



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TOLUCA

**“EFECTO DE DOS MORFOLOGÍAS DE ADSORBENTES
A BASE DE QUITOSANO SOBRE LAS CAPACIDADES
DE ADSORCIÓN DE TRES COLORANTES SINTÉTICOS”**

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN
CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**PRESENTA:
DANIEL AYALA GUTIÉRREZ
No. CONTROL:
M22281246**

**DIRECTORA DE TESIS:

DRA. ROSA ELVIRA ZAVALA ARCE**

**CODIRECTOR DE TESIS:

DR. ALFREDO GARCÍA GONZÁLEZ**

METEPEC, ESTADO DE MÉXICO, AGOSTO DE 2025



Educación
Secretaría de Educación Pública



INSTITUTO TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



Instituto Tecnológico de Toluca
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Metepec, Edo. de México, **18/Agosto/2025**
DEPI-3200-435/2025

DANIEL AYALA GUTIÉRREZ
CANDIDATO AL GRADO DE MAESTRO
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 **"EFECTO DE LA MORFOLOGÍA DE ABSORBENTES A BASE DE QUITOSANO SOBRE LAS CAPACIDADES DE ABSORCIÓN DE TRES COLORANTES SINTÉTICOS"**, 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
ENCARGADO DE LA JEFATURA DE LA DIVISIÓN
DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



ccp. Archivo
JSJ/mccf



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. Tecnológico 574, Col. Agrícola Belvista, Metepec, Edo. de México,
C.P. 52148. Tels. Dirección: 7222687285. Correo: 7222687286
e-mail: info@toluca.tecnm.mx | tolucm.mx | tolucatecnm.mx





Educación
Secretaría de Educación Pública



INSTITUTO TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO



Instituto Tecnológico de Toluca
Comunicación y Difusión

Metepec, Edo. de México, **15/Agosto/2025**
DEPI-3200-433/2025

DR. JORGE SÁNCHEZ JAIME
ENCARGADO 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 denominada **"EFECTO DE DOS MORFOLOGÍAS DE ADSORBENTES A BASE DE QUITOSANO SOBRE LAS CAPACIDADES DE ADSORCIÓN DE TRES COLOTANTES SINTÉTICOS"**, que como parte de los requisitos para obtener el grado académico de **MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL** presenta el C. **DANIEL AYALA GUTIÉRREZ** con número de control **M22281246** 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

DRA. ROSA ELVIRA ZAVALA ARCE
DIRECTORA DE TESIS

DR. ALFREDO GARCÍA GONZÁLEZ
CODIRECTOR DE TESIS

DRA. BEATRIZ GARCÍA GAITÁN
REVISORA DE TESIS

DRA. MARÍA DE LA LUZ JIMÉNEZ NÚÑEZ
REVISORA DE TESIS

ccp. Archivo
JSJ/mccf



2025
Año de
La Mujer
Indígena

Av. Tecnológico S/N, Col. Agrícola Bellavista, Metepec, Edo. de México.
C.P. 52148, Tels. Dirección: 7222087205, Conmut.: 7222087200
e-mail: info@toluca.tecnm.mx | tecnm.mx | toluca.tecnm.mx



Agradecimientos

Agradezco al Instituto Tecnológico de Toluca por brindarme la oportunidad de desarrollar experimentalmente este proyecto. Expreso mi gratitud a mis directores de tesis, la Dra. Rosa Elvira Zavala Arce y el Dr. Alfredo García González, por el voto de confianza en mí y otorgarme la oportunidad de crecimiento, por todas sus enseñanzas, conocimientos y disponibilidad constante, a los miembros de mi comité Dra. Beatriz García Gaitán, Dra. María de la Luz Jiménez Núñez, por su cooperación en la revisión de esta tesis y su ayuda en la interpretación de los experimentos realizados.

A mis amigos: Alejandra, Alfonso, Julio, Gaby, Efrén, Mary, Eric, Adrián, Eli y Mel, gracias aportarme de su tiempo, por su entusiasmo, por aguantar mis ocurrencias en todas las pláticas entre experimentos, por ser un gran apoyo en esta etapa de investigación al compartirme de su conocimiento, experiencia y hacer un gran equipo, gracias por esas manos extras que siempre aparecían cuando más se necesitaban, sin ustedes este trabajo sería como un laboratorio sin equipos ni reactivos, imposible de arrancar y trabajar.

Finalmente agradezco a las instituciones: Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación SECIHTI (antes CONACYT) por la Beca Nacional 2022 con No. CVU: 1237222. Al Tecnológico Nacional de México por el apoyo al financiamiento a través del proyecto 18313.23-P, al igual que al Laboratorio de Investigación en Ingeniería Ambiental del Instituto Tecnológico de Toluca. Gracias por apostar por la educación y la investigación en México.

