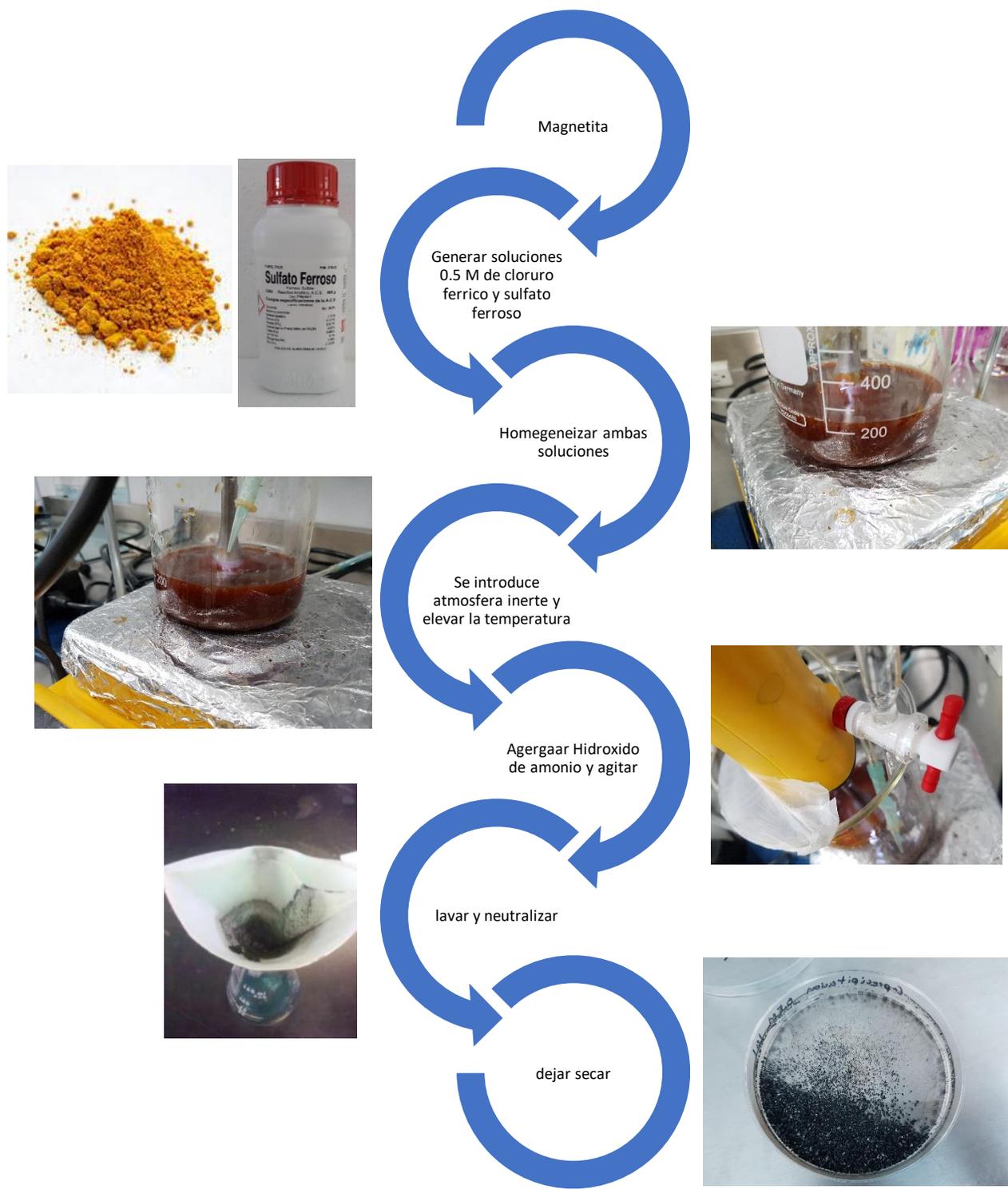


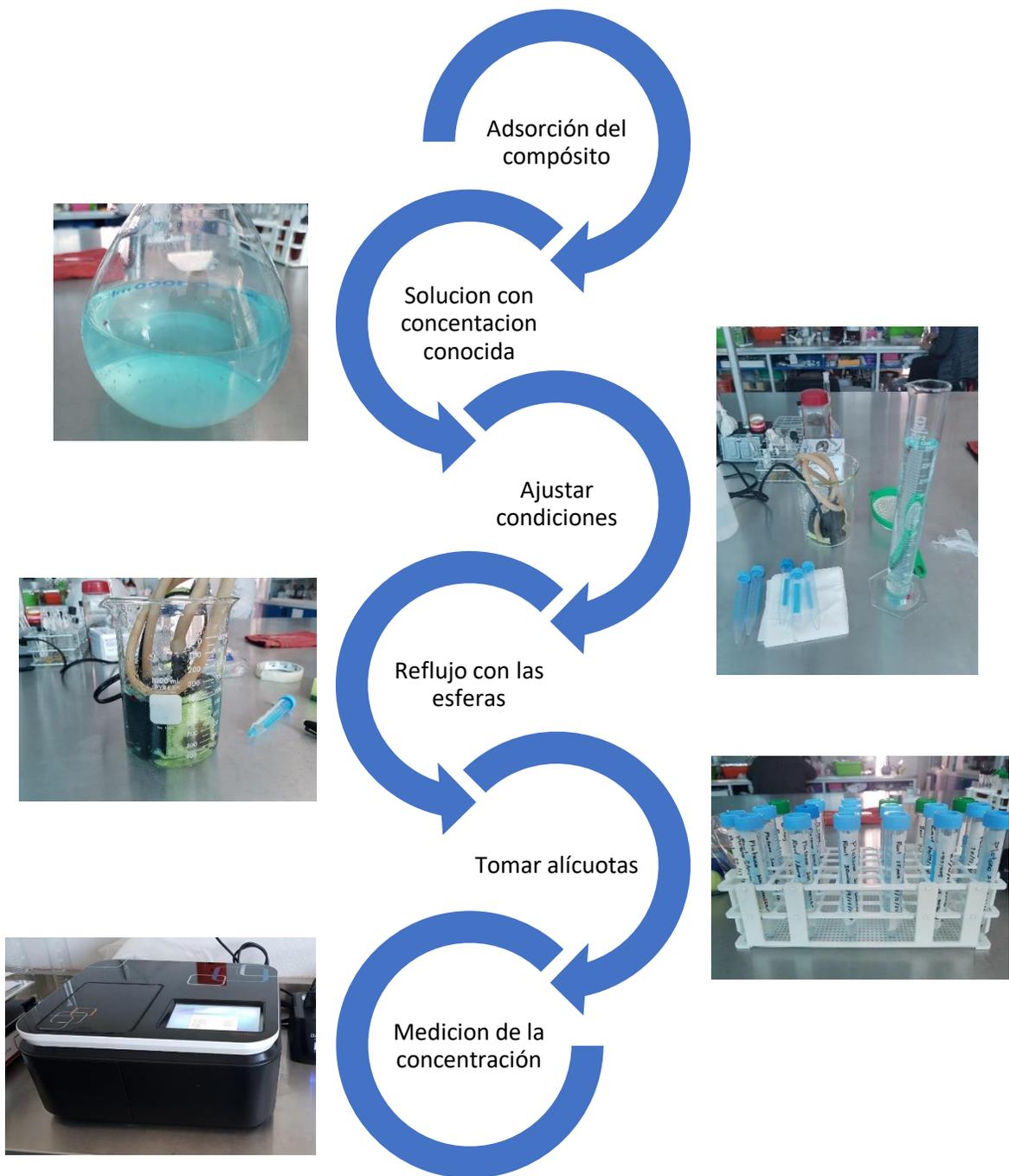
Figura 4.2. Diagrama de la metodología empleada para la síntesis de Magnetita.



Figura 4.3. Diagrama de la metodología empleada para preparar la cáscara de plátano.



Figura 4.4. Diagrama de la metodología empleada para la elaboración del nanocompósito.



**Figura 4.5. Diagrama de la metodología empleada para la adsorción de iones por medio del nanocompuesto.**

## **4.2. Síntesis del material**

La síntesis del material se llevó a cabo por medio de tres métodos con el fin de seleccionar la manera más adecuada para generar un compósito con la morfología adecuada para ser aplicada en los filtros a desarrollar. A continuación, se describirá a detalle la síntesis seleccionada debido al rendimiento y a las características del material obtenido.

## **4.3. Materiales empleados**

Los reactivos mencionados a continuación no requirieron tratamientos de purificación previos a su uso.

- Quitosano marca ALDRICH de peso molecular medio
- Metacrilato de glicidilo (GMA) marca SIGMA-ALDRICH
- Acetonitrilo marca SIGMA-ALDRICH
- Cloruro férrico marca SIGMA-ALDRICH
- Sulfato ferroso marca SIGMA-ALDRICH
- Hidróxido de amonio marca ALDRICH
- Hidróxido de sodio marca ALDRICH
- Hidróxido de potasio J. T. BAKER
- Ácido acético marca ALDRICH
- Agua destilada

Para hacer uso de la cáscara de plátano se llevó a cabo un proceso de purificación, secado y pulverización descrito más adelante.

#### 4.4. Metodología

- Síntesis de quitosano-GMA

Este material se sintetizó en la relación molar estequiométrica CTS: GMA 1: 4. La solución se preparó mezclando una cantidad conocida de quitosano (típicamente 1 g) en una solución de ácido acético 0,4 M. Esta solución se colocó en un aglomerante y se añadió KOH al 15% al 0,05 M (con respecto a la masa reactiva total). Se añadió lentamente GMA para obtener la relación molar estequiométrica correcta. La mezcla resultante, que tenía un pH de 3.8, luego se calentó a  $60 \pm 1$  °C y se mantuvo con una agitación magnética constante durante el tiempo de reacción óptimo de 2 h.

El producto se enfrió en un baño de hielo durante 15 minutos para completar la reacción. Éste tenía un aspecto lechoso que en presencia de acetonitrilo precipitaba como un sólido algodonoso blanco. La relación de volumen mínimo de disolvente a producto necesaria para observar la precipitación fue 8: 1 (acetonitrilo: producto). El precipitado se guarda en acetonitrilo a bajas temperaturas 2 – 8 °C. [27]

- Síntesis de nanopartículas de magnetita

La síntesis de las nanopartículas de magnetita se realizó por medio de una coprecipitación química a partir de las sales de cloruro férrico y sulfato ferroso usando hidróxido de amonio como agente reductor.

