

TECNOLÓGICO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TIANGUISTENCO

DIVISIÓN DE INGENIERÍA AMBIENTAL

OPCIÓN IX

TESIS

SÍNTESIS SUSTENTABLE DE GRAFENO A PARTIR
DE RESIDUOS DE CÁSCARA DE PIÑA.

**Qué para obtener el
Título de INGENIERO
AMBIENTAL**

PRESENTA:

ADOLFO PULIDO GUERRERO

DIRECTORA:

DRA. JEMIFFER JIMENEZ CEDILLO

ASESORA:

DRA. LAURA GARDUÑO PINEDA
DR. JULIO CÉSAR GÓMORA HERNÁNDEZ

OCTUBRE, 2024

DEDICATORIA

Esta Tesis esta dedicada principalmente a mis padres Aurelio Pulido Alarcón y Irma Guerrero García porque gracias a ellos pude tener la oportunidad de desempeñarme y llegar aquí, con su apoyo incondicional hizo que hicieran que esto fuera posible logrando mis metas y objetivos, al igual que Jaqueline López Castillo por su apoyo incondicional y emocional ayudándome a seguir adelante y demostrar las capacidades que tenía, como amigos que me apoyaron en este proceso.

AGRADECIMIENTO

El presente trabajo se realizó en las instalaciones del Tecnológico de Estudios Superiores de Tianguistenco, en el laboratorio de Instrumental de la División de Ingeniería Ambiental y en Tecnológico de Estudios Superiores de Jocotitlán como parte del proyecto CAT2021-0111 del proyecto *“Estudio de las alternativas de mejora de la PTAR de Jocotitlán para dar cumplimiento con la NOM-001-SEMARNAT-2021”*, bajo la responsabilidad de la Dra. Laura Garduño Pineda.

Este trabajo de investigación fue registrado con el título: ***“SÍNTESIS SUSTENTABLE DE GRAFENO A PARTIR DE RESIDUOS DE CÁSCARA DE PIÑA*** con el número ACA-IA/PI-016 ante la Academia de Ingeniería Ambiental.

El trabajo se inscribe en la línea investigación: **Ingeniería de Ambiental y Energías Renovables** del Programa de Ingeniería Ambiental del Tecnológico de Estudios Superiores de Tianguistenco.

RESUMEN

En la actualidad existen diversos residuos de tipo lignocelulósico (cáscaras de frutas, tallos de flores, huesos, etc.), los cuales no tienen una disposición final adecuada y que pueden tener otro uso. Es el caso de los residuos de piña (cáscara y hoja), los cuales, contienen ácido cítrico y málico que al ser desechados en el suelo provocan erosión y contaminación, alterando el pH del suelo y dificultando el crecimiento de las plantas. En este trabajo se utilizaron estos residuos de piña para obtener una fuente de carbono de forma sostenible, que pueda utilizarse como adsorbente. El material carbonoso se obtuvo a partir de un proceso de activación química con H_3PO_4 utilizando un concentrador solar, como una fuente de energía para generar calor, donde se variaron parámetros como el tiempo en el concentrador solar y el secado del material lignocelulósico, dando como resultado que el material denominado HP5 (hoja de piña seca en un tiempo de 5 horas en el concentrador solar) tiene la apariencia de un material carbonoso. Después con este material se realizó una síntesis de óxido de grafeno mediante el método Hummers tradicional y modificado, donde se pasa por un proceso de oxidación y exfoliación buscando obtener un aumento en la distancia interlamina con carácter polar e hidrofílico para separar las placas de grafeno teniendo una ruptura parcial en su estructura, y obtener láminas bidimensionales que contienen átomos de carbono en forma de panal de abeja con grupos funcionales de hidróxido y oxígeno. La caracterización de los materiales por MEB-EDS permitió observar la morfología y composición química de los materiales, tanto en su forma natural como modificada, se obtuvieron materiales con características similares al óxido de grafeno, se observó una porosidad y rugosidad en su superficie con respecto al material natural lo que mostró un cambio morfológico, además se observó una disminución de oxígeno significativamente.

PALABRAS CLAVE

Síntesis, óxido de grafeno, residuos de piña, concentrador solar, método Hummers tradicional y modificado

ABSTRACT

Currently, there are various types of lignocellulosic waste (fruit peels, flower stems, bones, etc.), which do not have an adequate final disposal and can have another use. This is the case of pineapple waste (peel and leaf), which contain citric and malic acid that, when discarded on the ground, cause erosion and contamination, altering the soil pH and hindering plant growth. In this work, these pineapple wastes were used to obtain a sustainable source of carbon that can be used as an adsorbent. The carbonaceous material was obtained from a chemical activation process with H_3PO_4 using a solar concentrator as an energy source to generate heat, where parameters such as time in the solar concentrator and drying of the lignocellulosic material were varied, resulting in the material called HP5 (pineapple leaf dried for 5 hours in the solar concentrator) having the appearance of a carbonaceous material. Then, with this material, a graphene oxide synthesis was carried out using the traditional and modified Hummers method, where it goes through an oxidation and exfoliation process seeking to obtain an increase in the interlaminar distance with a polar and hydrophilic character to separate the graphene plates having a partial break in their structure, and obtain two-dimensional sheets containing carbon atoms in the form of a honeycomb with functional groups of hydroxide and oxygen. The characterization of the materials by SEM-EDS allowed to observe the morphology and chemical composition of the materials, both in their natural and modified form, materials with characteristics similar to graphene oxide were obtained, porosity and roughness were observed on its surface with respect to the natural material which showed a morphological change, in addition, a significant decrease in oxygen was observed.

KEY WORDS

Synthesis, graphene oxide, pineapple waste, solar concentrator, traditional and modified Hummers method

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	7
PALABRAS CLAVE.....	8
ABSTRACT	8
KEY WORDS	9
Synthesis, graphene oxide, pineapple waste, solar concentrator, traditional and modified Hummers method	9
INTRODUCCIÓN	i
Planteamiento del problema, Justificación, Hipótesis y Objetivos	iii
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	0
JUSTIFICACIÓN	1
OBJETIVOS	2
OBJETIVO GENERAL	2
OBJETIVOS ESPECÍFICOS	2
HIPÓTESIS	2
Capítulo 1. Generalidades.....	3
1. GENERALIDADES.....	4
1.1 Antecedentes de la síntesis.....	4
1.1 Síntesis química y orgánica.....	4
1.2 Reacciones de síntesis complejas	4
1.3 Carbono.....	5
1.4 Grafeno	6
1.4.1 Polimorfismo.....	8
1.5 Carbón activado	8
1.5.1 Adsorción	9

1.5.2 Carbones activado	9
1.5.3 Precusores del carbón activado	10
1.5.3.1 Residuos de cáscara de piña	10
1.6 Activación de carbón con ácido fosfórico	14
1.6.1 Capacidad de adsorción del carbón	15
1.7 Obtención del grafeno (OG)	15
1.7.1 Óxido de grafito (OGt)	15
1.7.2 Síntesis de óxido de grafeno	18
1.7.3 Características del óxido de grafeno (OG)	19
1.8 Síntesis de grafeno mediante el método Hummers.....	20
Capítulo 2.....	3
Desarrollo Experimental	3
2.1 DESARROLLO EXPERIMENTAL	22
.....	22
2.2 Recolección y acondicionamiento de residuos.....	23
2.3 Activación química con ácido fosfórico al 85% con residuos frescos	23
2.4. Activación química con ácido fosfórico al 85% con residuos secos	26
2.5 Síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material carbonoso mediante el método Hummers	27
2.6 Síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material carbonoso mediante el método Hummers modificado.....	31
2.7 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y espectroscopia de rayos X de Energía Dispersa (EDS)	33
Capítulo 3.....	25
Resultados y discusión.....	25
3.1 Recolección y acondicionamiento de residuos.....	34

3.2 Activación química con ácido fosfórico al 85 % con residuos frescos	34
3.3 Activación química con ácido fosfórico al 85% con residuos secos	36
.....	37
3.4 Síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material carbonoso mediante el método Hummers	37
3.5 Síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material carbonoso mediante el método Hummers modificado	38
3.6 Caracterización de los materiales por MEB-EDS	39
CONCLUSIONES.....	34
RECOMENDACIONES	48

ÍNDICE FIGURAS

Figura 1.1. Principales factores que intervienen en la síntesis de óxido de grafeno.	5
Figura 1.2. Tipos de isótopos de carbón (Casado, 2019).....	6
Figura 1.3. Estructura molecular del grafeno (Paz, 2018).	7
Figura 1.4. Estructura molecular del grafito, diamante y Fullereno (Shutterstock, 2023).	7
Figura 1.5 Composición química de la biomasa lignocelulósica (Afanasjeva, 2019)	12
Figura 1.6. Obtención del carbón activado (Caprista et al., 2020).....	14
Figura 1.7. Proceso de conversión de grafito a grafeno en monocapa (I.Q. Barrera, 2016).	17
Figura 1.8. Procesos de síntesis de Grafeno (García, 2013)	17
Figura 1.9. Estructura química general del óxido de grafeno (Salas et al., 2018). 20	
Figura 1.10. Método de Hummers para la síntesis de grafeno (Soto et al., 2015). 20	

Figura 2.1 Procedimiento y descripción de las actividades a realizar	22
Figura 2.2 Residuos de cascara y hoja de <i>Ananás comosus</i> (piña).....	23
Figura 2.3 Metodología de activación química.	24
Figura 2.6. a) Reactivos utilizados. b) Reacción de síntesis (Fuente propia).28	
Figura 2.7. Procedimiento de síntesis de grafeno etapa 2.	29
Figura 2.8 procedimiento que se llevó a cabo en la etapa 3 de la síntesis de grafeno.	30
Figura 2.9 procedimiento se síntesis de grafeno mediante el método Hummers modificado.	32
Figura 3.1. a) Residuos de hoja y cascara de piña y b) Cortes de los residuos de hoja	34
y cascara de piña.	34
Figura 3.2 a) Corona de piña después de la activación química con el concentrador solar y b) Cascara de piña después de la activación química a temperatura ambiente.	35
Figura 3.3 a) muestras en concentrador solar b) material carbonoso en muestra HP5	36
Figura 3.4 concentrador solar.....	37
Figura 3.5 Cambio de material carbonoso por medio del método Hummers	37
Figura 3.6 Obtención de óxido de grafeno mediante el método Hummers modificado	38
Figura 3.7 a) residuos de hoja de piña b) Microscopia en residuos de hoja de piña HP	39
Figura 3.8 Microscopia electrónica de barrido proceso de activación química muestra HP5	41
Figura 3.9 Microscopia MEB de muestra HP5 mediante método Hummers tradicional	43

3.10 Microscopia MEB en muestra HP5 utilizando el método Hummers modificado	44
---	----

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Condiciones experimentales para obtener materiales carbonosos.	23
Tabla 2.2. Diseño de experimento A, para la obtención de las mejores condiciones de la muestra.....	25
Tabla 2.3. Diseño experimental con residuos secos	27
Tabla 2.4 Cantidades de reactivos y de grafito a utilizar en la síntesis	28
Tabla 2.5 Reactivos y cantidades que se utilizaron en la etapa 3	29
Tabla 2.6 Cantidades y reactivos a utilizar en la síntesis de grafeno del método 2	31
Tabla 3.1 composición elemental de residuos de hoja de piña.	40
Tabla 3.2 Composición elemental de muestra HP5	42
Tabla 3.3 composición elemental de la muestra HP5 con método Hummers	45
Tabla 3.4 composición elemental de la muestra HP5 con método Hummers modificado	45

INTRODUCCIÓN

En la presente investigación se pretende obtener nuevas formas sustentables y novedosas de sintetizar óxido de grafeno, para buscar disminuir la contaminación que causan los desechos orgánicos ya que, al llegar a los vertederos municipales, causan diversos problemas como la lixiviación, la generación de gases de efecto invernadero al igual que daños a la salud debido a un mal manejo de estos. La investigación tiene como objetivo llevar a cabo la síntesis de óxido de grafeno a partir de residuos orgánicos de piña (cascara y corona) por su alto contenido en celulosa, hemicelulosa y lignina; ya que este residuo se desecha en gran cantidad en los mercados locales del Estado de México

La investigación se conforma de 3 capítulos en el capítulo 1 generalidades se elabora un marco teórico para tener sustento de lo que se busca obtener con los residuos de piña y la importancia del aprovechamiento del residuo, para buscar nuevas formas sustentables y métodos de síntesis de óxido de grafeno. Para el capítulo 2 desarrollo experimental se elaboraron metodologías para la activación química del residuo y la síntesis del material carbonoso. En el Capítulo 3, resultados y discusiones se realizó la discusión de los resultados la caracterización morfológica y análisis elemental de los materiales obtenidos durante la activación y síntesis utilizando Espectroscopía de Rayos X de Energía Dispersa (EDS) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Planteamiento del problema, Justificación, Hipótesis y Objetivos

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

México, ocupa entre el séptimo y el décimo lugar de producción de piña a nivel mundial, con alrededor de 20 mil hectáreas sembradas por año, equivalentes a un millón de toneladas de fruta cosechada, con un rendimiento promedio de entre 45 y 55 t/ha. En el periodo 2003-2016 la producción de piña creció 29.06% debido a la demanda del mercado ya que de 20.8 mil pasos a 86.3 mil toneladas para exportación, lo cual representó el 0.48% de PIB agrícola. Los principales estados productores de piña en la República Mexicana son Veracruz ocupando el primer sitio con una aportación de 64.9% del volumen nacional en producción, seguido de Oaxaca con un 12.8%, Tabasco con un 6.2%, Quintana Roo con un 4.6% y Jalisco que tan sólo aporta 2.8% del total a nivel nacional (**Biol. Yareli M.G, 2021**).

Debido a que el pH de la piña es ácido para los cultivos, provoca en los suelos erosión y al paso de los años dejan de ser productivos, ya que son contaminados por el uso constante de fertilizantes altamente tóxicos. Al final sólo quedan suelos porosos que permiten la filtración de químicos que alteran sus propiedades nutritivas y que llegan a las corrientes subterráneas, produciéndose una fuerte contaminación **Jiménez (2014)**. Es por esto que el aprovechamiento de los residuos de piña es una forma sustentable y que reduce la generación del mismo evitando la contaminación de los suelos el reutilizar estos residuos son útiles para producir óxido de grafeno ya que es un material celulósico abundante por su capacidad de absorción.

JUSTIFICACIÓN

Las industrias textiles son las principales empresas que utilizan colorantes para teñir sus productos y consumen volúmenes aproximados de 30,000 litros de agua en solo teñir la fibra en un solo día, se estima una generación de aguas residuales contaminadas con colorantes de $120 \frac{\text{m}^3}{\text{Ton}}$ de fibra en un solo día arrojando con ella de 1100-1300 concentraciones de color diluidas en el agua contemplándolo como unidades platino cobalto. Visto desde una perspectiva pública, las personas asocian al color en el agua a la contaminación de esta, tan solo la presencia de menos de 1 ppm de algunos colorantes en el agua es altamente visible e indeseable por ello, es necesario eliminar los colorantes de los efluentes antes de ser descargados o vertidos **(Andy Mario C.H, 2022)**.

Varios adsorbentes derivados de biomasa lignocelulósica, tales como maíz, cáscara de arroz, hojas de té, cáscara de coco, cañas de bambú y desechos de yute, entre otros, se han estudiado para la remoción de contaminantes en aguas residuales. El uso de la piña (pulpa, cáscara, tallo y hojas) como material adsorbente no ha sido la excepción, estudiaron la adsorción de azul de metileno en polvo de hojas de piña, encontrando que el proceso se ve favorecido y eficiente por la capacidad de absorción que tiene estos residuos haciendo materiales eficientes para la absorción de colorante, **(Carolina A.R et al., 2018)**.