Dedicatorias

A Dios, le dedico este trabajo, gracias por guiarme en este camino, por darme fortaleza en todas las pruebas superadas, gracias por ponerme en mi vida a personas responsables, competentes y dignas de confianza, sin tu gracia nada de esto hubiera sido posible.

A mis padres Antonio Ayala y Eva Gutiérrez, porque han sido mi principal pilar de valores, amor y paciencia en todo momento, gracias por toda su experiencia de vida, este logro también es de ustedes, fruto de su entrega, trabajo y sacrificios.

A mi hermana Lore y mi cuñado David por ser esa fuerza extra que tengo como fuente de admiración, gracias por todo su amor y apoyo incondicional, por enseñarme que con perseverancia se ganan las victorias.

A mi sobrino Abraham porque en tu curiosidad recuerdo que el conocimiento no tiene límites, veo en ti el futuro y el motivo para seguir dando el ejemplo.

A mis asesores Dra. Rosa Elvira y Dr. Alfredo, por su paciencia, conocimiento y orientación durante cada etapa del posgrado, me inspiran a pensar con rigor y actuar con ética siempre, teniendo la finalidad de convertirme en un mejor profesional.

RESUMEN

En este trabajo de investigación se evaluó la capacidad de adsorción de tres colorantes (amarillo No. 5, rojo No. 2 y azul No. 1) en agua sintética, utilizando materiales a base de quitosano en dos morfologías: películas y perlas. Los adsorbentes fueron sintetizados con variaciones en grosor y dosis de entrecruzante (EGDE), y caracterizados mediante espectroscopía FTIR, análisis térmico y morfológico.

Se realizaron estudios de hinchamiento, punto de carga cero, cinéticas e isothermas de adsorción, así como pruebas de desorción. Los resultados indicaron que las películas presentaron mayor estabilidad en medios ácidos, mientras que las perlas se desintegraron. La película P-0.32T-B (0.32 mm, 650 μ L EGDE) mostró las mejores capacidades de adsorción: 795.086 mg/g (amarillo No. 5), 755.779 mg/g (rojo No. 2) y 723.896 mg/g (azul No. 1).

Las cinéticas se ajustaron al modelo de pseudo primer orden, y las isothermas al modelo de Sips, sugiriendo una adsorción física sobre superficies heterogéneas. En los estudios de desorción, se identificaron condiciones óptimas (NaOH 0.05 M, pH 12.5), observando una disminución del 50–60% en la capacidad de adsorción tras cinco ciclos.

Estos resultados demuestran el potencial del quitosano como adsorbente eficiente en procesos de tratamiento de aguas contaminadas con colorantes

ABSTRACT

This research evaluated the adsorption capacity of three dyes (Yellow No. 5, Red No. 2, and Blue No. 1) in synthetic water using chitosan-based materials synthesized in two morphologies: films and beads. The adsorbents were prepared with variations in thickness and crosslinker dosage (EGDE), and characterized through FTIR spectroscopy, thermal analysis, and morphological studies.

Swelling tests, point of zero charge determination, adsorption kinetics and isotherms, as well as desorption experiments were conducted. The results indicated that the films exhibited greater stability in acidic media, whereas the beads disintegrated. The film P-0.32T-B (0.32 mm, 650 μ L EGDE) showed the highest adsorption capacities: 795.086 mg/g (Yellow No. 5), 755.779 mg/g (Red No. 2), and 723.896 mg/g (Blue No. 1).

The adsorption kinetics fit best to the pseudo-first-order model, and the isotherms to the Sips model, suggesting physical adsorption on heterogeneous surfaces. In the desorption studies, optimal conditions were identified (NaOH 0.05 M, pH 12.5), with a 50–60% decrease in adsorption capacity after five cycles.

These results demonstrate the potential of chitosan as an efficient adsorbent in the treatment of dye-contaminated water.

ÍNDICE

RESUMEN	VI
ABSTRACT	VII
ÍNDICE	VIII
ÍNDICE DE FIGURAS Y TABLAS	XII
1 INTRODUCCIÓN	1
2 FUNDAMENTOS	4
2.2 COLORANTES	5
2.2.1 Clasificación de los colorantes.....	6
2.2.2 Colorantes azoicos	7
2.2.3 Efectos ambientales de los colorantes.....	7
2.2.4 Colorantes utilizados en el proyecto	8
2.2.5 Cuantificación de los colorantes	12
2.2.6 Coeficiente de Difusividad	13
2.3 TECNOLOGÍAS DE REMOCIÓN PARA COLORANTES	14
2.4 PROCESOS DE ADSORCIÓN	17
2.4.1 Adsorción.....	17
2.4.2 Cinéticas de adsorción.....	20

