



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TOLUCA

**“ESTUDIO DE REMOCIÓN DE Pb^{+2} Y Cu^{+2}
UTILIZANDO UN COMPOSITO DE AL-NaPAA- Fe_3O_4 ”**

**PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRA
EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

PRESENTA:

ADRIANA LÓPEZ MIRAFUENTES

No. CONTROL:

M23281640

DIRECTOR DE TESIS:

DR. NICOLÁS FLORES ÁLAMO

CODIRECTORA:

DRA. MARÍA DEL CARMEN CARREÑO DE LEÓN

METEPEC, ESTADO DE MÉXICO, 26 NOVIEMBRE DE 2025



Instituto Tecnológico de Toluca
Comunicación y Difusión

Metepec, Edo. de México, **07/Noviembre/2025**
DEPI-3200-615/2025

ADRIANA LÓPEZ MIRAFUENTES
CANDIDATA AL GRADO DE MAESTRA
EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL

PRESENTE

De acuerdo con los Lineamientos para la Operación de los Estudios de Posgrado en el Tecnológico Nacional de México y las disposiciones en este Instituto, habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora realizó con respecto a su Trabajo de Tesis titulado **"ESTUDIO DE REMOCIÓN DE Pb^{+2} y Cu^{+2} UTILIZANDO UN COMPOSITO DE AL- $NaPAA-Fe_3O_4$ "**, la División de Estudios de Posgrado e Investigación de este Instituto, concede la Autorización para que proceda al envío del trabajo final vía correo Institucional.

Sin más por el momento, quedo de usted.

ATENTAMENTE
Excelencia en Educación Tecnológica®
"Educación, integridad y ciencia"



JORGE SÁNCHEZ JAIME
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

ccp. Archivo
JSJ/mccl



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. Tecnológico 5/N, Col. Agrícola Bellavista, Metepec, Edo. de México,
C.P. 52149, Tels. Dirección: 7222087205, Conmut.: 7222087200
e-mail: info@toluca.tecnm.mx tecnm.mx | toluca.tecnm.mx





Educación
Secretaría de Educación Pública



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



Instituto Tecnológico de Toluca
Comunicación y Difusión

Metepec, Edo. de México, 07/Noviembre/2025
DEPI-3200-606/2025

DR. JORGE SÁNCHEZ JAIME
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

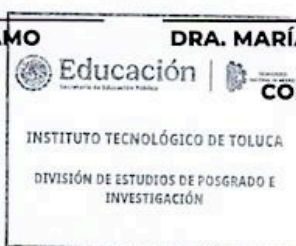
P R E S E N T E

Por este medio comunicamos a usted que la comisión Revisora designada para analizar la Tesis: **"ESTUDIO DE REMOCIÓN DE Pb^{+2} y Cu^{+2} UTILIZANDO UN COMPOSITO DE $AL-NaPAA-Fe_3O_4$ "**, que como parte de los requisitos para obtener el grado académico de **MAESTRA en CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL** presenta el **C. ADRIANA LÓPEZ MIRAFUENTES** con número de control **M23281640** para sustentar el acto de Recepción Profesional, ha dictaminado que dicho trabajo reúne las características de contenido y calidad para proceder a la impresión del mismo.

A T E N T A M E N T E

DR. NICOLÁS FLORES ÁLAMO
DIRECTOR DE TESIS

DRA. MARÍA DEL CARMEN CARREÑO DE LEÓN
CODIRECTORA DE TESIS



DR. JULIO CÉSAR GÓMEZ HERNÁNDEZ
REVISOR DE TESIS

DRA. MARÍA DEL CONSUELO HERNÁNDEZ BERRIEL
REVISORA DE TESIS

ccp. Archivo
JSJ/mccl



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. Tecnológico S/N, Col. Agrícola Bellavista, Metepec, Edo. de México,
C.P. 52149, Tels. Dirección: 7222087205, Conmut.: 7222087200
e-mail: info@toluca.tecnm.mx | tecnm.mx | toluca.tecnm.mx



Dedicatorias

A Dios, por acompañarme a lo largo de mi vida y por darme la fortaleza y la sabiduría para lograr mis objetivos.

A mis hijos y esposo por su apoyo, paciencia y amor, por ser un motivo para superarme cada día.

A mis padres, por ser y estar siempre presentes, por su amor, atención y todos sus consejos, cuyo esfuerzo y ejemplo han logrado que pueda terminar un objetivo más.

Especialmente a la persona por la cual pude tener la oportunidad de lograr este objetivo, cada día y para siempre admirare y amare, a mi madre Claudia Mirafuentes Castillo.

Agradecimientos

A mi Director de Tesis Dr. Nicolás Flores Álamo por brindarme la oportunidad de realizar este proyecto, por todo el apoyo durante mis estudios de maestría, por su confianza y su paciencia.

A mi Codirectora Dra. María del Carmen Carreño de León por su confianza, atención, enseñanzas, paciencia durante todo mi proceso personal y academico .

Al Dr. Julio Cesar Gomora Hernández por sus enseñanzas, observaciones y aportaciones para el enriquecimiento de este proyecto.

Agradezco especialmente al Dr. Fredy Cuellar Robles por confiar en mi y recomendarme para poder estudiar la maestria, por ser un amigo y apoyo incondicional.

A la Dra. María del Consuelo Hernández Berriel por sus sugerencias.

Al Instituto Tecnológico de Toluca y al Laboratorio de Investigación en Ingeniería Ambiental por las facilidades brindadas para la realización de este trabajo.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología CONACYT por la beca otorgada para la realización de los estudios de posgrado.

RESUMEN

Los sistemas de agua contaminada a causa de los metales pesados es un problema ambiental importante, por la gran demanda en las actividades económicas y por las graves consecuencias que enfrentan tanto a la salud humana así como a los ecosistemas. Esta contaminación puede ser causada de forma natural o por actividades humanas, entre las que se encuentran la industria petrolera, la industria minera, la eliminación inadecuada de los residuos entre otras. Los metales pesados pueden causar toxicidad aguda y crónica debido a su capacidad de bioacumularse y a su persistencia en el medio; abordar estos problemas exige que se lleven a cabo investigaciones para identificar nuevos métodos de purificación del agua a menor costo y con menos energía, minimizando el impacto a los sistemas ambientales.

En este trabajo se empleó alginato de sodio (AL), poliacrilato de sodio (NaPAA) y magnetita (Fe_3O_4), entrecruzados con cloruro de calcio y eritrol para desarrollar y caracterizar un material adsorbente con el fin de remover Pb^{+2} y Cu^{+2} de una solución acuosa; se propusieron 3 proporciones diferentes del compuesto (2/0.15/0.45, 2/0.25/0.35, 2/0.35/0.25) en g de AL, NaPAA, Fe_3O_4 por cada 100 mL de agua destilada. Se realizó la caracterización, así como experimentos de cinética de adsorción para establecer cuál presenta los mejores resultados, una vez seleccionado el material se midió el efecto del pH sobre la capacidad de adsorción, así mismo la concentración y la temperatura, mediante cinéticas e isotermas de adsorción.

Determinando que la proporción 1 fue la mejor debido su resistencia mecánica y una mejor capacidad de adsorción, el efecto del pH mostró que el pH óptimo para la remoción es de 5, el modelo que describe el ajuste de los datos obtenidos en la cinética es el de pseudo segundo orden para los dos iones. Los resultados de las isotermas muestran que el modelo que mejor se ajusta para Cu^{+2} es el de Langmuir y para Pb^{+2} es el de Freundlich esto sugiere que el proceso de adsorción presenta tanto quimisorción como fisisorción. Por último, el estudio termodinámico mostró que se tiene un proceso espontáneo además presenta una entalpía positiva

sugiriendo un proceso endotérmico y un valor de entropía cercano a 0 para los dos iones que nos indica que el proceso puede ser reversible.

SUMMARY

Water systems contaminated by heavy metals are a significant environmental problem due to the high demand from economic activities and the serious consequences for both human health and ecosystems. This contamination can be caused naturally or by human activities, including the oil industry, the mining industry, and improper waste disposal, among others. Heavy metals can cause acute and chronic toxicity due to their ability to bioaccumulate and their persistence in the environment. Addressing these problems requires research to identify new, less expensive, and less energy-intensive water purification methods that minimize the impact on environmental systems.

In this work, sodium alginate (AL), sodium polyacrylate (NaPAA), and magnetite (Fe_3O_4), crosslinked with calcium chloride and erythrol, were used to develop and characterize an adsorbent material for removing Pb^{+2} and Cu^{+2} from an aqueous solution. Three different composite ratios (2/0.15/0.45, 2/0.25/0.35, and 2/0.35/0.25 g) of AL, NaPAA, and Fe_3O_4 per 100 mL of distilled water were proposed. Characterization was performed, along with adsorption kinetics experiments to determine which material yielded the best results. Once the material was selected, the effect of pH on adsorption capacity, as well as concentration and temperature, was measured using adsorption kinetics and isotherms.

Determining that proportion 1 was the best due to its mechanical resistance and superior adsorption capacity, the pH effect showed that the optimum pH for removal is 5. The model that best describes the fit of the data obtained in the kinetics is a pseudo-second-order model for both ions. The isotherm results show that the Langmuir model best fits Cu^{+2} and the Freundlich model best fits Pb^{+2} , suggesting that the adsorption process exhibits both chemisorption and physisorption. Finally, the thermodynamic study showed that the process is spontaneous and exhibits a positive enthalpy, suggesting an endothermic process, and an entropy value close to 0 for both ions, indicating that the process may be reversible.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	5
1. FUNDAMENTOS	6
1.1 ANTECEDENTES	16
1.2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	19
1.2.1 EL AGUA	19
1.2.2 CONTAMINACIÓN AMBIENTAL	19
1.2.3 ÓXIDOS DE HIERRO	26
1.2.3.1 MAGNETITA	27
1.2.3.2 NANOPARTÍCULAS	29
1.2.3.3 HIDROGELES	29
1.2.3.4 Grado de disociación	31
1.2.3.5 Características particulares.	31
1.2.4 POLIACRILATOS	32
1.2.5 ERITROL	33
1.2.6 ALGINATO DE SODIO	34
1.2.7 ADSORCIÓN	38
1.2.7.1 Adsorción en lotes	40
1.2.7.2 BIOSORCIÓN	40
1.2.8 NORMATIVIDAD	41
1.2.9 REMOCIÓN DE METALES	42
1.2.10 PRINCIPIOS DE LOS MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN	43
1.2.11 CINETICA DE ADSORCIÓN	43
1.2.12 ISOTERMA DE ADSORCIÓN	44
1.2.13 PARÁMETROS TERMODINÁMICOS	45

2 METODO.....	48
2.1 PREPARACIÓN DEL COMPOSITO AL-NAPAA-Fe ₃ O ₄	48
2.3. EFECTO DE LA RELACIÓN AL-NaPAA-Fe ₃ O ₄ SOBRE LA CAPACIDAD DE REMOCIÓN	49
2.4 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL.....	49
2.4.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR).....	49
2.4.2 Análisis termogravimétrico (TGA) (DSC)	50
2.4.3 Microscopia electrónica de barrido con detector EDX (MEB-EDX)	50
2.4.4 Punto de carga cero (pH-pcz).....	50
2.4.5 Cinética de hinchamiento.....	51
2.5.7 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción.....	51
2.5 EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN POR LOTES	52
2.5.1 Cinéticas de adsorción.....	52
2.5.2 Isotermas de adsorción.....	53
2.5.3 Determinación de los parámetros termodinámicos para Cu ⁺² y Pb ⁺²	53
3. RESULTADOS.....	54
3.1 Efecto de la relación AL-NaPAA-Fe ₃ O ₄ sobre la capacidad de adsorción del material	54
3.2.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR).....	55
3.2.2 Análisis termogravimétrico (TGA) (DSC)	61
3.2.4 Microscopia electrónica de barrido con detector EDX (MEB-EDX)	62
3.2.6 Punto de carga cero (pH-pcz).....	65
3.2.7 Cinética de hinchamiento.....	66
3.2.9 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción.....	67
3.3 Capacidad de adsorción por lotes nomocomponente y bicomponente	68
3.4 Cinéticas de adsorción.....	69

3.5 Isotermas de adsorción.....	72
3.6 Determinar parámetros termodinámicos para Cu^{+2} y Pb^{+2}	74
4. CONCLUSIONES.....	76
5. REFERENCIAS.....	78

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Principales actividades industriales generadoras de metales pesados.....	21
Tabla 1.2 Solubilidad de los compuestos de plomo.....	22
Tabla 1.3 Emisión antropogénica de Pb hacia la atmósfera.....	24
Tabla 1.5 Legislaciones existentes para Plomo naciones e internacionales.....	42
Tabla 3.1 Parámetros cinéticos de la adsorción de Cu^{+2} y Pb^{+2}	71
Tabla 3.2 Parámetros de isothermas para la adsorción de Cu^{+2} y Pb^{+2}	74
Tabla 3.3 Parámetros termodinámicos de la adsorción de Cu^{+2} y Pb^{+2}	75

INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 “Diagrama de distribución de especies del plomo”.....	24
Figura 1.2 “Diagrama de distribución de especies del cobre”.....	26
Figura 1.3 Estructura cristalina del Fe_3O_4	29
Figura 1.4 Poliacrilato de sodio	33
Figura 1.5 Eritritol.....	34
Figura 1.6 D-mannuronic acid, ácido L-gulurónico.....	35
Figura 1.7. Gráficas de isotermas de a) Langmuir y b) Freundlich.....	45
Figura 2.1 Diagrama de flujo de la metodología.....	47
Figura 3.1 % de remoción para Cu^{+2} y Pb^{+2} con CaCl_2 y Eritrol	54
Figura 3.2 FTIR Eritrol-NaPAA- Fe_3O_4	56
Figura 3.3 FTIR 1ra proporción con y sin adsorción del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4	57
Figura 3.4 Espectro RAMAN del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4	58
Figura 3.5 Espectro RAMAN del eritrol.....	59
Figura 3.6 Espectro RAMAN poliacrilato.....	59
Figura 3. 7 Difractograma del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4	60
Figura 3. 8 Difractograma Eritrol.....	60
Figura 3.9 Termogramas (TGA) del compuesto de AL-NaPAA- Fe_3O_4	61
Figura 3.10 Termogramas (DSC) del compuesto de AL-NaPAA- Fe_3O_4	62
Figura 3.11 Micrográficas del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4	63
Figura 3.12 Micrográficas del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4 saturadas	64
Figura 3.13 Espectro obtenido por EDX del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4 sin saturar.....	65
Figura 3.14 Espectro obtenido por EDX del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4 saturadas.....	65
Figura 3.15 PZC del compuesto de AL-NaPAA- Fe_3O_4	66
Figura 3.16 Cinética de hinchamiento del compuesto de AL- NaPAA- Fe_3O_4	67
Figura 3.17 Efecto del pH sobre el % de remoción de la P1 del compuesto de	

AL-Na-PAA-Fe ₃ O ₄	68
Figura 3.18 Capacidad de remoción de la P1 del composito de AL-NaPAA-Fe ₃ O ₄ mono y bicomponente.....	69
Figura 3.19 cinética de Cu ⁺² ajustadas a pseudo 1er y segundo orden.....	70
Figura 3.20 cinética de Pb ⁺² ajustadas a pseudo 1er y segundo orden	70
Figura 3.21 Isoterma de Cu ⁺² ajustadas a Langmuir y Freundlich (a).....	73
Figura 3.22 Isoterma de Pb ⁺² ajustadas a Langmuir y Freundlich.....	73

INTRODUCCIÓN

La contaminación ambiental se refiere a la pérdida del equilibrio de los procesos ambientales de los ecosistemas ocasionados a la atmósfera, suelo o agua, siendo, la contaminación por metales pesados la responsable de muchas enfermedades por la exposición aguda, crónica siendo muchas veces difícil diagnosticar.

Los metales pesados ingresan a las cadenas alimentarias desde el suelo contaminado, el agua y el aire, causando contaminación y efectos negativos a la salud en, humanos, peces e invertebrados. Consecuencia de la contaminación ambiental, varios métodos para la remoción de metales pesados en solución se han aplicado, sin embargo, la mayoría generan lodos por lo que su disposición de residuos es complicada, lo que los hace pocos rentables (Flores *et al.*, 2022).

La adsorción es un técnica que ha logrado la eliminación de estos contaminantes (metales pesados) en sistemas acuosos lo que la hace una muy buena opción. Esta tecnología resulta sumamente prometedora por su facilidad, simplicidad, bajo costo, alta eficiencia y sobre todo por la degradabilidad de los materiales naturales (Valladares *et al.*, 2016).

Recientemente, se han implementado diferentes enfoques en lograr la eliminación de metales pesados sobre todo en los recursos hídricos ya que se a convertido en uno de los principales problemas ambientales que más nos aquejan como humanidad. En este contexto, surge la necesidad de sintetizar nuevos materiales híbridos limpios y sustentables, que vallan de la mano con la normatividad, capaces de eliminar metales pesados de las aguas “potables, residuales, etc.” así como para mejorar los rendimientos, la eficiencia, los costos y el impacto ambiental de estos procesos en un futuro. Por lo que el objetivo general es “Sintetizar un compuesto de alginato de sodio(AL), poliacrilato de sodio (NaPAA) acondicionado con Fe_3O_4 para la remoción de Pb^{+2} y Cu^{+2} en solución acuosa” y como objetivos específicos a) Sintetizar perlas de AL-NaPAA- Fe_3O_4 en tres proporciones, b) Entrecruzar perlas adsorbentes utilizando una solución de eritrol para reforzar el entrecruzamiento, c) Realizar pruebas de adsorción para seleccionar el compuesto con mayor capacidad

de remoción de Pb^{+2} y Cu^{+2} , d) caracterizar el adsorbente mediante FTIR, MEB, EDS, punto de carga cero y cinética de hinchamiento, e) Analizar el efecto pH (2,3,4,5,7 y 9) sobre su capacidad de remoción f) determinar parámetros termodinámicos a partir de las pruebas de adsorción a 3 temperaturas (25, 35 y 45°C).

Se realizó la caracterización, así como experimentos de cinética de adsorción para determinar cuál presenta los mejores resultados, una vez seleccionado el material se midió el efecto del pH sobre la capacidad de adsorción, se evaluó el efecto de la concentración y el efecto de la temperatura, mediante cinéticas e isothermas de adsorción.

En el capítulo 1 de esta investigación se determinó que la proporción 1 fue la mejor debido su resistencia mecánica y un mejor porcentaje de adsorción, el efecto del pH mostró que el pH óptimo para la remoción es de 5, así como la caracterización completa. En el capítulo 2 se determinó el modelo que describe el ajuste de los datos obtenidos en la cinética es el de pseudo segundo orden para los dos iones. Los resultados de las isothermas muestran que el modelo que mejor se ajusta para Cu^{+2} es el de Langmuir y para Pb^{+2} es el de Freundlich sugiriendo que el proceso de adsorción presenta tanto quimisorción como fisorción. Por último, el estudio termodinámico arrojó que se tiene un proceso espontáneo además presenta una entalpía positiva y una entropía muy cercana a 0, dando la posibilidad de tener un material magnético de bajo costo capaz de adsorber metales pesados en el agua fácil de separar.

1. FUNDAMENTOS

1.1 ANTECEDENTES

(Barrientos J. L., *et al.*, 2021). En este trabajo se obtuvieron nanomateriales magnéticos por medios químicos (coprecipitación química) y medios físicos como aerosol asistido por deposición de vapor (ACCVd) los cuales mostraron una gran capacidad de remoción de arsénico (As). Donde la capacidad de remoción fue del 100% a los 5 minutos de contacto con el agua contaminada de arsénico y para las nanopartículas de magnetita es del 95% para el mismo tiempo.

(Gutiérrez *et al.*, 2020). Se preparó y caracterizó el *raquis de Zea mays*, alginato de sodio. Se evaluó la capacidad de adsorción de Pb^{+2} en solución acuosa como objetivo principal, tanto en sistemas discontinuos como continuos, este polímero no requiere condiciones complejas además no genera costos altos y tampoco es tóxico, teniendo una adsorción máxima de 60 mg/g para Pb^{+2} . El material se regeneró cuatro ciclos de adsorción-desorción, sin un cambio significativo en las eficiencias de eliminación.

(Tülin D. *et al.*, 2020). Se sintetizó y usó un nuevo nanocompuesto adsorbente magnético $Fe_3O_4/Ni/Ni \times B$ para la eliminación de Pb^{+2} del agua. El nanocompuesto adsorbe efectivamente Pb^{+2} , y debido a que el adsorbente es magnético, se separa fácilmente de la solución. Además, las semillas de algarrobo y uva, que son materiales sostenibles, también se utilizan para la eliminación de Pb^{+2} por primera vez en la literatura. La caracterización de los adsorbentes se realizó mediante microscopía electrónica de barrido combinada con espectroscopia de rayos X de energía dispersiva.

(Carreño de León *et al.*, 2019). Trata sobre como es el comportamiento en la remoción de Pb (II) de aguas residuales por un composito de alginato de sodio – rachis de *Zea mays* a diferentes proporciones, determinando que la relación 1:2 de AL-ZMR fue el óptimo para remover Pb^{+2} obteniendo un 96% de la remoción, así como un pH óptimo de 5, mediante análisis FTIR, permitió identificar los grupos

funcionales presentes en el material adsorbente y que interaccionan con los iones Pb^{+2} .

(Chávez L., *et al.*, 2018). Este trabajo permitió conocer la importancia de la nanotecnología en la atención hacia el cuidado del medio ambiente, estas nanopartículas son eficientes en el tratamiento de aguas residuales, así mismo muestra el uso de la nanotecnología en tratamiento de aguas residuales en el mundo mostrando sus ventajas y desventajas. También se mencionan algunos de los efectos negativos de los nanomateriales y las nanopartículas en sistemas acuáticos. La nanotecnología tiene un campo muy amplio, por lo que constantemente se realizan mejoras en los sistemas de filtración utilizando membranas que no solo disminuyen en tamaño, sino en selectividad y duración, y aunque el costo aún sigue siendo elevado para un tratamiento de aguas a gran escala es importante seguir para lograr avances importantes.

(Flores *et. al.*, 2016). En esta investigación se elaboraron hidrogeles de quitosano-alcohol polivinílico entrecruzados con etilenglicol diglicidil éter (Q/EGDE/PVA), en tres cantidades diferentes de Q/PVA de 35/65, 50/50 y 65/35 % con las pruebas de adsorción se eligió la proporción 35/65 % en peso teniendo la mejor capacidad de adsorción para Cu^{+2} y Zn^{+2} . Se llevó a cabo la caracterización del adsorbente mediante FT-IR, SEM-EDS y XRD, también se determinó el pH del (pH-ZPC) que fue de 7.5. Se llevaron a cabo las pruebas de adsorción para cada uno de los metales, determinando un pH inicial de 5 en las soluciones, donde se obtuvo la máxima capacidad de adsorción con Cu^{+2} . Se observó que para el Zn^{+2} la selectividad del material es menor que para el Cu^{+2} por lo que tiene buen potencial para remover Cu^{+2} inclusive en presencia de iones Zn^{+2} .