Para la síntesis se preparan dos soluciones con concentración de 0.5 M, una con cada una de las sales mencionadas antes, posteriormente se mezclan ambas soluciones y se pone en agitación magnética y atmosfera inerte a una temperatura de 70 °C por un tiempo de 40 min. Una vez transcurrido el tiempo se retira del calor y se agregan lentamente 20 mL de hidróxido de amonio concentrado y se deja en agitación por un tiempo de 20 minutos la cual puede ser por medio del imán de una parrilla de agitación o por medio de un baño sónico. Después, se realizan lavados alternados con agua tibia y etanol hasta neutralizar. Se deja secar a 50 °C por 48

horas y, finalmente, se usa el mortero de Agatha para moler la magnetita antes de usar.

- Procesado de la cáscara de plátano

El tratamiento que lleva la cáscara es un secado y molido para obtener pequeñas partículas que se agregarán a las esferas de quitosano en el proceso de elaboración. Para ello es necesario lavar las cáscaras con el fin de eliminar la suciedad, enseguida se trocean de modo que se permita una deshidratación más rápida, se deja el plátano en el horno de convección a 50 °C durante 3 días, una vez seco se muele en el mortero y se tamiza para eliminar las fibras y partículas demasiado grandes. Al ser un material higroscópico es necesario almacenar en un desecador o introducir el polvo de cáscara de plátano al horno de convección a 50°C unas horas antes de usarlo para elaborar el compósito.

- Síntesis esferas de quitosano-magnetita-cáscara de plátano

Para llevar a cabo la síntesis de las esferas se disolvieron 0.1 gramos de magnetita en 10 mL de quitosano-GMA al 1%. Por otro lado, en un vaso de precipitados se disuelve quitosano de peso molecular medio para genera 20 mL de una solución al 1%. Una vez disuelto el quitosano y la magnetita se vierten ambas soluciones en un vaso de precipitados y se mete en baño sónico durante 35 minutos de modo que las nanopartículas de magnetita queden perfectamente dispersas en la solución. En un cristizador se vierte hidróxido de sodio al 0.5 M y se espolvorean 0.1 g/cm<sup>2</sup> de la cáscara de plátano generando así una cama de la sustancia sobre el hidróxido. Después, se gotea la solución de quitosano sobre esta cama para generar las esferas, se dejan reposar por 24 horas y posteriormente se lavan con agua destilada hasta neutralizar.

- Procedimiento para medir la adsorción de los iones de metales pesados por el compósito nanoestructurado.

Para llevar a cabo la adsorción de los iones disueltos en el agua se realiza una solución con una concentración conocida del metal en cuestión usando una sal

soluble en agua como puede ser el caso del cloruro de cobre o el cloruro férrico. A continuación, en un vaso de precipitados de un litro se vierten 400 mL de la solución y se mide el pH, ya que la función adsorbente del compuesto es mejor en un pH ligeramente ácido, en caso de ser necesario puede ajustarse con ácido clorhídrico o hidróxido de sodio. Entonces, se usa una bomba de agua para obtener un reflujo, se vierten esferas en el vaso con una relación de un gramo de peso húmedo por cada 100 mL de agua contaminada y se procede a tomar alícuotas de 10 mL en los tiempos 0 min, 15 min, 30 min, 60 min y 120 min. Lo anterior, porque se considera que 120 minutos es el tiempo máximo para que pueda emplearse este método y los demás tiempos permiten estudiar la cinética de adsorción. La medición de la adsorción se realiza por medio de UV-Vis con una curva de calibración realizada a partir de diluciones de la primera solución. Las variables de los experimentos se toman de artículos en los cuales fueron usados métodos estadísticos que permitieron determinar los puntos de mayor interés (diseño experimental).

#### **4.5. Caracterización física del material**

Para llevar a cabo la caracterización del material se usaron varias técnicas que permitieron evaluar tanto los componentes del material creado individualmente como el compuesto final. Entre las técnicas se encuentran: Difracción de rayos X para la magnetita; Dispersión de luz para la magnetita, la cáscara de plátano y el compuesto; Microscopía electrónica de barrido (SEM) para la cáscara de plátano, la magnetita y el compuesto y Potencial Z para el compuesto y la cáscara de plátano.

##### **- Difracción de rayos X**

La difracción de rayos X se llevó a cabo por medio de rayos X Cu-K alfa con un barrido de 20 a 80 grados en intervalos de 0.02 grados y una energía de 30 kilo voltios. Con esta técnica se pretende obtener datos relevantes de la magnetita; principalmente la caracterización fisicoquímica de la sustancia que se obtuvo tras la síntesis, además, se hace uso de la ecuación de Scherrer con el fin de obtener el tamaño de grano de la magnetita.

- Dispersión de luz y Potencial Z

En el caso de la dispersión de luz y medición del potencial Z, fueron realizados en el mismo equipo; donde fue necesario hacer uso de soluciones con concentraciones conocidas de las sustancias problema, así como sus constantes dieléctricas. A partir de ambos datos y una recirculación de la solución fue posible realizar la dispersión de luz y la medición del potencial Z por medio de una diferencia de potencial. Mediante esta técnica se obtuvo la distribución de tamaño de las partículas de cáscara de plátano y de las nanopartículas de magnetita. También se obtuvieron los valores del potencial Z del compuesto y de la cáscara de plátano.

- Microscopía electrónica de barrido

Para llevar a cabo la microscopía electrónica de barrido se pusieron a secar las esferas del compuesto con el fin de generar una película la cual se observó con voltajes de 10 y 5 kilo voltios, esto debido a que, a pesar de ser un material orgánico en su mayoría, las nanopartículas dispersas permitieron incrementar el voltaje sin dañar la matriz; en el caso de la magnetita fue posible usar voltajes de 15 kilo voltios lo que permitió realizar una mayor magnificación. Finalmente, la cáscara de plátano se observó a voltajes de 1.5 kilo voltios, dada a su naturaleza orgánica.

#### **4.6. Actividad del material**

La actividad de adsorción del compuesto se realizó a través de experimentos donde se tiene una concentración conocida de los iones (50 ppm) y un pH ligeramente ácido. Ello porque, según la bibliografía consultada esta condición mejora la capacidad de adsorción de ambos materiales por separado. Adicionalmente, se evitó en la medida de lo posible alterar el pH de las soluciones con la intención de evaluar la actividad en condiciones más cercanas de las reales. Se usó una relación de un gramo del compuesto por cada cien mililitros de solución con una concentración inicial de cincuenta partes por millón. Esta concentración inicial es tomada porque, para fines de esta tesis se requería una concentración suficiente para comprobar la adsorción del compuesto y explorar la capacidad de retención del

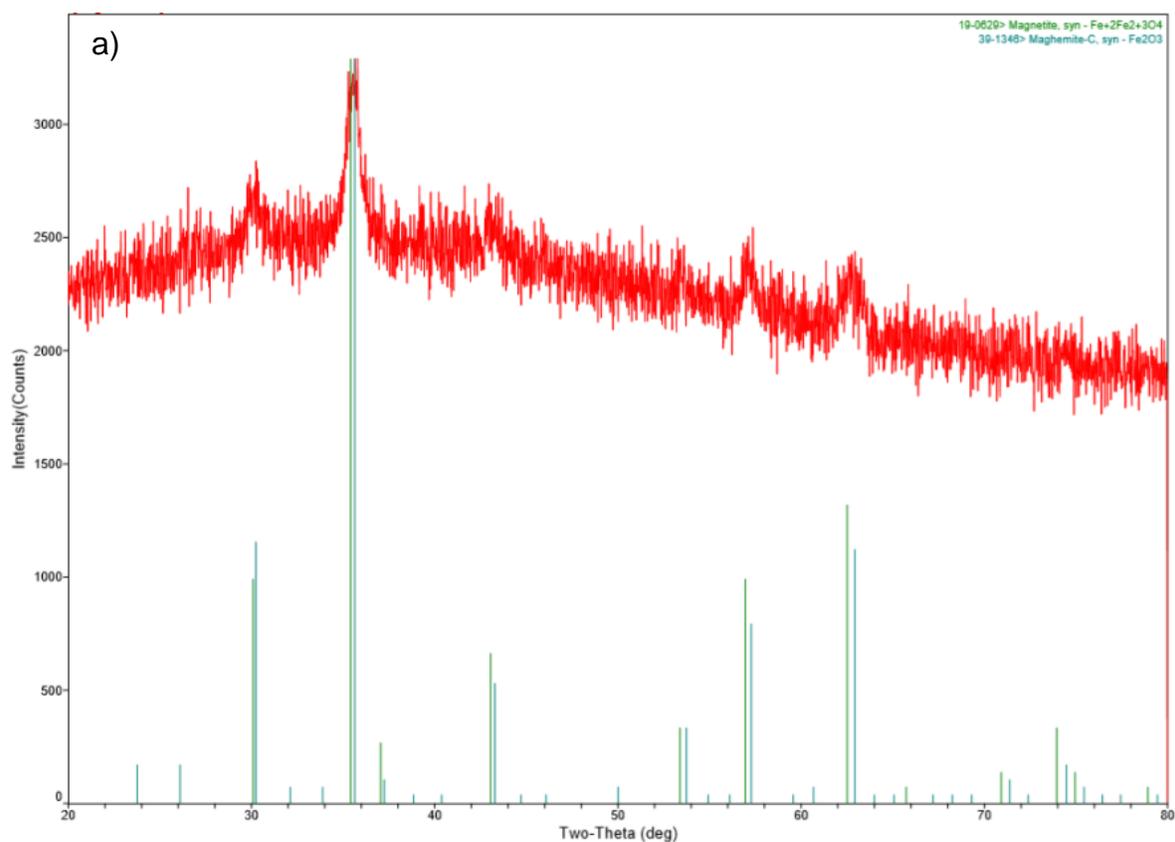
material y de este modo, obtener tanto la cinética de adsorción y la capacidad máxima de adsorción del material. A continuación, se tomó una alícuota de diez mililitros de la solución en tiempos determinados que en general fue a los quince minutos, media hora, una hora, dos horas y veinticuatro horas después. En el caso del cloruro férrico, debido a su bajo pH fue necesario tomar las alícuotas a los cinco, diez, quince, treinta minutos y una hora.

Finalmente, las alícuotas fueron usadas para determinar la concentración de los iones por medio de espectroscopia UV-Visible a una longitud de onda puntual específica de los metales usados y obtener una cinética de la adsorción del compuesto, así como una comparación de la cantidad adsorbida por el compuesto y un material de referencia, en este caso, un compuesto de quitosano con magnetita.

## 5. CAPÍTULO V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### - Difracción de rayos X

En la figura 5.1, se muestra el difractograma de la magnetita; es posible observar que efectivamente se trata de magnetita debido a las señales características que se muestran en color rojo y al PDF (Powder Diffraction File) Tabla 5.1. En el difractograma también se observan las señales correspondientes a la maghemita que también es una de las fases del óxido de hierro magnética, sin embargo, existe un pequeño corrimiento de las señales que si bien no descarta su presencia, indica que la fase con mayor presencia es la magnetita.