Por tales motivos esta investigación tiene la finalidad de sintetizar óxidos de grafeno a partir de ácido fosfórico y residuos de hoja de piña (RHP) así como de residuos de cáscara de piña (RCP) empleando energía solar, con el objetivo de acelerar la reacción y minimizar el costo de síntesis, con la finalidad de que estos materiales se puedan utilizar en tratamiento de aguas residuales.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Sintetizar óxido de grafeno a partir de residuos de hoja de piña (RHP) y residuos de cáscara de piña (RCP) utilizando un concentrador solar.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Recolectar y acondicionar los residuos de piña
- b) Realizar Activación química de los materiales, mediante los dos diseños experimentales: proceso de secado y el método cinético utilizando ácido fosfórico al 85%.
- c) Lavar y neutralizar las muestras.
- d) Sintetizar óxido de grafeno por el método Hummers utilizando peróxido de hidrogeno para el método 1 y ácido bórico para el método 2.
- e) Caracterizar el material para observar la composición elemental y características morfológicas de las muestras de cascara de piña (CP), hoja de piña (HP), por análisis elemental por Espectroscopía de rayos X de Energía Dispersa (EDS) y la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

HIPÓTESIS

La síntesis de óxido de grafeno a partir de residuos de cáscara y hoja de piña empleando concentrador solar, es más eficiente en su proceso de secado, a un menor costo, en menor tiempo y con más eficiencia en la activación química.

Capítulo 1.

Generalidades

1. GENERALIDADES

1.1 Antecedentes de la síntesis

En su estudio de síntesis orgánica (**Ramos, 2016**) nos menciona que El pedagogo y químico alemán Friedrich Wöhler (1800-1882) consiguió sintetizar por primera vez urea, un compuesto orgánico a partir de isocianato de plata, un compuesto inorgánico. Este descubrimiento fue muy importante en su tiempo, ya que derribó la teoría vitalista, que propugnaba que para sintetizar un compuesto orgánico era necesaria la participación de un ser vivo que le comunicará su “fuerza vital”. Aunque fue un descubrimiento casual, marcó el nacimiento de la síntesis total y estimuló a los químicos de la época a intentar nuevas síntesis.

1.1 Síntesis química y orgánica

En su definición **Porto y Gardey (2022)** indica que la síntesis química es un procedimiento llevado a cabo para obtener un compuesto a partir de otras sustancias más simples. Su objetivo es producir nuevas sustancias a partir de otras para el desarrollo de métodos más económicos y eficientes. Para la síntesis organica se menciona que el desarrollo planificado de moléculas por medio de reacciones químicas se utiliza frecuentemente en la elaboración de alimentos, medicamentos y colorantes.

1.2 Reacciones de síntesis complejas

En su estudio de reacciones de síntesis (**Toledo, 2022**) inda que son mucho más complejas que $A + B \rightarrow C$. Por ejemplo, las reacciones de síntesis orgánica pueden involucrar más de dos moléculas diferentes, y pueden mezclarse productos junto con materias primas sin reaccionar. Pueden formarse moléculas intermedias que provoquen la formación de productos secundarios. Además, según la orientación de las dos moléculas reactivas que colisionan, se pueden formar tanto el producto deseado como productos secundarios, lo que puede afectar a la pureza del producto, Cuando dos o más reactivos se combinan para formar una molécula más compleja, la composición de la mezcla de reacción final

depende de las condiciones en las que se lleve a cabo la Figura 1.1 se muestran los factores que influyen en la reacción de la síntesis para la obtención de una molécula deseada y minimizar la obtención de moléculas secundarias.

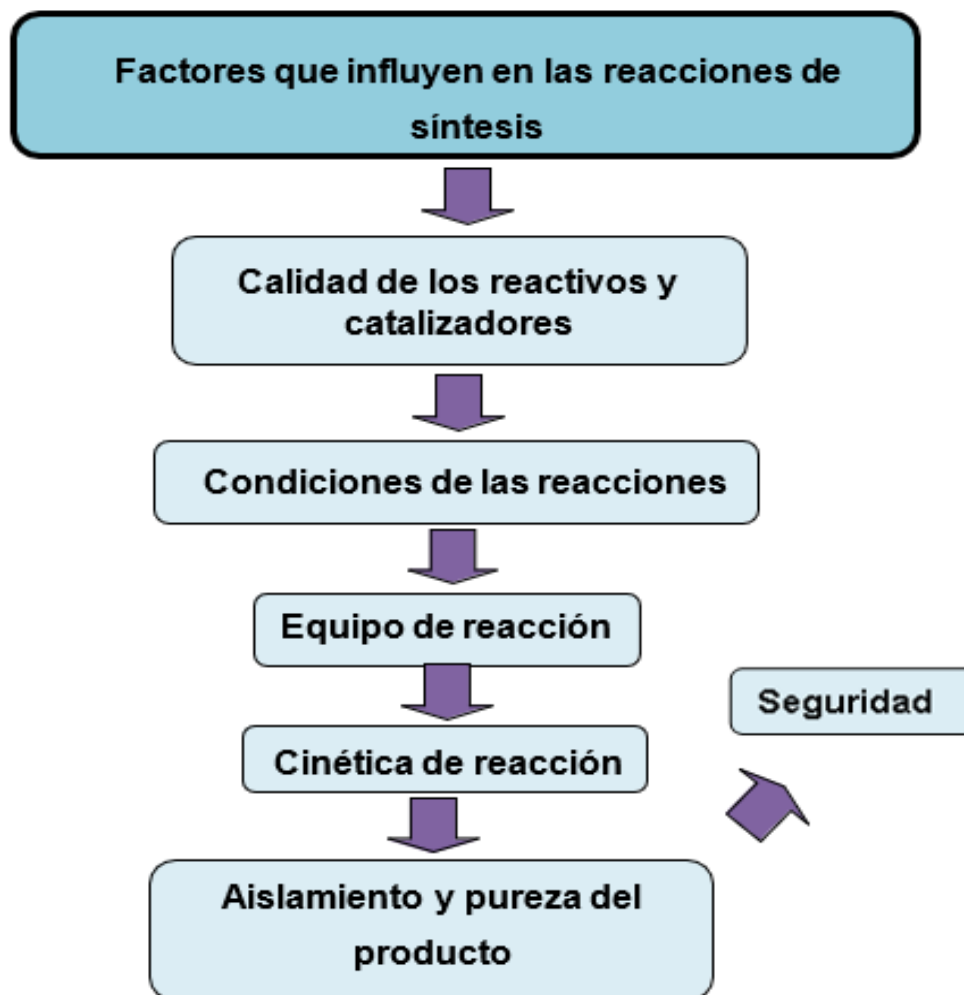


Figura 1.1. Principales factores que intervienen en la síntesis de óxido de grafeno.

1.3 Carbono

En su estudio del carbono (**Amor, 2017**) indica que llamamos “carbono” a un átomo formado por 6 protones, 6 neutrones y 6 electrones. Como tiene 6 protones, ocupa el sexto lugar en la Tabla Periódica. La masa del carbono es de 12.0111 uma (unidades de masa atómica unificada o Dalton). Debido a que este átomo cuenta con 6 protones y 6 neutrones, es llamado carbono-12 y se trata del isótopo de carbono más abundante en la tierra con una presencia de más del 98%,

seguido del carbono-13 (6 protones y 7 neutrones) con una abundancia aproximada de 1.07% y trazas de carbono-14 (6 protones y 8 neutrones), este elemento representa el 0.5% de la Vía Láctea, y es el cuarto elemento más abundante de la galaxia y es la base de todas las formas de vida conocidas.

La Figura 1.2 muestra los tipos de isótopos de carbono que existen, en los que se encuentran los estables y los inestables junto con la composición de protones y neutrones que tiene cada uno de ellos al igual que su abundancia en el planeta.

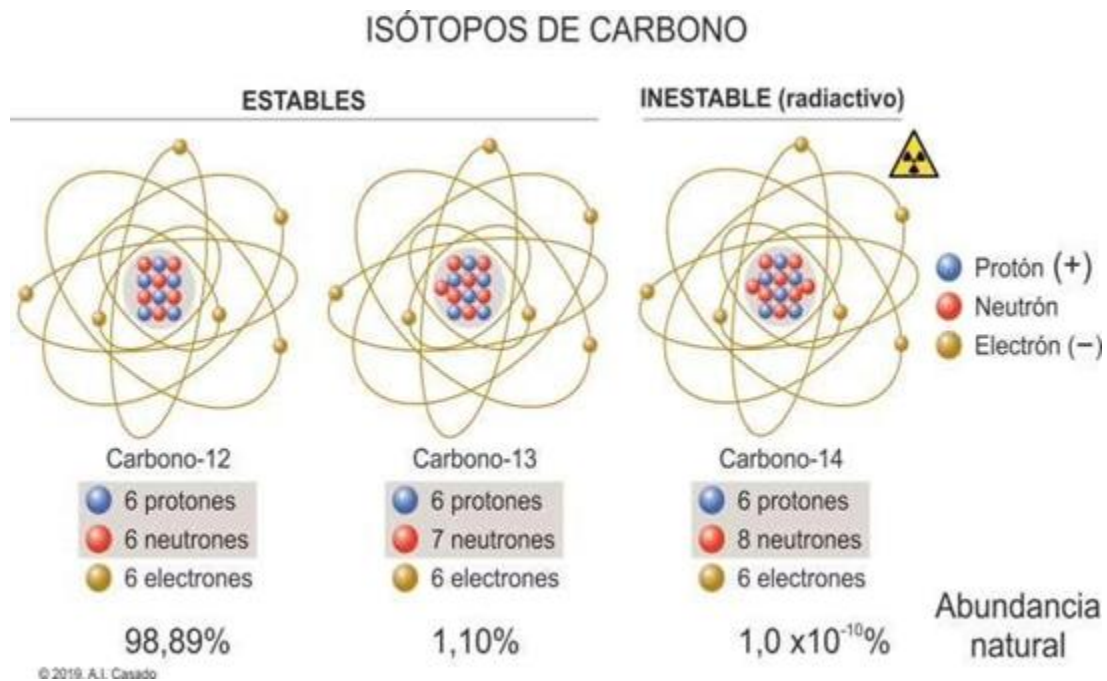


Figura 1.2. Tipos de isótopos de carbón (Casado, 2019)

1.4 Grafeno

En su estudio del carbono (Amor, 2017) indica que el grafeno es uno de los llamados “nuevos materiales” que vienen a construir la tecnología del mañana. Llamamos “grafeno” a un alótropo del carbono caracterizado por ser una única capa de átomos de carbono organizados en forma hexagonal. Su nombre fue dado por H.P. Boehm y su equipo en 1986, en el que combinaron la palabra “grafito” y el sufijo –“eno” que refiere a los hidrocarburos aromáticos policíclicos.

Aunque su aislamiento y estudio fueron realizados en 2004 por André Geim y Konstantin Novoselov galardonados en 2010 con el Premio Nobel en Física

La Figura 1.3 muestra de forma gráfica la estructura molecular del grafeno organizada en forma hexagonal.

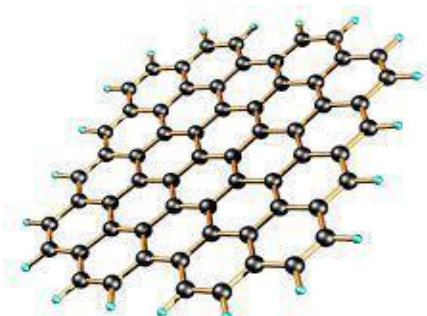


Figura 1.3. Estructura molecular del grafeno (Paz, 2018).

Los alótropos son propiedades con la que cuenta una sustancia de poseer estructuras atómicas diferentes, para el caso de carbono cuenta con 3 alótropos que se muestran en la Figura 1.4

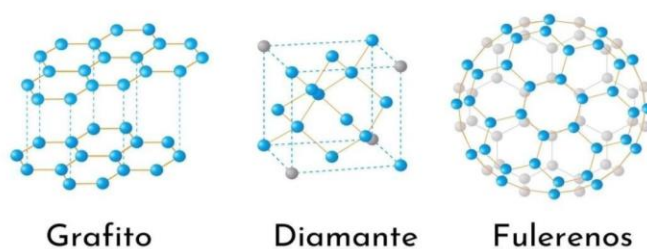


Figura 1.4. Estructura molecular del grafito, diamante y Fulereno (Shutterstock, 2023).

1.4.1 Polimorfismo

En su estudio de Relevancia del polimorfismo en el área farmacéutica (**Sánchez et al., 2007**) menciona que el polimorfismo se define como la capacidad de una sustancia de existir en dos o más fases cristalinas que tienen diferentes arreglos o conformación de las moléculas en el cristal, lo que repercute en sus propiedades fisicoquímicas, siendo la capacidad que tiene un compuesto para cristalizar en más de una estructura cristalina. En el carbono existen en forma de grafito, diamante y fullereno, como se muestra en la Figura 1.4. Los polimorfos presentan las mismas propiedades en estado líquido o gaseoso, pero se comportan de forma distinta en estado sólido, los diversos polimorfos de una sustancia suelen presentar comportamientos fisicoquímicos diferentes.

En su estudio Química Polimorfismo (**Costa, 2018**) indica que el polimorfismo es relativo a la ciencia de los materiales y a la química orgánica y se define como la capacidad de una especie química para existir en más de una forma o estructura cristalina. En el estado cristalino, las moléculas presentan un alto orden estructural, dando lugar a la celdilla unidad, que puede ser monoclinica, triclínica, tetragonal, hexagonal, romboidal y cúbica.

1.5 Carbón activado

Los primeros escritos sobre la adsorción en carbones porosos datan del año 1550 A.C, encontrados en un antiguo papiro egipcio, y posteriormente, aplicaciones descritas por Hipócrates y Plinio el Viejo, principalmente con fines medicinales. En su estudio de Condiciones Operacionales en el Proceso de Preparación de Carbón Activo de Cáscara de Naranja **García y Granillo, (2017)** indica que, en el siglo XVIII, carbones hechos de sangre, madera y animales, se utilizaron para la purificación de líquidos. Todos estos materiales, que pueden considerarse como precursores de carbones activados, sólo estaban disponibles en polvo. La primera aplicación documentada del uso de carbón activado en fase gas data del año 1793, cuando el Dr. D.M. Kehl utilizó el carbón vegetal para eliminar los olores

emanados de heridas gangrenadas y la primera aplicación industrial del carbón activo tuvo lugar en 1794, en Inglaterra, utilizándose como agente decolorante en la industria del azúcar. Esta aplicación permaneció en secreto durante 18 años hasta que en 1812 apareció la primera patente.

1.5.1 Adsorción

En su estudio Tubert y Talanquer mencionan que la adsorción es un fenómeno fisicoquímico de gran importancia, debido a sus aplicaciones múltiples en la industria química y en el laboratorio. En particular, resulta fundamental en procesos químicos que son acelerados por la presencia de catalizadores cuyo estado de agregación es distinto al de los reactivos.

1.5.2 Carbones activado

En su estudio de obtención y caracterización de carbón activado (**J. Filippín et al., 2017**) indica una serie de carbones porosos preparados artificialmente a través de un proceso de carbonización y activación, para lograr un elevado grado de porosidad y una gran superficie interna. Es decir que es un producto obtenido a partir del carbón amorfo, mediante un tratamiento de activación con el fin de incrementar su área superficial hasta 300 veces debido a la formación de poros internos, pudiendo alcanzar áreas de 1200-1500 m²/g de carbón. Las placas están separadas, tienen distintas orientaciones y existen espacios entre ellas, que se denominan poros, que brindan al carbón activo su principal característica, una gran área superficial y, por lo tanto, una alta capacidad adsorbente.