(Sánchez Z. S. P., 2014). En este trabajo se usaron hidrogeles de poliacrilato de sodio y poliacrilamida ya que son polímeros con grupos funcionales hidrófilos para analizar la capacidad de absorción de iones metálicos; sin realizar la síntesis o copolimerización entre ellos, se realizaron análisis con distintos tratamientos de agua, para determinar como ayuda este método en comparación con el resto, donde presenta menor capacidad de absorción la poliacrilamida que el poliacrilato de sodio

hidratado comparado a las mismas condiciones sin una previa hidratación del poliacrilato de sodio. Mostrando una eficiencia del poliacrilato de sodio 73% a temperatura ambiente, en todas las pruebas realizadas se mostraron mejores resultados.

(Tejada T. C., *et al.*, 2015). En su investigación que la bioadsorción es una de las mejores alternativas de tratamientos de agua residual, debido a los bajos costos de implementación y mantenimiento en relación con los tratamientos tradicionales de recuperación de metales pesados en efluentes acuosos.

(Huanca C. M., 2022). Nanopartículas de magnetita (NPm) fueron empleadas como excelentes adsorbentes para la eliminación de (Cu), (Pb) y (Mn) en aguas superficiales. El análisis de la magnetita por espectroscopia RAMAN arrojaron picos característicos. En la experimentación en lotes se obtuvo una eficiencia máxima para Pb de 95.67 %, para Mn 53.89% y para Cu 50.73% debido a una atracción electrostática diferente entre los metales pesados. Presentando un mejor ajuste cinético al modelo de pseudo segundo orden en los tres metales.

1.2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.2.1 EL AGUA

Un recurso estratégico en todo el mundo es el agua y en México no es la excepción. De su manejo sustentable e inteligente depende su futuro. Siendo esencial para el bienestar humano y su supervivencia, además es de vital importancia para las diferentes secciones de la economía. La distribución del agua se encuentra de manera variable en el espacio y el tiempo, sometida a presión debido a las distintas actividades antropogénicas.

El agua dulce constituye el 2.5% del agua de la Tierra, la cual se encuentra en su mayoría congelada en casquetes glaciares. Otra parte se presenta principalmente como agua subterránea, y tan sólo una fracción muy pequeña se encuentra en la superficie o en la atmósfera (UNESCO, 2016).

La alteración del agua, mares, lagos y ríos desequilibra el medio ambiente provocando habitualmente procesos que no pueden regresar a ser igual y reflejan un cambio negativo de la calidad de vida. Los grandes problemas ambientales han sido provocados por el aumentado de las actividades industriales y por años, descargas irresponsables de grandes cantidades de contaminantes al medio ambiente entre ellos los metales pesados, pesticidas, detergentes, colorantes, compuestos orgánicos como fenoles, etc. (Abdolali *et al.*, 2014).

1.2.2 CONTAMINACIÓN AMBIENTAL

El concepto de particularmente cobre y cadmio, donde a altas concentraciones son cancerígenos y no biodegradables. Aunque el cobre a bajas concentraciones es un metal indispensable para el desarrollo de las plantas, en concentraciones excesivas están asociados con muchos problemas a la salud y ambientales (Mahbashi A. *et al.*, 2022).

La contaminación por metales pesados tiene gran importancia debido a que son elementos naturales de la corteza de la tierra con cinco veces más su peso en comparación con la densidad del agua (5 g/cm^3), no pueden ser destruidos o

degradados y son encontrados en varias formas, siendo un número de 40 elementos, con un elevado peso, excluyendo generalmente a los metales alcalinos. De estos elementos algunos son más tóxicos y peligrosos para la salud que otros sobre todo cuando se bioacumulan en los tejidos del cuerpo (Tchounwou P. B., *et al.*, 2012).

Hay dos grupos dentro de los metales pesados, los oligoelementos o micronutrientes en el primer grupo estos son requeridos en cantidades pequeñas o cantidades traza tanto en plantas como en seres vivos siendo vitales para que terminen su ciclo de vida, que cuando rebasan su umbral se vuelven tóxicos. El grupo lo conforman: B, As, Cr, Co, Cu, Mn, Mo, Zn, Se y Ni (Hawkes, 1997).

El segundo grupo está constituido por los metales pesados, sin una función biológica conocida. A ciertas concentraciones en los sistemas de los seres vivos provoca disfunciones en los organismos y resulta en un grado de toxicidad (Barakat *et al.*, 2010) además de la propiedad de acumularse en los organismos vivos. El grupo lo conforman: Cu, Cd, Hg, Pb, Ni, Bi, Sb, Ni.

La concentración en la que se encuentren en el ambiente estos metales puede causar daños en la salud de las personas y toxicidad se debe a su capacidad de combinarse con una gran variedad de moléculas orgánicas, si embargo la reactividad de cada metal es diferente (Hawkes, 1997).

Si hay una exposición prolongada puede tener como consecuencia el progreso lento de los procesos físicos, neurológicos y musculares que imitan la enfermedad de Parkinson, la distrofia muscular, la enfermedad de Alzheimer, y la esclerosis múltiple (Soto, 2004).

Los procesos industriales han implementado el uso de metales pesado en consecuencia estos son vertidos en los ambientes acuáticos y terrestres además de ser emitidos a la atmósfera (Fu , *et al.*, 2011).

Tabla 1.1 Actividades industriales generadoras de metales pesados.

METALES	INDUSTRIA	CONTAMINACIÓN
Cd, Ni, Cu, Co, Cr, Zn,	Minería de metales ferrosos	Drenaje ácido de mina, relaves, escombreras
Cd, Ni, Cu, Zn, As, Pb	Extracción de minerales	Presencia en las menas como en los subproductos
As, Cd, Tl, Pb	Fundición	Procesado del mineral para obtención de metales
Cr, Cu, Zn, Pb, Mn,	Metalurgia	Procesado térmico de metales
Cd, Ni, Cu, Zn, Pb, U, Mo, Te	Aleaciones y aceros	Fabricación, eliminación y reciclaje de metales
Cd, Ni, Cu, Zn, Pb, Cr, Hg, Mn	Gestión de residuos	Incineración de residuos o en lixiviados
Fe, Ni, Co, Cr, Zn, Pb	Corrosión metálica	Inestabilidad de los metales expuestos al medio ambiente
Ni, Cu, Zn, Cr	Galvanoplastia	Los efluentes líquidos de procesos de recubrimiento
Cr, Cu, Zn, Pb, Ba, Ti, As	Pintura y pigmentos	Residuos acuosos procedentes de fabricación y el deterioro de pintura vieja
Sb, Ni, Zn, Pb, Cd, Hg	Baterías	Fluido de la pila de residuos, la contaminación del suelo y las aguas subterráneas

Una de las características de los metales pesados es su toxicidad la cual depende de su movilidad en el medio, la cual también depende de su especiación química, tendencia de acumulación o bioacumulación y persistencia (Domenech X. *et al.*, 2008) (Kumar, *et al.*, 2012).

Los metales pesados suelen encontrarse en la fase disuelta dentro de las aguas superficiales o en coloides, un ejemplo es el ion Pb^{+2} o como $Pb(OH)$ el cual por su

baja solubilidad se presentan en concentraciones muy bajas en forma de sedimentos en el agua como en lagos o rios, etc. La biodisponibilidad, transporte o movilidad influyen en la toxicidad de los metales pesados en un cuerpo de agua y se encuentra influenciado por reacciones como: adsorción-desorción e hidrólisis, intercambio iónico, los parámetros fisicoquímicos como: temperatura, conductividad y pH (Tenorio, 2006).

El plomo es un elemento metálico, de color gris-azulado, maleable, dúctil y blando se encuentra en forma de cerusita (PbCO_3) y galena (PbS) por todo el planeta y se utiliza como fuente de obtención del plomo como tal (Baird C. 2001).

Se puede encontrar el plomo en aguas naturales, suelos incluso en la atmosfera; esto por diferentes descargas de aguas residuales ya sea de origen industrial, como ejemplo de ello son las industrias mineras, emisiones de vehículos y pinturas deterioradas de edificios. Tiene una densidad relativa de 11.34 g cm^{-3} y $207.20 \text{ g mol}^{-1}$ su masa atómica, un punto de fusión de 328°C y un punto de ebullición de 1740°C , (Enhag, 2004).

En presencia de aire existe una reacción lenta con el agua formando hidróxido de plomo, el cual es ligeramente soluble.

Tabla 1.2 Solubilidad de los compuestos de plomo

PRODUCTO QUÍMICO	SOLUBILIDAD DEL PLOMO	
Plomo	Agua	Solventes orgánicos
Acetato de plomo $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$	a 50°C	Muy poco soluble en álcalis, soluble en glicerol
Cloruro de plomo $\text{Pb}(\text{Cl})_2$	a 20°C	Insoluble en alcohol
Cromato de plomo $\text{Pb}(\text{CrO}_4)$	-	Insoluble en ácido acético
Nitrato de plomo $\text{Pb}(\text{NO}_3)$	a 0°C	0.4 g L^{-1} en alcohol puro

Actualmente el plomo tiene varios usos entre los cuales se encuentran la generación de baterías, soldaduras, insecticidas, pigmentos, reactivos, explosivos, químicos, acumuladores y alfarería decorativa.

Debido a las distintas actividades antropogénicas como las industriales, el plomo puede encontrarse en forma de sales de (PbCl_2) cloruro de plomo y $(\text{NO}_3)_2$, nitrato de plomo Pb, regularmente en la industria minera, metalúrgica, municiones y manufactura de acumuladores eléctricos; otra forma en la que podemos encontrarlos es por la oxidación de las tuberías galvanizadas, apilamientos de minerales o agua de escorrentía en centros urbanos.

Debido a su grado toxicológico, el plomo ocupa el segundo lugar en la lista de “las 20 sustancias más peligrosas” listadas según la Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades (ATSDR, 2007) (Qaiser S., 2007).

De acuerdo con la exposición al plomo este puede ocasionar efectos biológicos. Concentraciones de plomo altas se relacionan con un desarrollo neurológico anormal y bajo peso al nacimiento. Se bioacumula, principalmente en la médula ósea y esqueleto causando la enfermedad plumbismo, la cual consta de trastornos nerviosos, digestivos y renales.

También es considerado neurotóxico y causa cambios en la conducta, retrasando el desarrollo mental, la intoxicación con plomo en niños son más comunes que en los adultos debido a que podrían estar expuestos incluso desde la etapa intrauterina (Albert *et al.*, 2008).

Problemas graves de salud ocurren cuando concentraciones de plomo son altas, el envenenamiento por plomo puede causar anemia, síntomas de toxicidad, incluida la alteración de la función renal, hipertensión y dolor de cabeza (Gawande *et al.*, 2013).

El plomo se puede incorporar a la cadena trófica, desde la atmósfera, aguas y suelos “plantas, animales, peces y finalmente a humanos” y debido a su toxicidad y acumulación puede causar serios daños a la salud desde concentraciones traza, lo cual ha generado interés por desarrollar nuevas metodologías analíticas para su determinación (Zahida *et al.*, 2008).

Se puede observar ejemplos de emisiones antropogénicas en la tabla 1.3.

Tabla 1.3 Emisión antropogénica de Pb hacia la atmósfera.

ORIGEN DE EMISIÓN	“TONELADAS / AÑO”
Generación de plomo: (fundición): Minería	1,700 – 3,400
Generación de plomo	11,700 – 31,200
Combustión de petróleo: Plantas de energía	230-1,740
eléctrica industrial doméstico.	720-2,150
Otros: Producción de acero	1,070 – 14,200
Origenes móviles	248,030
Combustión del carbón: Plantas de energía	780 – 4,650
eléctrica industrial doméstico.	990 – 9,900

Se muestra el “diagrama de distribución de especies del plomo” en la figura 1.1 donde se muestra que un pH menor a 7 se presenta como especie Pb^{2+} y a pH mayor se presenta $Pb(OH)_2$.

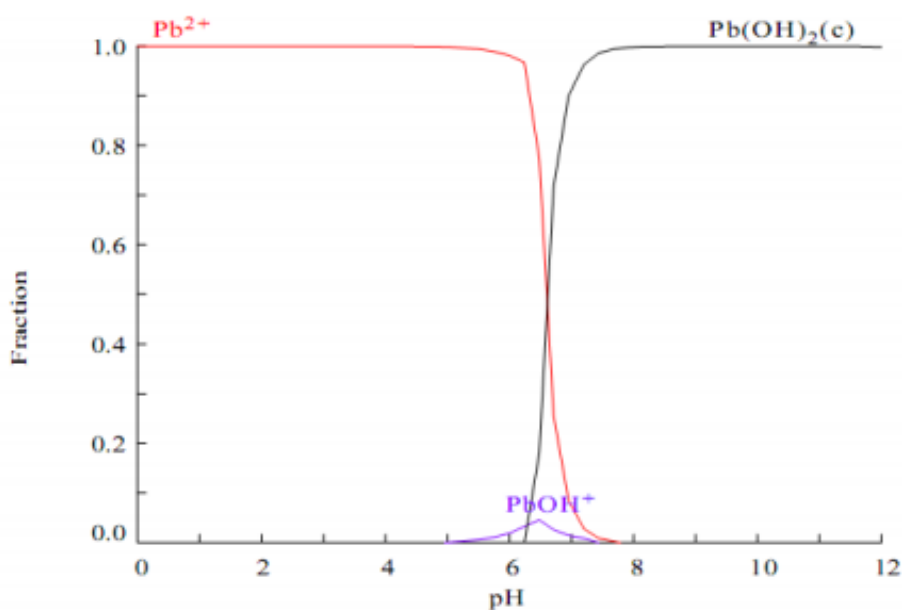


Figura 1.1. Diagrama de distribución de especies del plomo (Isern, 2011)

Así como se ha visto la importancia del plomo también el cobre es un metal al cual hay que tratar ya que es un metal de color rojizo, se encuentra en rocas, suelos, sedimentos, aguas, aire, las plantas y en todos los animales, la mayoría de los complejos y compuestos que forma son verdes o azules y regularmente solubles en agua. Entre los minerales más importantes encontramos bornita (Cu_5FeS_4), tenorita (CuO), malaquita [$\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2$], azurita ($\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$) y calcopirita (CuFeS_2), (Ordoño *et al.*, 2020).

El cobre puede ser resultado de la contaminación derivada de la fabricación de circuitos impresos en la industria ya que se usan escapados de cobre y diferentes aleaciones, así como en usos como galvanoplastia y pulido eléctrico. La entrada de cobre al cuerpo humano se debe a la interacción con varias enzimas y sus acumulación y excesos pueden causar diversos padecimientos como daño en los ojos e hígado y desequilibrio en los procesos celulares que causan Menkes, Parkinson, Wilson, Alzheimer y enfermedades priónicas (Nassef, 2015).

El cobre se incorpora a varias enzimas dentro del cuerpo humano, un ejemplo es “la enzima lisil-oxidasa es una proteína cobre dependiente, fundamental para la interacción del colágeno y la elastina, elementos esenciales en la formación del tejido conectivo”. Esta enzima colabora en el desarrollo de huesos y músculos y en integrar el tejido conectivo del corazón y vasos. Altas concentraciones de Cu^{+2} pueden causar daños en hígado, ojos además de causar desequilibrio en procesos celulares que provocan Alzheimer, Wilson, Menkes, Parkinson y enfermedades neurodegenerativas (Hu *et al.*, 2017).

El “diagrama de distribución de especies para el cobre” se muestra en la figura 1.2 donde se observa que aun pH menor a 6 se presenta como Cu^{+2} y a medida que aumenta el pH se obtiene $\text{CuO}(\text{cr})$.

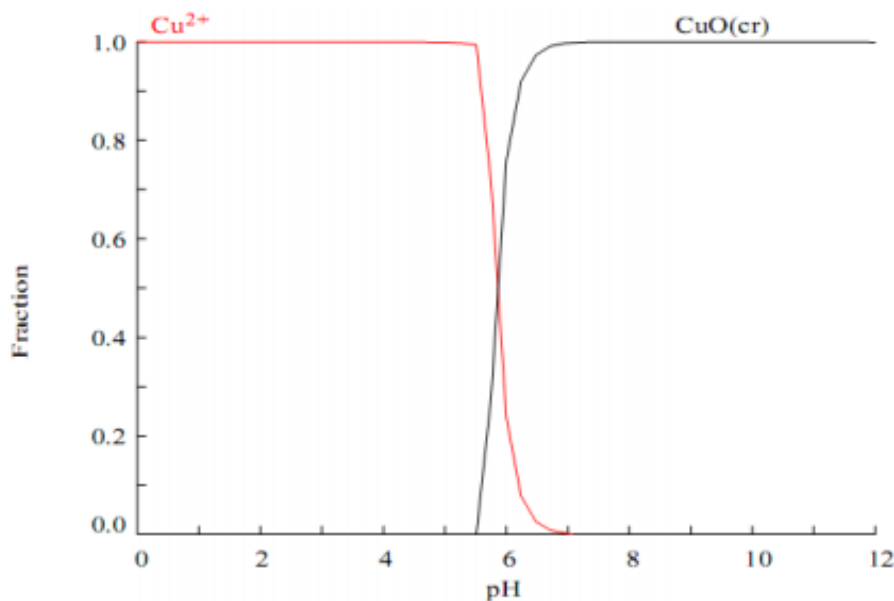


Figura 1.2. Diagrama de distribución de especies del cobre (Isern, 2011)

1.2.3 ÓXIDOS DE HIERRO

Los óxidos de hierro están compuestos de hierro junto con oxígeno y/o hidróxidos OH. Tiene dos estados de agregación, " Fe^{+2} y Fe^{+3} " donde se forman óxidos u oxihidróxidos. Los óxidos de hierro en la naturaleza se encuentran dispersos y en el laboratorio pueden ser sintetizados fácilmente.

Mayormente los óxidos de hierro son cristalinos; hay 16 óxidos de hierro, donde la ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) hematita, (Fe_3O_4) magnetita, ($\alpha\text{-FeOOH}$) goethita, ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) maghemita, ($\beta\text{-FeOOH}$) akaganeíta, son los más comunes.

Las variables que se deben tomar en cuenta en la formación del cristal son el grado de orden estructural y el tamaño del cristal. Con estas se pueden cambiar las propiedades químicas y físicas.

Los óxidos de hierro tienen comportamiento anfotérico lo cual es muy importante, debido a que en la capa fundamental del potencial hay intercambio de protones. En los óxidos de hierro se presentan cristales minúsculos, debido a su alta energía de cristalización. Esto representa una elevada área de superficie específica, ($100 \text{ m}^2/\text{g}$). En la maghemita se reporta un valor de 10 a $150 \text{ m}^2/\text{g}$.

Lo que los hace sorbentes efectivos y tanto sus propiedades físicas y químicas, son utilizadas como; catalizadores en el tratamiento de aguas residuales.

1.2.3.1 MAGNETITA

La (Fe_3O_4) magnetita u óxidos de hierro magnéticos, es un material con características magnéticas es un mineral compuesto de Fe^{+2} y Fe^{+3} , ferromagnético de color negro, su nombre viene de una ciudad griega llamada “Magnesia”. Se clasifica como ferritas y son los que le dan las propiedades magnéticas de las rocas (Warner *et al*, 2010).

Tabla 1.4 Características químicas y físicas de la magnetita.

CLASE	PROPIEDAD
Estructura	Cristalina, isométrica
Sistema cristalino	Cubico, hexaoctaédrico
Composición química	Fe 72.4% y O 27.6%
Peso molecular	231.4 g/mol
Dureza	5.5
Densidad	5.2 g/cm ³
Color	Negro
Propiedades físicas	Fuertemente magnética

La magnetita tiene una estructura de espinela cúbica inversa con un grupo de Fd_{3m} . La celda unitaria tiene propiedades interesantes porque si hay cationes no equivalentes en dos estados de valencia, Fe^{+2} y Fe^{+3} , en la estructura cristalina conduce a la formación de una estructura magnética única.

La celda unitaria también contiene 32 iones O_2 que son cúbicos regulares empaquetados a lo largo de la dirección. Generalmente, los cristales de Fe_3O_4 se distribuyen en capas octaédricas y mixtas octaédricas/tetraédricas a lo largo de la dirección.

La magnetita es un mineral de mena corriente de hierro, se puede encontrar en las rocas ígneas, algunas forman masas de mineral grandes, que pueden contener titanio y puede asociarse a rocas de composición cristalina y también están en las arenas negras de las playas en el mar; forma parte de las formaciones férricas del precámbrico con origen químico sedimentario. En las cuales llega a constituir hasta un 25% de hierro en forma de magnetita.

La magnetita químicamente Fe_3O_4 (o también FeFe_2O_4), es un óxido mixto de hierro; con una composición de 27,6% de oxígeno y 72,4% de hierro. Con estructura de *espinela inversa*, con una celda unitaria cúbica centrada en las caras (FCC de oxígenos, $a = 8,40 \text{ \AA}$). La celda unitaria está constituida por 56 átomos de O_2 y 24 son (Fe^+) óxidos de hierro, donde 16 están en forma férrica (Fe^{+3}) y 8 en forma ferrosa (Fe^{+2}); su proporción químicamente correcta de cationes puede expresarse en la forma $\text{Fe}^{+3}(\text{Fe}^{+2}.\text{Fe}^{+3}) \text{O}_4$, con un grupo espacial $Fd\bar{3}m$ (1, 6).

Los átomos de oxígeno forman una celda unitaria cúbica centrada en las caras y los cationes de hierro están alojados en los espacios intersticiales; las posiciones tetraédricas corresponden específicamente a cationes Fe^{+3} y en las posiciones octaédricas se alojan cationes Fe^{+2} y Fe^{+3} por igual (Yang *et al.*, 2011).

Se describe al mineral magnetita, como soporte catalítico o como catalizador, es un material inorgánico y tiene un importante número de reacciones químicas que llaman la atención tanto a nivel tecnológico, científico y ambiental.

La magnetita se ha analizado en varias reacciones: “catalizador másico, soporte catalítico de metales y de óxidos metálicos, núcleo de catalizadores tipo *core-shell*, o modificado mediante el anclaje de organocatalizadores y complejos metálicos”. Se evalúa el funcionamiento catalítico de estos sistemas fundamentados con magnetita, en reacciones de “catálisis asimétrica, ambiental, ácido-base, de óxidoreducción, de síntesis multicomponente y de acoplamiento C-C”. Particularmente, dichos catalizadores han mostrado enorme importancia en ciertas reacciones de tipo Sonogashira, Sonogashira–Hagihara, Mannich, Ullman, Knoevenagel, Suzuki–Miyaura y Fenton heterogénea, entre otras (Gawande *et al.*, 2013).