2.4.3 Isotermas de adsorción.....	24
2.5 DESORCIÓN	27
2.6 BIOSORBENTES.....	27
2.6.1 Quitosano	28
2.6.2 Agentes entrecruzantes	30
2.6.3 Etilenglicol diglicidil éter (EGDE).....	31
2.7 MÉTODOS DE ADSORCIÓN DE COLORANTES CON QUITOSANO	32
2.8 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	34
2.8.1 Contenido de Humedad	35
2.8.2 Hinchamiento de materiales	35
2.8.3 Punto de carga cero (PCC).....	36
2.8.4 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	37
2.8.5 Espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS):	37
2.8.6 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier	37
2.8.7 Análisis Termogravimétrico (TGA)	38
2.8.8 Calorimetría Diferencial de Barrido	38
3 MÉTODO	39
3.1 SÍNTESIS DE LOS ADSORBENTES	40
3.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES	42

3.2.1 Espesor de los materiales.....	42
3.2.2 Porcentaje de humedad.....	44
3.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido	45
3.2.4 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier	45
3.2.5 Análisis Termogravimétrico.....	46
3.2.6 Calorimetría Diferencial de Barrido	46
3.2.7 Porcentaje de hinchamiento de materiales	46
3.2.8 Punto de carga cero (PCC).....	47
3.3 EXPERIMENTOS DE ADSORCIÓN	47
3.3.1 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción	48
3.3.2 Coeficiente de difusión de los colorantes.....	48
3.3.3 Cinéticas de Adsorción	49
3.3.4 Isotermas de Adsorción	50
3.4 EXPERIMENTOS DE DESORCIÓN	50
3.4.1 Pruebas preliminares de desorción.....	51
3.4.2 Ciclos de Adsorción-Desorción	51
4 RESULTADOS.....	52
4.1 SÍNTESIS DE LOS ADSORBENTES	52
4.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES	54

4.2.1 Dimensiones de los adsorbentes	54
4.2.2 Porcentaje de Humedad	56
4.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido	59
4.2.4 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier	61
4.2.5 Análisis Termogravimétrico	64
4.2.6 Calorimetría Diferencial de Barrido	66
4.2.7 Porcentaje de Hinchamiento de materiales	67
4.2.8 Punto de carga cero (PCC)	70
4.3 EXPERIMENTOS DE ADSORCIÓN	71
4.3.3 Cinéticas de adsorción	75
4.3.4 Isotermas de adsorción	81
4.4 EXPERIMENTOS DE DESORCIÓN	85
4.4.1 Pruebas preliminares de desorción	85
4.4.2 Ciclos de Adsorción-Desorción	87
5 CONCLUSIONES	92
6 REFERENCIAS	93

ÍNDICE DE FIGURAS Y TABLAS

Figura 2.1 Estructura molecular del colorante Amarillo no. 5 (Tartrazina).....	9
Figura 2.2 Estructura molecular del colorante Rojo no. 2 (Amaranto).	11
Figura 2.3 Estructura molecular del colorante Azul no. 1 (Azul Brillante).	12
Figura 2.4 Comparación de las isotermas de modelos lineal, Langmuir y Freundlich.	24
Figura 2.5 Molécula del quitosano.....	29
Figura 2.6 Molécula del EGDE.	32
Figura 3.1 Metodología para la adsorción de Colorantes azoicos con películas y perlas de Quitosano-EGDE.....	39
Figura 4.1 Proceso de síntesis de materiales: a) Películas de quitosano con EGDE y b) Perlas de quitosano con EGDE.....	53
Figura 4.2 Materiales sintetizados: a) Películas Quitosano - EGDE y b) Perlas Quitosano - EGDE.....	53
Figura 4.3 Micrografía obtenida para mediciones del espesor en perlas de Quitosano- EGDE a) muestra: Pr-30-0.3B y b) muestra Pr-50-0.3C	56
Figura 4.4 Gráfico comparativo del porcentaje de humedad promedio para las películas a diferentes grosores y dosis de entrecruzante.....	57
Figura 4.5 Gráfico comparativo de los resultados del porcentaje de humedad promedio para las perlas sintetizadas.....	58