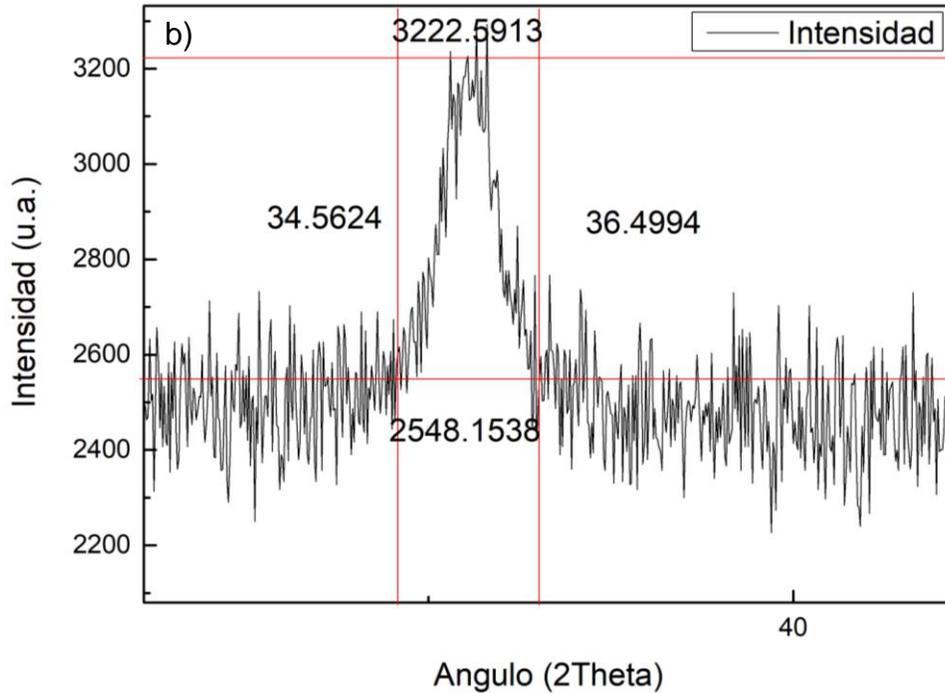


Figura 5.1. Difractograma de la magnetita a) difractograma completo, b) ampliación de la señal de mayor intensidad.

#	d(Å)	I(f)	(h k l)	2-Theta	Theta	1/(2d)	#	d(Å)	I(f)	(h k l)	2-Theta	Theta	1/(2d)
1	4.8520	8.0	( 1 1 1)	18.269	9.135	0.1031	14	1.1221	4.0	( 6 4 2)	86.702	43.351	0.4456
2	2.9670	30.0	( 2 2 0)	30.095	15.047	0.1685	15	1.0930	12.0	( 7 3 1)	89.617	44.808	0.4575
3	2.5320	100.0	( 3 1 1)	35.422	17.711	0.1975	16	1.0496	6.0	( 8 0 0)	94.425	47.213	0.4764
4	2.4243	8.0	( 2 2 2)	37.052	18.526	0.2062	17	0.9896	2.0	( 6 6 0)	102.224	51.112	0.5053
5	2.0993	20.0	( 4 0 0)	43.052	21.526	0.2382	18	0.9695	6.0	( 7 5 1)	105.218	52.609	0.5157
6	1.7146	10.0	( 4 2 2)	53.391	26.695	0.2916	19	0.9632	4.0	( 6 6 2)	106.205	53.102	0.5191
7	1.6158	30.0	( 5 1 1)	56.942	28.471	0.3094	20	0.9388	4.0	( 8 4 0)	110.269	55.134	0.5326
8	1.4845	40.0	( 4 4 0)	62.515	31.257	0.3368	21	0.8952	2.0	( 6 6 4)	118.736	59.368	0.5585
9	1.4192	2.0	( 5 3 1)	65.743	32.871	0.3523	22	0.8802	6.0	( 9 3 1)	122.118	61.059	0.5681
10	1.3277	4.0	( 6 2 0)	70.924	35.462	0.3766	23	0.8569	8.0	( 8 4 4)	128.032	64.016	0.5835
11	1.2807	10.0	( 5 3 3)	73.948	36.974	0.3904	24	0.8233	4.0	( 10 2 0)	138.651	69.325	0.6073
12	1.2659	4.0	( 6 2 2)	74.960	37.480	0.3950	25	0.8117	6.0	( 9 5 1)	143.235	71.617	0.6160
13	1.2119	2.0	( 4 4 4)	78.929	39.464	0.4126	26	0.8080	4.0	( 10 2 2)	144.848	72.424	0.6188

Tabla 5.1. Reflexiones de Bragg características de la magnetita. [28]

Un método para calcular el tamaño del cristalito es hacer uso de la ecuación de Scherrer la cual hace uso de la señal de mayor intensidad y de un factor de corrección K. la ecuación de Scherrer es:

$$T = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Donde,  $T$  es el tamaño del cristalito,  $K$  es el factor de corrección y depende de la morfología,  $\lambda$  es la longitud de onda,  $\beta$  es el ancho a mitad de altura de la señal de máxima intensidad y  $\theta$  es el ángulo de Bragg.

Tomando en cuenta lo anterior, es posible aproximar un tamaño de cristalito de entre 20 y 30 nm.

- Dispersión de luz y Potencial Z

Por medio de esta técnica fue posible obtener el potencial Z del plátano y del quitosano. En el caso del quitosano el potencial obtenido bajo las condiciones de ensayo fue de -0.1 mV; en tanto que en el caso de las partículas de cáscara de plátano el potencial obtenido es de -2.9 mV. Estos datos nos permiten comprobar que es posible la existencia de interacciones entre estos materiales y los iones cargados positivamente de los metales pesados.

Por otra parte, la dispersión de luz permitió determinar de manera eficaz el tamaño de la cascara de plátano y las partículas de magnetita.

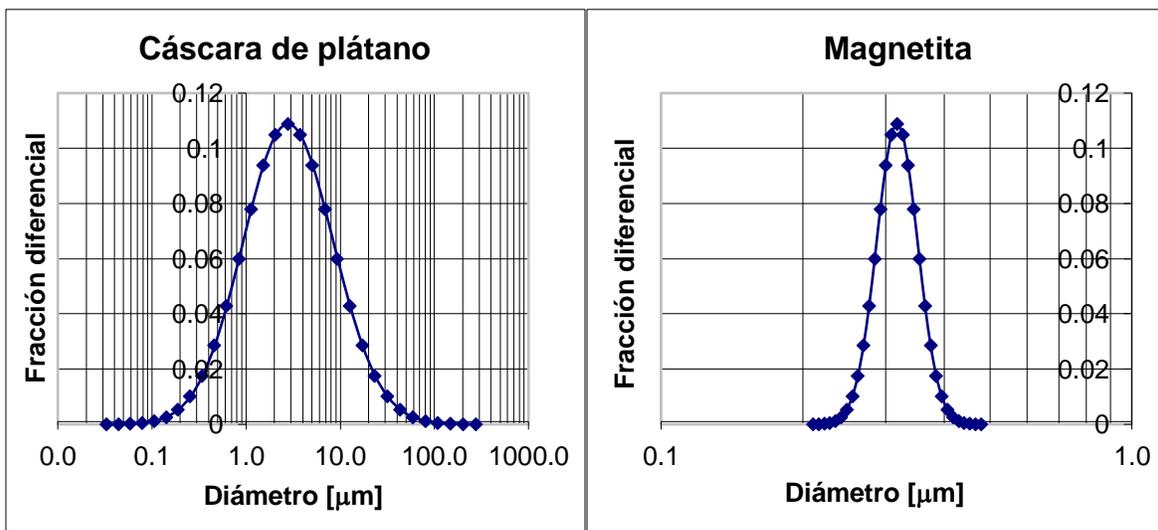
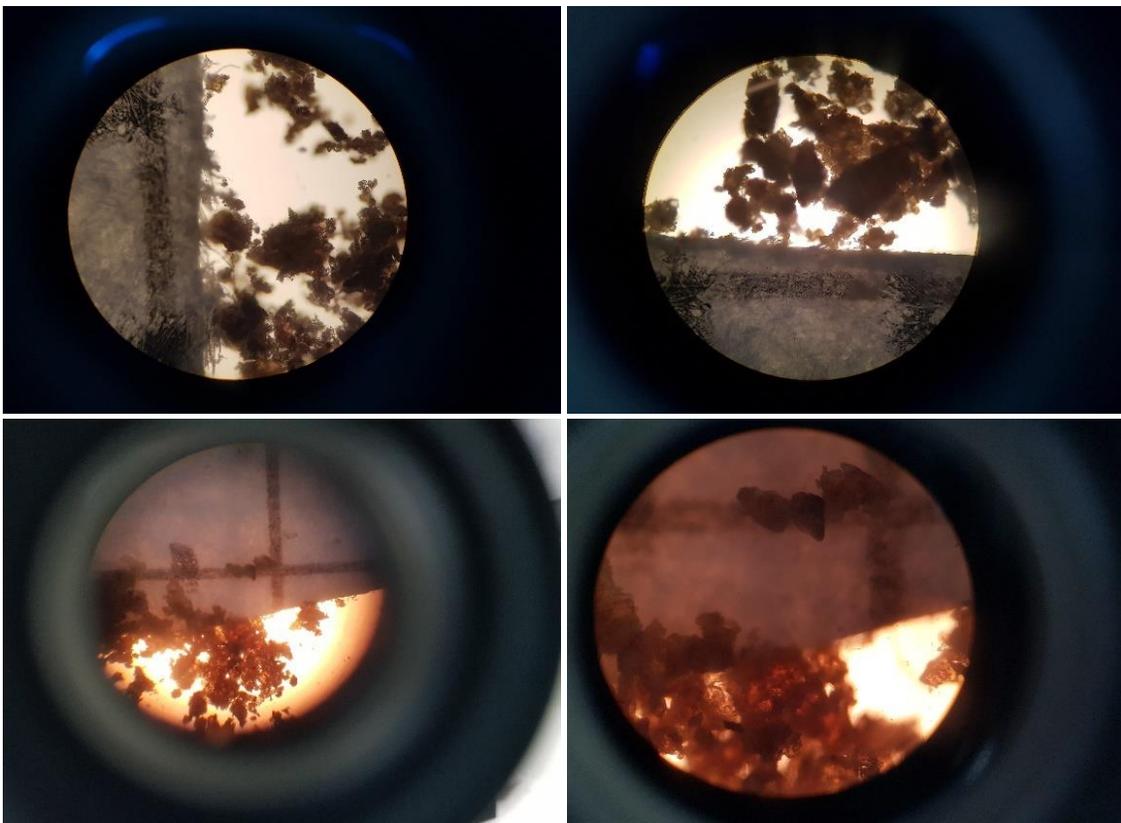


Figura 5.2. Distribución del tamaño de partícula.