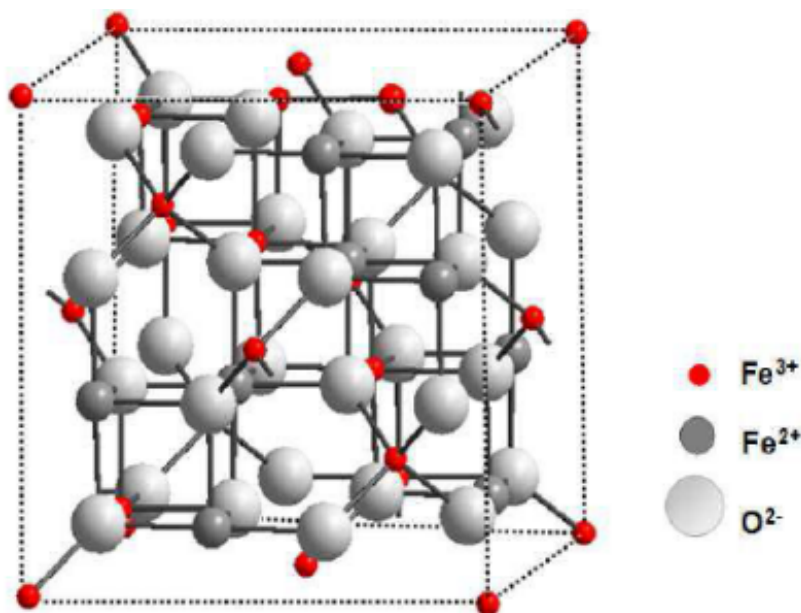


Figura 1.3 Estructura cristalina del Fe_3O_4 , los átomos rojos son Fe^{+2} , los átomos grises son Fe^{+3} y los átomos blancos son oxígeno.

1.2.3.2 NANOPARTÍCULAS

Las nanopartículas de Fe_3O_4 (magnetita) debido a su buena actividad catalítica han tomado mayor importancia en sus posibles aplicaciones, además de la posibilidad de ser modificadas mediante anclaje de ciertas especies químicas y a sus propiedades ferrimagnéticas que facilitan su separación de los medios de reacción mediante la aplicación de campos magnéticos de intensidad apropiada (Gawande *et al.*, 2013).

1.2.3.3 HIDROGELES

Se define a los hidrogeles como materiales poliméricos de origen sintético o natural, que aumentan su volumen cuando interactúan con el agua y así se forman materiales blandos y elásticos cuyas se entrecruzan formando una red tridimensional.

Estos geles poliméricos son conocidos como polímeros súper absorbentes ya que son capaces de retener y absorber gran cantidad de fluidos acuosos.

Tiene una estructura flexible interconectada entre sí que facilita que se de se hinche al contacto con un líquido y a esto se define como gel, por lo que se considera una estructura intermedia entre un estado sólido y un estado líquido finalmente esta estructura esta conformada formada por la fase continua llamada disolvente y por otra fase continúa representada por el sólido.

Otro punto de vista es el reológico “estudios de flujo y deformación de la materia, los geles son sistemas con memoria”, por su capacidad de regasar a su forma original después de someterse a un proceso de modificación presentando una elasticidad característica, se dice que son sistemas con memoria, dándole un carácter de sólido viscoelástico. En ciertas condiciones “los geles se comportan como líquidos, ya que tienen la capacidad de fluir y en consecuencia presentan una viscosidad característica y se comportan como líquidos viscoelásticos”.

Una red tridimensional formada de cadenas flexibles de polímeros que absorben grandes cantidades de agua se considera un hidrogel. Las principales características de estos polímeros son: blandos, hidrofílicos, insolubles en agua y elasticos, donde también aumentan su volumen en su presencia, inchándose y al mismo tiempo manteniendo su forma hasta alcanzar un equilibrio químico y/o físico.

Los hidrogeles se clasifican como polielectrolitos (PE) estos polímeros tienen la capacidad de disociar en especies cargadas en solución. Las macromoléculas que tienen grupos iónicos con union covalente a su formación, estos a su vez deben ser equilibrados por contraiones garantizando la electroneutralidad del sistema.

A partir de un iniciador el cual debe permitir el crecimiento de cadenas macromoleculares y un monomero se sintetiza un hidrogel, además por medio de un agente reticulador que es el que lleva acabo el entrecruzamiento. La relación de estos componentes que se agregan dependerán de los usos para las cuales será destinado el hidrogel, como la elaboración de pañales, la agricultura, lentes de contacto entre otros.

Los PE dentro de la naturaleza de la carga y dependiendo del tipo de carga son: Catiónicos (los cuales portan cargas positivas) o aniónicos (los cuales portan cargas negativas).

1.2.3.4 Grado de disociación

Clasificación de los polielectrolitos:

- Polielectrolitos fuertes: Totalmente ionizados en todo el rango de pH.
- Polielectrolitos débiles: Con disociación incompleta en un rango de pH restringido, ejemplo de ello el poli (ácido acrílico)

De acuerdo al grado de disociación:

Totamente incluidos los polianfolitos: estos materiales no se ionizan completamente, ya sea en una solución básica o en una solución ácida, un ejemplo de estos son el copolímero del ácido maleico y la dialilamina. Este polímero adquirirá cargas positivas en condiciones ácidas y cargas negativas en una solución básica.

1.2.3.5 Características particulares.

Hay muchos estudios que se han realizado en el mejoramiento tanto de la aplicación e innovación de hidrogeles. Los grupos funcionales como: - COOH, -OH, -SO₃H y - CONH₂, son responsables de la hidrofilia.

Los tipos de enlaces son los responsables de la insolubilidad en agua estos han sido encontrados interactuando en la cadena polimérica, reticulando las cadenas poliméricas que se interconectan en la estructura; los enlaces covalentes o iónicos (fuerzas cohesivas fuertes) favorecerán la insolubilidad, mientras que los puentes de hidrógeno (fuerzas cohesivas débiles) llevarán a la disolución de la red polimérica.

Es importante que el hidrogel hinchado también sea estudiado en su estado de equilibrio; para conocer el balance entre las fuerzas cohesivas y las fuerzas osmóticas.

El agua ejerce las fuerzas osmóticas, intentando entrar en la superficie de la red provocando una deformación, contraponiendo a esto las moléculas del hidrogel y con esto se presenta una resistencia a la deformación “fuerzas cohesivas”. Principalmente estas fuerzas son “enlaces covalentes, aunque también puede ser fuerzas hidrófobas, interacciones dipolo-dipolo, y fuerzas electrostáticas”.

1.2.4 POLIACRILATOS

La cadena principal del poliacrilato de sodio tiene grupos de “carboxilato de sodio” (COONa). Cuando interactúa con el agua deja libres grupos negativos ($-\text{COO}^-$) debido al desprendimiento de los iones sodio (Na^+). Los grupos cargados negativamente, en el polímero se “desenrolla” ya que se repelen entre sí y además absorben una gran cantidad de agua. El poliacrilato de sodio al ser un polímero de masa molar muy grande, no se disuelve, sino que gelifica esto es una de sus principales características.

Propiedades del poliacrilato de sodio:

- Su densidad es: 1,32 g/mL a 25 °C
- Su estado físico: Se presenta en polvo o gránulos de color blanco en estado sólido.
- pH: 6-9
- Su peso molecular: Depende del número de monómeros que contenga.
- Solubilidad: Soluble en agua

La estructura química del poliacrilato se describe a continuación.

Estos acrilatos son ésteres que se conforman por grupos vinílicos, lo que significa que dos átomos de carbono están unidos por un doble enlace. Debido a la gran capacidad de estos materiales sintéticos que pueden llegar a absorber más de 1000 veces su propio peso se desean como agentes de retención de agua (Hua *et al.*, 2001).

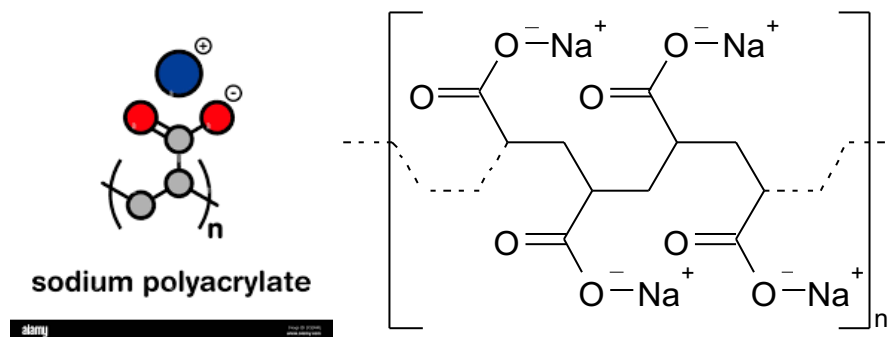


Figura 1.4 Poliacrilato de sodio (mpariguanagmail.com)

Diversos usos del poliacrilato de sodio en la industria:

- Hacer nieve artificial (Martí 2012).
- Polímero super absorbente: el poliacrilato de sodio se utiliza en los pañales para bebés y compresas de adultos.
- Agricultura: gran capacidad de retención de agua, puede añadirse a plantas en suelo y en macetas. Siendo un excelente retenedor de agua.
- Agente espesante del agua.
- Agentes secuestradores en detergentes: capacidad de captar cationes como en el agua el magnesio o el calcio, dándole a los detergentes mayor eficiencia.
- Cables y productos de electrónica: como protección contra la oxidación de cables o electrónicos.

1.2.5 ERITROL

El eritrol “(2R,3S)-butano-1,2,3,4-tetraol”, eritritol o treitol, es un polialcohol (azúcar alcohol) que se emplea como sustituto de los sabores azucarados.

El eritritol, se encuentra algunas frutas de forma natural ejemplo de ello el melón, peras, uvas, sin embargo industrialmente se sintetiza a partir de la fermentación de azúcares con levaduras como es la “*Moniliella pollinis*”, en un método que se desarrolla industrialmente en la década de 1990. Y es extraído de la eritrosa “azúcar de cuatro carbonos”. Aplicándolo como azúcar en alimentos en Japón desde 1990 y en Estados Unidos desde el año 2000.

El eritritol fácilmente es adsorbido en el tubo digestivo, y se elimina sin cambios en la orina, su valor calórico es (0,2 Kcal/g). Su dulzura es aproximadamente el 70% de la de la sacarosa, y al tener calor positivo da sensación de frescor al disolverse en la boca (Calvo, 2007).

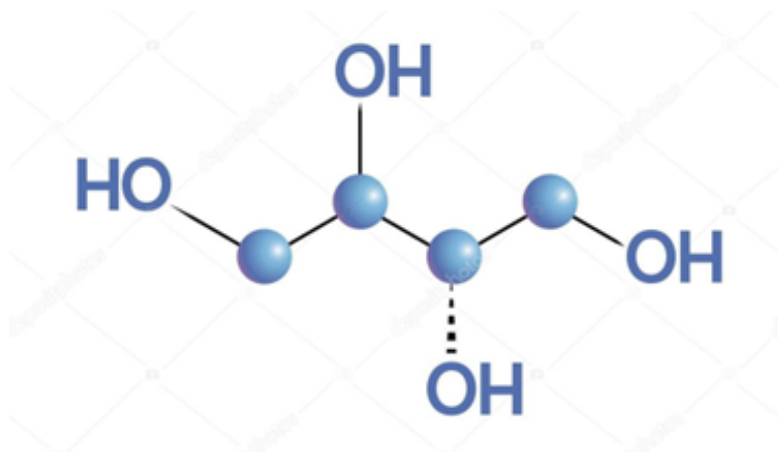


Figura 1.5 Eritritol (Autor Lyricsaima)

1.2.6 ALGINATO DE SODIO

Los polisacáridos con un amplio volumen presente en las algas marinas son los alginatos, constan de hasta 40% de su peso seco. Son los elementos que componen la estructura de la pared celular de las algas, cuya función principal es dar elasticidad, rigidez, flexibilidad y capacidad de enlazar agua (Hernández *et al.*, 2005).

Este puede ser caracterizado como un copolímero aniónico compuesto de unidades de ácido manurónico (M) y ácido gulurónico (G) con un arreglo en bloques irregulares con proporciones variables de GG, MG y MM. El ácido manurónico forma un enlace β (1 $\rightarrow$ 4), lo que hace que los bloques M muestren una conformación lineal y flexible, mientras que el ácido gulurónico da lugar a enlaces α (1 $\rightarrow$ 4), los cuales sirven para introducir un impedimento estérico alrededor del grupo carboxilo. Por esta razón los bloques G proveen una conformación rígida y plegable que es responsable de la pronunciada rigidez de la cadena polimérica. En la figura 1.6 se observan los bloques M y G del alginato con su respectiva secuencia.

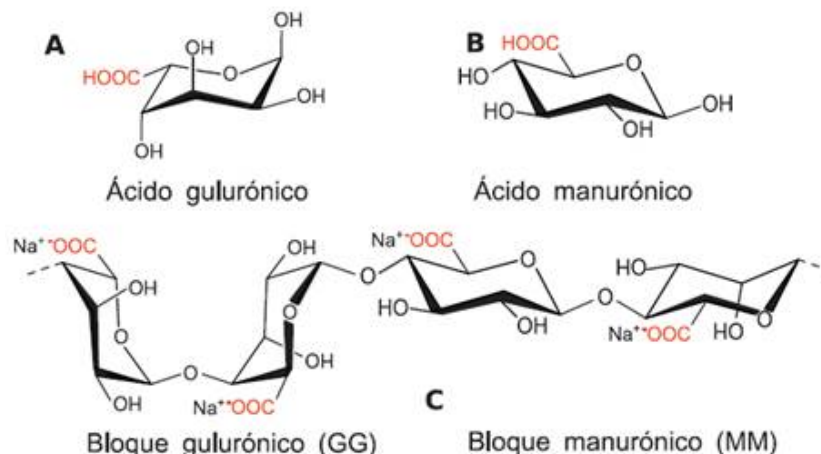


Figura 1.6 (A) Ácido gulurónico. (B) Ácido manurónico. (C) Composición del alginato con bloques GG y Bloques MM⁴ (Ore B. 2020)

Comercialmente los alginatos se producen principalmente a partir de *Laminaria hyperborea*, *Macrocystis pyrifera*, *Laminaria digitata*, *Ascophyllum nodosum*, *Laminaria japonica*, *Ecklonia maxima*, *Lessonia nigrescens*, *Durvillaea antarctica* y *Sargassum* spp. A lo largo de la cadena aparecen los grupos carboxilo que son los que le dan el carácter de polianiónico a este polímero. Sin duda alguna los usos del alginato en productos alimenticios y farmacéuticos se debe a su espesamiento, estabilidad, la formación del gel y la película siendo uno de los polímeros más utilizados como soporte de inmovilización en productos (Najafpour *et al.*, 2004).

En general los alginatos altamente polimerizados en solución son poco estables también a temperatura ambiente y sufren despolimerización a medida que aumenta la temperatura.

Los alginatos de baja a media viscosidad en solución neutra, tienen características como mantenerse a 25°C sin una pérdida visible de viscosidad por varios años y poco susceptibles al ataque microbiano.

Factores físicos y químicos afectan la solubilidad; los factores físicos que afectan la solubilidad son tanto el tamaño como por la forma de las partículas.

Las partículas finas tienden a disolverse muy rápido y también tienen mayor probabilidad de aglomerarse; éste efecto puede disminuirse diluyendo el alginato en presencia de otro polvo, un ejemplo podría ser el azúcar.

La naturaleza física de las soluciones determina la proporción de alginato que se diluirá en agua, más que por la solubilidad del compuesto en sí. La mezcla ira de un estado de líquido viscoso a una mezcla espesa cuando se incremente su concentración, haciendolo mas difícil de dispersar el alginato residual.

Para los factores químicos solubilizar estos productos en agua es complicado si está se realiza con compuestos que entren en competencia con las moléculas de alginato por el agua necesaria para hidratarlas, es por ello que la presencia de azúcares, almidón o proteínas en el agua reduce la hidratación tomando un tiempo ma largo de mezcla.

Las sales de cationes monovalentes (como el NaCl) se comportan de manera parecida a concentraciones que se acercan al 0.5%. Por lo antes mencionado se recomienda que el alginato se le haga una hidratación y que se disuelva antes de agregar todas las sustancias.

Si hay cantidades pequeñas de cationes polivalentes la hidratación de los alginatos no se lleva acabo y si hay proporciones muy grandes de los mismos el efecto es una precipitación. La disolución del alginato sodico resulta difícil en aguas duras y leche ya que presentan iones calcio; por lo que se deben ser primero quitar secuestrandolos con un agente complejante tal como hexametáfosfato de sodio o ácido etilenediamino tetraacético (EDTA).

Los alginatos suelen generalmente ser insolubles en solventes miscibles con el agua por ejemplo los alcoholes y las cetonas. Soluciones con agua (1%) de la mayoría de los alginatos aceptan que se les agregue de 10-20% de tales solventes sin embargo proporciones mas altas se oponen a una buena hidratación de las moléculas.

En el caso de la Viscosidad que es la propiedad esencial tanto de las soluciones de alginato como de su reactividad con el calcio y causantes de las características únicas de estos compuestos como espesantes, estabilizantes, gelificantes, etc. Esta propiedad de las soluciones de alginatos suele ser variable y es función de diversos factores, entre los que se menciona el Peso Molecular del alginato que cuanto mas grande sea más viscosas resultan sus soluciones, la concentración de los alginatos

comerciales puede contener distintos grados de viscosidad alto, medio y bajo la que puede controlarse variando las concentraciones aplicadas dentro de un rango más o menos estrecho, temperatura a viscosidad de las soluciones de alginatos al igual que otros fluidos tienen relación con la temperatura.

Siendo también un proceso reversible, pudiendo volver a su viscosidad inicial por enfriamiento. Sin embargo, si las soluciones de alginatos se mantienen a temperaturas elevadas (50°C) durante largo tiempo, la viscosidad decrece irreversiblemente debido a un proceso de despolimerización; comportamiento que deberá tenerse muy en cuenta durante el almacenamiento de los productos obtenidos industrialmente, el pH se puede decir que la viscosidad de las soluciones de alginato de sodio es casi independiente del pH en el rango entre 5 y 10, presentando un valor ligeramente mayor cerca de la neutralidad (pH 6-8) debido a los efectos repulsión de los grupos carboxilos cargados negativamente (COO⁻), los que mantienen extendidas las cadenas del polímero y aumenta su capacidad de unión de moléculas de agua (Ore B. 2020).

En el alginato como en otros polímeros ocurre un proceso de gelificación y se describe a continuación. Generalmente en los polímeros el entrecruzamiento es un proceso químico donde se unen dos o más moléculas esto por medio de enlaces covalentes o iónicos. Cuando se entrecruzan las cadenas poliméricas con el CaCl₂ llevándose a cabo una reacción de intercambio iónico, debido a la exposición del alginato frente a los iones calcio, donde se forma una red de entrecruzamiento en la que el sodio se intercambia por calcio, brindándole al gel una consistencia sólida. Siendo los grupos carboxílicos los que permiten un alto grado de coordinación con los iones calcio (González, 2009).

Los grupos funcionales son patrones de átomos que presentan una "función" consistente (propiedades y reactividad) sin depender de la molécula exacta en la que se muestran. Las propiedades químicas de las sustancias están dadas por el grupo funcional, donde una "función química", a su vez esta propiedad o grupos de propiedades que caracterizan a un grupo de sustancias que presentan un grupo funcional y a lo que se le puede atribuir el comportamiento propio a ese grupo.

Un ejemplo podría ser las moléculas orgánicas que tienen un grupo hidroxilo (-OH) perteneciendo a la función química característica de los alcoholes; mientras que las que presentan un grupo funcional alcoxi (RO-R) esta en función química de los éteres.

1.2.7 ADSORCIÓN

La adsorción es uno de los métodos con menos costos económicos, eficaces y ampliamente utilizados para la eliminación de metales tóxicos de ambientes acuosos. La gran ventaja de este método sobre otros es la baja generación de residuos, la fácil recuperación de metales y la posibilidad de la reutilización del adsorbente. Se han realizado estudios para desarrollar materiales adsorbentes más eficaces y selectivos, que son abundantes en su naturaleza y requieren un procesamiento mínimo para reducir el costo (Ng *et al.*, 2003, Benassi *et al.*, 2006, Vasconcelos *et al.*, 2007).

El proceso de separación conocido como adsorción se lleva a cabo una fase líquida o gaseosa donde sus componentes son trasferidos hacia un adsorbente comúnmente sólido, y éstos quedan física o químicamente atraídos o enlazados sobre la superficie interna y externa del adsorbente (Babel y Kurniawan, 2003). La adsorción es un método eficiente, sin embargo, la viabilidad económica de este proceso depende de la existencia de un medio eficaz para regenerar el material adsorbente agotado (saturado con el adsorbato) (Quintelas y Tavares, 2001).

Dentro del proceso de sorción se encuentra el término adsorción, biosorción y absorción.

La adsorción es un proceso de transferencia de masa, donde hay una transferencia de un elemento de un fluido, a la superficie de una fase sólida. Al final el elemento adsorbido tiene que sufrir una separación del sólido. La fase fluida puede ser un gas o un líquido. Si varios elementos se adsorben en distintas proporciones, casi siempre es posible separarlos en componentes relativamente puros, esta adsorción suele estar favorecida a una temperatura elevada (Foust *et al.*, 1987).

Se llama adsorción química, adsorción activa o quimisorción si el adsorbato interactúa de manera química con el adsorbente. Dentro de la adsorción las energías son altas, esto se atribuye a que hay un enlace químico, ya que el adsorbato forma unos enlaces fuertes localizados en los centros activos del adsorbente. La mayor parte de los fenómenos de adsorción son combinaciones de las tres formas de adsorción y de hecho entre adsorción física y química es difícil distinguirlas (Appelo *et al.*, 1993).

El proceso de adsorción puede ser influido tanto positiva como negativamente, esto debido a distintas variables entre las que se encuentran el pH, la temperatura, el tamaño de partículas o de algunos otros iones presentes. Estos parámetros pueden disminuir o aumentar la remoción de los iones metálicos.

Temperatura: Al aumentarla se puede provocar un cambio en la textura del sorbente y desgaste del material que influya en la disminución de su capacidad de sorción.

pH: este parámetro dentro de la fase acuosa es un factor muy importante tanto en la adsorción de cationes como de aniones, teniendo un efecto distinto para ambos casos. Es importante ya que es parte del control de los fenómenos de adsorción para metales en adsorbentes distintos, ya que los iones hidrógeno se forman en un adsorbato con alta afinidad, por la distribución de las especies químicas del metal en la solución acuosa.

Tamaño de partícula: Principalmente la adsorción se lleva a cabo en el interior de las partículas además los poros en las paredes teniendo sitios específicos. El volumen de soluto que se puede adsorber es proporcional al volumen así mismo el volumen también es directamente proporcional al área externa y también se sabe que una partícula pequeña tiene mucho mayor área superficial.

Presencia de otros iones: A haber presencia de otros iones en la solución acuosa esto genera que puedan competir con el metal de interés por los sitios de sorción (Tejada *et al.*, 2015).

Tiempo de contacto: La capacidad de remoción del adsorbente es resultado de la interacción del grupo funcional entre la solución y la superficie del adsorbente.

1.2.7.1 Adsorción en lotes

Existen dos técnicas fundamentales para estudiar el proceso de adsorción, en lotes y en columnas.