Figura 4.6 Micrografías MEB de película Quitosano-EGDE a) superficie de película P-0.32T-B y b) Determinación del tamaño del poro mediante la medición del radio promedio.	59
Figura 4.7 Micrografías MEB de perlas Quitosano-EGDE a) superficie de perla Pr-30-0.6C b) Acercamiento en uno de los poros observables.	60
Figura 4.8 Espectros FTIR de las muestras de Quitosano grado reactivo, Entrecruzante EGDE, Película P-0.3 2T-B y perla Pr-30-0.6B.....	63
Figura 4.9 Termogramas a) P-0.32T-B y Película sin dosis de entrecruzante y b) Pr-30-0.6B y Perla sin dosis de entrecruzante.....	64
Figura 4.10 Calorimetría diferencial de barrido (DSC) a) PL-0.32T-B y películas sin entrecruzante y b) Pr-30-0.6B y perla sin entrecruzante	66
Figura 4.11 Porcentaje de hinchamiento de películas Quitosano-EGDE en los diferentes valores de pH	68
Figura 4.12 Porcentaje de hinchamiento de perlas Quitosano-EGDE en los diferentes valores de pH	69
Figura 4.13 PCC de las películas de Quitosano-EGDE a sus diferentes grosores...	71
Figura 4.14 Influencia del pH de la solución y dosis del entrecruzante EGDE en la capacidad de adsorción de los colorantes a) Amarillo No.5. b) Rojo No.2 y c) Azul No.1	72
Figura 4.15 Influencia del pH de la solución y la concentración de soluciones de colorante en la capacidad de adsorción a) Amarillo No.5. b) Rojo No.2 y c) Azul No.1	73

Figura 4.16 Cinéticas de adsorción de los colorantes sintéticos azoicos con películas P-0.32T-B y P-0.39T-B, a la temperatura de 10, 30 y 50 °C a) Para el Amarillo No.5 b) Para el Rojo No.2 y c) Para el Azul No. 1	76
Figura 4.17 Ajuste de modelos cinéticos de adsorción a) Amarillo no. 5, b) Rojo no. 2 y c) Azul no. 1.....	80
Figura 4.18 Isotermas de adsorción de los colorantes sintéticos azoicos con películas P-0.32T-B y los colorantes utilizados en este trabajo.....	82
Figura 4.19 Isotermas de adsorción de los colorantes sintéticos azoicos con películas P-0.32T-B y los colorantes utilizados en este trabajo.....	83
Figura 4.20 Gráficos comparativos entre la desorción de dos soluciones Sosa NaOH y Carbonato de Sodio Na_2CO_3 con el colorante Amarillo no.5 a) Concentración de soluciones vs pH final en función de la capacidad de desorción y b) Concentración de soluciones vs capacidad de desorción	86
Figura 4.21 Ciclos de Adsorción-Desorción de las películas P-0.32T-B, colorante Amarillo no. 5 y desorción con NaOH 0.05M.....	87
Figura 4.22 Ciclos de Adsorción-Desorción de las películas P-0.32T-B, colorante Rojo no. 2 y desorción con NaOH 0.05M	88
Figura 4.23 Ciclos de Adsorción-Desorción de las películas P-0.32T-B, colorante Azul no. 1 y desorción con NaOH 0.05M	89
Figura 4.24 Apariencia de las películas P-0.32T-B después de la adsorción y al final de la desorción a) Con Amarillo no. 5, b) Con Azul no. 1 c) Con Rojo no. 2	90

Tabla 2.1 Características de los diferentes tipos de adsorción (García, 2021).	19
Tabla 3.1 Determinación de la relación Área / volumen durante la síntesis de películas Quitosano-EGDE.....	41
Tabla 3.2 Determinación condiciones durante la síntesis de perlas Quitosano-EGDE	42
Tabla 3.3 Determinación del grosor y nombre para las películas de Quitosano-EGDE en la síntesis de materiales.	43
Tabla 4.1 Grosos obtenidos para las películas de Quitosano-EGDE sintetizadas.	54
Tabla 4.2 Análisis EDS de los materiales sintetizados	60
Tabla 4.3 Resultados y comparación de los Termogramas de película y perlas de Quitosano y Quitosano-EGDE.....	65
Tabla 4.4 Coeficientes de difusión de los colorantes a diferentes temperaturas.	75
Tabla 4.5 Resumen de tiempos de equilibrio de adsorción de cada colorante por cada uno de los materiales	77
Tabla 4.6 Comparación de la capacidad de adsorción de colorantes con otros autores	78
Tabla 4.7 Resumen de cinéticas de adsorción y el ajuste a modelos matemáticos de película P-0.32T-B con cada uno de los colorantes sintéticos utilizados	80
Tabla 4.8 Resumen de parámetros de ajuste a modelos matemáticos de isothermas de P-0.32T-B con cada uno de los colorantes sintéticos utilizados.....	84