Los carbones activos son materiales porosos, amorfos que se preparan químicamente para que tengan un elevado grado de porosidad y alta superficie específica interna. Estas características, junto con la naturaleza química de los átomos de carbono le dan la propiedad de atraer y atrapar ciertas moléculas del fluido que rodea al carbón. A esta propiedad se le llama “adsorción”; al sólido que adsorbe se le denomina adsorbente y a la molécula atrapada, adsorbato.

En su estudio de grafeno (**Amor, 2017**), indica que la estructura del carbón activo, constituida por un conjunto irregular de capas de carbono con espacios producidos por los huecos creados por el plegamiento de las capas, es lo que constituye la porosidad

1.5.3 Precursores del carbón activado

Son materiales procedentes de biomasa vegetal y se obtiene por carbonización y activación, se ha reportado el uso de madera, huesos, cáscaras de semillas de frutos, hullas, lignitos, turbas, neumáticos en desuso y lodos de depuradoras, con el fin de obtener un alto grado de porosidad (**J. Filippín et al., 2017**).

1.5.3.1 Residuos de cáscara de piña

En su estudio de la valorización de la *Ananás comosus* (**Pinku et al., 2023**) indica que la piña (*Ananás comosus*) pertenece a la familia bromeliáceas y se cultiva en zonas tropicales y subtropicales, tiene un alto contenido de humedad, alto contenido de azúcar, contenido de ácido ascórbico sólido soluble y un bajo nivel de fibra cruda. la piña proporciona el 9,13% de la parte media, el 13,49% de la cáscara, el 14,5% de la pulpa, el 14,86% de la parte superior y el 48,05% de los productos terminados, la pectinasa es una enzima de la piña que tiene un alto valor en el mercado y es ampliamente utilizada en las industrias alimentaria y textil al igual que su abundante disponibilidad de fitoquímicos, antioxidantes, biocombustibles y compuestos fenólicos, se pueden utilizar en enfoques biotecnológicos sólidos para el uso sostenible de diversos subproductos. La piña tiene potencial para ser utilizada en el desarrollo de nuevos productos debido a su máximo contenido en vitamina C y polifenoles, así como sus altos niveles de fibra dietética e hidratos de carbono. los sectores agrícolas producen grandes volúmenes de residuos de biomasa a nivel mundial, lo que puede ser problemático para el medio ambiente ya que al dejar descomponer los residuos de piña tiene como consecuencia la proliferación de moscas y roedores, además dañan el suelo y la salud pública, por tales motivos se desea reutilizar los desechos generados a partir de la cáscara de piña para obtener subproductos sostenibles que puedan

ayudar a aliviar las preocupaciones ambientales e impulsar el crecimiento económico. Los desechos de hoja de piña tienen un contenido de lignina de 13,05%, un contenido de hemicelulosa de 21,02% y un contenido de celulosa de 41,15%. Debido a sus altos niveles de lignina, celulosa y hemicelulosa, es apropiada como materia prima para la generación de azúcar fermentable para la producción de energía, la presencia de los grupos carboxilo, carbonilo e hidroxilo se puede utilizar como precursor en la producción de carbón activado. La corona de piña contiene carbono (39,52%), hidrógeno (5,51%), nitrógeno (13,82%) y azufre (0,46%), también contienen pulpa ($2,41 \pm 0,05\%$), pH (3,94), sólido soluble total (1,51%), ácido (0,32%), fructosa ($0,82 \pm 0,05\%$) y glucosa ($0,53 \pm 0,02\%$).

En su estudio de biomasa lignocelulósica (**Yacuzzi et al., 2017**) menciona que la biomasa lignocelulósica ha sido considerada como una de las alternativas más prometedoras como plataforma alternativa a los recursos fósiles. La biomasa se genera a partir de CO_2 atmosférico, agua y luz solar, disponibles a través de la fotosíntesis biológica. Por lo tanto, ha sido considerada como la única fuente sostenible de carbono orgánico en la tierra y el equivalente perfecto al petróleo, con una emisión neutra de carbono esto quiere decir que implica alcanzar un resultado neto de cero emisiones de gases de efecto invernadero.

- **Celulosa:** Se trata de un biopolímero, que está formado por una cadena larga de hidratos de carbono, compuesta exclusivamente por moléculas de glucosa (β -glucosa) unidas entre sí por puentes de hidrógeno.
- **Hemicelulosas:** Las hemicelulosas forman parte de la sustancia de soporte y estructural de las paredes celulares y constituyen de un cuarto a un tercio de la masa vegetal, son amorfas y no forman estructuras superiores.
- **Lignina:** Es un heteropolímero que forma parte de la pared celular del tejido vascular de las plantas y provee rigidez estructural, así como resistencia a la tensión y presión hídrica.



En su estudio de cáscara de piña como adsorbente (**Ardila et al., 2018**) menciona varios adsorbentes derivados de biomasa lignocelulósica, tales como maíz, cáscara de arroz, hojas de té, cáscara de coco, cañas de bambú y desechos de yute, entre otros, se han estudiado para la remoción de contaminantes en aguas residuales. El uso de la piña (pulpa, cáscara, tallo y hojas) como material adsorbente no ha sido la excepción se reportó que el bio carbón obtenido a partir de gasificación de residuos de la piña, ha exhibido capacidades de adsorción comparables o incluso mejor a la capacidad de adsorción de carbón activado comercial sobre diversos contaminantes orgánicos, inorgánicos y metálicos.

En su estudio de Comportamiento de la bioadsorción **(Melgarejo, 2021)** indica el uso de piña (pulpa, cáscara, tallo y hojas), se ha encontrado que pueden llegar a remover hasta el 84% del colorante, valor inferior al que se consigue utilizando carbón activado comercial como adsorbente, se destaca que estos adsorbentes resultan ser de bajo costo y efectivos para la remoción de los colorantes en matrices acuosas y para la remoción de contaminantes como: azul de metileno, azul turquesa G, azul básico BB3, verde básicoBG4, rojo Congo.

En su estudio **(Yacuzzi et al., 2019)** indica que la biomasa lignocelulósica se proyecta como una fuente renovable, y su transformación puede disminuir las emisiones de CO₂ y la contaminación atmosférica. Se puede utilizar para producir biocombustibles, biomoléculas y biomateriales, el componente principal de la biomasa lignocelulósica; la celulosa, es considerada como el mejor candidato potencial para la sustitución de polímeros a base de petróleo debido a sus propiedades ecológicas como la biocompatibilidad y la biodegradabilidad.

1.6 Activación de carbón con ácido fosfórico

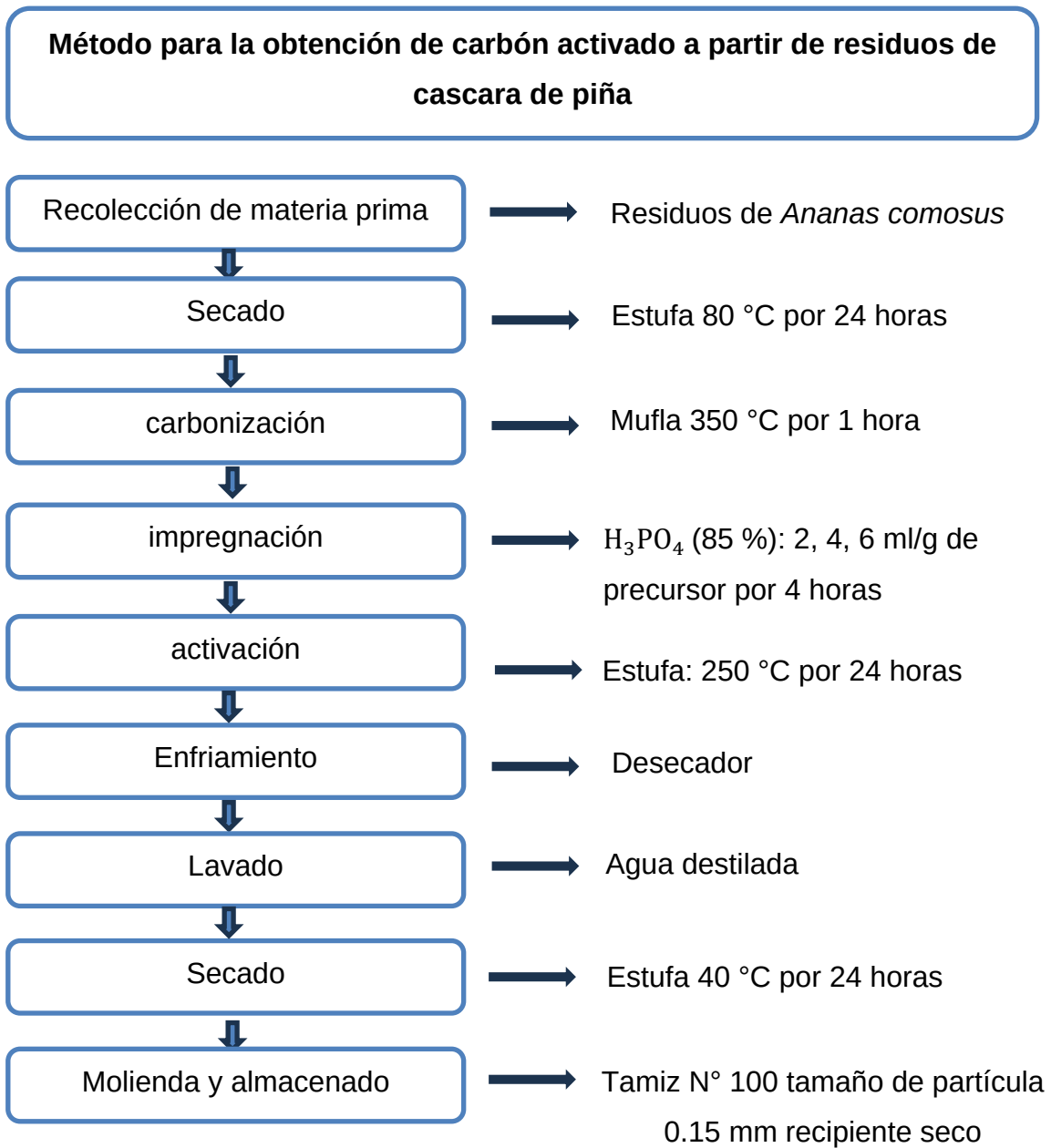


Figura 1.6. Obtención del carbón activado (Caprista et al., 2020).

1.6.1 Capacidad de adsorción del carbón

En su estudio de carbón activado **(UNCA,2019)**. Se basa en el concepto de adsorción como un proceso por el cual los átomos en la superficie de un sólido son atraídos o retenidos, estas fuerzas de atracción son conocidas como Fuerzas de Van Der Waals.

1.7 Obtención del grafeno (OG)

En su estudio de grafeno **(Farías et al., 2017)** indica que, si se separa del grafito una única lámina de átomos de carbono, obtendremos grafeno, el cual es un material que forma una red cristalina con forma de panal de abejas (hexagonal) y un átomo de espesor. Es bidimensional (2D) debido a que presenta una hibridación sp^2 , dando como resultado que, por cada átomo de carbono, quede libre un electrón de su última capa de valencia, sin formar enlaces, creando de esta forma una nube electrónica por toda la lámina del grafeno la cual le transfiere una estructura electrónica.

1.7.1 Óxido de grafito (OGt)

Como nos menciona en su estudio *Síntesis y caracterización de óxido de grafito* **(Barrera, 2016)**. Indica que el óxido de grafito (OGt) derivado del grafito es un material de estructura en capas similar a éste en donde el plano de átomos de carbono contiene grupos funcionales oxigenados (átomos de carbono sp^3 responsables de su carácter eléctricamente aislante) y regiones aromáticas no oxidadas distribuidas de manera aleatoria, fue reportado por primera vez en 1840 por Schafhaeutl y posteriormente por Brodie en 1859 el cual explorando la reactividad del grafito adicionó a este una mezcla de clorato de potasio y ácido nítrico fumante. Brodie determinó que el material estaba compuesto por carbono, hidrógeno y oxígeno debido a un incremento en su masa total en comparación con el grafito y que al calentar a temperaturas mayores a 200°C la composición de C: H: O se modificó como resultado de una pérdida de ácido y óxido carbónico. El material era dispersable en agua debido a las fuerzas de interacción del agua y del material oxigenado lo que lo llevó a proponer el término “ácido grafitico”. En 1957

Humeros y Offeman propusieron un método eficiente tratando al grafito con una mezcla de ácido sulfúrico concentrado, nitrato de sodio y permanganato de potasio.

Como nos menciona **(García, 2020)** “El recurso primario de obtención es el grafito, cuya transformación a óxido de grafeno (OG) se logra mediante técnicas que consiguen separar de este material las placas de grafeno que lo conforman. Las técnicas empleadas son la exfoliación mecánica con cinta adhesiva, la intercalación de iones entre las placas, la exfoliación en fase líquida o la deposición física o química de vapor normalmente, la obtención del óxido de grafeno (OG) por esta vía se consigue a través de la oxidación del grafito a base de una mezcla de agentes oxidantes.

Para separar las capas de grafeno que conforman el grafito, resultan de la rotura parcial de su estructura híbrida sp^2 una vez realizado este paso, se requiere de un proceso de exfoliación en el que el óxido de grafito (OGt) dispersado en agua deriva en lo que conocemos como óxido de grafeno (OG)”

En su estudio **(Barrera, 2016)** también nos menciona que Los grupos funcionales oxigenados favorecen la exfoliación del material dando lugar a láminas de óxido de grafeno (OG) en dispersión coloidal estable, esto debido a que no solo inducen un aumento en la distancia interlaminar, sino que les confieren un carácter polar e hidrófilo a las láminas. Al oxidar grafito por el método de Hummers y exfoliar se van obteniendo láminas de óxido de grafeno (OG) las cuales son reducidas mediante un agente reductor químico obteniendo hojas de grafeno. Por primera vez el uso de la hidracina como agente reductor para eliminar los grupos funcionales oxigenados a través de la formación y eliminación de complejos de epóxido, desde entonces ha sido una de las técnicas más usadas ya que ha permitido un alto grado de reducción parcial. Se han reportado otros agentes reductores tales como hidracina hidratada, borohidruro de sodio (NaBH_4), vitamina

C y otros agentes orgánicos tales como hidroquinona, p-fenilendiamina o hidroxilamina.



Figura 1.7. Proceso de conversión de grafito a grafeno en monocapa (I.Q. Barrera, 2016).

En su estudio de la estabilidad de óxido de grafeno (**García, 2013**) indicó que para llevar a cabo la oxidación del grafito (OGt), existen diferentes métodos; el químico británico B.C. Brodie en el año 1859, observó la estructura del grafito y su reactividad. Una de las reacciones que empleó, utilizó clorato potásico (KClO_3) en una mezcla de grafito y ácido nítrico fumante (HNO_3)

La Figura 1.8 Muestra los procesos de síntesis de grafeno, primero se lleva a cabo una oxidación para pasar de grafito a óxido de grafito (OGt) y posteriormente se realiza una exfoliación para pasar de óxido de grafito (OGt) a óxido de grafeno (OG).