Los ensayos en lotes miden la eficiencia de la adsorción por medio de la eliminación de adsorbatos específicos además de determinar su capacidad máxima de adsorción. Estos procedimientos constan en poner en contacto una proporción fijada de adsorbente en la solución que con el sorbato que se va a remover, manteniéndolo en suspendido con agitación constante en el tiempo necesario hasta llegar a un equilibrio. Determinando la cinética y equilibrio de adsorción para cada metal de forma individual y en competencia, también se pueden aplicar los modelos de pseudo-primer y pseudo-segundo orden para el análisis de las cinéticas, para el análisis de las isothermas se pueden aplicar los modelos de Langmuir y Freundlich. Los experimentos de cinética para cada metal se tienen que realizar a las diferentes temperaturas para que con los resultados se determinen la entalpía, entropía y energía libre de Gibbs ya que estos datos definen si el proceso es endotérmico y si ocurre de forma espontánea.

1.2.7.2 BIOSORCIÓN

La biosorción es el proceso de adsorción que generalmente se utiliza para la remoción de metales pesados, por la unión pasiva a biomasa a partir de soluciones acuosas; el metabolismo no controla el mecanismo de remoción, ya que los metales no son eliminados por la actividad metabólica de un organismo vivo.

Las investigaciones sobre mecanismos del proceso de biosorción han incrementado, por la necesidad de eliminar metales provenientes de efluentes industriales contaminados principalmente por metales pesados, provenientes de la minería, electro platinado, o bien para recuperar metales preciosos a partir de soluciones en procesos industriales (Sala *et al.*, 2010). Los resultados han sido prometedores, lo que ha generado que sean considerados por la comunidad científica orientada al área ambiental (Romera *et al.*, 2008).

Recientemente, uno de los materiales de base biológica utilizados como adsorbente para metales pesados es el alginato de sodio, porque es abundante en las algas del

océano, debido a la capacidad de gelificación de alginato, perlas de alginato, formadas agregando principalmente cal-cium, se utilizaron para la remoción de metales pesados y recibieron atención como adsorbentes para la eliminación de metales pesados de aguas residuales debido a su biodegradabilidad, hidrofilia y abundancia en la naturaleza. También en presencia de auto-grupos de boxilato (COOH) influyendo en la capacidad de formar compuestos complejos con una diversidad de iones multivalentes.

1.2.8 NORMATIVIDAD

En México para la NOM-127-SSA1-1994 en agua para uso y consumo humano, se establecieron límites permisibles para la concentración de metales.

La NOM-001- SEMARNAT-1996, para la descarga de aguas residuales a bienes nacionales y dice que “los metales pesados en concentraciones por encima de determinados límites pueden producir efectos negativos en la salud humana, flora o fauna”. Los cuales tienen una gravedad específica mayor a 5 g/cm³, otra manera de llamar a este grupo es “elementos tóxicos”, también indica un intervalo de 0.2 a 0.5 mg/L (con una excepción en riego para uso agrícola con un valor de 5 mg/L), como promedio mensual respecto a la descarga de aguas residuales a bienes nacionales.

La NOM-002-SEMARNAT-1996 para descarga de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano y municipal.

La Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA), dio una lista de contaminantes prioritarios de algunos de los metales tóxicos son: níquel, cobre, cromo, cobalto, mercurio, titanio, zinc, cadmio, y plomo (Reyes *et al.*, 2012).

La legislación mexicana a través de la NOM- 127-SSA1994 y la organización mundial de salud determina un nivel máximo de 0.01 mg/L de plomo en agua para uso y consumo humano, en lo que respecta a Estados Unidos indica un valor de 0.015 mg/L.

La tabla 1.5 presenta varias legislaciones existentes para el plomo internacionales y nacionales, tanto agua para consumo humano como regadío de zonas agrícolas y suelos.

Tabla 1.5 Legislaciones existentes para plomo nacionales e internacionales

AGENCIA	MEDIO	NIVEL
NOM-127-SSA1- 1994.	Agua (consumo humano)	100 $\mu\text{g L}^{-1}$
EPA	Agua (consumo humano)	150 $\mu\text{g L}^{-1}$
Instituto Nacional de Ecología. (INE, 2007)	Agua para riego agrícola	5000 $\mu\text{g L}^{-1}$
EPA	Suelo	< 50 mg L^{-1}

1.2.9 REMOCIÓN DE METALES

Varios métodos de tratamiento como la ósmosis inversa, adsorción, precipitación, coagulación, evaporación, oxido/reducción, intercambio iónico, electrólisis, separación magnética, entre otros se han utilizado para eliminar estos metales, sin embargo, algunos métodos son a menudo ineficaces y costosos a bajas concentraciones en solución, y tienen desventajas tales como alto uso de reactivos, altos requerimientos de energía y producción de lodos secundarios tóxicos (Abdolali, 2014).

Para el tratamiento de metales pesados se clasifican dos técnicas en las aguas residuales que son las convencionales y las no convencionales. Las convencionales son aquellas técnicas que comúnmente se emplean para la remoción de metales pesados y son: intercambio iónico, filtración por membrana, adsorción, electrocoagulación, precipitación química, electrofloculación, flotación y fotocátalisis en la degradación de metales y las no convencionales son aquellas técnicas que se enfocan a procesos innovadores para la eliminación de metales en aguas residuales comúnmente de origen industrial (Caviedes *et al.*, 2015).

1.2.10 PRINCIPIOS DE LOS MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN

Existen diversas técnicas de caracterización de materiales, entre las que se encuentran, “(FTIR) espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier, (MEB), microscopía electrónica de barrido, (CH) cinética de hinchamiento, (pH-PCZ) punto de carga zero y (TGA) análisis termogravimétrico” asumiendo la importancia de estos instrumentos disponibles para el análisis de distintas estructuras y la composición de materiales naturales y artificiales en muchas áreas.

1.2.11 CINÉTICA DE ADSORCIÓN

La cinética de adsorción es la velocidad de adsorción del contaminante, para lo cual se tienen que determinar las concentraciones del contaminante en la solución y también del tiempo de contacto, con estos datos se determinan las cinéticas. Es por ello que se necesita adquirir la información de las leyes de velocidad que describen el funcionamiento del sistema de adsorción.

Para representar las cinéticas se hace graficando en el eje Y (la concentración del soluto en la superficie del adsorbente) y en el eje X (el tiempo transcurrido) (Pamila, 2019).

Para interpretar los mecanismos involucrados en los procesos de sorción, existen varios modelos cinéticos dentro de los más empleados se encuentran el modelo cinético de pseudo primer orden o también Lagergren y el modelo de pseudo segundo orden (Ho, 2006) (McKay, 1999).

- **Modelo de pseudo primer orden**

El modelo de pseudo primer orden se enfoca principalmente en la capacidad de adsorción del sólido este supone que a cada uno de los iones ocupa un sitio de adsorción en la matriz del adsorbente, (Pinzón B. *et al.*, 2009; Guyo *et al.*, 2015), cuando una cinética de sorción se ajusta a un comportamiento del modelo de pseudo primer orden, los datos experimentales se calculan de acuerdo con la ecuación 1.

$$q_t = q_e(1 - e^{-k_1 t}) \quad (1)$$

Donde:

q_t cantidad de sorbato removido en el tiempo t (mg/g)

q_e cantidad de sorbato removido en el equilibrio (mg/g)

k_1 constante de cinética de primer orden

t tiempo en (min)

- **Modelo de pseudo segundo orden**

Este modelo se enfoca en la capacidad de adsorción de equilibrio del sólido y se asocia a un mecanismo en donde la adsorción ocurre en más de un sitio activo, debido a las diferencias de partículas, cavidades entre ellas y su equilibrio cinético específico y adquiere el mecanismo de adsorción como la etapa limitante y es incluido a un fenómeno de sorción química. Ho y Mckay desarrollaron este modelo y fue mostrado en 1999, es aplicado en sistemas donde los sorbentes son heterogéneos (Pinzón B. *et al.*, 2009; García R. *et al.*, 2010; Gautam *et al.*, 2014), y es ajustado por la ecuación 2.

$$q_t = \frac{k_2 q_e^2 t}{1 + k_2 q_e t} \quad (2)$$

Donde:

q_t cantidad de sorbato removido en el tiempo t (mg/g)

q_e cantidad de sorbato removido en el equilibrio (mg/g)

k_2 constante de cinética de segundo orden

t tiempo en (min)

1.2.12 ISOTERMA DE ADSORCIÓN

Estos modelos permiten conocer la capacidad de adsorción de los diferentes compuestos, en otras palabras, relaciona la concentración de sorbato adsorbida por el sorbente y la concentración de sorbato sobrante en la solución acuosa. Si esta relación es de proporcionalidad directa, se genera un gráfico que se conoce como

isoterma lineal, de no ser así, existen aproximaciones no lineales para describir esta relación entre sorbato y sorbente (Witek-Krowiak *et al.*, 2011; Yong *et al.*, 2010). Los modelos más utilizados son la isoterma de Langmuir y de Freundlich como se puede observar en la figura 1.7, donde C_e es “la concentración en la disolución en el equilibrio y q_e es la cantidad de soluto sorbido por unidad de masa”.

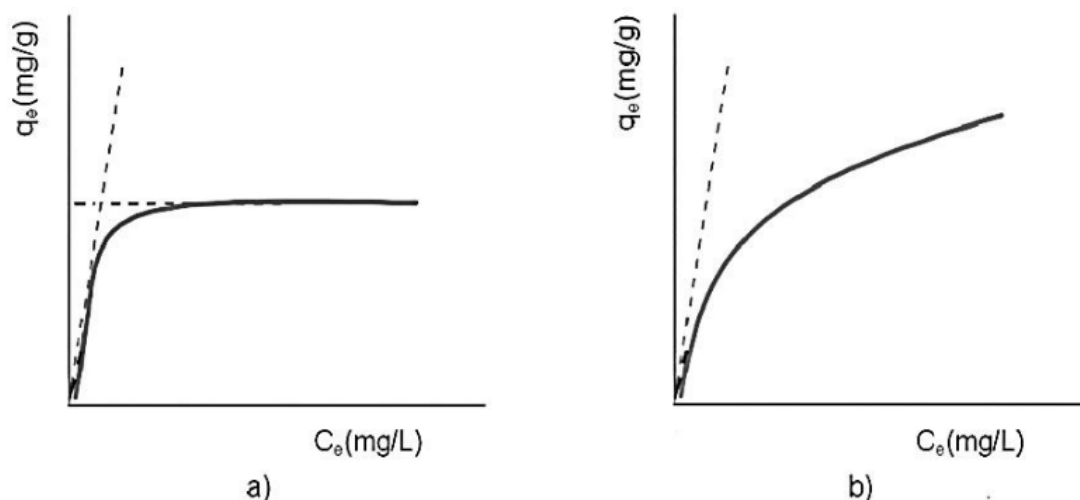


Figura 1.7. Gráficas de isothermas de a) Langmuir y b) Freundlich

1.2.13 PARÁMETROS TERMODINÁMICOS

Variaciones en la temperatura a la que se lleva a cabo el proceso de adsorción tienen un efecto en los parámetros termodinámicos como, energía libre de Gibbs (ΔG), la variación de entalpía (ΔH) y variación de entropía (ΔS). Estos parámetros contribuyen a entender los mecanismos de sorción (Horsfall *et al.*, 2005) (Sawalha *et al.*, 2006).

La energía libre de Gibbs (ΔG) va a indicar si el proceso es espontaneo de acuerdo a la reacción química que ocurre espontáneamente a una determinada temperatura, si el valor de ΔG presenta un valor negativo pero, si el valor de ΔG es positivo, la reacción no se lleva a cabo de forma espontánea. El valor de ΔG puede ser calculado usando la ecuación (3).

$$\Delta G = -RT \ln K \quad (3)$$

Donde:

ΔG energía libre de Gibbs

R constante universal de los gases (8.314 kJ/mol*K)

T temperatura en K

K constante de equilibrio

$$K_D = q_e / C_e \quad (4)$$

Con la ecuación de Van't Hoff, los valores de ΔH y ΔS pueden ser determinados.

$$\ln K = \frac{\Delta S}{R} - \frac{\Delta H}{RT} \quad (5)$$

Donde:

ΔS variación de entropía de adsorción (J/mol*K)

ΔH variación de entalpía de adsorción (kJ/mol*K)

2 MÉTODO

A continuación, en la figura 2.1 se describen cada una de las etapas de la metodología utilizada para el estudio de adsorción de Pb^{+2} y Cu^{+2} utilizando un compuesto de alginato de sodio (AL), poliacrilato de sodio (NaPAA) acondicionado con magnetita (Fe_3O_4); hasta los estudios realizados con el material para determinar su capacidad de adsorción en lotes considerando soluciones acuosas monocomponente y bicomponente de Pb^{+2} y Cu^{+2} . Estos estudios contemplarán cinéticas, isothermas y termodinámica de adsorción.

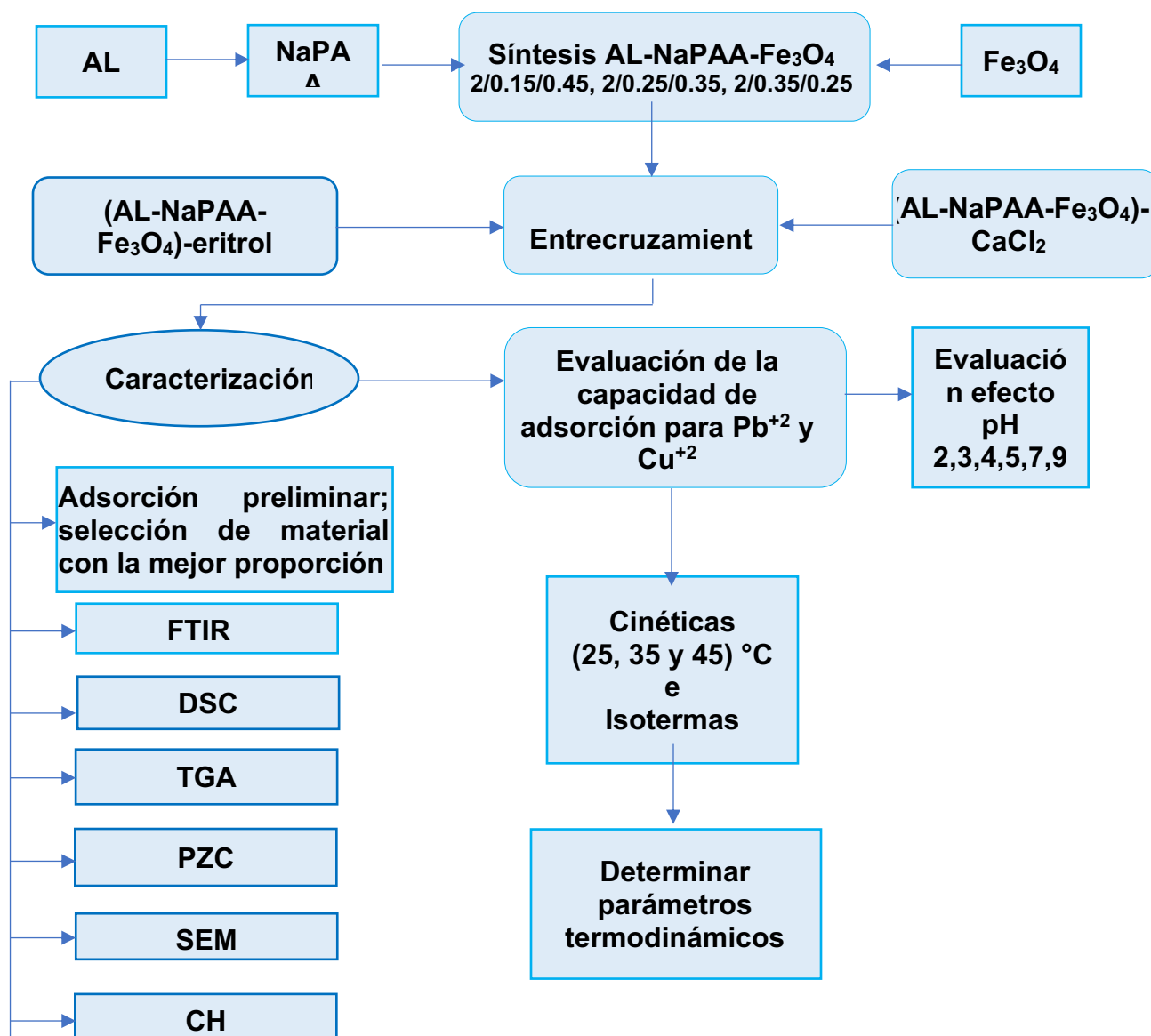


Figura 2.1 Diagrama de flujo de la metodología

En la síntesis del material adsorbente se utilizaron; alginato de sodio puro (lote: TM 1115471), poliacrilato de sodio (lote: MKCK7181), Fe_3O_4 AC. (Alpa Chemical Elemental First Quality), cloruro de calcio (lote:18030105C31), los cuales fueron grado analítico y en todos los experimentos se utilizó agua destilada.

2.1 PREPARACIÓN DEL COMPOSITO AL-NAPAA- Fe_3O_4

El material se preparo a diferentes proporciones de AL-NaPAA- Fe_3O_4 , (2/0.15/0.45, 2/0.25/0.35, 2/0.35/0.25) en g de AL, NaPAA, Fe_3O_4 por cada 100 mL de agua destilada. Se realizó la disolución del alginato de sodio durante 24 horas a 50 °C y 500 rpm, posteriormente se le adicionó el poliacrilato de sodio y se dejó mezclar la solución por 24 h a una temperatura de 45°C y a 500 rpm, finalmente se adicionó la Fe_3O_4 a 45°C y 500 rpm durante 24h. Las revoluciones variaron entre (400 y 500) rpm en base a la viscosidad que presento la solución, posteriormente con las mezclas anteriores se procedió a la obtención de las perlas.

2.2 ENTRECruzAMIENTO

Se obtuvieron las perlas adsorbentes con las mezclas anteriores, a las diferentes proporciones AL-NaPAA- Fe_3O_4 , (2/0.15/0.45, 2/0.25/0.35, 2/0.35/0.25) previamente homogenizadas, las cuales se dosificaron en forma de goteo en una solución de cloruro de calcio (CaCl_2) al 5% w/v (la cual se preparó disolviendo 5 g de cloruro de calcio en 100 mL de agua desionizada), con agitación constante (100 rpm), con la finalidad de realizar el primer entrecruzamiento y la formación de las perlas de (AL-NaPAA- Fe_3O_4) las cuales se dejaron madurar en el medio durante 24 h, las perlas obtenidas se lavaron con suficiente agua para eliminar el exceso de CaCl_2 y se procedió al segundo entrecruzamiento con la solución de eritrol.

Las perlas obtenidas se entrecruzaron con una solución de eritrol al 5% (5 g de eritrol en 100 mL de agua desionizada), las cuales se dejaron madurar durante 24h en la solución de eritrol al 5 %, este procedimiento se realizó en las tres diferentes proporciones de AL-NaPAA- Fe_3O_4 , (2/0.15/0.45, 2/0.25/0.35, 2/0.35/0.25), finalmente las perlas obtenidas se lavaron con suficiente agua para retirar el exceso de eritrol y se secaron en la estufa a 35°C hasta peso constante. Cabe mencionar

que los entrecruzamientos se realizaron, así con la finalidad de obtener una mejor resistencia mecánica.

2.3. EFECTO DE LA RELACIÓN AL-NaPAA-Fe₃O₄ SOBRE LA CAPACIDAD DE REMOCIÓN

Para encontrar la relación optimima de AL-NaPAA-Fe₃O₄, que permita obtener el valor mas alto de la capacidad de adsorción, las experimentaciones de adsorción se hicieron en lotes utilizando el material sintetizado con las diferentes proporciones AL-NaPAA-Fe₃O₄, 2/0.15/0.45, 2/0.25/0.35, 2/0.35/0.25. En frascos pequeños se pesaron 0.05 g de perlas secas adicionándoles 20 mL de solución acuosa bicomponente de Pb⁺² y Cu⁺² teniendo una concentración de 10 mg/L, las muestras fueron agitadas constantemente a una temperatura de 25 °C por 24 h. Al término de la agitación, utilizando absorción atómica con un espectrofotómetro Perkin Elmer Modelo Analyst 200 con una longitud de onda (λ) de 216.8 nm y 327.4 nm para Pb⁺² y Cu⁺², respectivamente, se determinó la concentración Pb⁺² y Cu⁺² remanente en la solución. El porcentaje de remoción se calculo con la ecuación (6).

$$\% \text{ Remoción} = \frac{C_o - C_t}{C_o} * 100 \quad (6)$$

Donde:

C_o es la concentración inicial antes de la adsorción (mg/L)

C_t es la concentración final después de la adsorción (mg/L)

2.4 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

Se caracterizaron las perlas (AL-NaPAA-Fe₃O₄) empleando para ello las siguientes técnicas: FTIR, RAMAN, DRX, TGA, SEM-EDS, PZC, CH y prueba de resistencia a ácidos .

2.4.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

Los grupos funcionales presentes en el adsorbente se identificaron mediante FTIR, en un espectrofotómetro (FTIR-ATR, Varian 640). Se seleccionó un rango de análisis entre 4000 a 450 cm⁻¹ de longitud de onda, la muestra se colocó

previamente triturada y seca, en el diamante para fijarlo y después llevar a cabo su análisis. También se caracterizó el compuesto por un análisis de espectroscopia Raman, utilizando un equipo LabRamHR 800 Jobin Yvon. Se determinó la cristalinidad de las perlas AL-NaPAA-Fe₃O₄ utilizando un difractómetro Siemens D500 acoplado a un ánodo de cobre en un tubo de rayos X.

2.4.2 Análisis termogravimétrico (TGA) (DSC)

Para poder conocer el cambio en las propiedades físicas de los compuestos químicos y materiales tomando en cuenta la temperatura o el tiempo, se realizó el Análisis Termogravimétrico (TGA) y la Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). En un equipo TA DSC 250 marca Discovery.

Para la determinación de la degradación térmica de las perlas se empleó un analizador termogravimétrico. Las determinaciones de las muestras fueron realizadas antes de la adsorción con un rango de temperatura de 0 a 600°C y un peso aproximado de 0.05 g de muestra con tratamiento previo donde se secaron y trituraron. La muestra fue colocada en un porta muestras de alúmina donde se llevó a cabo un calentamiento en una rampa de temperatura de 10°C/min, para determinar el patrón de degradación térmica de las perlas en una atmósfera de N₂.

2.4.3 Microscopia electrónica de barrido con detector EDX (MEB-EDX)

Para observar la morfología de las estructuras se utilizó microscopia electrónica de barrido, antes y posterior a la adsorción de Pb⁺² y Cu⁺². La composición química elemental de la muestra se determinó mediante espectroscopia de energía dispersa. El análisis se realizó con microscopio electrónico de la marca JEOL JSM-590-LDN de bajo vacío.

2.4.4 Punto de carga cero (pH-pcz)

Se determinó el punto de carga cero para conocer la distribución de las cargas del compuesto AL-NaPAA-Fe₃O₄ con respecto al pH, donde el (pH-pcz) correspondió a la intersección de la curva y el eje de las ordenadas.