1 INTRODUCCIÓN

Ante el crecimiento notable de la población durante los últimos años surgió el desarrollo de nuevas industrias para satisfacer las necesidades emergentes, estas mismas han sobreexplotado y contaminado de manera considerable los recursos naturales, siendo el recurso del agua el más afectado. Una de las principales causas de la contaminación del agua es el vertido de colorantes sintéticos (Pérez et al., 2023, Abhinaya et al, 2021) provenientes de industrias alimenticias, farmacéuticas, textiles y cosméticas, anualmente se producen alrededor de 700,000 toneladas de colorantes en todo el mundo (Almeida y Corso, 2018) en su mayoría son de origen sintético y se caracterizan por poseer propiedades físicas como una alta solubilidad en medios acuosos, además, su presencia en los cuerpos de agua, genera condiciones altamente tóxicas para los organismos acuáticos y para los seres humanos, además de ser capaces de absorber la luz solar e impedir el desarrollo de reacciones biológicas como la fotosíntesis, los colorantes, son compuestos recalcitrantes, estables ante elevadas temperaturas, exposición lumínica y acción microbiana. Por lo tanto, la mayoría de los colorantes no son biodegradables y su eliminación es difícil por métodos comunes, los colorantes liberan radicales durante su descomposición actuando como agentes carcinogénicos y tóxicos para los seres vivos (Mijinyawa et al., 2022).

El amarillo No. 5, es uno de los colorantes artificiales más utilizados en la industria de alimentos. Debido a su gran estabilidad se usa en productos de repostería, helados, postres, caramelos entre otros. Sin embargo, pertenece al grupo de aditivos que pueden provocar alergias, dañar el ADN, hiperactividad y se sospecha de sus efectos inmunodepresores, pese a esto, a partir del 2010, los alimentos que contienen tartrazina deben de indicarlo de forma obligatoria en sus etiquetas (Paz, 2024).

El colorante rojo No. 2 se considera como uno de los más dañinos, sin embargo, es ampliamente utilizado en las industrias textiles, papeleras, productos alimenticios, entre otras. Se ha establecido una restricción en el consumo de este colorante, ya que puede producir tumores, lo cual se ha demostrado gracias a experimentos realizados

en ratas, aunque aún no se ha comprobado este efecto en seres humanos (Balderas 2021).

El colorante azul no. 1 de igual manera es utilizado en la industria alimenticia y farmacéutica, debido a su amplio uso hace que este colorante se encuentre presente en los cuerpos de agua durante los muestreos realizados en diferentes estudios (Marmion, 2012).

Estas propiedades de los colorantes los hacen el objeto de estudio proponiendo así un tratamiento basado en adsorción para la decoloración de aguas, estudios recientes han probado la efectividad de un biopolímero llamado quitosano, el cual presenta alta capacidad de adsorción gracias a su habilidad para aglomerar contaminantes en su estructura, además de poseer una eficiente desorción y al final del proceso se puede incorporar a la actividad microbiana y completar el ciclo de descomposición orgánica (Bafana et al., 2011).

El quitosano es un polisacárido natural, biodegradable y su origen proviene de la quitina que se extrae del exoesqueleto de algunos crustáceos (Abhinaya et al, 2021), por medio de reacciones de acetilación se obtiene el biopolímero; entre sus características principales se encuentra que es insoluble en agua, y soluble en compuestos orgánicos polares, su naturaleza no es tóxica y tiene la capacidad de ser moldeado en diferentes formas, como por ejemplo en membranas, microesferas, esferas de gel, películas, nanopartículas y nano fibras, con la finalidad de tener diferentes aplicaciones, además de contar con la aprobación de la agencia americana de protección del medioambiente (EPA) que permite el uso del quitosano en el tratamiento de agua potable, aguas residuales y aguas industriales.

Esta alternativa ecológica aprovecha residuos orgánicos provenientes de las industrias pesquera y restaurantera, sin embargo, aunque el quitosano muestra un gran potencial, sufre de inconvenientes tales como propiedades mecánicas, alta solubilidad en medios ácidos y baja resistencia térmica. Por tanto, la modificación de este polímero es una solución eficaz para producir una estructura adecuada, en este trabajo, se

utilizaron sustancias como el Etilenglicol diglicidil éter (EGDE) que mediante una reacción de entrecruzamiento se demuestra por medio de estudios de caracterización y por las pruebas de adsorción que es un material efectivo para la remoción y decoloración de aguas con colorantes. Además, se evaluó la capacidad de adsorción de dos morfologías perlas y películas a base de quitosano, con el objetivo de determinar las mejores condiciones para optimizar la adsorción. Finalmente, como parte de la responsabilidad ambiental, se determinaron los ciclos de reutilización del material mediante estudios de adsorción y desorción para prolongar su vida útil.

2 FUNDAMENTOS

2.1 EL AGUA Y LA CONTAMINACIÓN

Para suministrar los recursos hídricos a una población se requiere contribuir a la preservación de los recursos naturales, para esto hay que afrontar y resolver los diferentes problemas. Hoy en día la contaminación del agua es un problema de suma importancia ya que se visto un incremento muy importante, debido a la creciente demanda de ésta por las industrias y por las poblaciones humanas.

En México, los problemas de agua se han incrementado considerablemente durante los últimos años. En algunos estados de la República Mexicana, la situación es crítica y hoy en día esta problemática resulta de carácter importante debido a que se está experimentando diversos cambios de clima a lo largo del país, sumando la falta de corrientes de aguas superficiales y la sobre explotación de los acuíferos naturales (Vázquez y Guerrero, 2017).