En la figura 5.2 es posible observar la distribución de tamaño de las partículas tanto de la cascara de plátano como de la magnetita. Estos tamaños, en el caso de la

cáscara de plátano son de acuerdo con la distribución  $d_{15} = 0.886$ ,  $d_{50} = 2.759$  y  $d_{85} = 8.690$  micrómetros. En el caso de la magnetita  $d_{15} = 0.287$ ,  $d_{50} = 0.317$  y  $d_{85} = 0.351$ . Estos datos difieren de los obtenidos por medio de la difracción de rayos X, sin embargo, es necesario hacer énfasis en que las nanopartículas a causa de sus altas reactividades tienden a aglomerarse, por lo cual, existe una posibilidad de que las lecturas tomadas por medio de esta prueba sean de cúmulos de magnetita en lugar de las partículas como tal.

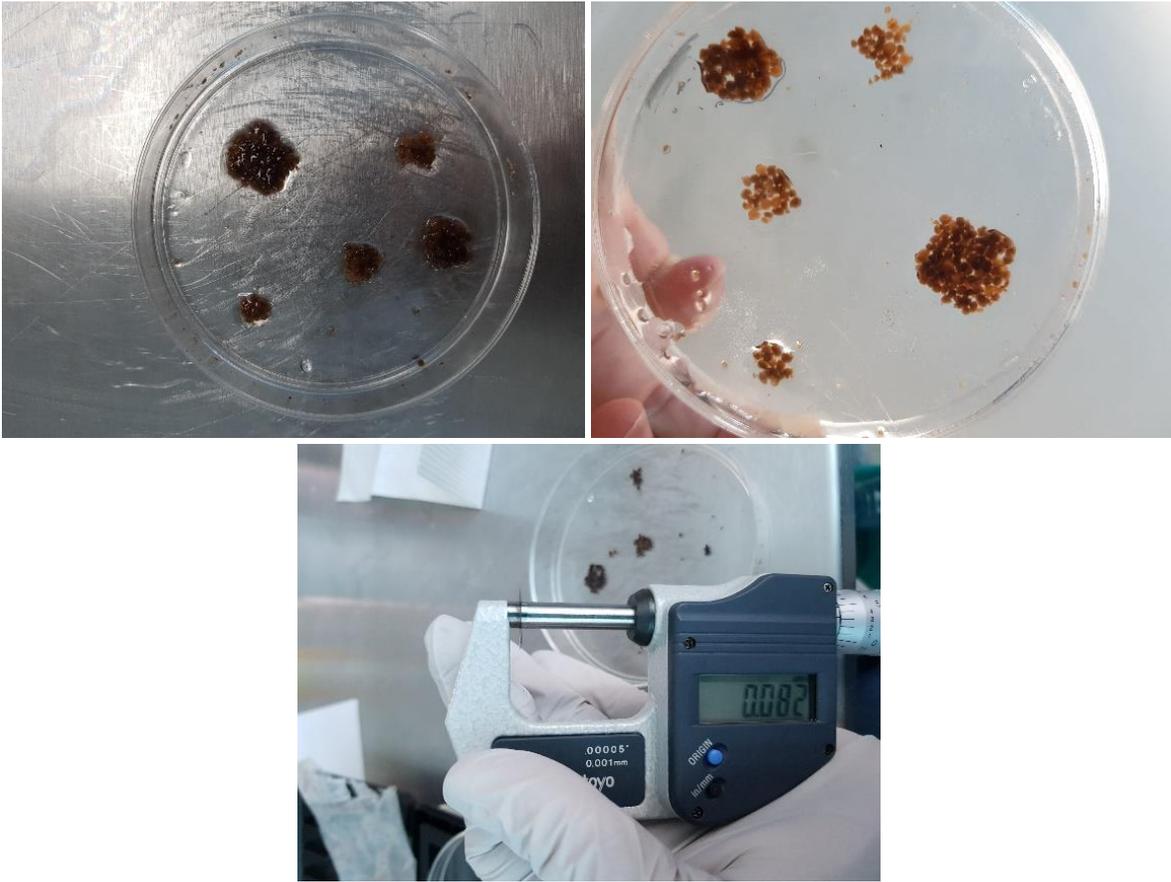
- Microscopía óptica



**Figura 5.3. Microscopía óptica de la cáscara de plátano.**

En la figura 5.3 es posible observar mediante microscopía óptica las partículas de cáscara de plátano previo a ser tamizadas, es por esa razón que podemos observar partículas de hasta 300 micrómetros.

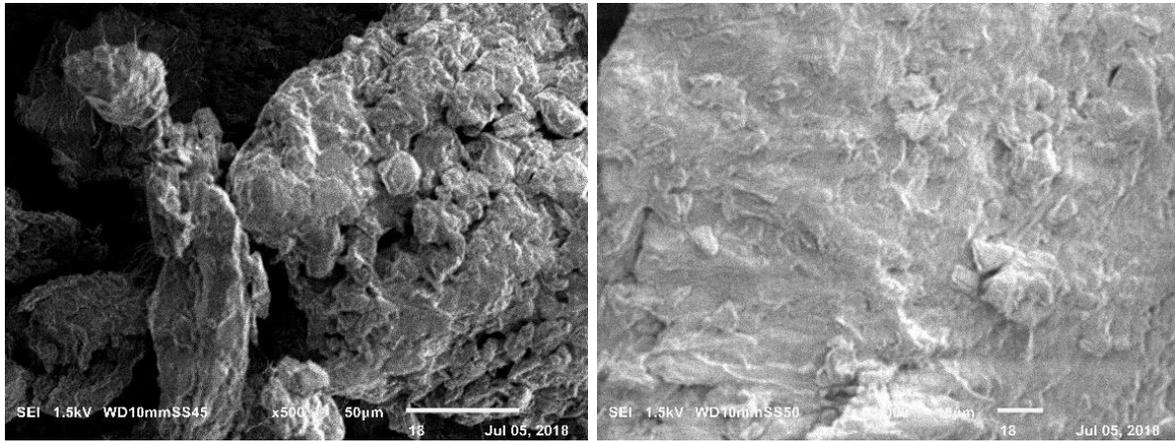
- Microscopía electrónica de barrido



**Figura 5.4. Preparación de muestras para microscopía electrónica de barrido.**

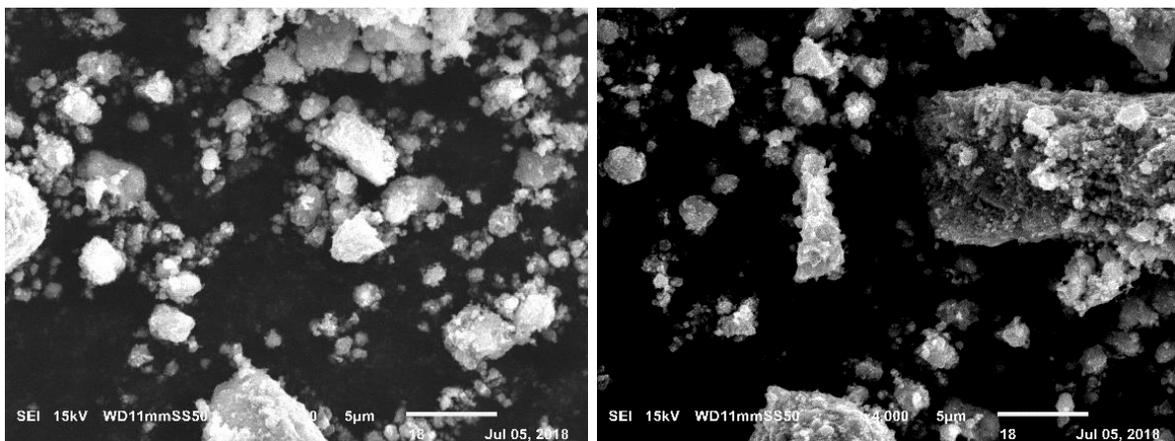
Para llevar a cabo la microscopía electrónica de barrido se tomaron esferas y se colocaron en una caja Petri de modo que estas pudieran ser deshidratadas y formaran una película; la película formada tuvo un espesor promedio de 82 micrómetros como se observa en la figura 5.4.

Por otro lado también se realizaron microscopías a las partículas de magnetita de manera que fuera posible comprobar el tamaño de estas partículas y las partículas de plátano.



**Figura 5.5. Microscopía electrónica de barrido de la cáscara de plátano.**

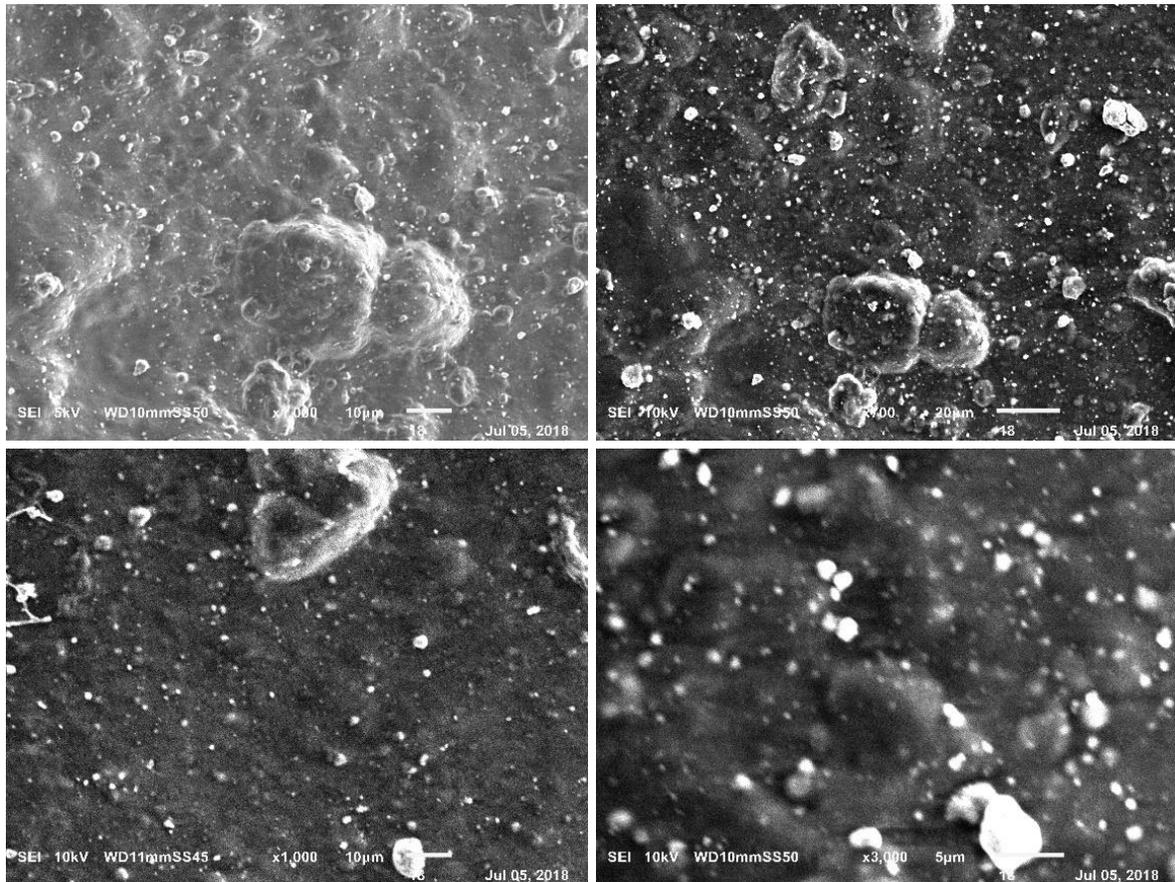
En la figura 5.5 es posible observar las microscopias a la cáscara de plátano, las cuales se realizaron a voltajes de 1.5 kV debido a la naturaleza dieléctrica del material, es posible observar aglomeración de las partículas en la imagen de la izquierda, adicionalmente, se puede observar que las distribuciones de tamaño obtenidas por medio de la dispersión de luz corresponden a los diámetros observados a través de la microscopía.