Figura 1.8. Procesos de síntesis de Grafeno (García, 2013)

1.7.2 Síntesis de óxido de grafeno

En su estudio de Síntesis y caracterización de grafeno, por del método de Hummers y posterior reducción térmica con ácido ascórbico **(Soto et al., 2015)** indica que la síntesis de grafeno se lleva a cabo en dos etapas importantes: oxidación y reducción. Cada una de estas etapas conlleva diferentes métodos y reactivos, los cuales le confieren propiedades y características propias a los productos transitorios del grafeno. Estos productos mejor conocidos como Óxido de Grafeno (OG) y Grafeno reducido (Gr) han ido tomando relevancia en la investigación. El óxido de grafeno (OG) tiene propiedades interesantes y diversas, algunas de las características de este compuesto es que se comporta como un buen aislante, además se le atribuyen propiedades antibacterianas. Los métodos de oxidación para el grafito generan cambios en su estructura química y depende de los reactivos utilizados para su elaboración; el método de Hummers resulta ser el más eficiente para la oxidación del grafito

En su estudio del grafeno **(Farías et al., 2017)**. Nos menciona que, para poder sintetizar grafeno a partir de grafito mediante el método de reducción química, es necesario primero oxidar las láminas del grafito y agregar grupos funcionales entre capa y capa con el fin de separarlas, una vez incrementada la distancia interlamina, se reduce el material, eliminando los grupos funcionales, obteniendo así el grafeno.

En la oxidación del grafito con agentes oxidantes fuertes, se introducen funcionalidades oxigenadas en la estructura de grafito, que no sólo expanden la separación de capas, sino que también hacen que el material sea hidrófilo (lo que significa que puede dispersarse en agua).

En su estudio de *Síntesis y Caracterización de Óxido de Grafeno reducido* **(Tovar, 2017)** indica que esta propiedad permite que el óxido de grafito (OGt) sea exfoliado en agua usando ultrasonido, agitación, o una combinación de los dos; produciendo en última instancia grafeno oxidado de una capa o con algunas

capas. El ultrasonido puede ser una manera muy eficaz de exfoliar el óxido de grafito, y es extremadamente exitosa en exfoliar el grafeno; sin embargo, también puede dañar gravemente las hojuelas de grafeno, reduciéndose en tamaño de superficie de micrómetros a nanómetros, y también produce una amplia variedad de tamaños de plaquetas de grafeno.

1.7.3 Características del óxido de grafeno (OG)

En su estudio **(Soto et al., 2015)** indica que el óxido de grafeno es un buen aislante debido a la integración de grupos funcionales que ocasionan la pérdida de la aromaticidad, adquiriendo dicha propiedad. Además, de ser un material higroscópico e hidrofílico (por los grupos funcionales).

En su estudio **(Tovar, 2017)** menciona que el óxido de grafito (OGt) y el óxido de grafeno (OG) son muy similares químicamente, pero estructuralmente son muy diferentes. La principal diferencia entre el OGt y el OG es el espaciamiento interplanar entre las capas atómicas individuales de los compuestos, que es causado por intercalación de agua. Este espaciamiento incrementado, causado por el proceso de oxidación, también interrumpe la red de unión sp^2 , lo que significa que tanto el óxido de grafito como el OG se describen a menudo como aislantes eléctricos.

En su estudio de óxido de grafeno y síntesis **(Salas y Reséndiz, 2018)** indican que En el estudio de los materiales es importante conocer la estructura química que rige al material, ya que con este se pueden obtener diferentes propiedades físicas, químicas y mecánicas del material, dando la oportunidad a posibles aplicaciones. Este material es amorfo, sin embargo, de manera general el óxido de grafeno se puede describir como una lámina bidimensional que contiene átomos de carbón en forma de panal de abeja con grupos funcionales de hidróxido y oxígeno

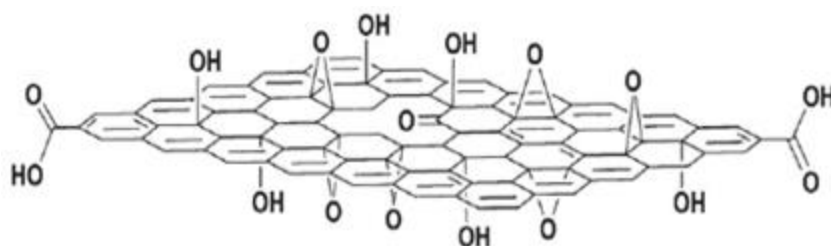


Figura 1.9. Estructura química general del óxido de grafeno (Salas et al., 2018).

1.8 Síntesis de grafeno mediante el método Hummers

La Figura 1.10 se muestra la preparación del óxido de grafito mediante el método Hummers.

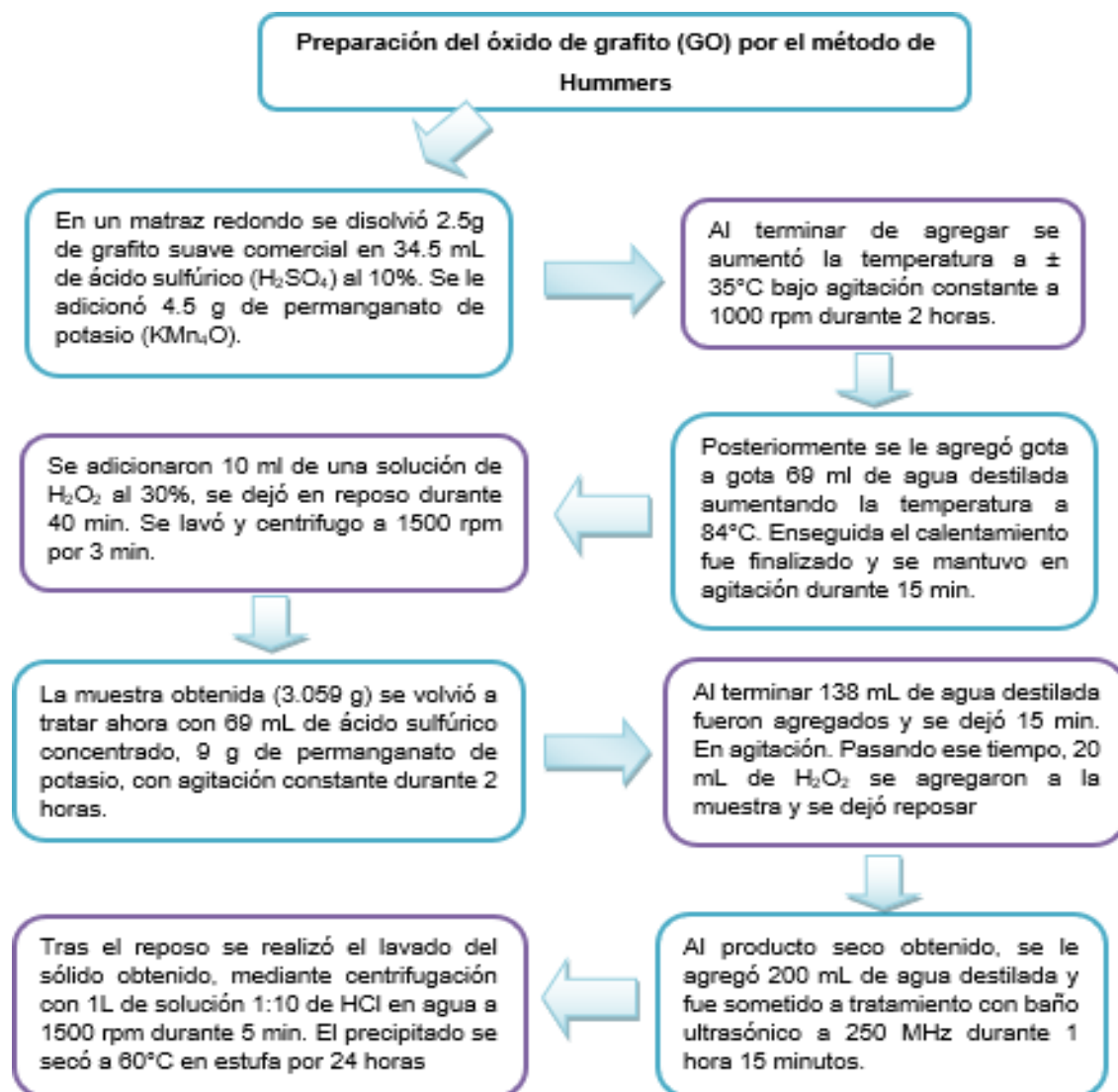


Figura 1.10. Método de Hummers para la síntesis de grafeno (Soto et al., 2015).

En su estudio de Análisis estructural de Óxidos de Grafeno (**X. Colom et al., 2020**) indica que, hasta el momento, se conocen distintos métodos para obtener grafeno: crecimiento epitaxial sobre superficie eléctricamente aislante, deposición química en fase vapor (CVD), exfoliación micromecánica de grafito, síntesis solvotérmica y reducción de óxido de grafeno (OG). El óxido de grafeno es un compuesto no estequiométrico que consiste en una red de átomos de carbono sp^2 similar a la del grafeno, pero que incluye grupos funcionales intercalados que contienen oxígeno. La técnica de obtención de OG más utilizada es la oxidación de grafito con agentes oxidantes fuertes. Actualmente, los tres métodos principales para la oxidación son el propuesto por Staudenmaier el propuesto por Hummers de todos ellos, es el método más utilizado que consiste en la oxidación de escamas de grafito durante 5 días en una solución de NaNO_3 y KMnO_4 en presencia de H_2SO_4 posterior lavado con una disolución de H_2SO_4 y una última reacción con una solución de H_2O_2 para completar el proceso de oxidación.

Capítulo 2.

Desarrollo Experimental

2.1 DESARROLLO EXPERIMENTAL

La Figura 2.1 muestra un esquema general de la metodología realizada, en ella se describe el desarrollo experimental para la obtención de óxido de grafeno, iniciando desde su recolección hasta la caracterización del material obtenido.

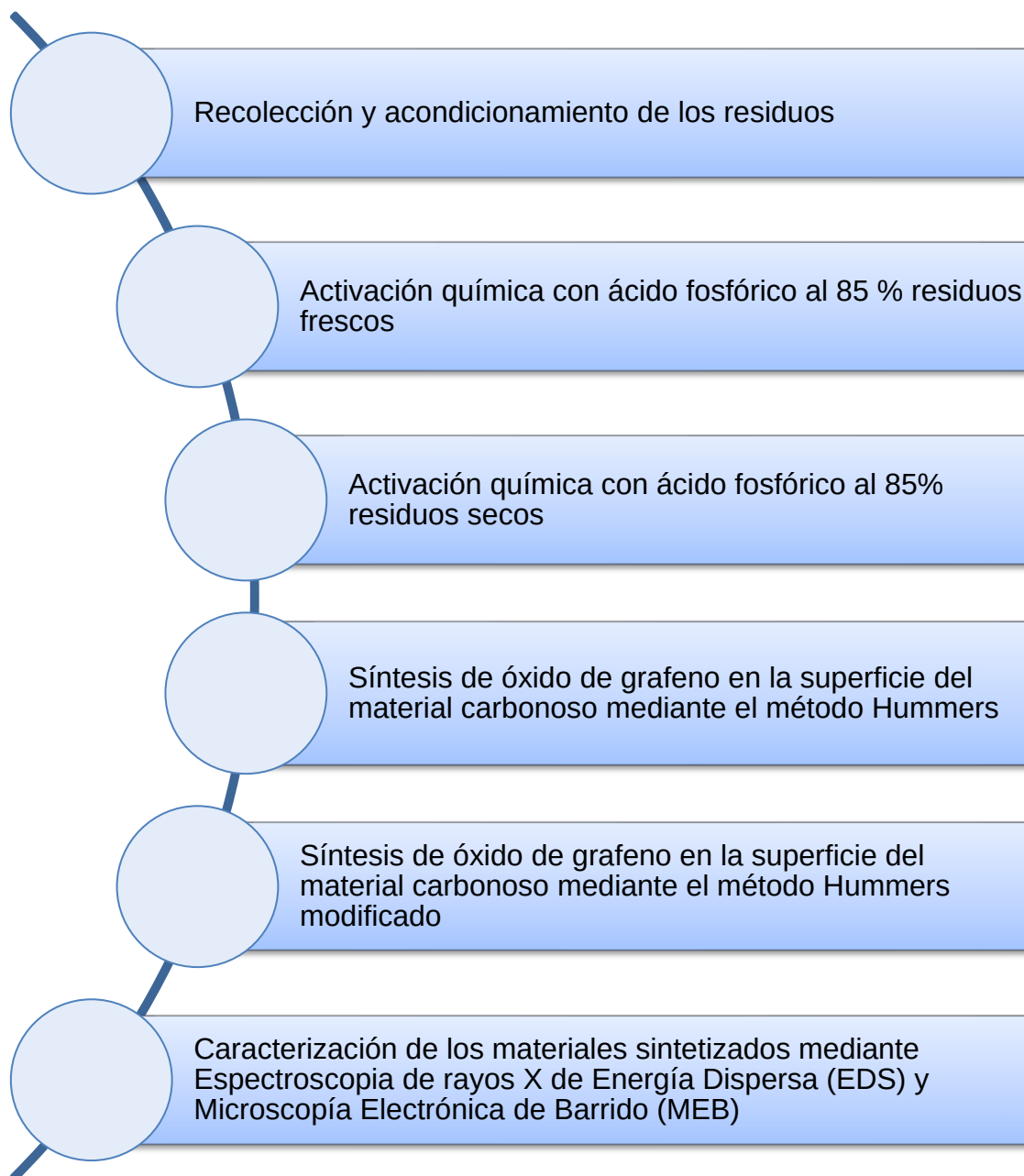


Figura 2.1 Procedimiento y descripción de las actividades a realizar.

2.2 Recolección y acondicionamiento de residuos

Los residuos de piña se recolectaron en mercados ubicados en Tenango del Valle y pueblos cercanos como Santa María Jajalpa, San Pedro Techuchulco y San Miguel de Ocampo, fueron obtenidos en puestos de fruta, puestos de jugos y puestos de coctelerías.



Figura 2.2 Residuos de cascara y hoja de *Ananás comosus* (piña)

2.3 Activación química con ácido fosfórico al 85% con residuos frescos

En la Tabla 2.1 se muestran las dos activaciones químicas, que se llevaron a cabo para la obtención de materiales carbonosos.

Tabla 2.1 Condiciones experimentales para obtener materiales carbonosos.

Condiciones de los residuos de <i>Ananá comosus</i> (Piña) para su activación química	
Activación química con ácido fosfórico al 85 % residuos frescos	Activación química con ácido fosfórico al 85% residuos secos
Los residuos se utilizaron frescos, los cuales se cortaron y colocaron en vidrios de reloj para ser pesados, después se colocaron en tubos de ensayo agregando ácido fosfórico al 85%, y se colocaron en el concentrador solar por un tiempo de 8 horas y 16 horas a temperatura ambiente para su activación.	Los residuos se cortaron, y se secaron previamente en un concentrador solar por aproximadamente 24 horas, después se pesaron y colocaron en tubos de ensayo agregando ácido fosfórico al 85%, las muestras se colocaron nuevamente en el concentrador solar utilizando un periodo máximo de 5 horas y retirando una muestra cada hora para determinar las condiciones más adecuadas para la obtención del material.

Para la activación química se evaluaron dos condiciones diferentes, una utilizando un concentrador solar por un tiempo de 8 horas y la otra a temperatura ambiente con un tiempo de 16 horas como se muestra en la Figura 2.3.