Actualmente los principales contaminantes que se han detectado en nuestros cuerpos de agua a través de estudios recientes son: materia orgánica, microorganismos, hidrocarburos, desperdicios industriales, metales pesados, plaguicidas, productos químicos domésticos, desechos radioactivos y colorantes, estos últimos son principalmente los de naturaleza sintética y especialmente los colorantes azoicos, cuyas características a considerar de este tipo de colorantes es su alta solubilidad y que son difíciles de degradar por métodos y tratamientos ya sea físicos o químicos convencionales, industrias como las textiles y alimenticias, los utilizan para brindar una apariencia agradable a sus productos, debido a que es una cualidad sensorial muy influyente a la hora de elegir un producto (Velázquez, 2022). Los desechos impactan de manera significativa en temas biológicos debido a que consecuentemente limitan el desarrollo de la vida acuática, pues actividades como la fotosíntesis son afectadas directamente, al no permitir el paso de los rayos solares, interviniendo en procesos biológicos de algunas algas y bacterias modificando con esto, la cantidad de oxígeno

dentro del cuerpo de agua, lo que provoca consecuencias para el desarrollo de organismos como los peces (García, 2021).

En la actualidad, existen más de 10,000 colorantes comercialmente disponibles y se estima que entre el 10 y el 15% del colorante se pierde en el efluente durante el proceso. Estos valores son preocupantes si se considera que los colorantes pueden ser tóxicos y cancerígenos para vida, además, las operaciones industriales de coloración exigen gran cantidad de agua, entre 125 y 170 L/kg de producto (Vázquez y Guerrero, 2017). Las estructuras de los colorantes y sus atributos son muy complejos y variables, muchos de ellos tienen origen orgánico, pero los más utilizados en diversas industrias, son los de naturaleza sintética ya que hay ciertos criterios en los productos finales como lo son tiempos largos de vida de anaquel y mejores condiciones para el almacenamiento, sin embargo, la descomposición de los colorantes en los procesos de tratamiento biológico de aguas es limitado, solo algunas enzimas metabólicas, bacterias anaeróbicas, incluso la digestión en la flora intestinal de mamíferos logra degradarlos a aminas aromáticas carcinogénicas, derivadas de la ruptura de los enlaces de colorantes sintéticos (García, 2021), es por esto que algunos colorantes específicos han sido restringidos en Estados Unidos y en la Unión Europea debido a daños y efectos tóxicos en la salud de los humanos (Bafana et al., 2011).

2.2 COLORANTES

Un colorante es una sustancia orgánica soluble en medio neutro, ácido o básico con una estructura molecular saturada, electrónicamente inestable; pueden ser de origen natural o sintético (Díaz, 2024), son solubles en agua debido a la presencia de al menos un grupo ácido formador de sal; el más común es el grupo sulfónico, seguido del grupo carboxílico que también tiene dicha capacidad (Nambela y Haule, 2020).

Los colorantes son una combinación de estructuras no saturadas que contienen ciertos grupos conocidos como cromóforos y auxocromos. Los cromóforos son átomos

responsables de producir el color y los auxocromos complementan el cromóforo y hacen que las moléculas sean solubles en agua y mejoran la afinidad del colorante hacia los diversos materiales; están formados por un átomo donador de electrones causante de la intensidad del color (Munguía, 2019)

Debido a sus propiedades como a la fuerte resistencia a la luz, así como a los tratamientos térmicos y a soportar pH extremos; los colorantes son utilizados ampliamente en procesos industriales, con el objeto de hacer más atractivo un producto y aumentar su aceptación por el consumidor (H. S. Rai, et al, 2005).

2.2.1 Clasificación de los colorantes

Existen diversas clasificaciones sobre los colorantes, por ejemplo, si atendemos un criterio como el origen, los podemos clasificar como:

Colorantes naturales: Son colorantes que se derivan de plantas, de animales o minerales. Una parte considerable de estos colorantes se extrae de los vegetales que provienen de las plantas (raíces, bayas, cortezas, hojas y madera), y otra parte se extrae de otras fuentes orgánicas como los hongos y los líquenes (Díaz,2024).

Colorantes sintéticos: El desarrollo de la tecnología en el ramo de la química permite la producción de colorantes por síntesis a partir de derivados del petróleo. Principalmente se subdividen en dos grupos, los colorantes catiónicos y los aniónicos.