Se colocó agua destilada en varios matraces Erlenmeyer y se les ajustó el pH entre 2 y 9, mediante la adición de HCl o NaOH, según fue el caso, a estas soluciones se les añadió una muestra (0.05 g) con alícuotas de (20 mL) de solución con agitación continua y transcurridas 24 horas se midió el pH final de la solución a 25 °C. Con los valores obtenidos se procedió a graficar ΔpH ($\text{pH}_{\text{ini}} - \text{pH}_{\text{fin}}$) vs pH_{ini} donde el (pH_{pcz}) fue determinado por la intersección de la curva y el eje de las abscisas.

2.4.5 Cinética de hinchamiento

Para la cinética de hinchamiento del compuesto (AL-NaPAA- Fe_3O_4) se analizó mediante gravimetría, colocando 0.05 g de las perlas en un frasco con 20 mL de agua destilada manteniendo agitación constante a 200 rpm. Transcurridos 5 minutos se removió la muestra para retirar el exceso de agua y fue pesado para determinar la diferencia del peso, debido a la cantidad de agua retenida por el compuesto, y así para 10, 20, 30, 50, 70, 90, 110 y 160 min. (Orozco-Guareño *et al.*, 2011).

2.4.6 Resistencia a soluciones ácidas

Se pesaron 0.05 g de perlas secas y se les adicionaron 10 mL de soluciones ácidas de (HCl, HNO_3 y H_2SO_4) a pH de 1, 2 y 4, durante 24 h con agitación continua a 200 rpm y a temperatura ambiente (25°C), se determinó si hubo pérdida de peso de las perlas al contacto con cada una de las soluciones ácidas y de manera visual se determinó si las perlas sufrieron degradación con el fin de evaluar si pueden mantener su estructura y sus propiedades adsorbentes bajo estas condiciones ácidas, sin llegar a pH donde pueda precipitar el metal.

2.4.7 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción

Para conocer el efecto del pH de la solución sobre la capacidad remoción, se llevaron a cabo las pruebas de adsorción con una solución bicomponente a una concentración de 10mg/L de ambos metales (Pb^{+2} , Cu^{+2}), variando el pH a valores de 3, 4, 5, 6 y 7, ajustando con soluciones de NaOH y HCl. Este experimento se realizó por triplicado, pesando 0.05 mg de perlas secas (AL-NaPAA- Fe_3O_4) adicionando 20 mL de cada una de las soluciones. Las muestras se mantuvieron en agitación constante a 200 rpm a temperatura ambiente (25°C), durante 24 h. Luego

se filtraron las soluciones y finalmente se determinaron las concentraciones remanentes de cada ion metálico utilizando espectrofotometría de absorción atómica, calculando el porcentaje de adsorción con la ecuación (6).

2.5 EVALUACIÓN DE LA CAPACIDAD DE ADSORCIÓN POR LOTES

Se realizaron soluciones individuales de Cu^{+2} y Pb^{+2} a concentración de 10 mg/L, y una solución bicomponente con concentración de 10mg/L. Se pesaron en frascos 0.05 g de perlas secas y 20 mL de cada solución monocomponente y bicomponente de Pb^{+2} y Cu^{+2} con una concentración de 10 mg/L, las muestras se agitaron constantemente a 200 rpm, durante 24 h y 25°C. Al término del tiempo de agitación, utilizando un espectrofotómetro Perkin Elmer Modelo Analyst 200 a una longitud de onda (λ) de 216.8 nm y 327.4 nm para Pb^{+2} y Cu^{+2} , respectivamente y mediante absorción atómica se determinó la concentración Pb^{+2} y Cu^{+2} remanente en la solución. Calculando el porcentaje de remoción con la ecuación (6).

Así mismo se determinaron las cinéticas de adsorción y posteriormente determinarán las isotermas de adsorción utilizando una solución bicomponente finalmente se determinarán los parámetros termodinámicos.

2.5.1 Cinéticas de adsorción

Para determinar la capacidad máxima en el equilibrio en el proceso de adsorción se realizaron experimentos de cinética de adsorción, a tiempos de contacto de 5, 10, 20, 30, 60, 90, 60, 180, 240, 300, 360 min, utilizando una concentración inicial de 10 mg/L. Las cinéticas de Pb^{+2} y Cu^{+2} se realizaron a 3 temperaturas 25, 35 y 45°C, manteniendo agitación continua a 120 rpm en un tiempo de 24 h. Se calcularon las concentraciones finales: ecuación (7) para finalmente ajustar a los modelos cinéticos de pseudo-primer orden: ecuación (2) y modelo de pseudo-segundo orden ecuación (3) utilizando del software Origin pro-8.

$$q_t = \frac{(C_o - C_e) \cdot V}{w} \quad (7)$$

Donde

C_o es la concentración inicial del ion (mg/L)

C_e es la concentración del ion (mg/L) a diferentes tiempos

V es el volumen de la solución (L)

w es el peso de las perlas en gramos (g).

2.5.2 Isotermas de adsorción

Para la experimentación se pesaron 50 mg del compuesto sintetizado el cual se puso en contacto con 20 mL de solución bicomponente de iones de Cu^{+2} y Pb^{+2} con concentraciones desde 5 hasta 200 mg/L. Este procedimiento se llevó a cabo para 3 diferentes temperaturas 25, 35 y 45 °C en agitación constante durante 3 horas, al finalizar el tiempo se filtraron y la fase líquida se analizó para determinar la concentración de iones metálicos empleando un espectrofotómetro, cada prueba se realizó por triplicado, es importante mencionar que todos los datos obtenidos fueron tratados con los modelos de Freundlich y Langmuir.

2.5.3 Determinación de los parámetros termodinámicos para Cu^{+2} y Pb^{+2}

A partir de los datos de las cinéticas en equilibrio se determinaron los parámetros termodinámicos: tales como energía libre de Gibbs (ΔG), entalpía (ΔH) y entropía (ΔS) con el fin de determinar la viabilidad y la naturaleza del proceso de adsorción (Gutiérrez, 2019). El cambio en la energía libre de Gibbs, ΔG (kJ/mol), para cada una de las temperaturas T (K), se calculará empleando la ecuación (8), (Castellar *et al.*, 2019).

$$\Delta G = -RT \ln k \quad (8)$$

Donde:

ΔG cambio de energía de Gibbs (kJ/mol)

R constante universal de los gases (J/molK)

T temperatura en K

k constante de equilibrio

$$k_c = \frac{q_e}{C_e} \quad (9)$$

3. RESULTADOS

3.1 Efecto de la relación AL-NaPAA-Fe₃O₄ sobre la capacidad de adsorción del material

Se realizaron experimentos de adsorción para cada una de las proporciones del composito AL-NaPAA-Fe₃O₄ con el objetivo de identificar al material con la mejor capacidad de remoción de los iones metálicos en estudio.

En la figura 3.1 se observan los resultados obtenidos para la remoción del Cu⁺² y Pb⁺², con el primer entrecruzamiento (CaCl₂) y el segundo entrecruzamiento (Eritrol).

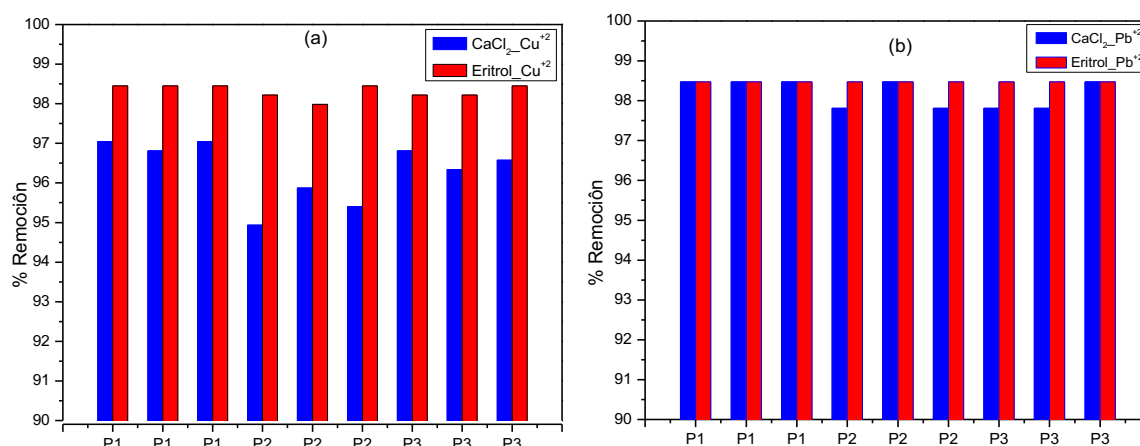


Figura 3.1 % de remoción para Cu⁺² y Pb⁺² con CaCl₂ y Eritrol, para cada proporción.

Se observa una diferencia en la remoción entre los materiales, esto se puede atribuir a que las proporciones son diferentes. Como se observa en la imagen, para el primer entrecruzamiento (CaCl₂) la remoción es menor a la experimentación realizada con el segundo entrecruzamiento (Eritrol), sobre todo para el Cu⁺², permitiendo observar que el segundo entrecruzamiento si permite un incremento significativo en la remoción de los iones metálicos con un porcentaje de remoción del 98.5 % de plomo y 98.4% de cobre. Determinando así que la proporción 1 es la que tiene mejores resultados tanto para el Cu⁺² como para el Pb⁺². Lo cual puede ser atribuible a la cristalinidad que aporta el eritrol (Turunen *et al.*, 2021).

3.2 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL

3.2.1 Espectroscopia de Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR)

En la figura 3.2 se observan los espectros de infrarrojo para Fe_3O_4 , NaPAA y eritrol. La magnetita usualmente presenta bandas a baja frecuencia, en este caso tiene presencia de bandas en el rango entre 690 a 400 cm^{-1} que se caracterizan por determinar la presencia de Fe-O, siendo las bandas 522 y 660 cm^{-1} evidenciando la formación de óxidos de hierro, el pico en 1049 cm^{-1} nos indica el alargamiento del enlace C-O lo cual coincide con (Urquiza *et al.*, 2016).

En el espectro del NaPAA alrededor de 2161 y 1985 cm^{-1} se asignan a la vibración de estiramiento y flexión CH_2 también se asigna el pico en 1547 cm^{-1} que se le atribuye a vibraciones de estiramiento del grupo carbonilo $\text{C}=\text{O}$ adicionalmente en la región 1406 cm^{-1} corresponde una vibración del grupo OH, finalmente en 1045 se presentan vibraciones de tensión que se atribuyen al enlace C-O (Mejía *et al.*, 2017).

Para el eritrol en 2347 cm^{-1} se presenta una banda que corresponde a la vibración de tensión del ácido carboxílico COO-H , en 1587 cm^{-1} presenta una vibración de tensión de un doble enlace $\text{C}=\text{H}$, en 1406 cm^{-1} se presenta un enlace de deformación O-H.

En el caso del alginato los datos se obtuvieron de (Oladipo *et al.*, 2014) donde indica que en la región 3400 a 3800 cm^{-1} se presenta el grupo funcional O-H, en 1580 - 1690 el grupo COO- (asimétrico) en 1400 - 1500 el grupo COO- (simétrico) y por último el grupo C-O-C en la región de 1000 - 1200 atribuida a los enlaces glucosídicos.

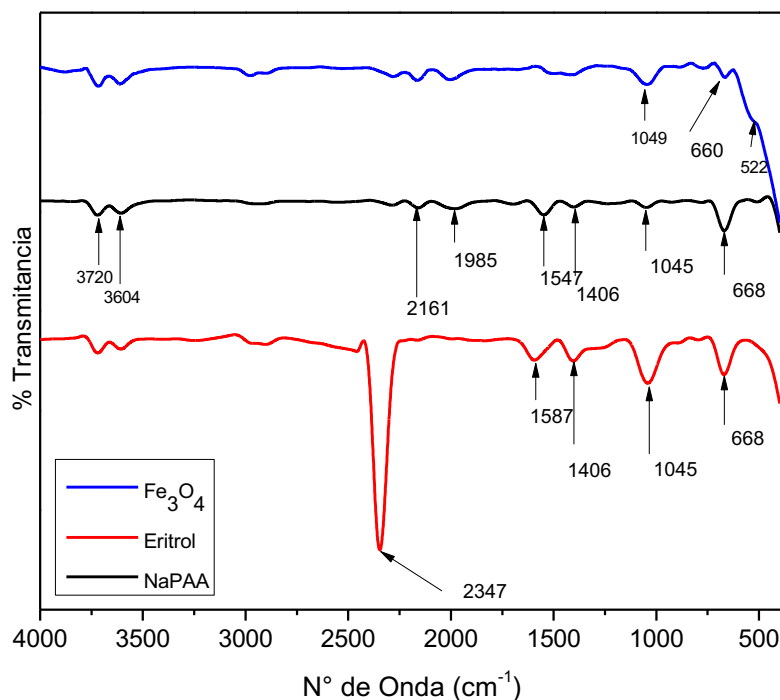


Figura 3.2 Espectros de Infrarrojo para Fe_3O_4 , NaPAA y Eritrol

Para la proporción elegida con la mejor capacidad de remoción del compuesto (2/0.15/0.45) se presentan los espectros en la figura 3.3.

Se observó un ensanchamiento y desplazamiento después de la adsorción del pico en la región 3237 cm^{-1} hacia 3296 cm^{-1} bandas atribuidas al estiramiento y flexión del enlace O-H de la molécula de agua (Huanca C. M., 2022), también se puede atribuir a su capacidad de formar complejos con los iones metálicos; mientras que a 2902 cm^{-1} se presentó un estiramiento asimétrico característico del enlace C-H. En las regiones 2161 cm^{-1} corresponde a C-O el cual tuvo un desplazamiento hacia 2076 cm^{-1} y 2037 cm^{-1} que corresponde a C-H que también se desplazó hacia 1905 cm^{-1} esto podría atribuirse a los grupos funcionales del poliacrilato ya que estos interactúan en mayor medida y tienen una señal más intensa la cual puede verse ya que los espectros fueron normalizados. En la región 1591 cm^{-1} se asignó vibración de estiramiento asimétrica del grupo funcional carbonilo C=O, que visiblemente se puede observar tuvo un aumento lo cual se puede atribuir a la interacción con el ion metálico de plomo. Adicionalmente, el estiramiento de flexión del grupo C-H en la región de 1409 cm^{-1} también tuvo una mayor intensidad,

después de la saturación. Por otra parte, la banda a 1035 cm^{-1} se le asignó a la vibración por tensión de los enlaces C-O-C, en este grupo podría haber formación de los complejos con los cationes metálicos y los grupos hidroxilo según (Nghah *et al.*, 2002); (Nadia *et al.*, 2011); (Nghah *et al.*, 2004) observando claramente un pico bien definido.

Como se había mencionado anteriormente en el rango de 690 a 400 se debe al estiramiento modo de vibración asociado a la banda de adsorción del metal-oxígeno del enlace de Fe-O en la red cristalina de la magnetita; picos bien pronunciados debido a sus estructuras espinales y para las ferritas en particular, después de la adsorción se obtuvo un pico a 602 cm^{-1} que se originó del desplazamiento del pico 616 cm^{-1} que corresponde a la adsorción de los iones metálicos y que corresponde al enlace de Cu-O, el pico en 690 que también se desplazó a 789 cm^{-1} corresponden a la formación de Fe-O-Pb en las superficies de magnetita (Huanca C. M., 2022).

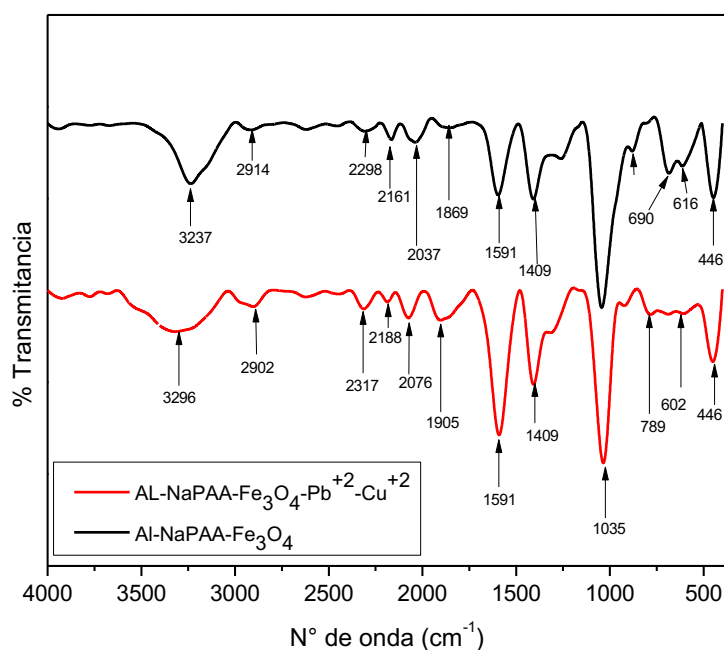


Figura 3. 3 Espectros IR del compuesto AL-NaPAA-Fe₃O₄ saturada y sin saturar.

El estudio RAMAN se realizó con el propósito de analizar la composición y estructura molecular del compuesto para poder corroborar si hay interacción entre los grupos funcionales y los iones metálicos como se observó en el IR, sin embargo no se pudo observar debido a que la concentración fue muy baja pero sí permitió

identificar los picos característicos de la magnetita. En la figura 3.4 se observa el espectro RAMAN del compuesto resultado de la experimentación, con los resultados experimentales arrojaron picos de 105, 266, 489, 700, 874 y 1470 cm^{-1} característicos de la estructura de la magnetita con la espectroscopia RAMAN, (Huanca C. M., 2022).

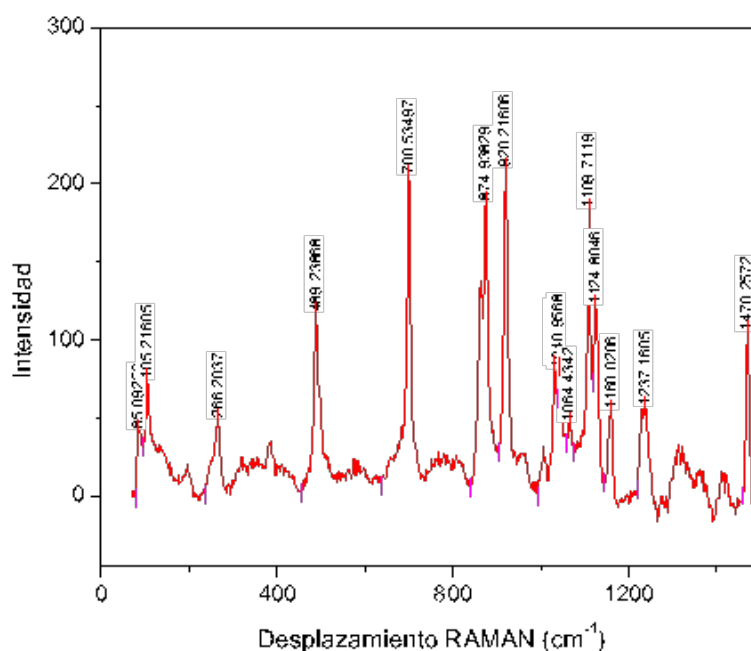


Figura 3.4 Espectro RAMAN del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4

En la figura 3.5, para efecto de comparar se tomaron estos espectros RAMAN del eritritol los cuales exhiben picos de absorción a 285, 333, 412, 434, 527, 560, 723, 738, 878, 904, 948, 1010, 1052, 1070, 1147, 1163, 1256, 1272, 1288 y 1378 cm^{-1} (Hou Z., *et al.*, 2024). Estos espectros Raman concuerdan bien con los espectros experimentales del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4 . Esto nos indica el porque al tener una baja concentración de los iones adsorbidos, no se pudo detectar.

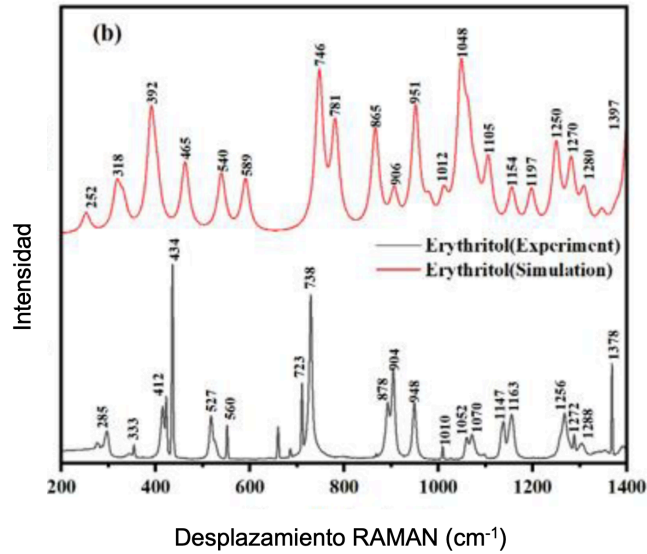


Figura 3.5 Espectro RAMAN del eritrol

En la figura 3.6 se muestra el espectro RAMAN para el poliacrilato en el cual nos muestra los picos en 3420, 1583, 1320, 1206 y 1114 los cuales concuerdan con los del compuesto, (Grabowska B, *et al.* 2009).

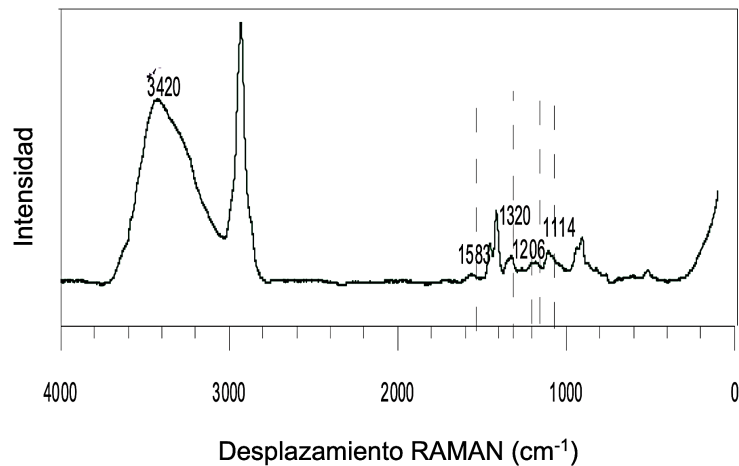


Figura 3.6 Espectro RAMAN poliacrilato

Para DRX, en la figura 3.7 se muestra la difracción de rayos X donde podemos observar los picos característicos de la espinela inversa de la magnetita, estas muestras que fueron usadas para remoción de iones metálicos no permitieron ver los componentes que se encuentran en menor proporción al 3 %, sin embargo se comparó el patrón de difracción de la fase cristalográfica de la magnetita; que exhibe algunas coincidencias en las señales características de la magnetita 30.15, 35.52,

37.18, 53.5, 57.11, 62.7, correspondientes a los planos de reflexión 220, 311, 400, 422, 511 y 440 que corresponden a JCPDS-Internacional Center for Diffraction Data N°33-0664), (Vega *et al.*, 2013) (Muksy *et al.*, 2024).