**Figura 5.6. Microscopía electrónica de barrido de la magnetita.**

En la microscopía realizada a la magnetita (figura 5.6) se puede comprobar que el tamaño de las partículas obtenido por medio de la ecuación de Scherrer es el tamaño real de las partículas de magnetita; sin embargo, también se observa que

los tamaños reportados por medio de la dispersión de luz son lógicos, ya que se observan aglomeraciones del material.



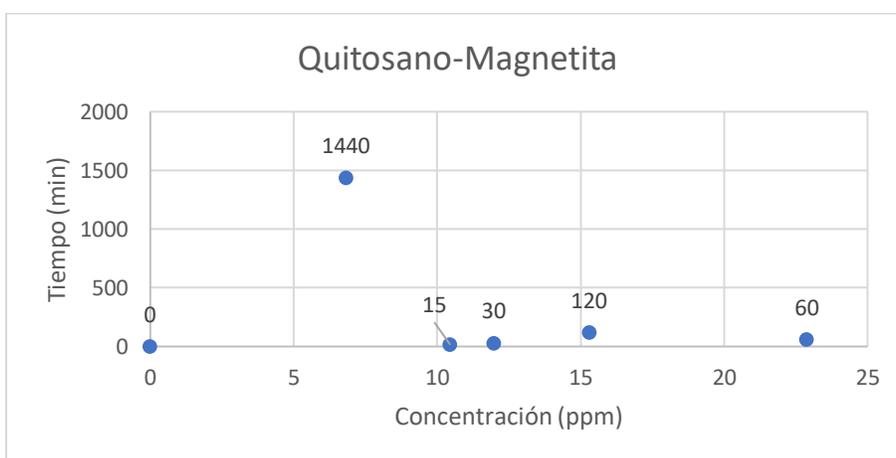
**Figura 5.7. Microscopía electrónica de barrido del compuesto.**

Las imágenes de la figura 5.7 son microscopías de las películas formadas a partir de las esferas, en estas microscopias es posible observar la distribución de los componentes del material compuesto. Como se observa existe una dispersión homogénea de la magnetita en el compuesto y la presencia de las partículas de la cascara de plátano se detecta fácilmente de modo que, en primera instancia, se puede afirmar que el material elaborado tiene las características necesarias para ser considerado un material compuesto nanoestructurado.

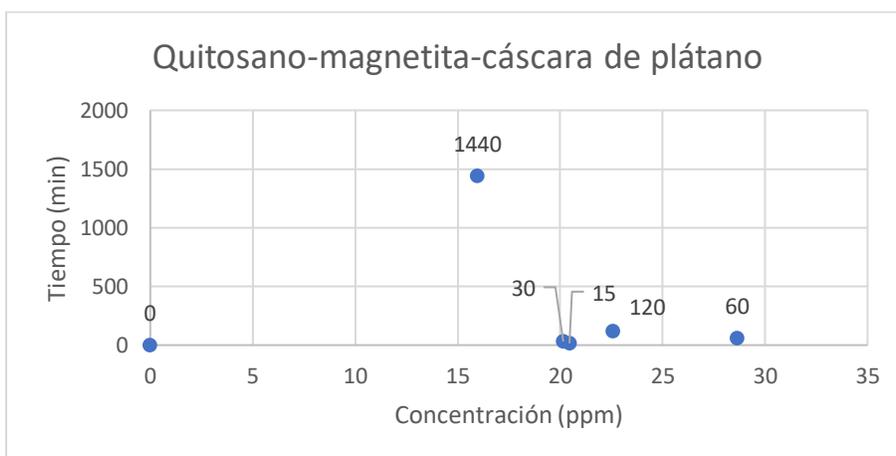
- Adsorción de metales pesados

A continuación, se presentan los puntos de interés en la adsorción de metales pesados por el compuesto de referencia y el compuesto analizado y se realiza una comparación, de modo que sea posible determinar cuál de los materiales posee mejores propiedades, los tiempos de adsorción y las capacidades máximas de adsorción de cada material ante distintos metales. Para llevar a cabo estos experimentos se usaron soluciones con 50 ppm de cada metal.

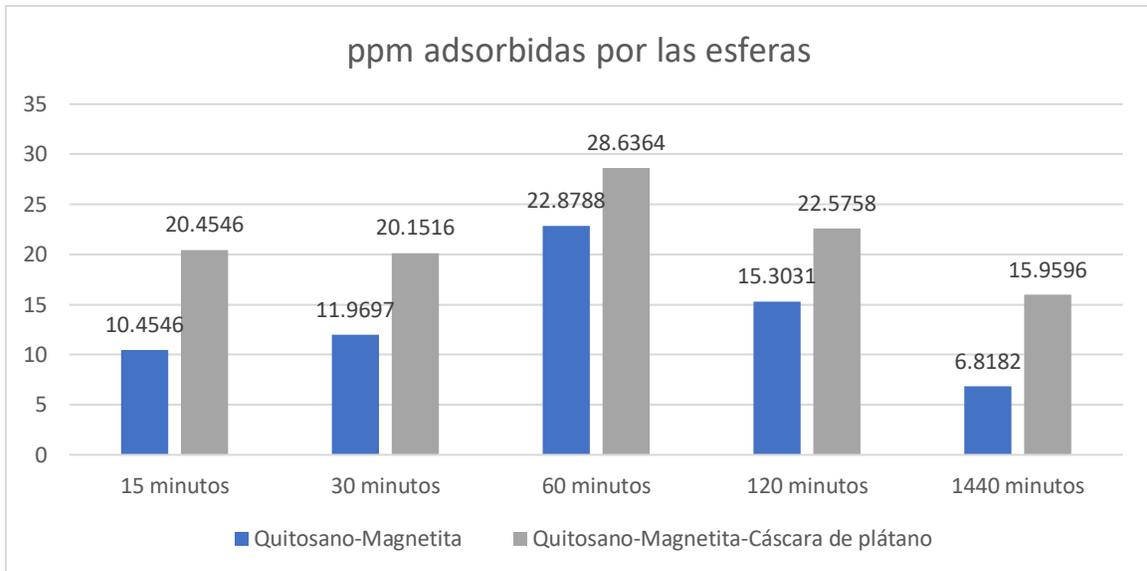
a) Cobre (II) longitud de onda 232 nm pH 4.5 unidades.



**Figura 5.8. Comportamiento del compuesto quitosano-magnetita con cloruro de cobre respecto al tiempo.**



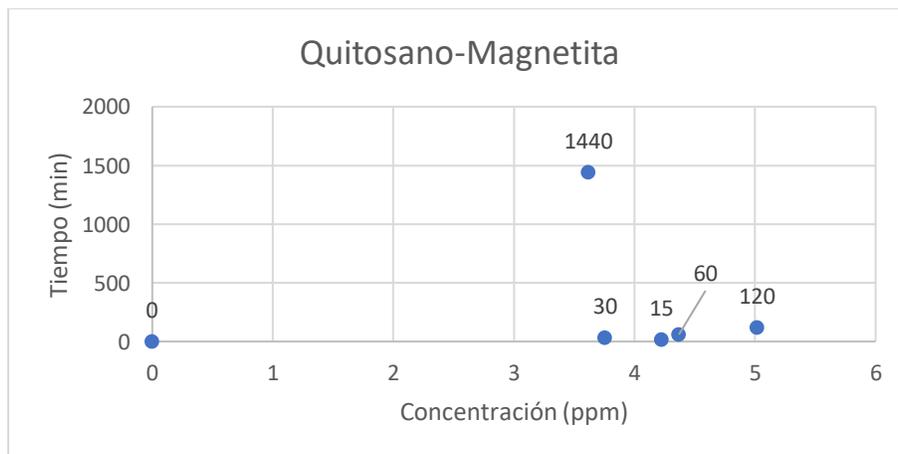
**Figura 5.9. Comportamiento del compuesto quitosano-magnetita-cáscara de plátano con cloruro de cobre respecto al tiempo.**



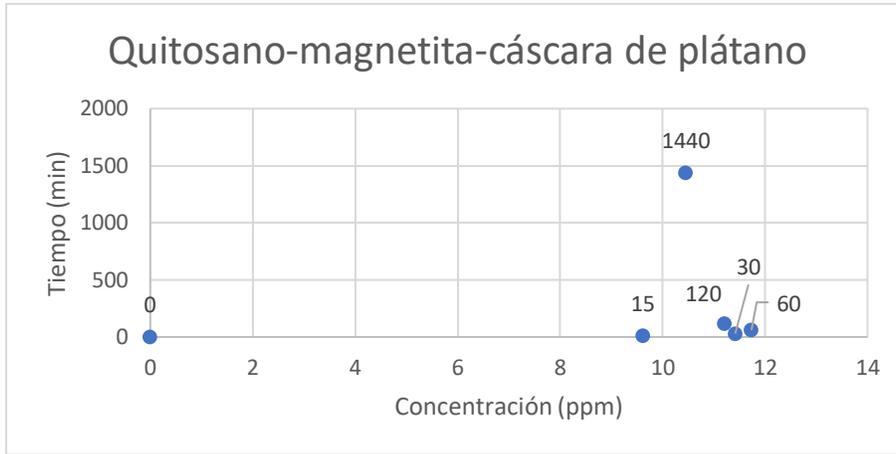
**Figura 5.10. Comparativa del comportamiento del compuesto quitosano-magnetita y quitosano-magnetita-cáscara de plátano con cloruro de cobre.**

En las gráficas anteriores es viable observar el comportamiento de adsorción del compuesto elaborado y el material de referencia. Como se puede ver ambos materiales tiene la mayor adsorción a los 60 minutos, además el compuesto elaborado presenta mayor adsorción en comparación con el material de referencia con máximos de 5.7197 ppm por gramo para el material de referencia y de 7.1591 ppm por gramo para el compuesto elaborado.