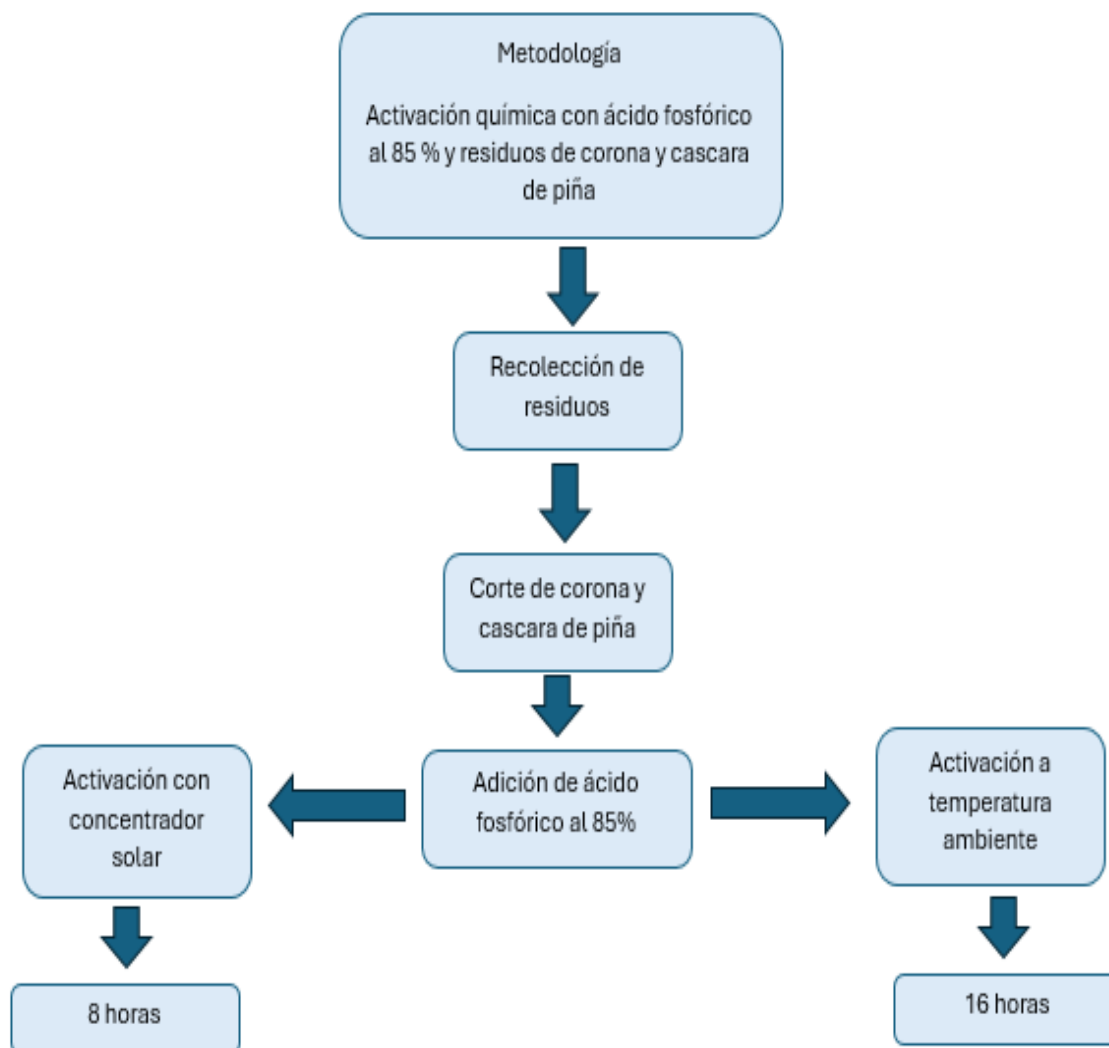


Figura 2.3 Metodología de activación química.

Se realizó un diseño de experimentos, para determinar las mejores condiciones en cuanto al tipo de residuos (cascara o corona de piña), a la cantidad en gramos de los residuos y la cantidad en volumen de ácido fosfórico para la activación, tomando en cuenta que los residuos se trabajaron frescos, en la Tabla 2.2 se observa el diseño de experimentos obtenido.

Tabla 2.2. Experimento A, para la obtención de las mejores condiciones de la muestra.

Muestra		Tipo de residuo	Cantidad de residuo (g)	Cantidad de ácido fosfórico (mL)
Utilizando un concentrador solar	A1	Cascara de piña	8.057	15
	A2	Cascara de piña	8.038	15
	A3	Cascara de piña	8.069	15
	A4	Cascara de piña	8.033	15
	A5	Corona de piña	8.025	15
	A6	Corona de piña	8.029	15
	A7	Corona de piña	8.023	15
	A8	Corona de piña	8.038	15
Temperatura ambiente	B1	Cascara de piña	8.037	15
	B2	Cascara de piña	8.035	15
	B3	Cascara de piña	8.035	15
	B4	Cascara de piña	8.023	15
	B5	Corona de piña	8.071	15
	B6	Corona de piña	8.065	15
	B7	Corona de piña	8.081	15
	B8	Corona de piña	8.024	15

2.4. Activación química con ácido fosfórico al 85% con residuos secos

De acuerdo con el diseño de experimentos de la Tabla 2.2, se elaboró un procedimiento para obtener las mejores condiciones de activación para el material carbonoso de los residuos (cáscara y corona de piña) como se muestra en la Figura 2.4

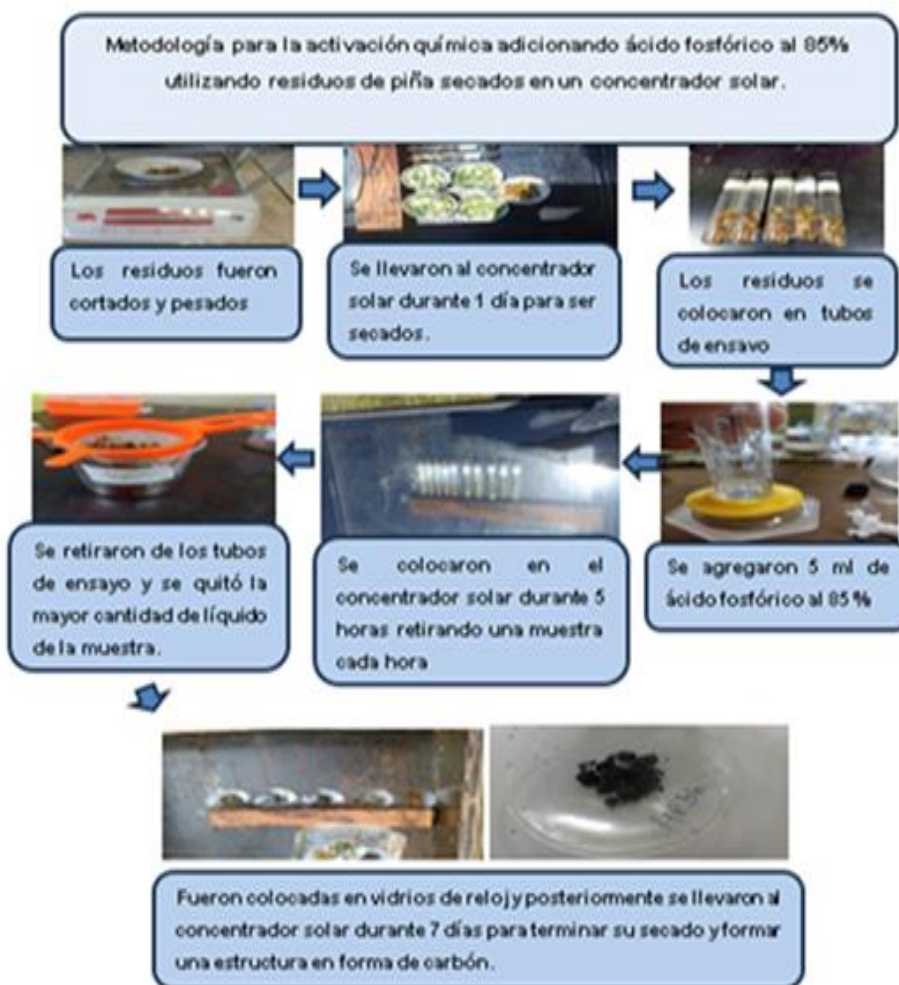


Figura 2.4. Método cinético para la activación química.

Se elaboró un diseño de experimentos para determinar el tiempo de activación para que los residuos secos se convirtieran en material carbonoso Tabla 2.3.

Tabla 2.3. Experimento con residuos secos

No. de muestra	Cantidad de residuo de piña (g)	Cantidad de ácido Fosfórico (mL)	Tiempo en el Concentrador solar (h)
1	4	5	1
2	4	5	2
3	4	5	3
4	4	5	4
5	4	5	5

Después del proceso de activación las muestras se lavaron con agua destilada y posteriormente se neutralizaron para retirar la mayor cantidad de ácido fosfórico (H_3PO_4), utilizando hidróxido de sodio (NaOH) como indicador fenolftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$), en agitación constante, hasta que el agua mostrará un color rosa intenso para indicar la neutralización.

2.5 Síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material carbonoso mediante el método Hummers

Para la elaboración de la síntesis se utilizaron las muestras de la activación química con residuos frescos y se tomó como referencia el método de síntesis descrito por **(Soto et al., 2015)**.

Se probaron las cantidades de reactivo que utilizaron en el trabajo realizado por **Soto et al. (2015)**, y con base en los gramos de grafito (0.2 g) en forma de carbón, obtenidos en la activación química con residuos frescos se realizaron los cálculos empleando una regla de tres como se muestran en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4 Cantidades de reactivos y de grafito a utilizar en la síntesis
Reactivos y cantidades que se utilizaron en la síntesis de grafeno

Ácido Sulfúrico H_2SO_4		Peróxido de Hidrogeno H_2O_2	
Grafito	Ácido sulfúrico	Grafito	Peróxido de hidrogeno
2.5 g →	34.5 ml	2.5 g →	10 ml
0.2 g →	2.76 ml	0.2 g →	0.8 ml
Permanganato de Potasio $KMnO_4$		Agua destilada H_2O	
Grafito	Permanganato de potasio	Grafito	Agua destilada
2.5 g →	4.5 g	2.5 g →	10 ml
0.2 g →	0.36 g	0.2 g →	0.8 ml

Para la obtención de óxido de grafeno (OG), se realizó un procedimiento de varias etapas. En la etapa 1, se disolvió 0.2 g de grafito (en forma de carbono) obtenido a partir de residuos de cáscara de piña en 2.76 mL ácido sulfúrico al 10%. Se le adicionaron 0.36 g de permanganato de potasio y la reacción estuvo a una temperatura de 35 °C bajo agitación constante durante 2 horas como se muestra en la Figura 2.5.

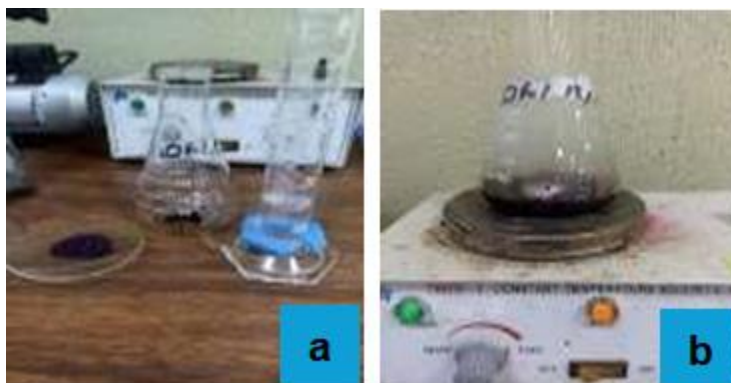


Figura 2.5. a) Reactivos utilizado y b) reacción de síntesis.

terminadas las 2 horas de reacción, se comenzó con la etapa 2, aquí se agregaron 5.5 mL de agua destilada gota a gota (a), se aumentó la temperatura a 84 °C y se mantuvo en agitación constante durante 15 minutos (b), después se adicionaron 0.8 mL de solución de peróxido de hidrogeno (H_2O_2) al 30 % y se dejó en reposo durante 40 minutos (c), después se lavó la muestra con agua destilada (d), y se realizó una separación de fases por medio de una bomba de vacío (e) colocando en el concentrador solar para su secado (f) como se muestra en la Figura 2.6.



Figura 2.6. Procedimiento de síntesis de grafeno etapa 2.

Con el material sólido de la síntesis anterior se determinó la cantidad de óxido de grafito (como carbono), la cual fue de 0.940 g y nuevamente se realizaron los cálculos utilizando una regla de tres como se indica en la Tabla 2.5.

Tabla 2.5 Reactivos y cantidades que se utilizaron en la etapa 3
Reactivos y cantidades que se utilizaran en la etapa 3 de la síntesis de grafeno

Ácido Sulfúrico H_2SO_4		Peróxido de Hidrogeno H_2O_2	
Oxido Grafito	Ácido sulfúrico	Oxido de Grafito	Peróxido de hidrogeno
3.059 g	→ 69 ml	3.059 g	→ 138 ml
0.940 g	→ 21ml	0.940 g	→ 42 ml

Permanganato de Potasio $KMnO_4$		Agua destilada H_2O	
Oxido de Grafito	Permanganato de potasio	Oxido de Grafito	Agua destilada
3.059 g	→ 9 g	3.059 g	→ 20 ml
0.940 g	→ 2.76 g	0.940 g	→ 6.14 ml

En la etapa 3, la muestra obtenida de 0.940 g de grafito (como carbono) se le agregaron 21 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 10% y 2.76 g de permanganato de potasio ($KMnO_4$) en agitación constante durante 2 horas (a), al término del tiempo se adicionaron 42 mL de agua destilada, nuevamente se puso en agitación por 15 minutos (b), después se agregaron 6.14 mL de peróxido de hidrogeno (H_2O_2) al 30% y se dejó reposar (c), al término del reposo se separaron la fase sólida se lavó con agua destilada (d), por último se llevó la muestra sólida al concentrador solar (e y f) como se muestra en la Figura 2.7.

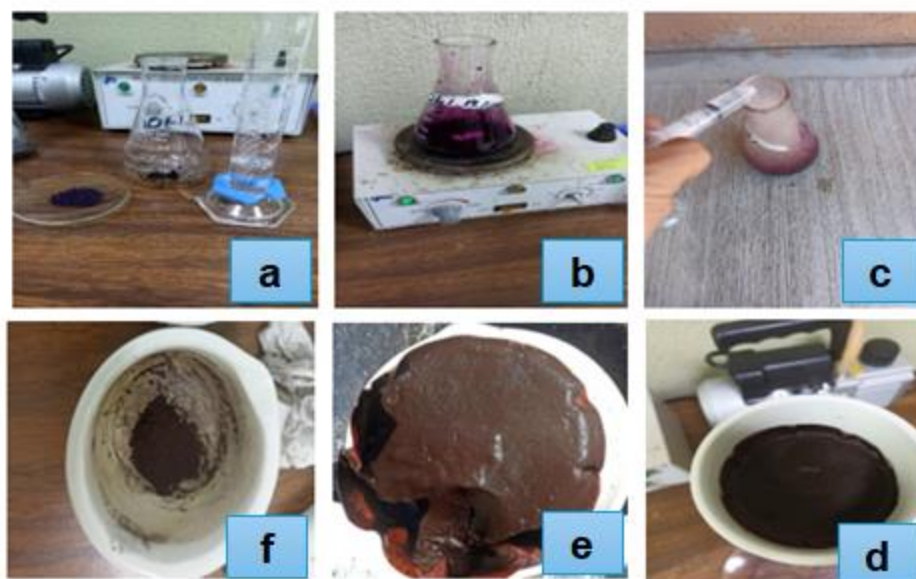


Figura 2.7 Procedimiento que se llevó a cabo en la etapa 3 de la síntesis de grafeno.

2.6 Síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material carbonoso mediante el método Hummers modificado

La síntesis de óxido de grafeno se elaboró utilizando la muestra HP5 (hoja de piña activada por 5 horas) de la activación química con residuos secos empleando el método Hummers modificado tomando como referencia a **Zhang et al. (2022)**, para la elaboración de la síntesis, las cantidades utilizadas se basaron en los autores anteriores y con base en los gramos obtenidos de grafito de la muestra HP5 (0.145 g), se empleó una regla de tres para conocer las cantidades de los reactivos a utilizar en este método como se muestra en la tabla 2.6.