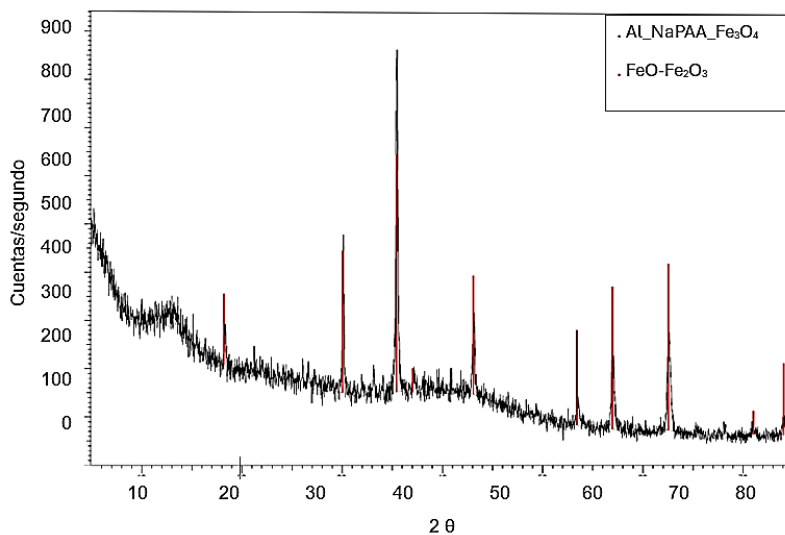


Figura 3. 7 Difractograma del compuesto AL-NaPAA-Fe₃O₄

El Difractograma mostró intensidades de pico más bajas como se puede ver en la Figura 3.8, especialmente en $2\theta = 14,5$, $19,5$ y $20,1$, que son los picos característicos del eritritol y que coinciden con los resultados del análisis del compuesto AL-NaPAA-Fe₃O₄.

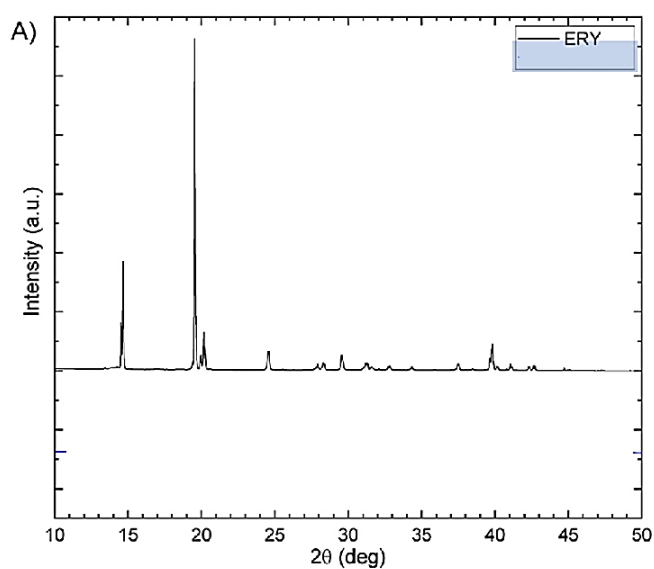


Figura 3. 8 Difractograma Eritrol

3.2.2 Análisis termogravimétrico (TGA) (DSC)

A continuación, en la figura 3.9 se presenta el termograma obtenido de las perlas de (AL-NaPAA-Fe₃O₄). De acuerdo con (Carriazo *et al.*, 2016), la lectura se realizó en un rango de temperatura de 0 °C hasta 600 °C, la cual asegura la descomposición térmica del producto orgánico y al mismo tiempo evita la reducción de la magnetita. Como se puede observar en dichos termogramas, la primera pérdida de peso se registró entre las temperaturas de 46.9 °C a 263.9 °C teniendo un 12.3% de pérdida en peso aproximadamente, esto puede atribuirse a la pérdida de humedad a partir de los 40°C (Hu *et al.*; 2018), una segunda pérdida de masa se observó en el rango de temperatura entre 263.9 a 350.6 °C donde se perdió la mayor parte orgánica en un 26.4 %, la tercera pérdida está en el rango de 350.6 a 561.8 °C en este rango de temperatura se presenta la mayor degradación del material teniendo una pérdida del 6.8 % (Narayanan *et al.*, 2017).

A partir de los 600°C en ambos casos el AL y NaPAA alcanzan la degradación total conservando la magnetita. De acuerdo con lo presentado se determino la temperatura a la que el material comienza a descomponerse ya que es muy importante para su uso, determinando que el compuesto presenta una buena estabilidad térmica y coincide con lo presentado por (Brabetz B., 2011).

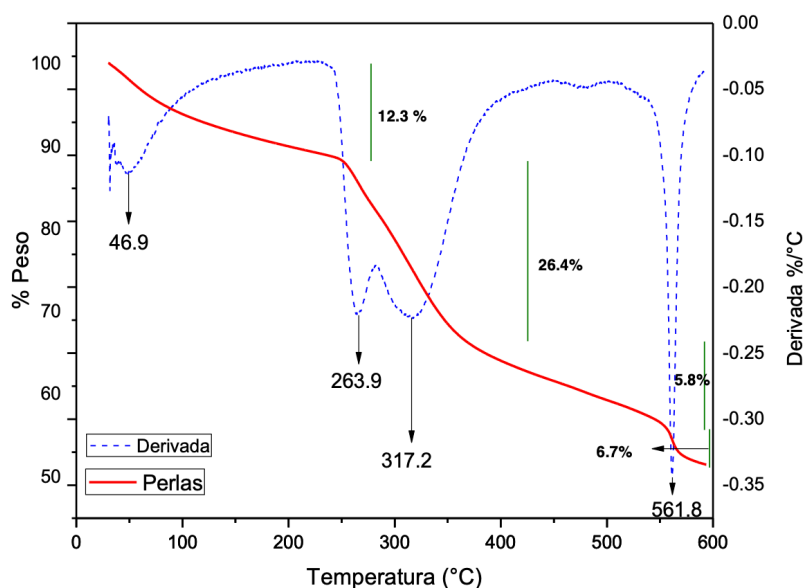


Figura 3.9 Termogramas (TGA) del compuesto de AL-NaPAA-Fe₃O₄.

3.2.3 DSC

A continuación, se presenta la figura 3.10 del DSC para las perlas de AL-NaPAA- Fe_3O_4 proporción 1, se muestran dos picos bien definidos los cuales muestran un comportamiento endotérmico esto significa que requiere de calor y el primer pico se encuentra a una temperatura de 137 °C y corresponde a la temperatura vítrea de las perlas esto se revisó tomando como referencia lo que indica en su artículo (López J. *et al.*, 2018), que está a una temperatura de 147 y 149 °C respectivamente en cada proporción nos indica la temperatura de fusión. De acuerdo con (López J. *et al.*, 2018), la temperatura de transición vítrea y la temperatura de fusión del alginato de sodio que fue de 105.53°C y 250.22°C esta variación podría deberse a los entrecruzamientos realizados a las perlas de AL-NaPAA- Fe_3O_4 .

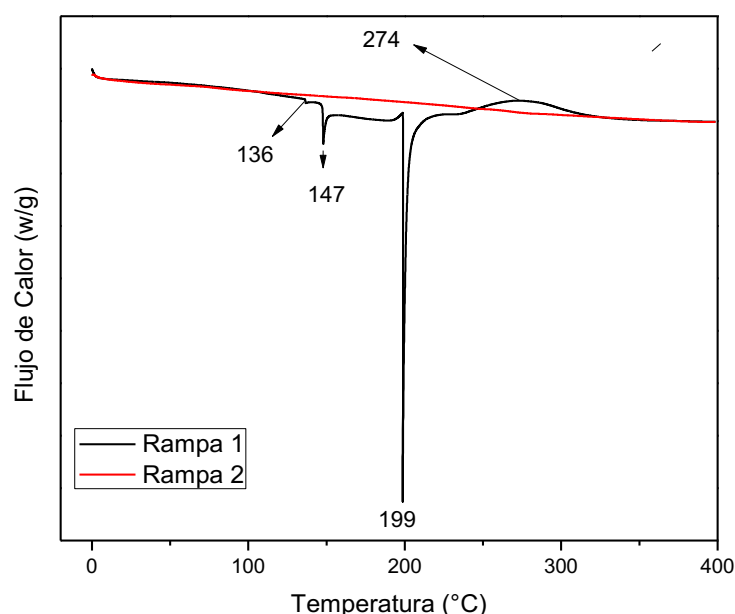


Figura 3.10 Termogramas (DSC) del compuesto de AL-NaPAA- Fe_3O_4

3.2.4 Microscopía electrónica de barrido con detector EDX (MEB-EDX)

La caracterización del material se realizó en dos etapas, antes de la saturación y después de la saturación con una solución con los iones metálicos lo cual permitió observar claramente su morfología.

En la figura 3.11 se presentan a 4 magnificaciones distintas para el compuesto de AL-NaPAA- Fe_3O_4 sin saturar; donde se puede observar tanto en el inciso a) y b)

que la perla muestra bastante rugosidad y una superficie porosa lo que es bueno ya que puede haber mejor interacción con los iones metálicos en solución como lo menciona (Bo *et al.*, 2020). Por otro lado, en el inciso c) y d) puede verse con mayor claridad la característica que le da la magnetita al compuesto ya que puede apreciarse en forma casi esférica y como se distribuye ya que por sus características suele formar aglomerados, esto de acuerdo a (Muksy *et al.*, 2024).

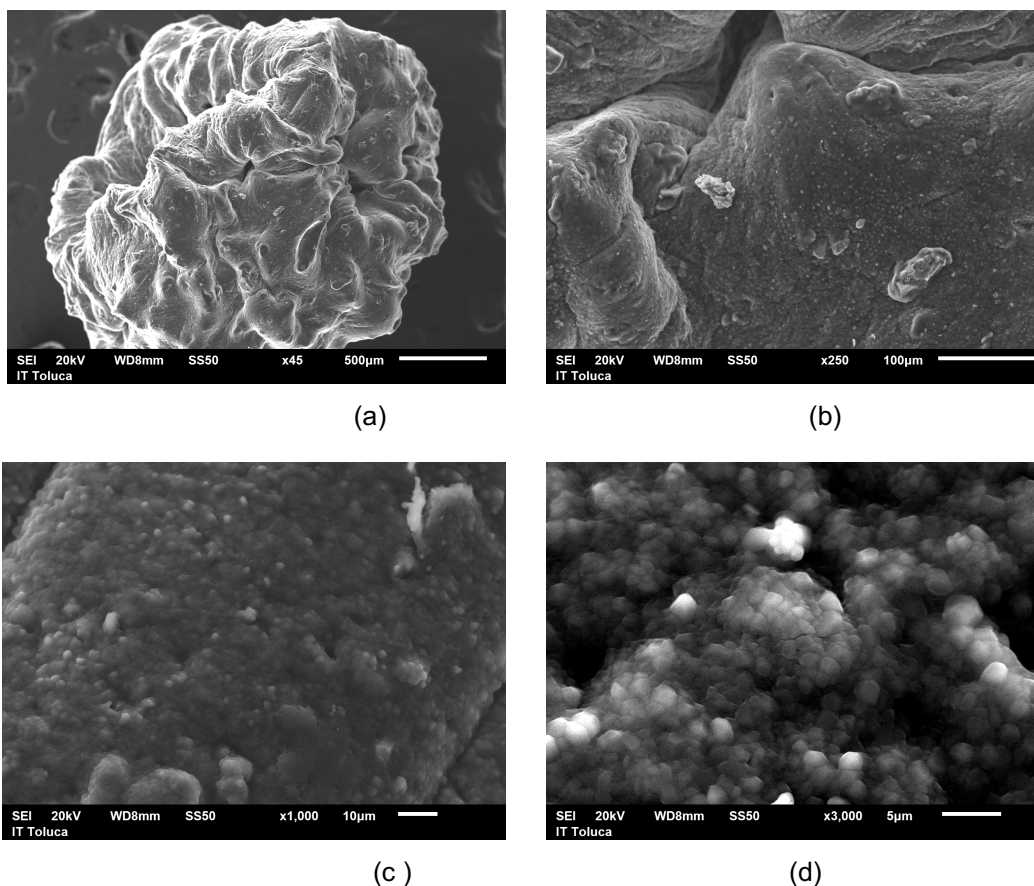


Figura 3.11 Micrografías del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4 con magnificación de a) 45 aumentos, b) 250 aumentos, c) 1000 aumentos, d) 3000 aumentos

En la figura 3.12 se muestran las micrografías de las perlas saturadas con la solución con los iones metálicos, en dónde se puede ver que la rugosidad de la perla, aumento y también quedaron más visibles los poros, así como apreciar mejor como están formadas las aglomeraciones que corresponden a la magnetita, esto puede ser debido sus propiedades magnéticas.

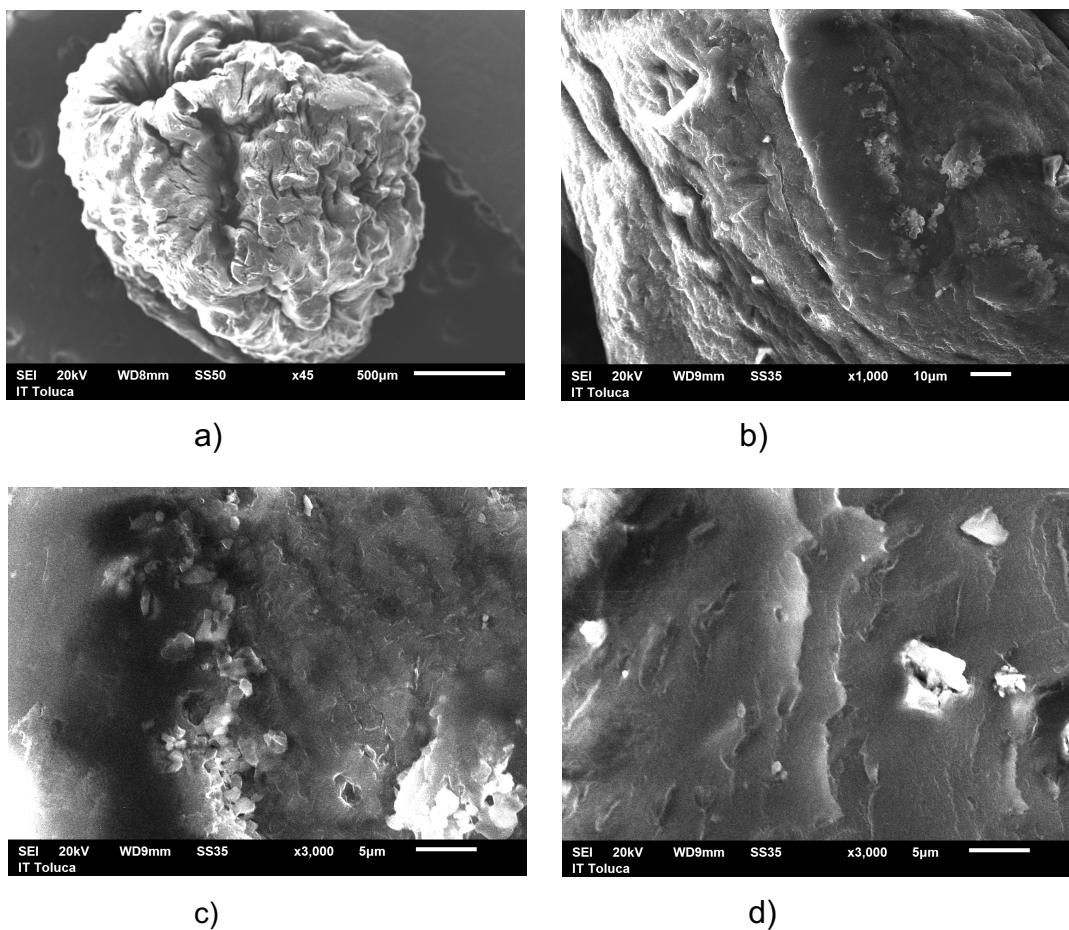


Figura 3.12 Micrografías del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4 con magnificación de a) 45 aumentos, b) 1000 aumentos, c) 3000 aumentos, d) 3000 aumentos

3.2.5 EDX

Para este análisis del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4 fueron secadas y trituradas, para obtener los espectros antes y después de la adsorción para corroborar si se llevó a cabo la adsorción de los iones metálicos.

En la figura 3.13 se observa principalmente la presencia de C, O, Ca, Fe sin saturar por lo que el CaCl_2 fue importante en la formación de la perla (Ren *et al.*, 2016).

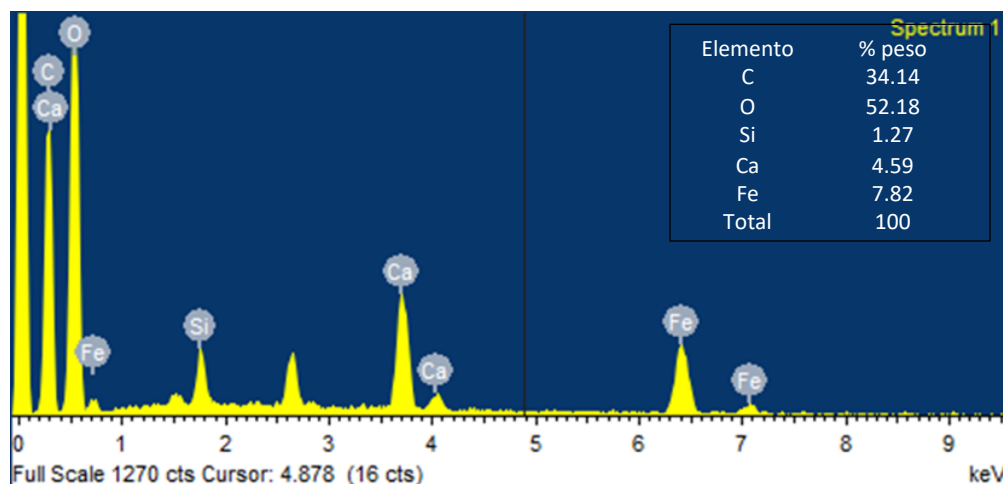


Figura 3.13 Espectro obtenido por EDX del compuesto AL-NaPAA-Fe₃O₄ sin saturar.

En la figura 3.14 se observa la presencia de Pb⁺² y Cu⁺², lo que muestra que existe interacción entre los iones Pb⁺² y los sitios activos presentes en el compuesto, después de la saturación, por lo que sí puede adsorber plomo y cobre de una solución acuosa que los contenga.

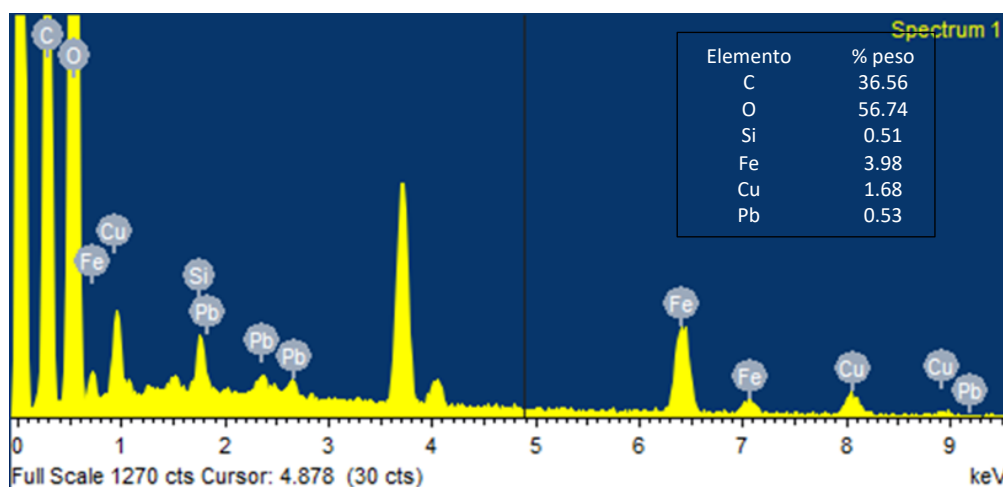


Figura 3.14 Espectro EDX del compuesto AL-NaPAA-Fe₃O₄ saturado con Pb⁺² y Cu⁺².

3.2.6 Punto de carga cero (pH-pcz)

Se determinó el pcz para saber que a este pH la carga neta de la superficie es cero. Debido a la desprotonación de algunos grupos funcionales tales como los carboxilos y debido a un incremento del número de iones hidroxilos, las perlas sintetizadas pueden adsorber especies cargadas positivamente (Amaringo *et al.*, 2013).

En la figura 3.15 se observa que las respuestas obtenidas tienen un comportamiento lineal para pH a partir de 3, lo que indica que el comportamiento estable de las perlas por lo que se puede decir que no sufren ninguna alteración. Para el compuesto AL-NaPAA-Fe₃O₄ se encontró un valor de pH de (5.6), lo cual implica que tiene la misma cantidad de sitios activos positivos y negativos (Amaringo *et al.*, 2013), con este parámetro seleccionamos el valor optimo del pH al cual se realizaron los experimentos de remoción de los iones Pb⁺² y Cu⁺² de 5.

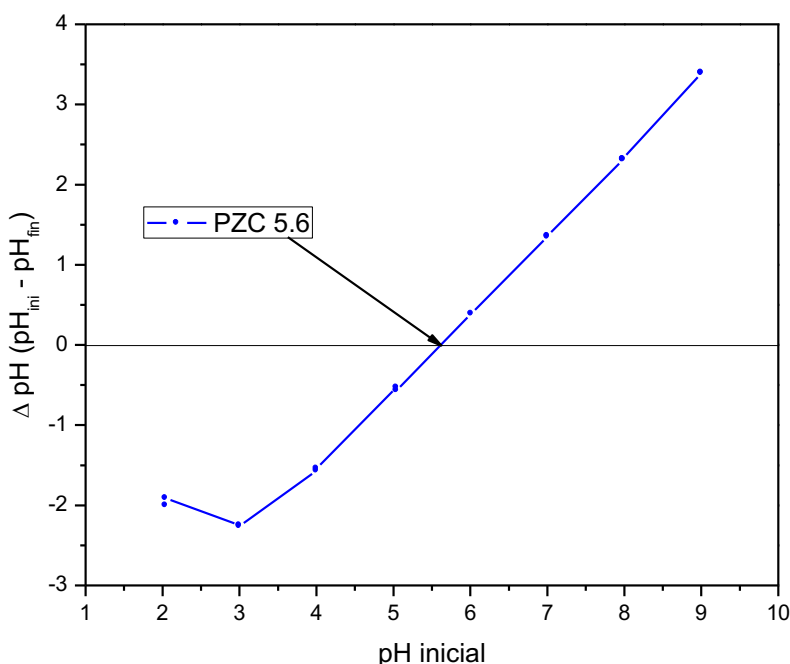


Figura 3.15 PZC del compuesto de AL-NaPAA-Fe₃O₄

3.2.7 Cinética de hinchamiento

La Figura 3.16 muestra la cinética de hinchamiento donde mediante diferencia de pesos se determinó la cantidad de agua retenida por el compuesto, al ponerse en contacto con el agua el hinchamiento a los 5 minutos fue del 60.4%, alcanzando un porcentaje máximo de 75.5 %, la cantidad de agua que puede adsorber (hinchamiento) depende de los grupos presentes en su estructura, tales como -OH, -COOH, entre otros, así como la hidrofilia de las cadenas poliméricas en este caso mayormente por las propiedades del poliacrilato de sodio.