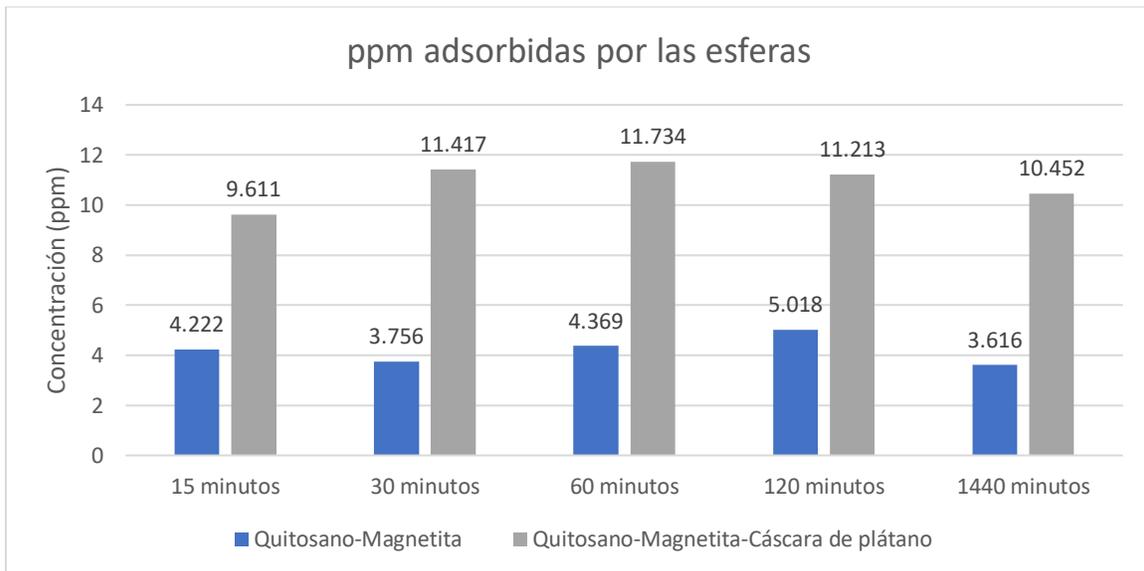
b) Plomo (II) longitud de onda 220 nm pH 5.5 unidades.



**Figura 5.11. Comportamiento del compuesto quitosano-magnetita con cloruro de plomo respecto al tiempo.**



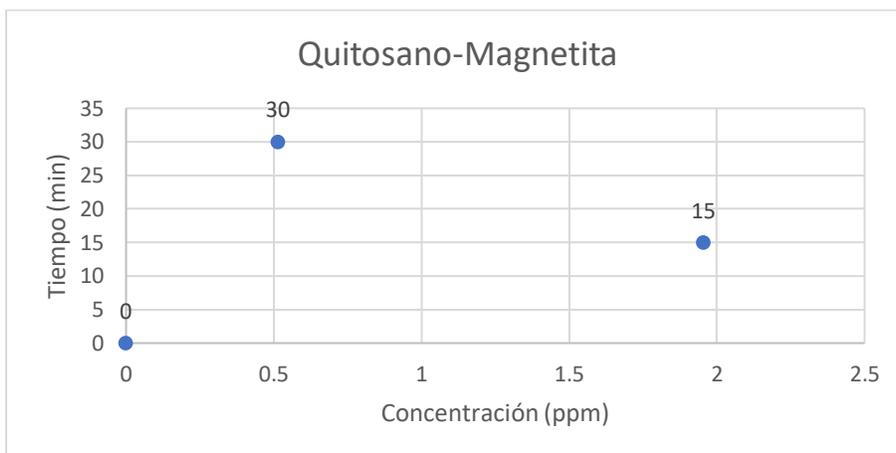
**Figura 5.12. Comportamiento del compuesto quitosano-magnetita- cáscara de plátano con cloruro de plomo respecto al tiempo.**



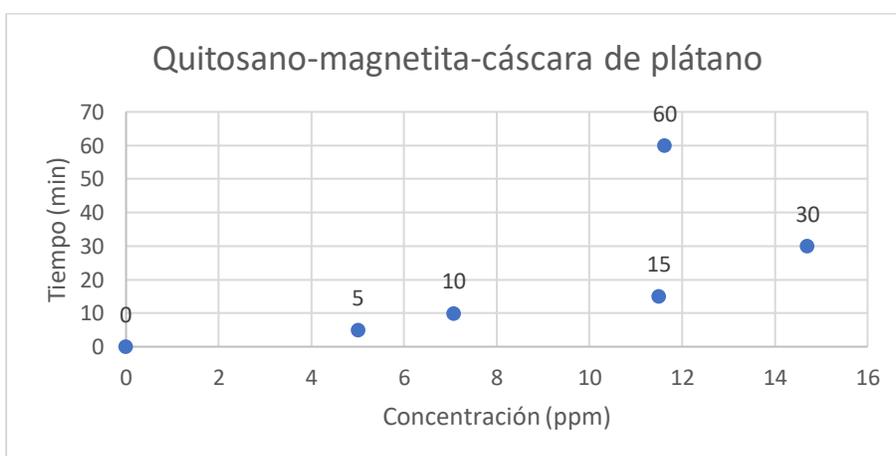
**Figura 5.13. Comparativa del comportamiento del compuesto quitosano-magnetita y quitosano-magnetita-cáscara de plátano con cloruro de plomo.**

En el caso del plomo se observa que, para ambos materiales, a partir de los 15 minutos la adsorción es muy lineal además de que la diferencia de adsorción entre los tiempos 30 y 60 minutos es mínima. La baja adsorción presentada podría atribuirse al tamaño del ion de plomo. Se presenta un máximo de adsorción a los 60 minutos con 2.9335 ppm por gramo para el compuesto elaborado, por otro lado, para el caso del material de referencia el máximo de adsorción se presenta a los 120 minutos con 1.2545 ppm por gramo.

c) Hierro (III) longitud de onda 480 nm pH 3.5 unidades.



**Figura 5.14. Comportamiento del compuesto quitosano-magnetita con cloruro férrico respecto al tiempo.**



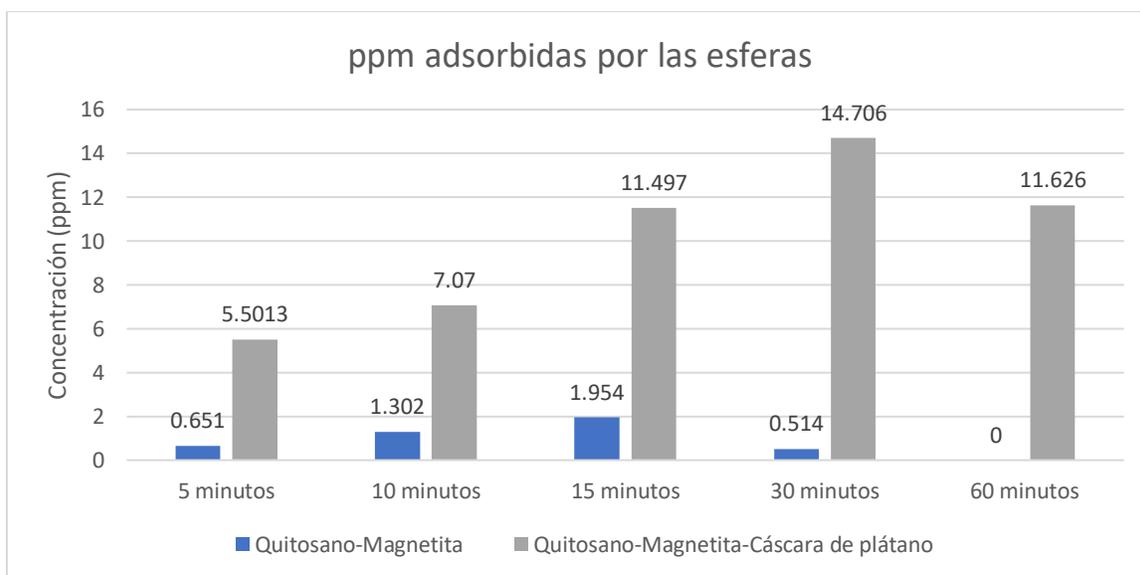
**Figura 5.15. Comportamiento del compuesto quitosano-magnetita- cáscara de plátano con cloruro férrico respecto al tiempo.**

En el caso del hierro fue necesario modificar los tiempos puesto que el pH de la solución es de 3.5 unidades y no es posible llevar a cabo un ajuste debido a que ocurre una precipitación posterior a la reducción de los iones. En el caso del material de referencia el tiempo máximo de adsorción fue de 30 minutos, porque posterior a este tiempo el material se disolvió en el ambiente ácido de la solución. Para el caso del compuesto elaborado se realizaron lecturas hasta los 60 minutos ya que al parecer la cáscara de plátano confiere una estabilidad extra al material y es posible

mantenerlo en la solución por un tiempo mayor sin que este se disuelva a causa de la acidez.

Por su parte, el material de referencia presentó una adsorción máxima a los 15 minutos, sin embargo, esa adsorción fue mínima y de solo 0.4885 ppm por gramo. En el caso del compuesto, la adsorción máxima se llevó a cabo a los 30 minutos con una adsorción de 3.6765 ppm por gramo de material.

La adsorción de este ion metálico es de gran importancia pues, según la investigación realizada el material de referencia no es capaz de remover iones de estados de oxidación distintos a 2+ y en este caso la adición de la cáscara de plátano confiere propiedades extra como lo son una mayor estabilidad ante ambientes más ácidos y la capacidad de remover iones polivalentes.



**Figura 5.16. Comparativa del comportamiento del compuesto quitosano-magnetita y quitosano-magnetita-cáscara de plátano con cloruro férrico.**

Es importante recordar que el material es un hidrogel, de modo que todos los pesos mencionados son en base húmeda, aunque es posible determinar el rendimiento real del compuesto por medio de una diferencia de pesos al tener un gramo de base húmeda y posteriormente realizar un secado y nuevamente pesar. La relación que existe entre la base húmeda y la base seca es:  $1g \text{ base húmeda} = 0.039 g \text{ base seca}$

## 6. CAPÍTULO VI. CONCLUSIONES

Dentro de los distintos métodos de remoción de contaminantes uno de los más usados a causa de su eficiencia y baja intervención en los efluentes acuáticos es la adsorción de los contaminantes. Este método es eficaz y, además, no es necesario adicionar sustancias químicas al agua como en el caso de la precipitación química, sino que se agrega un material encargado de extraer los contaminantes por medio de interacciones electroestáticas, de modo que al extraer el material adsorbente se extrae la sustancia contaminante.