Tabla 2.6 Cantidades y reactivos a utilizar en la síntesis de grafeno del método 2.
Reactivos y cantidades que se utilizaran en la síntesis de grafeno en el método 2

Ácido Bórico H_3BO_3		Ácido sulfúrico H_2SO_4	
Grafito	Ácido Bórico	Grafito	Ácido Sulfúrico
3 g	→ 3 g	3 g	→ 138 ml
0.145 g	→ 0.145 g	0.145 g	→ 5.8 ml
Permanganato de Potasio $KMnO_4$		Agua destilada H_2O	
Grafito	Permanganato de potasio	Oxido de Grafito	Agua destilada
3 g	→ 12 g	3 g	→ 150 ml
0.145 g	→ 0.58 g	0.145 g	→ 65 ml
Peróxido de Hidrogeno H_2O_2 (30 %)			
Grafito		Peróxido de Hidrogeno	
3g		→ 10 ml	
0.145 g		→ 4.5 ml	

El proceso de síntesis de óxido de grafeno (OG) consistió en dos etapas que se describen a continuación.

En la etapa 1, se utilizó el método Hummers modificado, usando 0,145 g de polvo de grafito obtenido de la muestra HP5, se mezcló con 0,145 g de ácido bórico (H_3BO_3) y 5.8 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) (a), la mezcla se colocó en un vaso precipitado de 500 mL con agitación mecánica (200–250 rpm) y este a su vez se puso en un baño de hielo y después se le agregaron 0,58 g de permanganato de potasio ($KMnO_4$) lentamente para mantener la temperatura de la reacción por debajo de 5 °C. Después se aumentó la temperatura a 20 °C y se agitó (200-250 rpm) durante aproximadamente 3 h (b), como se muestra en la Figura 2.8.

Una vez que se cumplió el tiempo de agitación del proceso anterior se comenzó la etapa 2, la muestra se colocó en un matraz Erlenmeyer y se le añadieron 65 mL de agua desionizada y la solución se agitó durante 30 min, después se agregaron 10 mL de peróxido de hidrogeno (H_2O_2) al 30 % (c). Luego se lavó la mezcla con una solución acuosa de ácido clorhídrico (HCl) para eliminar los iones metálicos y se retiró la mayor cantidad de humedad (d). El material carbonoso se lavó nuevamente con agua desionizada hasta que el sobrenadante fue neutro (e). El producto resultante se secó en un concentrador solar duran 1 h (f), ver Figura 2.8.

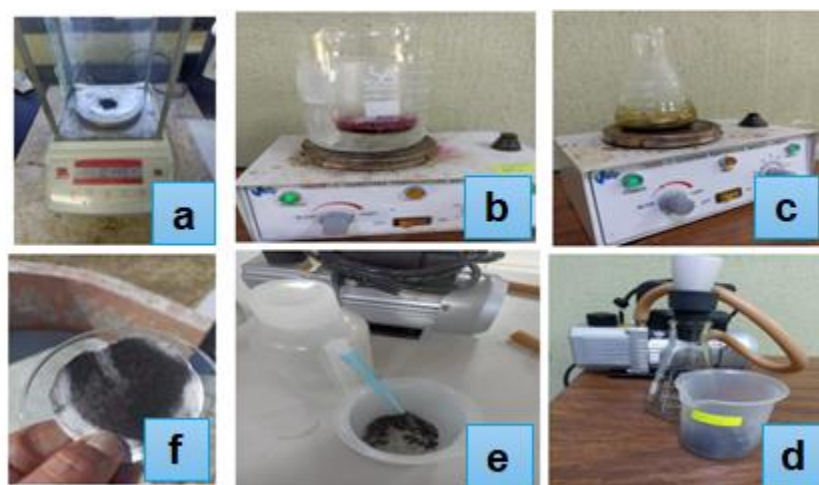


Figura 2.8 Procedimiento de síntesis de grafeno mediante el método Hummers modificado.

2.7 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y espectroscopia de rayos X de Energía Dispersa (EDS)

Una vez concluida la síntesis se procedió a caracterizar los materiales, para determinar su morfología y composición química (semicuantitativamente) mediante el uso de un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) modelo JEOL JSM-5900-LD, acoplado a un Espectrofotómetro de Dispersión marca Bruke

Capítulo 3.

Resultados y discusión

3.1 Recolección y acondicionamiento de residuos

Los residuos de piña se recolectaron en mercados ubicados en Tenango del Valle y pueblos cercanos como Santa María Jajalpa, San pedro Techuchulco y San Miguel de Ocampo, fueron obtenidos en puestos de fruta, de jugos y de coctelerías, en la Figuras 3.1 a) y b), se observan los residuos de piña en su forma natural y en su acondicionamiento (cortados y secados) antes de sus tratamientos para la obtención de materiales carbonosos.



Figura 3.1. a) Residuos de hoja y cascara de piña y b) Cortes de los residuos de hoja y cascara de piña.

En la Figura 3.1 b) se muestran los residuos de piña cortados y puestos en un refractario, los cuales se secaron en un concentrador solar (a una temperatura aproximada de 30-40 C° por 24 horas), el uso de este concentrador se debió a que se buscaba un proceso sustentable para la obtención de los materiales carbonosos. Después del secado se continuo el proceso de activación química.

3.2 Activación química con ácido fosfórico al 85 % con residuos frescos

Se utilizaron residuos frescos, para la activación, la cual se llevó a cabo mediante un pretratamiento químico con ácido fosfórico al 85%, el objetivo de esto era incrementar la entrada de grupos carboxilos, así como, mejorar la capacidad de adsorción, aumentar la porosidad e incrementar los grupos de unión. De acuerdo con (Cortes, 2015) el objetivo de este tipo de activación es solubilizar la hemicelulosa, y dejar disponible a la celulosa. El pretratamiento se puede hacer

con ácidos diluidos o con ácidos fuertes; la principal reacción que se produce durante el pretratamiento ácido es la hidrólisis de la hemicelulosa, especialmente de xilano que es relativamente estable en ácido. De acuerdo con el diseño de experimentos descrito en el apartado 2.2, las mejores condiciones obtenidas para la cáscara de piña fueron el tratamiento A8, donde se utilizaron 8.038 g del residuo, a los cuales se le adicionó 15 mL de ácido fosfórico al 85%, y se colocaron en un concentrador solar por un periodo de 8 horas para su activación, en la Figura 3.2 a), se observa el cambio físico del material natural respecto al activado químicamente cuando finaliza el proceso, este último presenta características de un material carbonoso, sin embargo, debido a la temperatura de activación y a que los residuos se colocaron sin un secado previo, se observa que esté presenta humedad y viscosidad, por lo tanto, no se considera apto para continuar con el proceso de síntesis de óxido de grafeno.

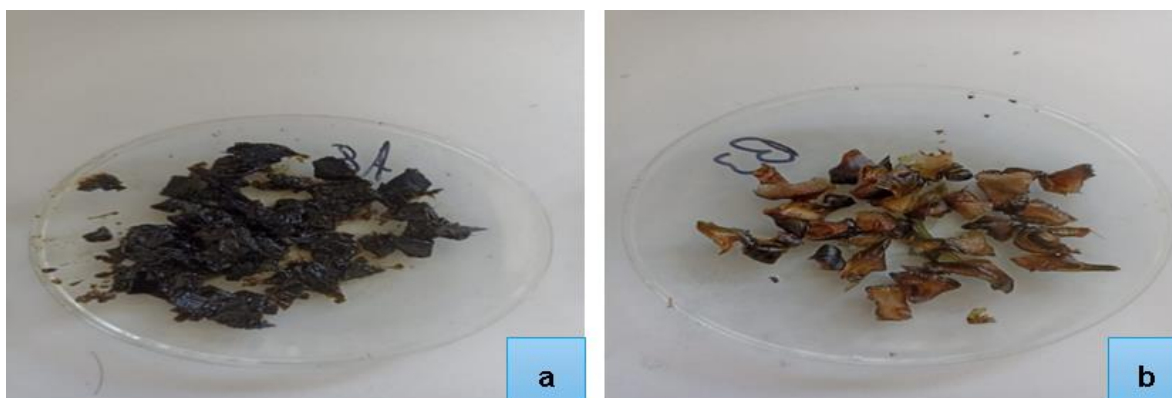


Figura 3.2 a) Corona de piña después de la activación química con el concentrador solar y b) Cáscara de piña después de la activación química a temperatura ambiente.

En la Figura 3.2 b), se observa el material obtenido después del proceso de activación con ácido fosfórico al 85%, de acuerdo con el tratamiento B3 (8.035 g de cáscara de piña, a los cuales se les adiciono 15 mL de ácido fosfórico por un periodo de 16 horas a temperatura ambiente), descrito en el diseño de experimentos del apartado 2.2, se observa que el material tuvo un cambio físico con respecto al natural, con estas condiciones tampoco se obtuvo un material adecuado para la síntesis de óxido de grafeno. Por lo anterior, se realizó una modificación al proceso de activación química

3.3 Activación química con ácido fosfórico al 85% con residuos secos

Para esta activación se utilizaron los residuos de hoja de piña (HP), los cuales se secaron previamente por medio de un concentrador solar, después se llevó a cabo la activación química con H_3PO_4 al 85% en el concentrador solar, variando el tiempo de activación de 1 a 5 horas, para determinar el mejor tiempo de activación del proceso descrito, además de obtener una mejor carbonización del residuo, siendo el tiempo de 5 horas en donde se obtuvo un material con mayor formación carbonosa, el cual se denominó HP5 (Figura 3.3 a y b), se observa que el material tuvo un cambio físico y significativo con respecto al natural obteniendo un material carbonoso, con una estructura sólida adecuada para la elaboración de la síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material.

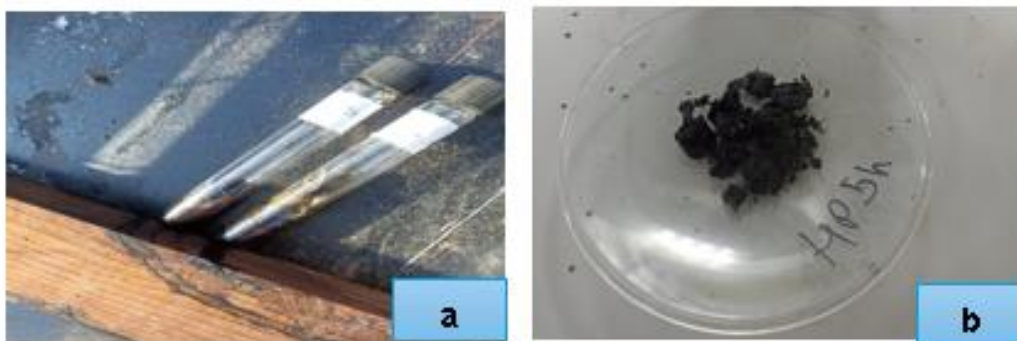


Figura 3.3 a) Muestras en concentrador solar y b) material carbonoso en muestra HP5.

El concentrador solar de acuerdo con **(Moreno, 2019)**, sirve para concentrar la energía del sol y hacer que se transforme en calor mediante el efecto invernadero, elevando la temperatura, ya que permite aprovechar la energía solar para llevar a cabo una deshidratación y en este trabajo una activación química de residuos de tipo lignocelulósicos para la generación de materiales carbonosos, por lo anterior, la importancia de utilizar un concentrador solar es generar un proceso sustentable para producir materiales de tipo carbón a partir de residuos orgánicos. En la Figura 3.4 se muestra el concentrador solar que se utilizó en este trabajo.



Figura 3.4 Concentrador solar.

3.4 Síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material carbonoso mediante el método Hummers

Se realizó la oxidación del grafito utilizando la muestra HP5 (Figura 3.5a), aplicando el método Hummers, de acuerdo con **Soto et al. (2015)**, este método resulta ser el más eficiente para la oxidación del grafito y la reducción del óxido de grafeno. Sin embargo, al realizar este método con la muestra HP5, que se aplicó en la oxidación del grafito para obtener óxido de grafeno no se llevó a cabo la reducción, dando como resultado un material de color marrón al final del proceso, como se observa en la Figura 3.5b, esto pudo deberse a varios factores relacionados con el proceso de oxidación y reducción, con las características del material carbonoso y a una reacción incompleta, porque si el proceso de reducción no se completa adecuadamente, resulta en la presencia de áreas de grafito no oxidado o parcialmente oxidado, lo que puede dar lugar a un color marrón en lugar de negro.

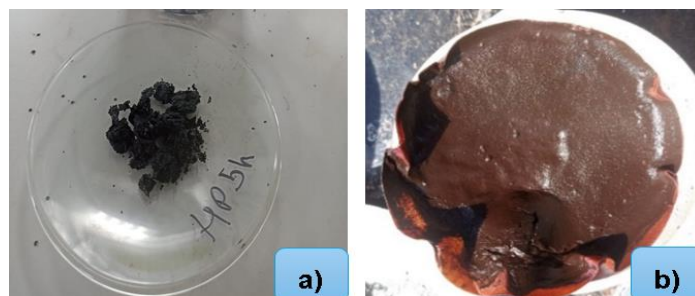


Figura 3.5 Cambio de material carbonoso por medio del método Hummers.

3.5 Síntesis de óxido de grafeno en la superficie del material carbonoso mediante el método Hummers modificado

Para la obtención de óxido de grafeno (OG) se utilizó método Hummers modificado usando ácido bórico. Los resultados que se obtuvieron al final del proceso fue un material con partículas finas casi polvo en comparación con la muestra inicial (HP5) cuyas partículas eran granuladas como se observa en la Figura 3.5 a y b. Con la modificación al método se obtiene óxido de grafeno, debido a que se obtiene una coloración negra del material y no marrón como en el apartado anterior, debido a que retira las impurezas que no se pueden retirar en el método Hummers tradicional, de acuerdo **Zhang et al. (2022)**, este método de Hummers modificado puede acortar el tiempo de reacción a 1 h a temperatura ambiente, inhibir eficazmente la generación de grupos carbonilo y carboxilo, eliminar la emisión de gases tóxicos de dióxido de nitrógeno (NO_2) y tetróxido de dinitrógeno (N_2O_4), y aumentar el rendimiento en un 10% en la producción de OG. Sin embargo, el método Hummers tradicional todavía adolece de tres desventajas que son: (a) la descomposición del $NaNO_3$ debido a que libera gases tóxicos en la oxidación; (b) es difícil eliminar los iones Na^+ y NO_3^- de las aguas residuales; y (c) la alta concentración de carbonilo y carboxilo, grupos en los márgenes de OG ya que es contraproducente para una reducción eficiente.

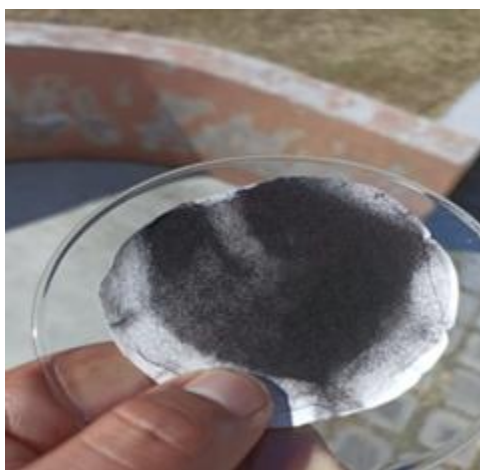


Figura 3.6 Obtención de óxido de grafeno mediante el método Hummers modificado.