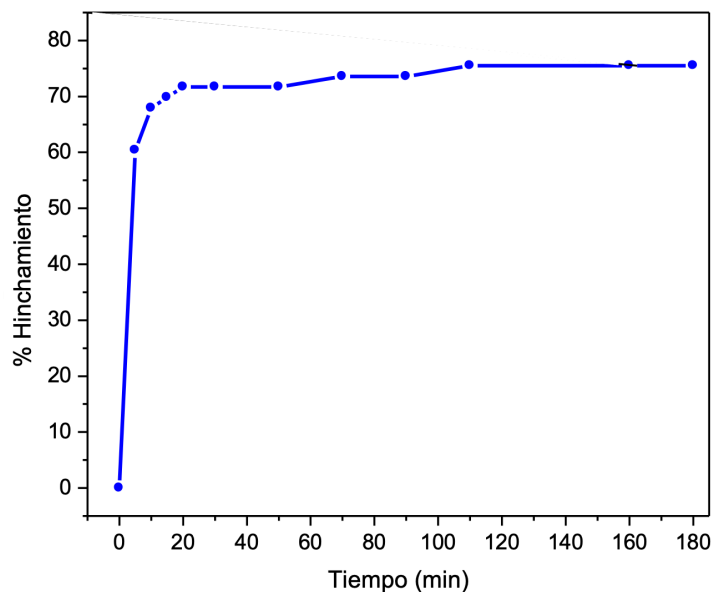


Figura 3.16 Cinética de hinchamiento del compuesto de AL-NaPAA-Fe₃O₄.

3.2.8 Prueba de resistencia a ácidos

Se observó una buena estabilidad del compuesto de AL-NaPAA-Fe₃O₄ los pH fueron estables para 1, 2, 3 y 4 en contacto con todos los ácidos, las perlas no sufrieron ningún tipo de fragmentación por lo que no existió ninguna pérdida de peso, la perla conservo su forma y no hubo ningún tipo de degradación. Por lo tanto, se puede decir que las perlas son resistentes y viables para la adsorción si llegaran a estar expuestos a ambientes ácidos.

3.2.9 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción

El pH ha sido identificado como uno de los parámetros más importantes en la adsorción de iones metálicos según (Calero *et al.*, 2011), ya que influye tanto en las propiedades superficiales de los adsorbentes como en el proceso de disociación de las moléculas en medios acuosos; por lo que se realizó la experimentación necesaria para conocer el efecto del pH sobre la capacidad de adsorción de Pb⁺² y Cu⁺², pesando 0.05 g de perlas con una alícuota de 20 mL de una solución bicomponente a diferente pH (2,3,4,5,6 y 7).

En la figura 3.17 se muestra el porcentaje de remoción a diferentes valores de pH, a un valor de pH 2 el porcentaje de remoción de Pb⁺² se ve disminuido comparado

con un valor de pH de 5 y para Cu^{+2} se ve disminuida drásticamente comparado con el valor de pH 5, este dato puede deberse a la competencia entre los iones presentes, con una aparente preponderancia de los H^+ , lo que restringe la aproximación de los iones metálicos como consecuencia de las fuerzas de repulsión (Siti *et al.*, 2015).

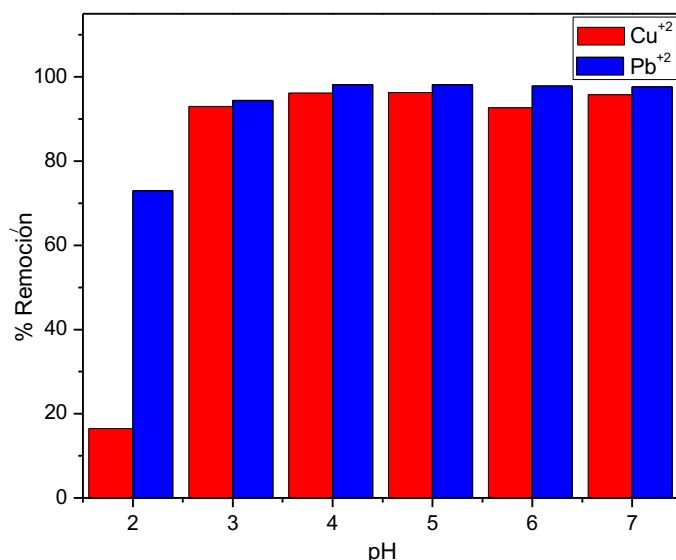


Figura 3.17 Efecto del pH sobre el % de remoción del compuesto de AL-NaPAA- Fe_3O_4 .

La eficiencia de remoción de Pb^{+2} alcanza su punto máximo en un pH de 5 (98.15 %), para el Cu^{+2} alcanza su máxima adsorción en un pH de 5 (96.5 %). Considerando el punto de carga cero de 5.6 obtenido para el material proporción 1, y considerando la máxima remoción se definió un pH óptimo de 5.0 para la realización de los experimentos de cinéticas e isotermas.

3.3 Capacidad de adsorción por lotes monocomponente y bicomponente

Las experimentaciones para evaluar el porcentaje de remoción del compuesto AL-NaPAA- Fe_3O_4 tanto para soluciones mono y bicomponente de Pb^{+2} y Cu^{+2} con una concentración de 10 mg/L, se calcularon de acuerdo con la ecuación (7).

Como se observa en la figura (3.18), el compuesto tiene una mejor capacidad de remoción para el plomo tanto en solución bicomponente como monocomponente, por lo que, si hay una competencia entre los iones, debido a sus características fisicoquímicas similares que los llevan a interactuar en los mismos sitios activos, sin

embargo, los dos porcentajes de remoción para los dos iones metálicos esta por arriba del 95 %. Demostrando que las perlas tienen buena eficiencia de remoción.

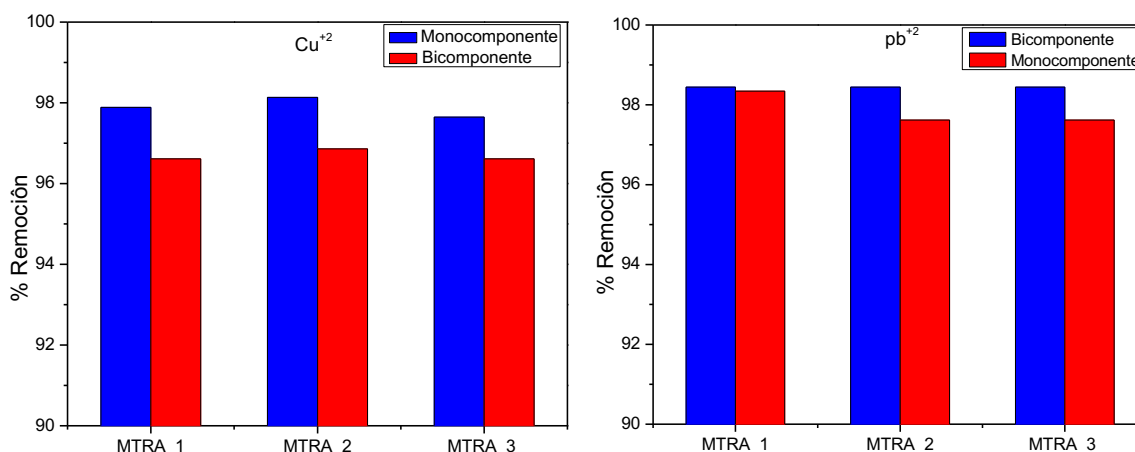


Figura 3.18 % de remoción del compuesto de AL-NaPAA- Fe_3O_4 mono y bicomponente

3.4 Cinéticas de adsorción

La cinética de adsorción fue evaluada a través de una serie de experimentos donde se determinó la capacidad máxima en el equilibrio para el proceso de adsorción, para lo cual se consideró ajustar los datos obtenidos a los modelos de pseudo-primer orden y modelo de pseudo-segundo orden, como se muestra en las figuras 3.19 y 3.20.

Las curvas para los datos de las cinéticas de Cu^{+2} ajustadas al modelo de pseudo primer orden (a) y modelo de pseudo segundo orden (b), se muestran en la figura 3.19, se realizaron a una concentración inicial de 10 mg/L y se puede observar que los datos experimentales se ajustaron mejor al modelo de pseudo-segundo orden con una R^2 de 0.97, podemos observar que la temperatura no influye en una mejor capacidad de adsorción esto podría deberse a que el cobre tiene una alta conductividad térmica y esta disminuye a medida que aumenta la temperatura.

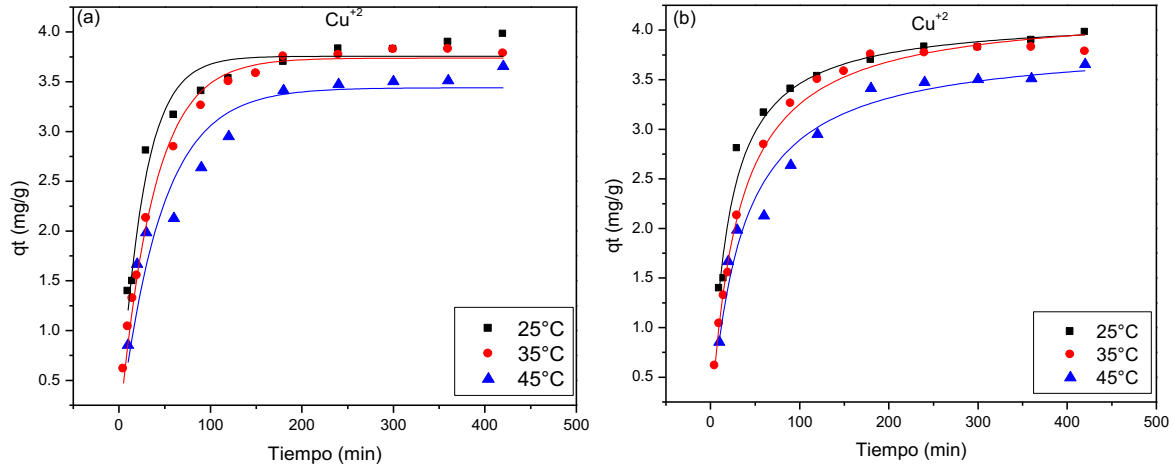


Figura 3.19. Cinéticas de Cu^{+2} ajustada al modelo de pseudo primer orden (a) y pseudo segundo orden (b)

Las curvas para los datos de las cinéticas de Pb^{+2} ajustadas al modelo de pseudo primer orden (a) y modelo de pseudo segundo orden se muestran en la figura 3.20, se realizaron a una concentración inicial de 10 mg/L y se puede observar que los datos experimentales se ajustaron mejor al modelo de pseudo-segundo orden con una R^2 de 0.98.

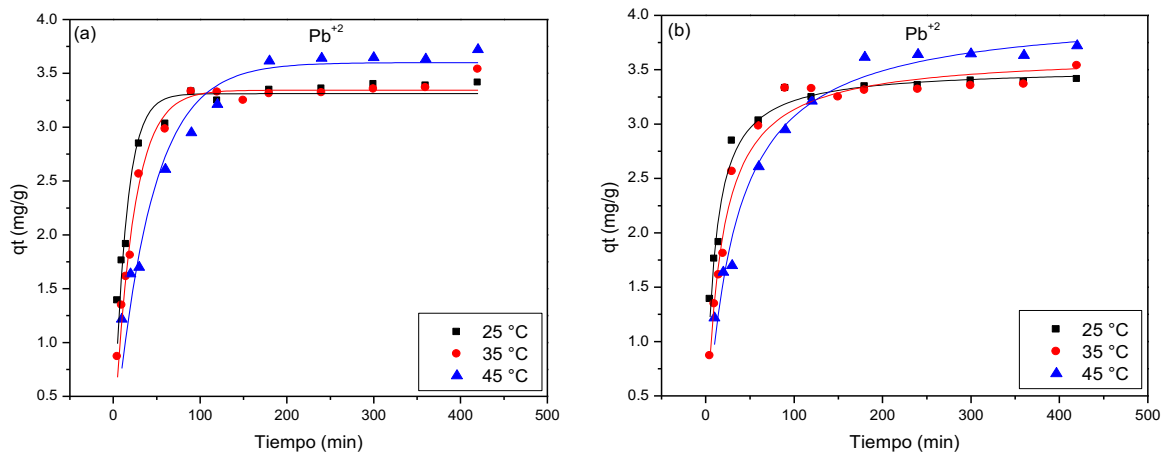


Figura 3.20 Cinéticas de Pb^{+2} ajustada al modelo de pseudo primer orden (a) y pseudo segundo orden (b)

Como se observa hay una diferencia entre las cinéticas del Cu^{+2} y el Pb^{+2} ya que el plomo tiene un aumento en la adsorción conforme aumenta la temperatura sin embargo en el cobre no pasa así, esto podría deberse a que el plomo exhibe una menor atracción electrostática sobre sus electrones de valencia en comparación

con el cobre, lo que lo hace más reactivo, además la afinidad que tiene el plomo con el adsorbente magnético debido a que este ion tiene mayor masa atómica y presenta menor movilidad en solución acuosa y a las propiedades magnéticas del adsorbente (Guerra *et al.*, 2018).

A continuación en la tabla 3.1 se muestran los parámetros cinéticos obtenidos después de haber ajustado con los modelos de pseudo-primer orden y pseudo-segundo orden.

Tabla 3.1 Parámetros cinéticos de la adsorción de Cu^{+2} y Pb^{+2}

Modelo cinético	T (°C)	Cu^{+2}			Pb^{+2}		
		q_e (mg/g)	R^2	K (1/min)	q_e (mg/g)	R^2	K_2 (g/mg*min)
Pseudo primer orden	25	3.76	0.96	0.039	3.31	0.94	0.071
	35	3.74	0.99	0.027	3.34	0.98	0.045
	45	3.44	0.91	0.022	3.59	0.95	0.023
Pseudo segundo orden	25	4.14	0.97	0.012	3.52	0.97	0.030
	35	4.24	0.99	0.008	3.65	0.98	0.017
	45	3.88	0.96	0.007	4.04	0.98	0.008

En la cinética de adsorción muestra la cantidad de Cu^{+2} adsorbido por el compuesto, incrementa con el tiempo de contacto, hasta una capacidad de adsorción en el equilibrio donde; $q_e = 3.76$ mg/g en un tiempo de 180 min y una temperatura de 25°C (Figura 3.19), mientras que para la cinética a 35°C se obtuvo una $q_e = 3.74$ mg/g, finalmente para la cinética a 45°C se alcanzó una $q_e = 3.44$ mg/g siendo esta la capacidad más baja.

Así mismo para Pb^{+2} adsorbido por el compuesto, aumenta con el tiempo de contacto, llegando hasta la capacidad de adsorción en el equilibrio donde; $q_e = 3.14$ mg/g en un tiempo de 100 min y una temperatura de 25°C (Figura 3.20), para la cinética a 35°C se obtuvo una $q_e = 3.65$ mg/g, por último, para la cinética a 45°C se

alcanzó el equilibrio a los 180 min con una $q_e=4.04$ mg/g siendo esta la capacidad más alta.

De acuerdo con la tabla 3.4 se pudo determinar que se ajustan ligeramente mejor los datos al modelo de pseudo segundo orden para los dos iones, el modelo se seleccionó en base al coeficiente de determinación R^2 y el mejor ajuste entre la capacidad de adsorción calculada de equilibrio (q_e), por lo que el pseudo segundo orden describe de mejor manera el mecanismo de adsorción, por lo que se sugiere que tenemos un mecanismo de quimisorción y nos indica que la superficie del composito es heterogénea.

3.5 Isotermas de adsorción

En este estudio se realizaron dos modelos de isoterma de adsorción comúnmente utilizados para ajustar los datos experimentales, Freundlich y Langmuir (Ahamad A., *et al.*, 2018).

Como se observa en la figura 3.21 los datos experimentales de las isotermas de adsorción para el ion Cu^{+2} fueron ajustados a los modelos de Langmuir y Freundlich, donde el resultado corresponde un ajuste al modelo de Langmuir con un coeficiente de correlacion para las tres temperaturas mayor de 0.97, como se muestra en la tabla 3.5; esta isoterma asume que el sólido tiene un límite de adsorción y que las moléculas son adsorbidas en sitios definidos, energéticamente equivalentes y que distan uno de otro lo suficiente para impedir la interacción entre las moléculas adsorbidas en sitios adyacentes.

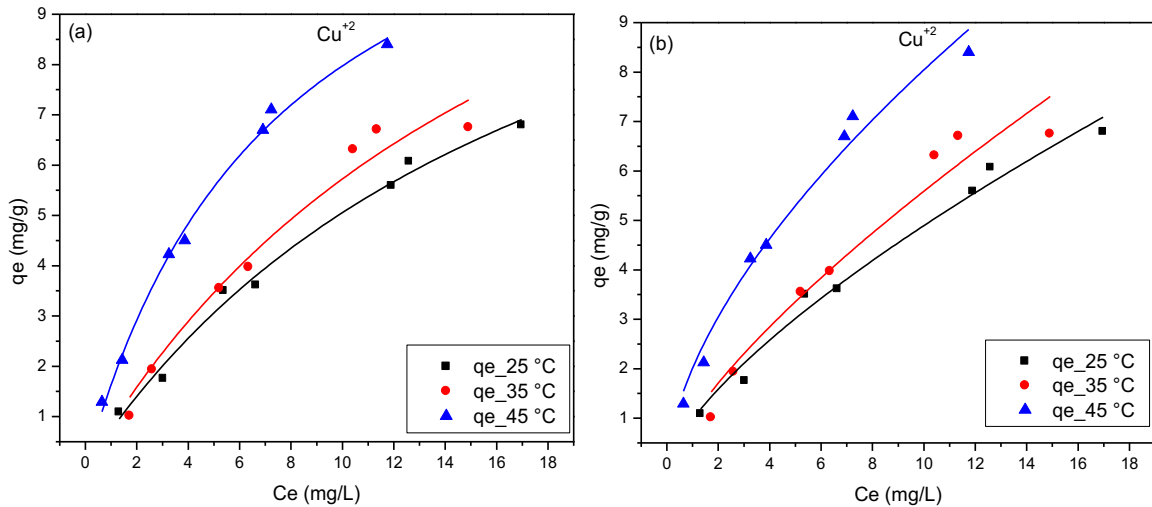


Figura 3.21 Isotermas de Cu^{+2} ajustada a Langmuir (a) y Freundlich (b)

En la figura 3.22 se observan los ajustes realizados a los datos experimentales para las isotermas para el ion Pb^{+2} tanto para Langmuir y Freundlich y en la tabla 3.2; de acuerdo con el coeficiente de correlación el mejor ajuste para Pb^{+2} es Freundlich con un $R^2=0.99$ Freundlich puede aplicarse a una adsorción no ideal en superficies heterogéneas, así como adsorción de multicapas, asume que la concentración del adsorbato sobre la superficie del adsorbente aumenta conforme la concentración inicial del adsorbato en solución aumenta también.

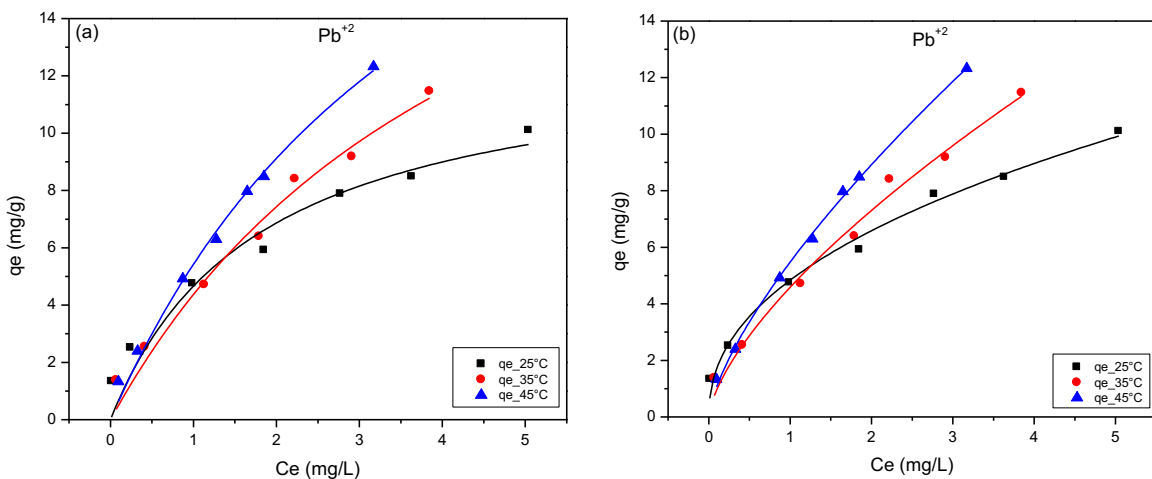


Figura 3.22 Isotermas de Pb^{+2} ajustada a Langmuir (a) y Freundlich (b)

Tabla 3.2 Parámetros de isotermas para la adsorción de Cu^{+2} y Pb^{+2}

T °C		Langmuir			Freundlich			
		q _{max} (mg/g)	K (L/mg)	R ²	K _F (mg/g)(L/mg) ^{1/n}	n	1/n	R ²
Pb⁺²	25 °C	13.03	0.55	0.94	4.84	2.24	0.45	0.99
	35 °C	25.01	0.21	0.97	4.58	1.49	0.67	0.99
	45 °C	28.60	0.23	0.99	5.47	1.42	0.74	0.99
Cu⁺²	25 °C	14.50	0.05	0.99	0.98	1.42	0.70	0.98
	35 °C	16.48	0.05	0.97	1.03	1.36	0.73	0.94
	45 °C	14.04	0.13	0.99	2.00	1.66	0.60	0.98

3.6 Determinar parámetros termodinámicos para Cu^{+2} y Pb^{+2}

Los parámetros termodinámicos entalpía (ΔH), entropía (ΔS) y energía libre de Gibbs (ΔG) (kJ/mol) indican la importancia en la predicción del comportamiento de adsorción relacionado con la temperatura, fueron obtenidos a partir de las cinéticas de adsorción.

Durante el proceso de adsorción una parte importante es la entalpía ya que con ella se puede distinguir si esta presente la fisisorción o la quimisorción, si presenta valores menores a 40 KJ/mol se sugiere adsorción física, un valor positivo indica que se trata de un proceso endotérmico y valores negativos de entalpía indican que se trata de un proceso exotérmico, de acuerdo la tabla 3.3 observamos que para el Pb^{+2} el valor de $\Delta H = 26.74$ KJ/mol y para Cu^{+2} el valor de $\Delta H = 27.96$ KJ/mol como se puede observar estos valores aumentan conforme aumenta la temperatura por lo que la naturaleza del proceso es endotérmica en el caso de los dos iones esto indica la necesidad de aportar energía al sistema para una mejor adsorción así como la sugerencia de que se tiene un proceso de quimisorción, entonces se verá una mayor sorción a mayor temperatura alcanzando eventualmente un equilibrio.