- a) Catiónicos o básicos: Son aquellos colorantes que poseen una carga neta positiva, suelen tener grupos de sales de amonio cuaternario que se aplican sobre papel, nylon o poliéster, aunque su uso original era la tinción de sedas y algodones. Algunos de éstos presentan actividad biológica y se emplean como antisépticos.
- b) Aniónicos o ácidos: Tiene carga neta negativa, suelen tener uno o más grupos sulfónicos, son solubles en agua que se aplican sobre nylon, lana, seda,

acrilatos, papel, piel, trabajos de impresión, alimentos y productos cosméticos (Alarcón, 2019).

2.2.2 Colorantes azoicos

Los colorantes azoicos son los más versátiles y con el paso de los años han conseguido un sinnúmero de aplicaciones, esto se debe a que se pueden sintetizar un gran número de colores únicamente con la modificación de sus estructuras químicas, estos colorantes forman parte de una familia muy peculiar que se caracteriza por la presencia de un nitrógeno unido a anillos aromáticos (R) , el grupo azo ($R - N = N - R$) , como características principales podemos encontrar que son más estables que los colorantes naturales, ya que son resistentes al calor y no se decoloran ante la luz, estos colorantes tienen la peculiaridad de absorber radiación electromagnética en espectro de la región visible, por lo que el compuesto presentara un color específico y además por ser azoico el grupo presente, se intensifica su color (Munguía, 2019).

En la actualidad el número permitido de estos colorantes es muy pequeño en comparación con los existentes, debido a sus efectos potencialmente perjudiciales para la salud, por causar reacciones alérgicas, ser potencialmente cancerígenos, provocar alteraciones en el comportamiento y aprendizaje de los niños y adolescentes (Delgado, 2006).

2.2.3 Efectos ambientales de los colorantes

Ante el vaciado de los efluentes industriales en los cuerpos de agua, las afectaciones pueden causar una gran variedad de impactos negativos, desde la alteración de los equilibrios ecológicos del medio hasta el deterioro del recurso hídrico, pasando por la afectación de la salud (Sutherland et al, 2020). Estos colorantes presentan como principal consecuencia la contaminación de agua obstaculizando el paso de la luz,

provocando que organismos autótrofos no produzcan su alimento y de esta manera interrumpen la cadena trófica en ecosistemas acuáticos. Adicional a esto, se aumenta la posibilidad de indicios de toxicidad en los humanos ya que los colorantes azoicos pueden tener diversos riesgos a la salud, desde una alergia, hasta el desarrollo de un tumor cancerígeno (Rodríguez, 2022, Bafana et al., 2011), por otro lado, en animales se han observado efectos negativos en el hígado, riñones, sistemas inmunitarios, nervioso o provocar la mortandad de la fauna (Díaz, 2024).

2.2.4 Colorantes utilizados en el proyecto

Los colorantes utilizados en este proyecto son del tipo sintéticos, por naturaleza son ácidos y en su mayoría de clasificación azoicos, su uso en procesos industriales es amplio, sobre todo en alimentos, cosméticos y fármacos, poseen autorización de aplicación en alimentos, la peculiaridad de todos estos colorantes es que sus efectos ambientales cuando son descargados a los cuerpos de agua impactan de manera considerable a los ecosistemas poniendo en riesgo la vida acuática, a continuación en la Tabla 2.1, se muestran las características de cada colorante utilizado.

Tabla 2.1 Colorantes utilizados en el proyecto de investigación

Colorante	Nombre común	Longitud de onda (nm)	Peso molecular (g/mol)	Fórmula
Azul no. 1	Azul brillante	630	792.85	$C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$
Amarillo no. 5	Tartrazina, tartracina	425	534.4	$C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$

Rojo no. 2	Azorrubina S, amaranto	521	604.5	$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$
-------------------	---------------------------	-----	-------	--------------------------------

a) Amarillo no. 5 (FD&C Yellow 5, E102)

Su nombre común es tartrazina o tartracina, es un colorante artificial de características ácidas, comúnmente usado en la industria alimentaria, es parte de los colorantes azoicos, como se puede observar en la Figura 2.1. Su índice de color es el 19140, su nombre IUPAC: ácido 4,5-dihidro-5-oxo-1-(4-sulfofenil)-4-[4-sulfofenil) azol]-1-H-pirazol-3-carboxílico, sal trisódica.

Este colorante es capaz de formar aminas aromáticas, las cuales atraviesan fácilmente la barrera intestinal (Balderas, 2021), las características principales es que son altamente solubles en agua y en grasas, además de poseer una resistencia importante a la degradación, parte primordial de esto es que cuando se rompen los enlaces del grupo azo, se generan como productos aminas aromáticas altamente tóxicas, mismas que se han demostrado ser cancerígenas (Bafana *et al.*, 2011).