3.6 Caracterización de los materiales por MEB-EDS

El microscopio electrónico de barrido (MEB) acoplado a Espectroscopia de rayos X de Energía Dispersa (EDS), es una técnica instrumental que permite observar y caracterizar la superficie de los materiales, en este trabajo se utilizó para observar la morfología de los materiales carbonosos que se obtuvieron de residuos de hoja de piña, así como saber de manera semicuantitativa la composición elemental de dichos materiales. De acuerdo con **Rosas (2024)**, es una técnica de caracterización superficial no destructiva que proporciona información morfológica y de composición química de los residuos y materiales.

En la Figura 3.7 a y b, se observa el material de partida en su forma natural (HP) y la micrografía obtenida por medio del MEB, en el que se observan fibras con poros en la superficie del material, característico de este tipo de materiales lignocelulósicos. Resultados semejantes obtuvieron **Morales en 2021** menciona que los residuos son las hojas fibrosas que están constituidas principalmente del 85% de holocelulosa, de la cual aproximadamente el 74% lo representa la α -celulosa, teniendo un bajo contenido de lignina de alrededor de 10%. Su estructura interna está compuesta por fibras más pequeñas denominadas "microfibras" que a su vez se componen de un conglomerado de tejidos helicoidales.

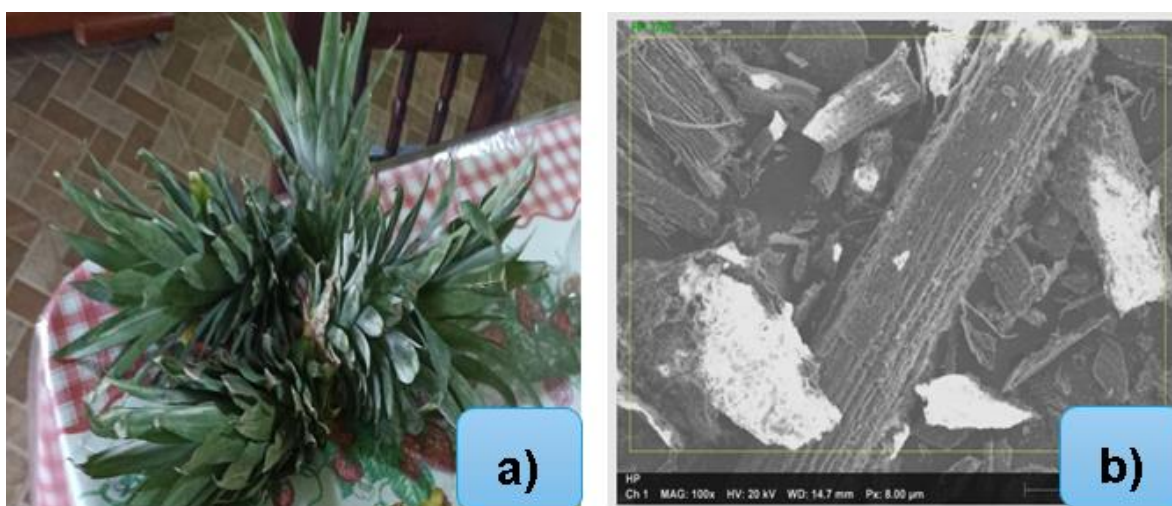


Figura 3.7 a) Residuos de hoja de piña y b) Micrografía de residuos de hoja de piña HP.

Los análisis elementales realizados por medio de EDS, muestran la composición elemental de la hoja de piña en su forma natural que contiene, C, O, K, Mg, Cl, Ca y Si, siendo los de mayor % en masa el carbono y el oxígeno con 49.55 ± 1.56 y 46.75 ± 1.37 , respectivamente. En la Tabla 3.1 se observan los valores del % en masa de cada elemento que contiene la hoja de piña.

Tabla 3.1 Composición elemental de residuos de hoja de piña.

Composición elemental				Promedio
Elementos	% masa 1	% masa 2	% masa 3	
Carbono	49.54	48	51.12	49.55 ± 1.56
Oxígeno	47.9	47.13	45.23	46.75 ± 1.37
Potasio	2	3	1.77	2.26 ± 0.65
Magnesio	0.24	0.17	0.22	0.21 ± 0.04
Cloro	0.34	0.64	0.41	0.46 ± 0.16
Calcio	0	41	34	25 ± 4.95
Silicio	0	33	36	23 ± 2.12

Para este análisis elemental EDS se tomaron tres puntos de la muestra HP para determinar los elementos presentes y su % en masa obtenido, de acuerdo con **Gutiérrez y Perilla (2019)**, los análisis elementales realizados por medio de EDS permiten obtener análisis cuantitativos superficiales del contenido de elementos como carbono, nitrógeno, oxígeno, entre otros, la composición que se reporta surge de promediar el % masa de los datos tomados en puntos distintos de la superficie.

La micrografía obtenida por medio de MEB de la muestra activada (HP5) Figura 3.8, se observan texturas rugosas con poros y cavidades en la superficie del material, con un cambio en su morfología con respecto al residuos de HP en su forma natural Figura 3.7.

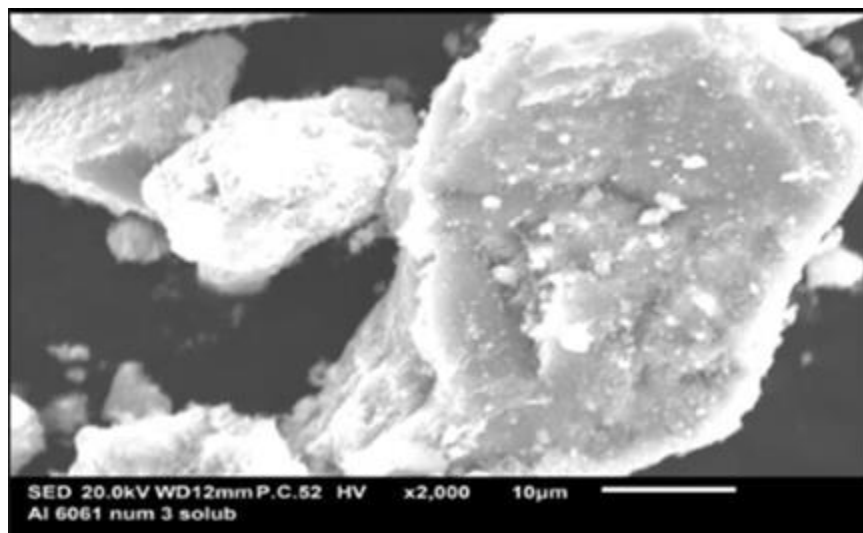


Figura 3.8 Micrografía del proceso de activación química, muestra HP5.

Este cambio en su morfología se debió a las reacciones que se llevaron a cabo durante la activación química con el ácido fosfórico al 85%, a esta conclusión **Rojas et al. (2016)**, observaron que la activación con ácido fosfórico promueve un proceso de dilatación del material, químicamente quiere decir, que éste ácido asume un papel de agente deshidratante durante la activación, creando una red de microporos y mesoporos y la presencia de estos poros es crucial para la capacidad de adsorción del carbón activado, inhibe la formación de alquitranes y cualquier otro líquido que podrían obstruir los poros de la muestra ya que durante la activación se originan cavidades, dejando el material con estructura porosa.

El análisis elemental EDS, muestra los elementos presentes de la muestra HP5 posterior a su activación química, en la que el Oxígeno (35.77 ± 2.23) y carbono (10.37 ± 1.15) presentan una disminución de % en masa con respecto a el residuo de hoja de piña en su forma natural.

Tabla 3.2 Composición elemental de muestra HP5

Composición elemental				Promedio
Elementos	% masa 1	% masa 2	% masa 3	
Carbono	11.03	11.03	9.04	10.37±1.15
Oxígeno	37.06	37.06	33.19	35.77±2.23
Cloro	3.34	3.34	2.26	2.98± 0.62
Potasio	1.92	1.92	1.83	1.89±0.05
Magnesio	44.73	44.73	50.1	46.52±3.10
Azufre	0.25	0.25	0.32	0.27± 0.04
Fósforo	0.43	0.43	0.22	0.36±0.12
Aluminio	0.12	0.12	0.15	0.13± 0.02

Esto puede deberse a varios factores **Gutiérrez y Perilla (2019)** nos menciona que obtuvieron una disminución de la cantidad de carbono con respecto al material natural (cascarilla de cacao), debido al tiempo de activación de la muestra lo que hizo que no formara ni se presentara un alto % en masa de carbono, ya que los resultados de análisis próximo de carbones activados obtenidos a partir de materiales lignocelulósicos diferentes a la cascarilla de cacao y activados con ácido, se observa que aquellos materiales precursores en los cuales se utilizaron temperatura de carbonización de (600°C) presentan porcentajes similares de carbono fijo a diferencia de aquellos obtenidos a temperaturas más bajas, estas diferencias se deben a las condiciones de activación que se tuvo para la activación como la concentración, temperatura y relación entre material precursor y agente activante.

El aumento del porcentaje de Mg se puede atribuir a que se activa la reacción de gasificación del precursor con alto contenido de carbono para que se produzca una determinada porosidad en el sólido final. La activación como el porcentaje de masa se encuentran entre 42,1 y 66,4%, que corresponden a rendimientos de alrededor del 30%. Estos rendimientos son semejantes a los que se han obtenido a partir de materiales lignocelulósicos que se activan químicamente con soluciones de ácido fosfórico (**Acevedo, S et al.,2015**).

En la micrografía del óxido de grafeno obtenido, de la muestra por el método Hummers tradicional, se observa una morfología esponjosa irregular, con poros en la superficie (Figura 3.9).

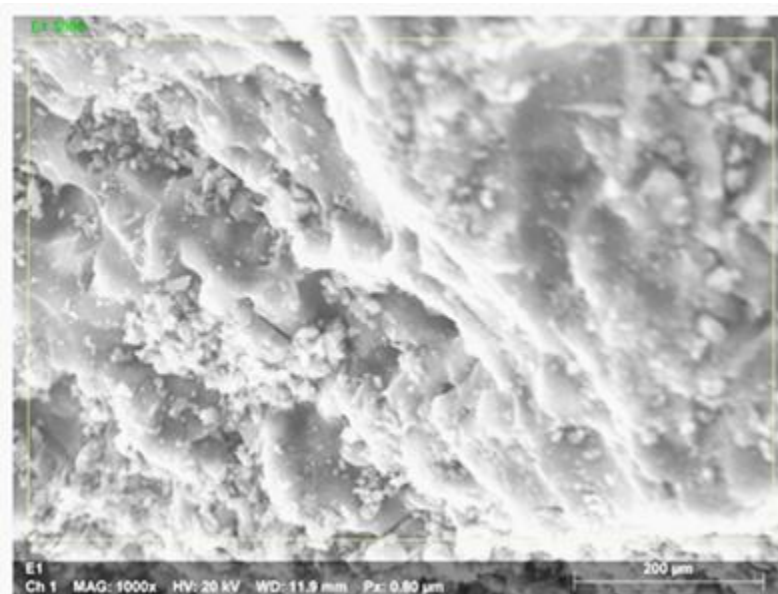
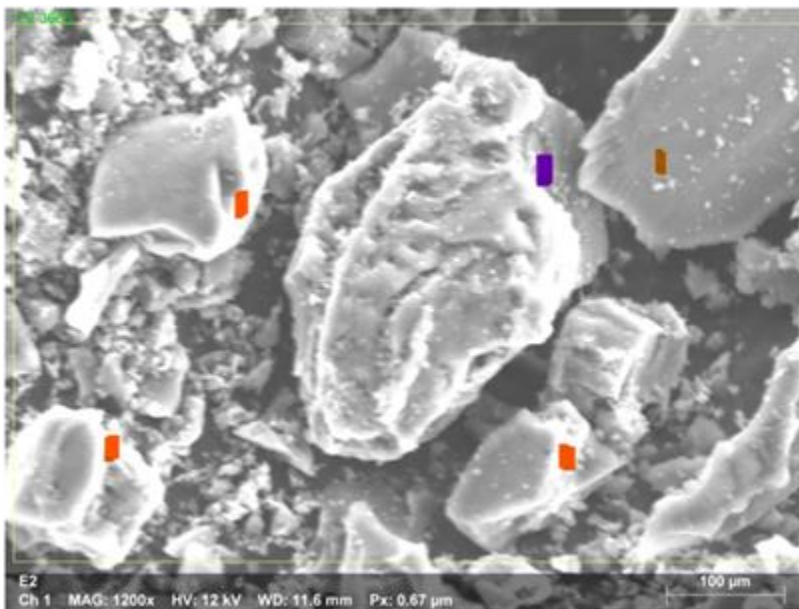


Figura 3.9 Micrografía de la muestra HP5 utilizada en el método Hummers tradicional.

En su estudio de obtención de óxido de grafeno **Colom et al. (2020)**, indica que las estructuras de OG son más heterogéneas, voluminosas y con una menor definición laminar ya que el OG es hidrofílico lo que implica una mejor dispersión en agua y otros solventes.

En la micrografía de la muestra HP5, tratada con el método Hummers modificado, se observa una morfología distinta con respecto al material natural (ver Figura 3.10), la parte donde está marcado de color morado presenta una morfología rugosa con poros y cavidades en la superficie, en las partes marcadas de color rojo se observa una morfología con una superficie lisa y exfoliada.



3.10 Micrografía de la muestra HP5 utilizada en el método Hummers modificado

En su estudio **Colom y colaboradores en 2020**, también mencionan que una de las causas del cambio morfológico que se presenta al pasar de óxido de grafeno OG a óxido de grafeno reducido OGr es debido al proceso de sonicación. Mediante la sonicación se consigue la exfoliación del óxido de grafeno OG que tiene lugar cuando se rompen la estructura del óxido de grafeno para obtener las láminas de óxido de grafeno reducido OGr.

Con los resultados obtenidos por medio de la caracterización morfológica con MEB mostrados en las Figuras 3.9 y 3.10, se observó que los materiales obtenidos a partir de residuos de hoja de piña cumplen con características morfológicas de óxido de grafeno en ambas síntesis, sin embargo, debido a que no se realizó una reducción en la muestra HP5 del método Hummers tradicional no se pudo obtener características morfológicas de óxido de grafeno reducido, no obstante para la muestra HP5 del método Hummers modificado si se observó una variedad en su morfología (superficie lisa y laminada). Las laminas en los materiales carbonos obtenidos son características de la presencia de óxido de grafeno OG y de óxido de grafeno reducido OGr.

El análisis EDS que se aplicó al óxido de grafeno, que se llevó a cabo mediante el método Hummers tradicional y modificado, para comparar el porcentaje de elementos en cada material; identificando así. como aumentan o disminuyen el % en masa de carbono (C) y oxígeno (O) presentes en el material.

El análisis EDS muestra la composición elemental de la muestra HP5 que utilizo el método Hummers tradicional, los elementos que contiene son O, C, y P siendo los elementos más abundantes en la muestra. Los elementos con mayor % en masa son el Oxígeno y Carbón con un promedio de 28.72 ± 8.95 y 50.29 ± 9.49 , como se observa en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3 Composición elemental de la muestra HP5 con el método Hummers.

Composición elemental				Promedio
Elementos	% masa 1	% masa 2	% masa 3	
Oxigeno	31.41	36.01	18.73	28.72 ± 8.95
Carbono	57.04	54.38	39.44	50.29 ± 9.49
Fosforo	12.64	9.45	13.32	11.80 ± 2.07

El análisis EDS en la muestra HP5 que utilizó el método Hummers modificado contiene elementos como O, C y P, con un % en masa para Oxígeno y Carbono, de 25.46 ± 5.35 y 39.63 ± 28.19 respectivamente, como se observa en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4 composición elemental de la nuestra HP5 con el método Hummers modificado.