En cuanto a la tendencia hacia valores negativos al aumentar la temperatura de ΔG muestra que se trata de un proceso de adsorción espontánea igual para ambos iones y favorece al proceso de adsorción, por otra parte, los valores de ΔS $\text{Cu}^{+2} =$

0.07 KJ/mol y $\Delta S \text{ Pb}^{+2} = 0.09 \text{ KJ/mol}$ son cercanos a cero indicando la reversibilidad del proceso (Flores *et al.*, 2016).

Tabla 3.3 Parámetros termodinámicos de la adsorción de Pb^{+2} y Cu^{+2}

	T ° C	ΔG (kJ/mol)	ΔH (kJ/mol)	ΔS (kJ/mol)
Pb^{+2}	25	-1.99	26.74	0.09
	35	-2.40		
	45	-3.91		
Cu^{+2}	25	1.70	27.96	0.07
	35	1.53		
	45	-0.08		

4. CONCLUSIONES

De acuerdo con las experimentaciones de adsorción para las 3 proporciones se determinó que la proporción 1 tiene un mejor porcentaje de remoción de Cu^{+2} y Pb^{+2} en comparación con las otras dos proporciones; en cuanto al análisis de infrarrojo se identificaron los principales grupos funcionales hidroxilo, carboxilo, FeO responsables de la interacción con los iones metálicos en solución; los termogramas de (TGA) muestran que las primeras pérdidas de peso se le pueden atribuir a los entrecruzamientos con el CaCl_2 y el eritrol, dándole a las perlas una mejor resistencia mecánica y una mejor capacidad calorífica por otra parte el análisis DSX indicó que las perlas sometidas a altas temperaturas tienen una buena estabilidad. El análisis EDX realizado muestra que los elementos presentes en las perlas antes de la adsorción son C, O, Ca, Fe, después de la adsorción se identificaron tanto Cu^{+2} como Pb^{+2} por lo que demuestra que, si hay interacción entre los iones metálicos y los sitios activos. La difracción de rayos X, muestra la existencia de materiales cristalinos característicos de la magnetita, el PZC fue de 5.6 por lo que se determinó que el pH óptimo de experimentación es 5, la cinética de hinchamiento mostró una buena estabilidad ya que se conserva su forma y alcanza un aumento en su volumen del 75.5% a los 110 min, la experimentación de estabilidad a soluciones ácidas arrojó una buena resistencia del compuesto ya que al exponerse a los ácidos ninguno logró fracturarlo por lo que no hay pérdida de masa, el efecto del pH en la remoción de los iones metálicos se observó que en el rango de pH de 3 a 7 es muy similar el % de adsorción alcanzando su remoción máxima en un pH de 5 para ambos iones, en la evaluación del porcentaje de adsorción el resultado de remoción fue de 98.5 % para el plomo y 98.4 % para el cobre.

Las cinéticas de adsorción se ajustaron mejor al modelo de pseudo segundo orden, para los dos iones, en el análisis de las isothermas el Cu^{+2} se ajustó al modelo de Langmuir y el Pb^{+2} se ajustó al modelo de Freundlich por lo que existen tanto una adsorción química, como una adsorción física. El análisis termodinámico mostró una tendencia negativa para ΔG en ambos iones por lo que indica un proceso

espontaneo, así mismos se presentaron valores positivos en la entalpia por lo que indica un proceso endotérmico y un valor de entropía muy cercano a 0 indicando que el proceso puede ser reversible.

5. REFERENCIAS

- Abdolali A., Guo W.S., Ngo H.H., Chen S.S., Nguyen N.C., Tung K.L., (2014). Typical lignocellulosic wastes and by-products for biosorption process in water and wastewater treatment-A critical review. *Bioresource Technology*. 160, 57-66.
- Ahmad A., Gao B., Mosa A., Yu H., , Yin X., Bashir A., Ghomeisi H., Wang S., (2018). Eliminación de iones Cu(II), Cd(II) y Pb(II) de soluciones acuosas mediante biocarbones derivados de biomasa rica en potasio. *Revista de Producción Más Limpia Volumen 180*. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.01.133>.
- Alghamdi A. Al-Odayni A., Saeed W. S., Al-Enizi A. M., Alharthi F. A., Aouak, T., (2020). Efficient Adsorption of Lead (II) from Aqueous Phase Solutions Using Polypyrrole Based Activated Carbon. *Materials*. Química, Facultad de Ciencias, Universidad King Saud, P.O. Recuadro 2455, Riad 11451.
- Amaringo F.A., Hormaza A.A., (2013). Determination of the point of zero charge and isoelectric point of two agricultural wastes and their application in the removal of colorants. *Revista de Investigación Agraria y Ambiental*. Vol 4, 27- 36.
- Albert L., Molina A., (2008). Curso básico de toxicología ambiental en contaminación de ecosistemas. Centro Panamericano de Ecología Humana y Salud. Organización Panamericana de la Salud. Editorial Limusa. México. 108, 174-175, 180-181.
- Appelo, C.A.J., Postma, D., (1993). *Geochemistry, groundwater and pollution*: Rotterdam, A.A. Balkema, *Journal of Water Resource and Protection*, Vol.8 No.3, March 23, 2016 pp. 536.
- ATSDR, (2015). (Agency for Toxic Substances and Disease Registry). Departamento de salud y servicios humanos de los EE.UU. https://www.atsdr.cdc.gov/es/toxfaqs/es_tfacts13.html

- Audiffred T., (2013). Adsorción en columnas y lotes, Tecnológico De Estudios Superiores De Ecatepec, Revista Universitaria. Vol. 4, 34-38.
- Baird C. (2001). Química Ambiental. Editorial Reverte. España. 1ª edición. 406- 422.
- Barrientos J.E., Matutes A. J., (2021). Uso de nanomateriales magnéticos para la remoción de arsénico del agua para consumo humano. Mundo nano Revista Interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología. <https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2013.11.50006>
- Benassi J.C., Laus R., Geremias R., Lima P.L., Menezes C.T.B., Laranjeira M.C.M., Wilhelm-Filho D., Fávere V.T., Pedrosa R.C., (2006). Evaluación de la rehabilitación de las aguas residuales de la minería de carbón mediante microesferas de quitosa utilizando biomarcadores Arch. En el medio ambiente. Contam. Toxicol., 51 pp. 633-640.
- Besoain E., (1985). Mineralogía de Arcillas de Suelos, IICA, Costa Rica, Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura (IICA). <https://repositorio.iica.int/handle/11324/12993>.
- Brabetz B., (2011). Método para la evaluación y biodegradación del poliacrilato de sodio Sandonato. -Universidad Estatal de São Paulo, Instituto de Biociencias Rio Claro.
- Carreño D. L. M. C., Flores A. N., Solache R. M. J., Hernández B. M.C., (2019). Removal behaviour of Pb (II) from wastewater by composites of different sodium alginate: *Zea mays rachis* ratios. Desalination and Water Treatment, 1-8. <https://doi.org/10.5004/dwt.2019.2482>.
- Caviedes R. D., Muñoz C. R. A., Perdomo Gualtero A., Rodríguez Acosta D. y Sandoval Rojas I. J., (2015). Treatments for Removal of Heavy Metals Commonly Found in Industrial Wastewater. A Review. Artículo Revista Ingeniería y Región. 2015; 13 (1): 73-90. DOI:10.25054/22161325.710

- Calvo R. M., (2007). Bioquímica de los Alimentos. Grado de Ciencia y Tecnología de los Alimentos en la Universidad de Zaragoza. <https://milksci.unizar.es/bioquímica/temas/azucares/polialcohol.html>.
- Chávez L., Georgina A., (2018). Nanotechnology an alternative for wastewater treatment: Advances, Advantages and Disadvantages. Universidad Católica Boliviana San Pablo (UCB-SP), Bolivia. DOI: <https://doi.org/10.36610/j.jsars.2018.090100052>.
- Clavijo J., (2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). Revista elementos. 3(3), 133-146.
- Corredor A. J., Echeverría E. F., (2007). S. J. Schneider, Engineered Materials Handbook: Ceramics and Glasses, ASM International, Materials Park, OH. 36, 993-998.
- Cosme, I. (2016). Biosorción de Pb (II) en muestras acuosas con *Raquis de Zea mays*, soportado en alginato de sodio (tesis de maestría). Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Toluca, México, México.
- Costa A., Ballarin B., Spegni A., Casoli F., (2012). Synthesis of nanostructured Magnetic photocatalyst by colloidal approach and spray-drying technique. J. Colloid Interface Sci. 388, 31–39. DOI:<https://doi.org/10.1016/j.jcis.2012.07.077>.
- Domenech X., Peral J., (2008). Química Ambiental de Sistemas Terrestres. Editorial Reverté. Barcelona, España. 239 pp.
- Feoktistova L., Clark Y. (2018). El metabolismo del cobre Sus consecuencias para la salud humana. Medisur, 16(4), 579-587.
- Flores Á. N., Solache R. M. J., Gómez E. R. M., García G. B., (2022). Competitive adsorption study of copper and zinc in aqueous solution using Q/PVA/EGDE. Revista Mexicana de Ingeniería Química Vol. 14, No. 3 (2015) 801-811.

- Flores Á. N., M.J. Solache R., C.G. Aguirre M., F. Cuellar R., M.C. Carreño D. L. M.C., (2022). Cation removal behaviour by cross-linked sodium alginate-PVA beads: characterisation, kinetics and equilibrium studies. Desalination and Water Treatment. Doi:10.5004/dwt.2022.28850.
- Flores U. I. A., García C, P., Chapa G. C., (2017). Development of magnetic nanoparticles $\text{Fe}^{+3}_2 \text{X}^{+2}_1 \text{O}_4$ (X= Fe, Co y Ni) coated by amino silane Revista Mexicana de Ingeniería Química vol. 38 no. 1. Doi:105004/dwt.2022.28850.
- Fu F., Wang Q., (2011). Removal of heavy metal ions from wastewaters. A review. Facultad de Ciencias Ambientales e Ingeniería, Universidad Tecnológica de Guangdong, Guangzhou 510006, PR China Journal of Environmental Management. 92, 407-418
- Guerra J., Portillo A., (2018). Estudio de las propiedades del sistema magnetita-pectina como adsorbentes de metales en el agua. Universidad Simón Bolívar, Departamento de Termodinámica y Fenómenos de Transferencia, Sartenejas, Baruta, Venezuela.
- Gawande, M. B., Branco, P. S., Varma, R. S. (2013). Nano-magnetite (Fe_3O_4) as a support for recyclable catalysts in the development of sustainable methodologies. Chem. Soc. Rev. 42, 3371-3393. DOI: <https://doi.org/10.1039/c3cs35480f>.
- Grabowska B., Holtzer M. (2009). Structural examination of the cross-linking reaction mechanism of polyacrylate binding agents Article in Archives of Metallurgy and Materials. <https://www.researchgate.net/publication/259557895>.
- Gutiérrez L. D, Flores Á. N., Carreño De L. M. C., Solache R. M. J., (2020). Eliminación de Pb (II) de una solución acuosa mediante el uso de microesferas de *raquis de Zea mays* alginato de sodio mediante sistemas discontinuos y de columna. División de Estudios de Posgrado e Investigación, TecNM/ITT.

- Hernández A., Ventura J., Christoph R., (2019). Aplicaciones de la Microscopia Electrónica de Barrido y Análisis Elemental de componentes electrónicos y apoyo a la investigación científica en el Salvador. Recuperado de: http://nanotecniaab.ufg.edu.sv/frm/newsletters/Nanoboletin_Abril2019.pdf.
- Hou Z., Yan B., Zhao YH., Bopeng, Zhang S., Su B., Li K., Zhang C., (2024). Espectros de terahercios de manitol y eritritol: un estudio experimental y computacional conjunto. Departamento de Física, Universidad Normal Capital, Pekín 100048, China. <https://doi.org/10.3390/molecules29133154>.
- Huanca C. M., (2022). Síntesis, caracterización y capacidad adsorbtiva de las nanopartículas de magnetita para la eliminación de metales en aguas superficiales. Revista Académica de la Facultad de Ingeniería, Universidad Autónoma de Yucatán, Vol. 27, No. 2, 2023, ISSN: 2448-8364.
- Hu H., Li X., Huang P., Zhang Q., Yuan W., (2017). Efficient removal of copper from wastewater by using mechanically activated calcium carbonate, J. Environ. Manage. School of Resources and Environmental Engineering, Wuhan University of Technology, 430070 Wuhan, China. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.07.066>
- Klein C., Hurlbut C. S., (1997). Manual de mineralogía, vol. 2, ed. 21. Reverté: Barcelona, España, pp. 429-430.
- Kumar R., Ramalingam S., Sathyaselvabala V., Kirupha S., Murugesan A., Sivanesan S., (2012). Removal of Cd (II) from aqueous solution by agricultural waste cashew nut shell. Korean J. Chemical. Engineering. 29,756-768.
- López J., Vhymeister E., Rodríguez R., (2018). Algas marinas: una biomasa subutilizada Departamento de Energía Mecánica/Ingeniería Petroquímica/Escuela Politécnica del Ejército-Latacunga, Universidad de las Fuerzas Armadas, Sangolquí.
- Luo, Xu S.A., Luo A., Wang W.R., Wang S.L., Guo J, Lin Y., Zhao D. Y., Wang. C.C. (2011). ACS Nano 5 1428.

- Mahbashi N.A., Kutty S.R.M., Jagaba A.H., Al Nini A., Ali M., Saeed A.A.H, Ghaleb A.A.S., Upaka R. (2022). Column Study for Adsorption of Copper and Cadmium Using Activated Carbon Derived from Sewage Sludge, *Advances in Civil Engineering*, 2022, 11, ID3590462, <https://doi.org/10.1155/2022/3590462>.
- Markova Z., Siskova K., Filip J., Safárová K., Pucek R., Panáček A., Kolár M., Zboril, R. Chitosan, (2012). Chitosan-based synthesis of magnetically-driven nanocomposites with biogenic magnetite core, controlled silver size, and high antimicrobial activity. *Green Chem.* 14, 2550-2558. DOI: <https://doi.org/10.1039/c2gc35545k>.
- Martí, J., (2012). Poliacrilato de sodio. Aprender Ciencias en la educación primaria. Barcelona, España: Ed. Graó. Recuperado de: <http://www.poliacrilatodesodio.com/>.
- Mejia E. L. G., Sanches O. R., Martinez G. E., (2017). Evaluacion de la aplicación de polimeros super absorbentes de reuso como acondicionador de suelos. *Revista Mexicana de Agroecosistemas* Vol. 4(1):53-57.
- Morejón L. A., Wilson L. M., Fernandez M. J. R., Dias C. A., (2020). Nanopartículas magnéticas de óxido de hierro para el aislamiento de ADN plasmídico. *Revista Cubana de Química* , vol. 32 , núm. 2 , págs. 195-217
- Muñoz J.C., (2007). Biosorción de plomo (II) por cáscara de naranja 'citrus cinensis' pretratada. Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Perú. 8-10, *Revista Universitaria*.
- Najafpour G., Younesi H., Ismail K. S. K., (2004). Ethanol fermentation in an immobilized cell reactor using *Saccharomyces cerevisiae*. *Bioresource Technology*, 92(3), 251-260. doi:10.1016/j.biortech.2003.09.009

- Nassef Y. E., (2015). Taweel, Removal of copper from wastewater by cementation from simulated leach liquors, J. Chem. Eng. Process Technol., 1–6, doi: 10.4172/2157-7048.1000214.
- Ngah W.S.W., Endud C.S., Mayanar R., (2002). Eliminación de iones de cobre(II) de solución acuosa sobre quitosano y cuentas de quitosanos en cruzados. Reacto. Polym., 50 (2002), pp. 181 a 190.
- Oladipo A. A., Gazi M., (2014). Enhanced removal of crystal violet by low cost alginate/acid activated bentonite composite beads: Optimization and modelling using non-linear regression technique. Journal of Water Process Engineering. Volume 2, Pages 43-52.
- Pernía K., Urdaneta J., León O., Oliva H., (2014). Cinética de hinchamiento de hidrogeles sensibles al pH basados en almidón y ácido itacónico. Rev. LatinAm. Metal. Mat, 9-11.
- Piqué T.M., Vázquez A., (2012). Uso de Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) en el Estudio de la Hidratación del Cemento, Concreto y Cemento, Investigación y Desarrollo, 3(2), 62-71.
- Pletneva, V. A. Molchanov, V. S. Philippova, (2015). O. E. Viscoelasticity of Smart fluids based on wormlike surfactant micelles and oppositely charged magnetic particles. Langmuir 31. 110–119. DOI: <https://doi.org/10.1021/la504399e>.
- Kaiser S., Saleemi A.R., Mahmood Ahmad M. (2007). Heavy metal uptake by agro based waste materials. Journal of Biotechnology. 10 (3), 1-12.
- Qiang L. B., Jie Z., Y., Yu Z., X., Feng C., G., Jie R., Y., (2012). “Sodium polyacrylate modified Fe₃O₄ magnetic microspheres formed by self-assembly of nanocrystals and their applications” Journal home page: www.elsevier.com/locate/matresbu.

- Rabiul Awual M., (2019). An efficient composite material for selective lead (II) monitoring and removal from wastewater, 103087, doi: 10.1016/j.jece.2019.103087.
- Rajeshkumar, Y. Liu, X. Zhang, B. Ravikumar, G. Bai, X. Li, (2018). Studies on seasonal pollution of heavy metals in water, sediment, fish and oyster from the Meiliang Bay of Taihu Lake in China, *Chemosphere*, 626–638.
- Reddy L. H., Arias J. L., Nicolas J., Couvreur P., (2012). Magnetic Nanoparticles: Design And Characterization, Toxicity and Biocompatibility, Pharmaceutical and Biomedical Applications. *Chemical Reviews*, 112 (11), 5818-5878. <https://doi.org/10.1021/cr300068p>.
- Reyes V. A., De León R. J. I., Hernández G. E. I., Pérez S. S., Hurtado A. L. A. L., (2020). Síntesis y caracterización de nanopartículas de magnetita para fotocátalisis de nitrobenzeno *Revista de la Sociedad Química Saudita Volumen 24, Número 2*, páginas 223-235
- Rivas J., Iñiguez, J., Moreno (1987). E. A simple model for magnetic after-Efecty in magnetite at room temperature. *Appl. Phys. A.*, 42, 133-137. *Revista de la Sociedad Química Saudita*. DOI:<https://doi.org/10.1007/bf00616723>.
- Rodríguez E., Villegas E., (2010). Caracterización de polímeros aplicando el método termogravimétrico, *Métodos Y Materiales*, 2(1), 25–32. <https://doi.org/10.15517/mym.v2i1.13470>
- Rostamizadeh S., Shadjou N., Azad M., Jalali N., (2012). (Fe₂O₃)-MCM-41 as a magnetically recoverable nanocatalyst for the synthesis of pyrazolo[4,3-c]pyridines at room temperature. *Catal. Commun.*, 26, 218–224. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.catcom.2012.05.022>.
- Sánchez Z. S. P., (2014). “Absorción de metales de aguas residuales con agentes poliméricos”. Instituto Politécnico Nacional. Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas.

Sazali N., Harun Z., Sazali N, (2020). A Review on Batch and Column Adsorption of Various Adsorbent Towards the Removal of Heavy Metal, Journal of Advanced Research in Fluid Mechanics and Thermal Sciences 67, 2, 66-88, ISSN: 2289-7879.

SEMARNAT. Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-1996. Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales. Diario Oficial de la Federación, 1996.

SEMARNAT. Norma Oficial Mexicana NOM-002-SEMARNAT-1996. Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano y municipal. Diario Oficial de la Federación, 1996.

Soto R. E., (2004). Remoción de metales pesados en aguas residuales mediante agentes químicos; Ingenierías, Vol. 7, No. 23.

Schwertmann U., Cornell R. M., (2000). Iron Oxides in the Laboratory: Preparation and Characterization, 2nd edition Wiley-VCH, Germany.

Tejada T. C., Villavona O. Á., Garces J. L., (2015). Adsorción de metales pesados en aguas residuales usando materiales de origen biológico. *TecnoL*. [online]. 2015, vol.18, n.34, pp.109-123. ISSN 0123-7799

Tenorio R. G., (2006). Caracterización de la biosorción de cromo con hueso de aceituna. Tesis Doctoral. Universidad de Granada, España.

Tchounwou P. B., Yedjou C. G., Patlolla A. K., Sutton D. J., (2012). Heavy metal toxicity and the environment. *Exp Suppl.* 2012;101:133-64. doi: 10.1007/978-3-7643-8340-4_6.

Tülin D., İfti, Y., İlek C., (2020). Removal of Pb(II) de Water Using (Fe₃O₄ /Ni/Ni_x B) Nanocomposites Magnetic, Carob (*Ceratonia siliqua*) o Semillas de compra

(*Vitis vinifera*). *J. Agua Chem. Technol.* Department of Chemistry, Ege University, Izmir, Turkey, [https://doi.org/ 10103/S1063455X2003011XX](https://doi.org/10.103/S1063455X2003011XX).

Universidad de Cádiz. (2014). Semana de la Ciencia y la Tecnología del 3 al 13 de Noviembre de 2014. Facultad de Ciencias.

Valladares C. M. G, Valerio C. C, Burelo De L C. P, Melgoza A. R. M., (2016). “Adsorbentes no-convencionales, alternativas sustentables para el tratamiento de aguas residuales”. Universidad de Medellín. DOI: 10.22395/rium.v16n31a3.

Vasconcelos H. L., Fávere V. T., Goonçalves N. S., (2007). “Laranjeira Chitosano modificado con tinte Reactive Blue 2 sobre el equilibrio de adsorción de los iones de $\text{Cu}(\text{II})$ y $\text{Ni}(\text{II})$ Reactor”. *Polym.*, 67 pp. 1052-1060

Warner C. L. R., Addleman S., Cinson A. D., Droubay T. C., Engelhard M. H., Nash M. A., Yantasee W., Warner M. G., (2010). "High – Performance, Superparamagnetic, Nanoparticle-Based Heavy Metal Sorbents for Removal of Contaminants from Natural Waters". Pacific Northwest National Laboratory, Richland. *ChemSusChem*. 3(6): 749-757.

Wan S., Huang J., Yan H., Liu K., (2006). Preparacion de nanoparticulas de magnetita con tamaño controlado en presencia de copolimeros de injerto. *Journal of Materials Chemistry*, 16, 298-303.

Yang C., Wub J., Hou Y., (2011). Fe_3O_4 nanostructures: synthesis, growth mechanism, properties and applications. *Chem. Commun.* 47, 5130–5141. DOI: [https://doi.org/10.1039/ c0cc05862a](https://doi.org/10.1039/c0cc05862a).