En este proyecto de investigación fue propuesto un material compuesto nanoestructurado cuyo fin es adsorber iones metálicos por medio de materiales amigables con el medio ambiente como el quitosano y que requieren poco procesamiento como la cáscara de plátano. De tal manera que al disminuir el procesamiento también se disminuye la cantidad de energía y sustancias, tanto las necesarias para el procesamiento como residuales del mismo.

Inicialmente se realizó la síntesis de magnetita por medio de una coprecipitación química y se usó difracción de rayos X como método de caracterización donde se corroboró la fase del óxido de hierro discerniendo entre magnetita y maghemita. También, se obtuvo el tamaño del cristalito que fue de entre 20 y 30 nm. Posterior a esto, se buscó implementar el mejor método de dispersión de las nanopartículas en la matriz polimérica y se obtuvo la relación de cáscara de plátano ideal para mejorar las propiedades. Para ello, se llevaron a cabo distintos métodos donde variaba la morfología del compuesto o la resistencia física. Así mismo, las propiedades del compuesto fueron comprobadas lo mismo por las pruebas de adsorción, que por la microscopía electrónica de barrido. En cuanto a la relación entre la magnetita y el quitosano, se usó un 0.33 % en peso de magnetita respecto al quitosano y una cama de 0.1 g/cm<sup>2</sup> de cáscara de plátano micropulverizada sobre la solución de hidróxido de sodio usada para gelificar el compuesto.

Como podemos observar la obtención de los materiales formadores del compuesto, así como la elaboración de éste fueron exitosas, siendo posible apreciar su

distribución por medio de la microscopía electrónica de barrido. Además, con el fin de obtener datos sobre el funcionamiento del compuesto fue puesto a prueba de tal modo que se pudiera obtener el tiempo óptimo de adsorción y cantidad necesaria para saturar el material y, así, compararlo con un material de referencia cuyo funcionamiento ya fue probado y estudiado.

En cuanto al funcionamiento del compuesto, fue posible comprobar mediante la experimentación la capacidad de éste para adsorber iones polivalentes además de superar la capacidad máxima de adsorción del material reportado en la bibliografía. Esto se logró realizando experimentos de adsorción con soluciones que contenían uno de los iones propuestos con una concentración inicial de 50 ppm lo cual permitió estudiar de manera eficaz la cinética de adsorción y la capacidad máxima de retención del compuesto.

Los tiempos de adsorción del compuesto se sitúan: para el cobre a los 60 minutos con una adsorción máxima de 7.1591 ppm/g contra 5.7191 ppm/g del material de referencia. Para el plomo a los 60 min con una adsorción máxima de 2.9335 ppm/g contra 1.2545 ppm/g del material de referencia. La menor adsorción respecto al cobre puede ser ocasionado por dos factores principalmente: uno, que al tener un pH más cercano al neutro la cantidad de sitios de quelación sea menor. Dos, como el tamaño del ion respecto al catión del cobre y hierro es mayor, los sitios de quelación se saturan más rápidamente. Finalmente, para el hierro a los 30 minutos para el compuesto y 15 para el material de referencia con adsorciones máximas de 3.6765 ppm/g contra 0.4885 ppm/g del material de referencia.

En cuanto a la implementación de material compuesto en un filtro, de forma que pueda ser utilizado para el filtrado previo al ingreso del agua a las viviendas se proponen dos alternativas: ya sea usando únicamente el material de modo que funcione como un posible suavizador o como complemento a un filtro con materiales como arena o carbón activado que además de contribuir activamente en el filtrado ocasionen una disminución del flujo, de manera que el líquido esté el mayor tiempo posible en contacto con el compuesto con la finalidad de incrementar su desempeño.

Tomando en cuenta los niveles máximos permisibles de los metales en el agua de uso doméstico (0.3 ppm en promedio) y el consumo diario medio de 100 litros por persona se estima que un filtro que posea un peso aproximado del material compuesto de 300 gramos se estimaría una vida útil de 3 meses.

Si bien la capacidad de adsorción del compuesto aún se encuentra limitada se espera que a través de la mejora en los procesos y materiales se logre aumentar el rendimiento de los materiales con capacidad de adsorber iones de metales pesados debido al enorme problema de salud pública que estos representan.

## 7. REFERENCIAS

- [1] S. E. Manahan, Introducción a la química ambiental, México: Reverté ediciones, 2007.
- [2] C. López Martínez, V. Gavidia Catalán y J. Rueda Cevilla, ¡¡Agua!!, Madrid: Solana e Hijos, 2004.
- [3] WWAP (Programa Mundial de Evaluación de los Recursos Hídricos de las Naciones Unidas), Informe Mundial de las Naciones Unidas sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos 2017. Aguas residuales: El recurso desaprovechado, París: UNESCO, 2017.
- [4] J. Lara, C. Tejeda, Á. Villabona, A. Arrieta y C. Granados Conde, «Adsorción de plomo y cadmio en sistema continuo de lecho fijo sobre residuos de cacao,» *Ion*, vol. 29, nº 2, pp. 113-124, 2016.
- [5] R. O. Cañizares Villanueva, «Biosorción de metales pesados mediante el uso de biomasa microbiana,» *Revista Latinoamericana de Microbiología*, vol. 42, nº 3, pp. 131- 143, 2000.
- [6] M. A. Correa Murrieta, R. G. Sánchez Duarte, J. Álvarez Sánchez, G. E. Dévora Isiordia y G. M. Velázquez, «Remoción de cromo hexavalente por quitosano entrecruzado,» de *Ciencias Ambientales: Tendencias y Aplicaciones Tecnológicas en México*, México, ITSON, 2017, pp. 154-157.
- [7] J. L. Mendoza Lagunas, M. M. Meza Montenegro, J. J. Balderas Cortés, I. Mondaca Fernández y B. Corpus Vullarreal, «Determinación de metales traza en agua de pozo mediante espectrofotometría de absorción atómica en la comunidad de Pótam, Sonora,» de *Ciencias Ambientales: Tendencias y Aplicaciones Tecnológicas en México*, México, ITSON, 2017, pp. 111-115.

- [8] F. Galván Magaña y O. Escobar Sánchez, Bioacumulación y Biomagnificación de mercurio y selenio en peces pelágicos mayores de la Costa Occidental de Baja California Sur, México., B. C. S., México: Doctorado en Ciencias Marinas Thesis, Instituto Politécnico Nacional. Centro Interdisciplinario de Ciencias Marinas, 2011.
- [9] R. Sans Fonfría y J. de Pablo Ribas, Ingeniería ambiental: contaminación y tratamientos, Barcelona: Marcombo, 1989.
- [10] S. E. Manahan, Introducción a la química ambiental, México: Reverté, 2007.
- [11] R. S. Ramalho, Introduction to wastewater treatment processes, Londres: Academic Press, 1996.
- [12] R. O. Cañizares Villanueva, «Biosorción de metales pesados mediante el uso de la biomasa bacteriana,» *Revista Latinoamericana de Microbiología*, vol. 42, pp. 131-143, 2000.
- [13] A. F. Cardona Gutiérrez, D. D. Cabañas Vargas y A. Zepeda Pedreguera, «Evaluation of the power of orange peel biosorbent for the removal of heavy metals, Pb (II) y Zn (II),» *Revista Académica de la FI-UADY*, vol. 17, nº 1, pp. 1-9, 2013.
- [14] K. Ghimire y et al., «Adsorptive separation of arsenate and arsenite anions from aqueous medium by using orange waste,» *Water Research*, vol. 37, pp. 4945-4953, 2003.
- [15] D. Hull, Materiales compuestos, España: Editorial Reverté, 1987.
- [16] F. C. Basurto, D. García López, N. Villarreal Bastardo, J. C. Merino y J. M. Pastor, «Nuevos nanocompuestos de PBT con sepiolitas modificadas,» de *Nuevos retos en materiales poliméricos*, Castelló de la Plana, Publicacions de la Universitat Jaume I, 2008, pp. 129-131.

- [17] C. L. Velásquez, «Algunos usos del quitosano en sistemas acuosos,» *Revista Iberoamericana*, vol. 4, nº 2, pp. 91-109, 2003.
- [18] H. Gers-Barlag y A. Müller, «Preparados fotoprotectores cosméticos o dermatológicos con un contenido en dioctilbutamidotriazona y uno o varios agentes filmógenos y uno o varios polioles». España Patente 2273634, 2000 11 29.
- [19] C. Lárez Velásquez, «Quitina y quitosano: materiales del pasado para el presente y el futuro,» *Avances en química*, vol. 1, nº 2, pp. 15-21, 2006.
- [20] J. Wang y C. Chen, «Biosorbents for heavy metals removal and their future,» *Science Direct: Biotechnology Advances*, vol. 27, nº 2, pp. 195-226, 2009.
- [21] M. Dávila, El plátano, Managua: Ministerio de Desarrollo Agropecuario y Reforma Agropecuaria-IICA, 1983.
- [22] G. Blasco López y F. Gómez Montaña, «Propiedades funcionales del plátano (*Musa sp*),» *Revista Médica de la Universidad Veracruzana*, vol. 14, nº 2, 2014.
- [23] R. D'Addosio, G. Páez, M. Marín, F. Marmol y J. Ferrer, «Obtención y caracterización de pectina a partir de la cáscara de parchita (*Passiflora edulis f. flavicarpa Degener*),» *Rev. Fac. Agron.*, vol. 22, pp. 240-249, 2005.
- [24] C. Klein y C. S. Hurlbut, Manual de mineralogía, Volumen 1, España: Editorial Reverté, 2006.
- [25] B. E. Jiménez Cisneros, La contaminación ambiental en México: causas, efectos y tecnología apropiada, México: Limusa, Colegio de Ingenieros Ambientales de México, A. C., Instituto de Ingeniería de la UNAM y FEMISCA, 2001.
- [26] México. Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, «SEMARNAT,» 21 09 1998. [En línea]. Available:

<http://biblioteca.semarnat.gob.mx/janium-bin/detalle.pl?Id=20171016175519>.  
[Último acceso: 16 10 2017].

- [27] E. A. Elizalde Peña, D. G. Zarate Treviño, S. M. Nuño Donlucas, L. Medina Torres, J. E. Gough, I. C. Sánchez, F. Villaseñor y G. Luna Barcenás, «Synthesis and characterization of a hybrid (chitosan-g-glycidyl methacrylate)–xanthan hydrogel,» *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition*, vol. 24, nº 12, pp. 1426-1442, 2014.
- [28] I. Materials Data, «Materials Data,» Materials Data, Inc., 2017. [En línea]. Available: <https://materialsdata.com/>. [Último acceso: 29 enero 2019].
- [29] C. R. Brundle, C. A. Evans y S. Wilson, *Encyclopedia of Materials Characterization: Surfaces, Interfaces, Thin Films*, Estados Unidos de América: Elsevier, 1992.
- [30] M. P. Ltd, «Malvern Panalytical a spectris company,» Malvern Panalytical Ltd, 2019. [En línea]. Available: <https://www.malvernpanalytical.com/es/products/technology/light-scattering/dynamic-light-scattering>. [Último acceso: 22 Enero 2019].
- [31] D. A. Skoog, J. J. Leary y F. J. Holler, *Principios de análisis instrumental*, Mexico: McGraw-Hill, 1998.
- [32] L. Sandoval Yoal, L. Montellano Palacios, M. Piña Soberanis y L. O. Sánchez Guzmán, «Potencial Zeta como una herramienta para determinar la aglomeración de las partículas en la reducción del volumen del lodo a disponer,» Instituto Mexicano de Tecnología del Agua, Morelos, México, 2000.