Composición elemental				Promedio
Elementos	% masa 1	% masa 2	% masa 3	
Oxigeno	21.42	23.44	31.53	25.46 ± 5.35
Carbono	7.56	50.82	60.51	39.63 ± 28.19
Fosforo	44.18	8.54	7.96	20.23 ± 20.75

En su investigación de síntesis y caracterización de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido **Victoria (2020)** En sus resultados del análisis EDS de Óxido de

grafeno nos menciona que en su EDS que practicó al OG, muestra resultados de un 69.37 % de carbono (C) y 30.63 % de oxígeno (O), por lo que es evidente que la técnica de oxidación usada, el método de Hummers modificado, logró oxidar al grafito no obstante se determinó que la técnica tuvo un inconveniente, ya que el carbono al comparar con un estudio EDS realizado por Eduardo Tovar Martínez (Tecnológica, 2017), su 32,3 % de oxígeno del artículo mencionado con el 30,63 % de O obtenido en su estudio se deduce y se obtuvo óxido de grafeno parcialmente oxidado. Con lo mencionado anteriormente podemos determinar que los porcentajes en masa del método Hummers tradicional y modificado que se realizó en esta investigación con respecto a los resultados obtenidos por Victoria (2020) tienen una diferencia muy baja de porcentajes en masa para el método Hummers tradicional el oxígeno tienen una diferencia de 1.91% y 19.08 % para el carbono para el método Hummers modificado el oxígeno tiene una diferencia de 5.17 % y 29.74% para el carbono estos pudo deberse a la cantidad de grafito que se utilizó para las síntesis con respecto a los datos obtenidos por Victoria (2020) no obstante podemos determinar que el método de Hummers tradicional y modificado que se llevaron a cabo lograron oxidar al grafito y obtener grafeno parcialmente oxidado.

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

Los resultados experimentales muestran que, para la formación de carbones activados, depende de la concentración, temperatura y tiempo de activación para poder obtener formaciones de carbones con una estructura sólida, al igual que es importante secar previamente los residuos para evitar exceso de humedad en la estructura. El residuo de la cáscara y hoja de piña como adsorbente resulta ser una opción viable para crear carbones activados y poder realizar síntesis de óxido de grafeno, ya que su implementación tiene beneficios económicos y ambientales tanto para el sector agroindustrial como para la industria textil. Debido a que el proyecto busca métodos de síntesis sustentable el método Hummers tradicional es un método de síntesis en donde se aplican muchos reactivos generando una serie de gases que pueden ser tóxicos para el medio ambiente siendo contraproducente para una reducción eficiente y una síntesis sustentable de óxido de grafeno. Es por esto por lo que la síntesis de método Hummer modificado presento mayor variedad de carbones con características de óxido de grafeno en la superficie con formación de carbones y morfología rugosa con superficie exfoliada siendo un método muy práctico. Es por esto por lo que la síntesis de óxido de grafeno a partir de residuos de cáscara y hoja de piña empleando concentrador solar, fue, más eficiente en su proceso de secado, a un menor costo, en menor tiempo y con más eficiencia en la activación química.

RECOMENDACIONES

RECOMENDACIONES

- a) Deshidratar los residuos antes de llevar a cabo la activación química
- b) No Utilizar residuos frescos en la activación
- c) No hacer cortes muy pequeños de los residuos para no obtener materiales carbonosos en cantidades y con formaciones de carbones pequeños
- d) Realizar la activación química con un tiempo mayor a 5 horas con 4 gramo de residuos de piña y 5 mL de ácido fosfórico al 85% con residuos frescos
- e) Llevar acabo la sistesis de grafeno con el método Hummers modificado ya que nos permite realizarlo en un menor tiempo obteniendo resultados mas eficientes y sustentables
- f) Modificar el cristal del concentrador solar a un color oscuro para poder acelerar el proceso de secado y de activación química.
- g) Realizar el secado y la activación en horarios y climas totalmente despejados para que no retrase el tiempo de activación.
- h) Realizar el análisis por Espectroscopia Infrarroja (IR), Difracción de rayos X (DRX) y Espectroscopia Rahman para analizar la estructura, la composición química y la cristalinidad de óxido de grafeno buscar análisis para la adsorción y porosidad en el carbón para poder tener un material con características más eficientes

REFERENCIA

- **Acevedo, S et al., (2015).** Caracterización textural y química de carbones activados preparados a partir de cuesco de palma africana (*Elaeis guineensis*) por activación química con CaCl_2 y MgCl_2 . Departamento de Química, Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá. Avenida Carrera 30 No. 45 -03, Bogotá, Colombia. Departamento de Química. Facultad de Ciencias. Universidad de los Andes. Carrera 1 No. 18 A- 10, Bogotá, Colombia.
- **Amor García, M. (2017).** *Grafeno: biografía de un material*. Trabajo Final de Grado en Filosofía, Departamento de Historia de la Ciencia.
- **Andy Mario Carbajal Hernández (2022).** Evaluación del porcentaje de remoción de un colorante mediante un bilocaron. Tecnológico de Estudios superiores de Tianguistenco división de ingeniería ambiental. opción v: tesis, título de ingeniero ambiental.
- **Ardila Ramírez C, Palacio Londoño A.M, Barrera Zapata R. (2018).** *Cáscara de Piña como Adsorbente de Colorantes Típicos de la Industria Textil*. (volumen 9), pp 8, disponible en: <http://www.scielo.org.co/pdf/cide/v9n2/0121-7488-cide-9-02-161.pdf> [consultado 26-09-2022]
- **Biol. Yareli Morales Guzmán (2021).** Valorización del residuo agroindustrial de la piña (ananás como sus) para la obtención de productos biotecnológicos. Universidad Autónoma del Estado de Morelos. Facultad de Ciencias Biológicas. tesina para obtener el grado de: especialista en gestión integral de residuos.
- **Carolina A.R et al., (2018).** Cáscara de Piña como Adsorbente de Colorantes Típicos de la Industria Textil. Ciencia en Desarrollo, Vol. 9 No. 2 ISSN 0121 - 7488 - Julio a diciembre de 2018.
- **Cortes Ortiz W.G. (2015)** “Tratamientos Aplicables a Materiales Lignocelulósicos para la Obtención de Etanol y Productos Químicos”. Artículo de investigación científica y tecnológica, Universidad El Bosque,

Disponible en:
<file:///C:/Users/HP/Downloads/DialnetTratamientosAplicablesAMaterialesLignocelulosicosP-6041572.pdf> [Consultado 15-05-2024]

- **Editorial UNCA, (2019).** El Carbón Activado una Alternativa de Tratamiento de Residuos [Archivos PDF]<http://editorial.unca.edu.ar/Publicacione%20on%20line/DIGITESIS/Ana%20Julia%20Filippin/PDF/CapIII.pdf>
- **Elizabeth Sánchez G, Helgi Jung C., Lilián Yépez M. Vicente Hernández-Abad. (2007).** “*Relevancia del polimorfismo en el área farmacéutica Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas*”. (vol. 38), pp. 57-76 Asociación Farmacéutica Mexicana, A.C. Distrito Federal, México. Antonio F. Costa González (2018). “*Química Polimorfismo: Diamante, hielo, fármacos y chocolates Dpto. de Matemáticas Fundamentales*”. disponible en: <http://espacio.uned.es/fez/eserv/bibliuned:revista100cias-2007-numero10-5070/Polimorfismo.pdf> [Consultado el 26-09-2022].
- **Farías Cepeda I., Flores Oyervides J.D, Rosales Marines I. (2017).** “Grafeno, el material del futuro Síntesis y propiedades”. (volumen), pp Disponible en: <http://www.cienciacierta.uadec.mx/articulos/cc50/grafeno.pdf> [consultado 27-09-2022]
- **García Guirado C. (2020).** Aplicaciones biomédicas del óxido de grafeno, Trabajo fin de grado Departamento de Química Inorgánica, Facultad de Farmacia, Universidad de Sevilla.
- **García López, R.A, Granillo Oporta, Y.A. (2017).** *Evaluación de las condiciones operacionales en el proceso de preparación de carbón activo de cáscara de naranja valencia (Citrus Sinensis Linn Osbeck)*. Monografía para optar al título de licenciado en química industrial, Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua.

- **García Martínez V. (2013).** *Estudio de la estabilidad de óxido de grafeno con el tiempo*, Trabajo final de máster, Universidad de Oviedo, Departamento de ciencia de los materiales e ingeniería metalúrgica
- **Gutiérrez Lara A.P., Perilla Rojas P.A (2019)** *Carbón activado mediante activación química con ácido fosfórico a partir de la cascarilla de cacao para la captura de co2*, Trabajo de grado, Universidad Jorge Tadeo Lozano facultad de ciencias naturales e ingeniería departamento de ingeniería química.
- **J. Filippín, Ana; S. Luna, Nadia; T. Pozzi, María; D. Pérez, Jorge (2017)** Obtención y caracterización de carbón activado a partir de residuos olivícolas y oleícolas por activación física. Avances en Ciencias e Ingeniería, vol. 8, núm. 3, julio, 2017, pp. 59-71 Executive Business School La Serena, Chile
- **J.L Rojas Morales, É.C Gutiérrez González, Jesús Colina Andrade (2016).** “Obtención y caracterización de carbón activado obtenido de lodos de plantas de tratamiento de agua residual de una industria avícola”, (Volumen 17), páginas 453-462 disponible en: <https://www.elsevier.es/es-revista-ingenieria-investigacion-tecnologia-104-articulo-obtencion-caracterizacion-carbon-activado-obtenido-S1405774316300312> [consultado 21-05-2022].
- **J.L Espinoza Acosta, B Montaña Leyva, D.E Valencia Rivera, A.I Ledesma Osuna, A Vega Ríos (2022).** Extracción, caracterización y actividad antioxidante de lignina de lirio acuático (*Eichhornia crassipes*) y cáscara de nuez pecanera (*Carya illinoensis*), (volumen 24), pp-9, disponible en: https://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1665-14562022000200094 [consulta 21-05-2024].
- **Jiménez Bustamante, JM. (2014).** *aprovechamiento de la cáscara y corona de la piña para producir carbón activado*, egresado del programa educativo de Ingeniería Ambiental, Universidad Veracruzana.

- **Kurian, M. (2020).** *“Advanced oxidation processes and nanomaterials -a review”*. (Volumen 2), pág. 13, Disponible en: <file:///C:/Users/HP/Documents/Downloads/Kurian%202021.pdf> [consultado 25-09-2022].
- **Melgarejo Martínez M.C. (2021).** *Comportamiento de la bioadsorción del colorante Azul Brillante FCF, con la cascarilla de arroz y cáscara de piña, frente al carbón activado utilizado en el tratamiento de aguas residuales en Colombia.* título como Tecnólogo en Saneamiento Ambiental, Universidad Distrital Francisco José De Caldas, Facultad De Medio Ambiente Y Recursos Naturales, Tecnología En Saneamiento Ambiental.
- **Mettler Toledo (2022).** Reacciones de síntesis: Moléculas importantes para la investigación, la industria y el comercio. Disponible en: https://www.mt.com/mx/es/home/applications/L1_AutoChem_Applications/L2_ReactionAnalysis/synthesis-reactions.html [consultado 26-09-2022].
- **Moreno Moreno A. (2019).** *Deshidratador solar*, Curso aplicación de las energías renovables, Universidad Nacional de Piura.
- **Pérez Porto, Ana Gardey (2022).** síntesis - Qué es, en la química, definición y concepto. Disponible en: <https://definicion.de/sintesis/> [Consultado 26-09-2022]
- **Pinku Chandra Nath Priya Mitra c a, Amiya Ojha, Minaxi Sharma d a, Shubhankar Debnath, Kandi Sridhar e ,Kumari Neetu , Prakash Kumar Nayak (2023).** *Recent advances in valorization of pineapple (Ananas comosus) processing waste and by-products: A step towards circular bioeconomy.* (Volumen 136), pág. 12, pp 12 disponible en: [Pinku Chandra Nath 2023.pdf](#) [consultado 26-09-2022].
- **Pirmoradi, N. (2020).** *“The conversion of poultry slaughterhouse wastewater sludge into biodiesel: Process modeling and optimization”*. (volumen 178), pág. 14 disponible en: <file:///C:/Users/HP/Documents/Downloads/Neda%20Pirmoradi%202021.pdf> [consultado 25-09-2022].

- **Q. Barrera Pascual M.V. (2016).** *Síntesis y caracterización de óxido de grafito funcionalizado con derivados y análogos de o-etilendiamina.* Obtención de benzimidazoles. Obtener el grado en: maestra en ciencias e ingeniería de materiales. Posgrado en ciencias e ingeniería de materiales, Universidad Autónoma Metropolitana.
- **Qiang Zhang a, Yuying Yang a , Huiqing Fan a , Liu Feng (2022).** “*Synthesis of graphene oxide using boric acid in hummers method*”, (volumen 652), pp 9, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects.
- **Ramos González, A.M. (2016)** *Síntesis orgánica: el arte de crear moléculas.* Festividad de la Inmaculada Concepción. Universidad San Pablo.
- **Rosas Saíto G.H. (2024)** “*Microscopía electrónica de barrido y microanálisis de elementos del Clúster Científico y Tecnológico BioMimic*”, Instituto de ecología INECOL y CONAHCYT disponible en: <https://www.inecol.mx/inecol/index.php/es/ct-menu-item-25/ct-menu-item-27/17-ciencia-hoy/723-microscopia-electronica-de-barrido-y-microanalisis-de-elementos-del-cluster-cientifico-y-tecnologico-biomimic> [consultado 21-05-2024].
- **Salas Lozano B.I, Reséndiz Mendoza L.M. (2018)** Oxido de grafeno: síntesis, propiedades y aplicaciones, Boletín UPIITA el camino de la innovación educativa, Instituto Politécnico Nacional.
- **Soto López I., Jiménez Hernández A., Meléndez Balbuena L., Castro Lino A., López Olivares G. (2015).** *Síntesis y caracterización de grafeno, por del método de Hummers y posterior reducción térmica con ácido ascórbico.* Departamento de Química Inorgánica de la Facultad de Ciencias Químicas Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.
- **Tovar Martínez E. (2017).** *Síntesis y Caracterización de Óxido de Grafeno reducido y dopado con N mediante un Proceso Solvotérmico*, Tesis:

posgrado en nanociencias y materiales, Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

- **Victoria Beltrán Miguel A.L (2020)** Síntesis y Caracterización de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido, Presentado para optar el grado académico de: Ingeniero Mecánico, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo Facultad de Mecánica Carrera de Ingeniería Mecánica.
- **X. Colom, J. Cañavate, M.J. Lis, G. Sanjuan y, I. Gil. (2020)** “*Análisis estructural de Óxidos de Grafeno (GO) y Óxidos de Grafeno reducidos (rGO).*”, Departamento de Ingeniería Eléctrica, Universidad Politécnica de Catalunya Barcelona TECH. ESEIAAT, Colom 1, Terrassa, 08222 disponible en: [file:///C:/Users/HP/Downloads/377162-Other-544775-1-10-20201202%20\(5\).pdf](file:///C:/Users/HP/Downloads/377162-Other-544775-1-10-20201202%20(5).pdf) [consultado 28-09-2022].
- **Yacuzzi Volonté, Sebastián David, Poncio, Carlos Esteban, Ribota, Pablo Daniel, Bálsamo, Nancy. Renzini, María Soledad, Moyano, Elizabeth Laura Falcon, Horacio (2019).** “*Biomasa Lignocelulósica: Una Plataforma Alternativa y Sustentable a los Recursos Fósiles.* pp 355-356, Congreso Internacional de Ingeniería Aplicada a la Innovación y Educación - Asamblea General de ISTE, Ibero-American Science and Technology Education Consortium