## 8. APÉNDICE

### 8.1. Difracción de rayos X

Los rayos X son una forma de radiación electromagnética de alta energía y pequeña longitud de onda (entre 0.5 Å y 2.4 Å). Cuando un haz de rayos X incide en un material sólido, parte de este haz se difracta en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentra en el trayecto, pero el resto del haz puede dar lugar al fenómeno de difracción de rayos X.

La difracción de rayos X es una poderosa técnica que es utilizada para identificar de forma exclusiva las fases cristalinas presentes en los materiales, así como para medir sus propiedades estructurales como lo son: tamaño de grano, epitaxia, composición de fases, orientación preferencial y defectos estructurales de estas fases. La difracción de rayos X también es utilizada para determinar el espesor de películas delgadas, multicapas y arreglos atómicos en materiales amorfos incluyendo a los polímeros y en las interfaces.

La difracción de rayos X tiene lugar si existe una disposición ordenada de los átomos y si se satisface la ley de Bragg, que relaciona la longitud de onda de los rayos X y la distancia interatómica con el ángulo de incidencia del haz difractado. A continuación, se presenta la Ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$$

Donde  $d$  es la distancia entre los planos de la red en la dirección de incidencia,  $\theta$  es el ángulo entre el haz incidente y la superficie del cristal,  $n$  es el orden de la difracción y  $\lambda$  es la longitud de onda.

Un patrón de difracción de rayos X se obtiene de hacer un barrido en el ángulo  $2\theta$  y medir la intensidad de la radiación mediante un detector. La técnica de XRD es un excelente método no destructivo para identificar fases y caracterizar las propiedades estructurales de los materiales además de ser barato y de fácil implementación. [29]

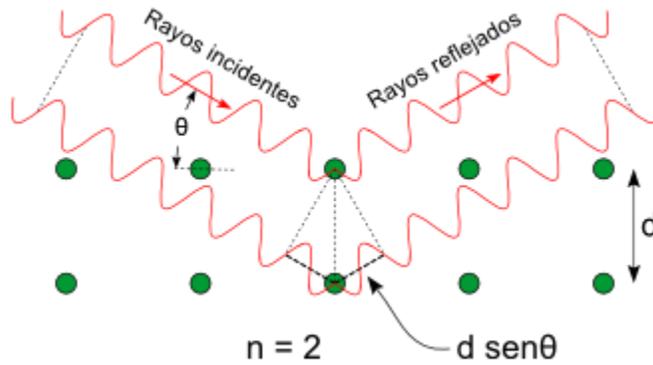


Figura 8.1. Diagrama difracción de rayos X.

## 8.2. Dispersión de luz

La dispersión de luz dinámica (DLS), a la que a veces se hace referencia como dispersión de luz cuasi elástica (QELS), es una técnica no invasiva y bien establecida para medir el tamaño y distribución de tamaño de moléculas y partículas típicamente en la región submicrométrica, y con la última tecnología, inferiores a 1 nm.

Las aplicaciones típicas de la dispersión de luz dinámica son la caracterización de partículas, emulsiones o moléculas que se han dispersado o disuelto en un líquido. El movimiento Browniano de las partículas o moléculas en suspensión hace que la luz láser se disperse en diferentes intensidades. Del análisis de estas fluctuaciones de intensidad se obtiene la velocidad del movimiento browniano y por lo tanto el tamaño de partícula utilizando la relación de Stokes-Einstein.

La tecnología de dispersión de luz dinámica ofrece beneficios como: Análisis de tamaño de partícula exacto, confiable y repetible en poco tiempo, edición en el ambiente nativo del material, las muestras turbias simples, sin preparación, de alta concentración, pueden medirse directamente, configuración sencilla, medición de tamaño, de tamaños de hasta 1 nm, medición de tamaño de moléculas con MW < 1000 Da, requisito de volumen bajo (hasta 2  $\mu$ l), entre otros. [30]

### 8.3. Espectroscopía UV-vis

La espectroscopia UV-Visible es una de las técnicas más ampliamente y más frecuentemente empleadas en el análisis químico.

Para que una sustancia sea activa en el visible debe ser colorida: el que una sustancia tenga color, es debido a que absorbe ciertas frecuencias o longitudes de onda del espectro visible y transmite otras más. Por ejemplo: una solución es amarilla debido a que dentro de la región visible absorbe radiación en el rango de 435 a 480 nm. En este rango de longitud de onda se encuentra el color azul del visible, por lo que este compuesto absorbe el color azul y transmite los colores complementarios que dan origen al color amarillo de la solución mencionada.

El espectro Visible y el Ultravioleta tienen amplia aplicación y son técnicas que se emplean continuamente. El rango visible se considera de los 380 a los 750 nm mientras que el rango del Ultravioleta cercano o del Cuarzo es de 190 a 380 nm.

La base de la espectroscopia UV-Vis consiste en medir la intensidad del color (o de la radiación absorbida en UV) a una longitud de onda específica comparándola con otras soluciones de concentración conocida (soluciones estándar) que contengan la misma especie absorbente. Para tener esta relación se emplea la Ley de Beer, que establece que, para una misma especie absorbente en una celda de espesor constante, la absorbancia es directamente proporcional a la concentración. [31]

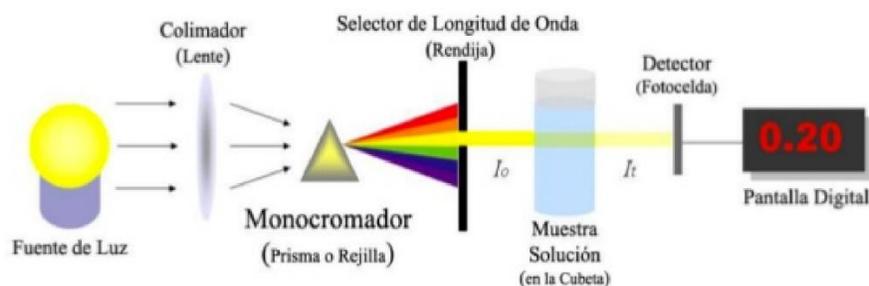


Figura 8.2. Diagrama espectroscopía UV-Vis.

#### **8.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)**

Con el propósito de una caracterización detallada de los materiales el microscopio óptico ha sido reemplazado con el microscopio electrónico de barrido debido a su razonable costo en comparación con otras técnicas y al amplio rango de información que provee de manera oportuna.

El SEM provee a los investigadores con imágenes altamente magnificadas de la superficie de los materiales de una manera muy similar a lo que uno esperaría ver si pudiera ver la superficie visualmente. Esto permite simplificar la interpretación de la imagen considerablemente, sin embargo, se debe tener cuidado ya que esta simpleza también puede llevarnos a interpretaciones erróneas. La resolución de un SEM puede alcanzar unos pocos nanómetros y puede operar con magnificaciones fácilmente ajustables de entre 10X y 300,000X. Por medio del SEM no sólo es posible obtener información topológica, también es posible determinar la composición en las regiones superficiales.

En el SEM, una fuente de electrones es enfocada en una muestra y posteriormente se hace un barrido con el haz de electrones, como consecuencia de la penetración de estos electrones en la superficie ocurre una cantidad de interacciones que dan como resultado la emisión de electrones o fotones desde la superficie. Una fracción razonable de estos electrones emitidos es recolectada por los detectores y hace posible formar una imagen.

El uso de un SEM requiere poco en lo que respecta a la preparación de la muestra siempre y cuando ésta no sufra alteraciones al estar en el vacío ya que es una de las condiciones de operación del equipo. En caso de que la muestra sea conductora la mayor limitación será si la muestra cabe en el porta muestras del equipo. En caso de que la muestra sea aislante será necesario realizar un recubrimiento delgado (10 nm aproximadamente) de un material conductor como carbón, oro u otro metal. Resulta importante mencionar que es posible estudiar muestras aislantes sin recubrimiento, sin embargo, es necesario hacer uso de voltajes menores a los 2 keV ya que de otro modo sólo se dañará la muestra. [29]

## Microscopio electrónico de barrido

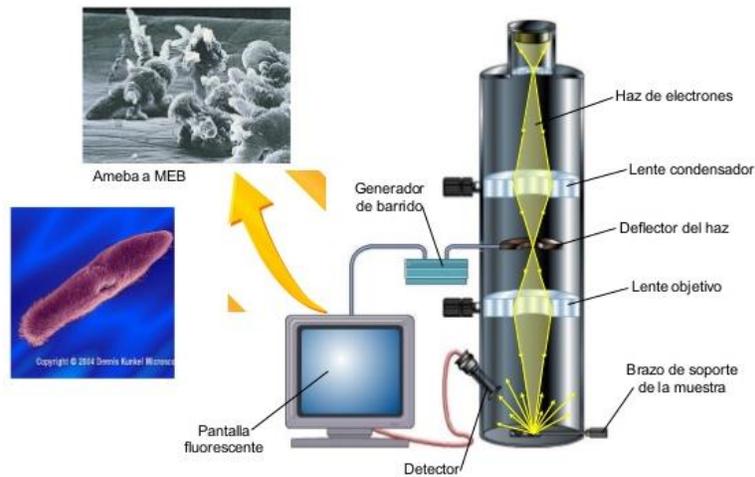


Figura 8.3. Diagrama microscopio electrónico de barrido.

### 8.5. Potencial Z

El potencial Z es una medida de la estabilidad de una partícula e indica el potencial que se requiere para penetrar la capa de iones circundante en la partícula para desestabilizarla. Por lo tanto, el potencial Zeta es la potencia electrostática que existe entre la separación de las capas que rodean a la partícula.

Estas cargas producen fuerzas de repulsión electrostática entre las partículas vecinas. Si la carga es suficientemente elevada los coloides permanecen discretos, dispersos y en suspensión. Reduciendo o eliminando estas cargas se obtiene el efecto opuesto y los coloides se aglomeran y sedimentan. Es posible manipular estas cargas de modo que por ejemplo en el tratamiento de agua se usen sustancias floculantes, las cuales reducen las cargas dando como consecuencia la aglomeración y sedimentación de las partículas que se desea eliminar. [32]