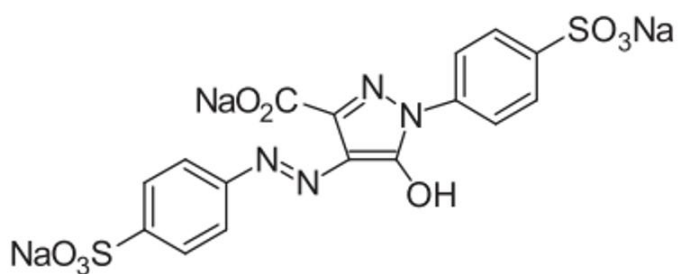


Figura 2.1 Estructura molecular del colorante Amarillo no. 5 (Tartrazina).

La tartrazina es uno de los colorantes más utilizados en alimentos, su uso está autorizado en más de sesenta países, incluyendo en la Unión Europea y en Estados Unidos (Velázquez, 2022), sin embargo, su uso está regulado a nivel mundial por entidades como la *Food and Drug Administration* (FDA) para Estados Unidos y por la EFSA (*European Food Safety Authority*) para Europa (Mendoza, 2014), en Colombia la resolución N°10593 de 1986 rige el consumo de tartrazina y establece que el límite máximo permitido es de 100 mg/kg producto. Sin embargo, la FAO/OMS y el comité de científicos de Europa de la comisión de Europa (CE) dicta que la ingesta diaria admisible (IDA) para el amarillo N°5 o tartrazina es de 4 a 8 mM (Zioui et al, 2022). Es un colorante ampliamente utilizado, debido en gran parte al costo del colorante y a su vida útil de aproximadamente 300 días en presencia de UV (Velázquez, 2022) por ejemplo, en productos de repostería, fabricación de galletas, derivados cárnicos, sopas preparadas, conservas vegetales, helados y caramelos, o en la elaboración de bebidas refrescantes.

b) Rojo no. 2 (FD&C Red 2, E123)

Es mejor conocido como Amaranto o Azorrubina S, es un colorante aniónico sintético cuyo índice de color es el 16185, es un colorante perteneciente al grupo de los colorantes monoazoicos. Su CAS No. es 915-67-3, cuya estructura se aprecia a continuación en la Figura 2.2. Si se descarga en los cuerpos de agua sin tratamiento previo, el agua residual que contiene el colorante afecta la estética y transparencia del agua, lo cual bloquea la penetración de los rayos solares y la oxigenación, lo que es muy peligroso para la vida acuática. Otra consecuencia que tiene el uso de este colorante es que puede causar efectos adversos a la salud, tal como tumores, alergias, problemas respiratorios, defectos de nacimiento, mutaciones y cáncer entre otras cosas (Balderas, 2021).

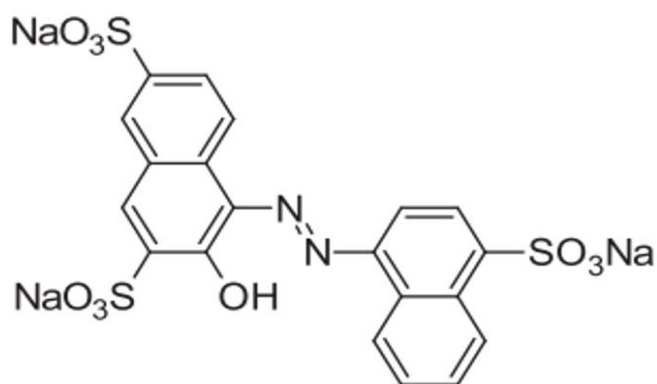


Figura 2.2 Estructura molecular del colorante Rojo no. 2 (Amaranto).

Es un colorante ampliamente utilizado para colorear alimentos, dulces, gelatinas, bebidas como el vino, bebidas azucaradas o de café, aderezos, mermeladas, fármacos y cosméticos (Sánchez y Dévora, 2018), así como indicador de reacciones químicas. Es de color rojo púrpura, puede formar grumos y es un derivado del petróleo.

Al ser un colorante azoico, puede provocar reacciones en personas alérgicas al ácido salicílico. En estudios con ratas se establece una conexión entre consumo de amaranto y la producción de varios tumores con efectos mutágenos, y teratógenos (García, 2021).

c) Azul no. 1 (FD&C BLUE 1, E133)

Es también conocido como Azul brillante FCP, azul laca 1 o Blue 1, en la Figura 2.3 se muestra la estructura; este colorante se extrae directamente del petróleo, su índice de color es el 42090, su CAS no. es 3844-45-9 su nombre IUPAC es α -(4(N-etil-3-sulfonato-bencilamino)-fenil)- α -(4-Netil-3-sulfonatobenzilamino)-ciclohexa-2,5-

dienilideno)-tolueno-2-sulfonato disódico. Es un colorante sintético utilizado ampliamente en la industria de alimentos, físicamente es un polvo de color azul rojizo muy volátil, con tonalidad azul grisácea, pertenece al grupo de colorantes trifenilmetano, es sumamente soluble en agua y ligeramente soluble en etanol.

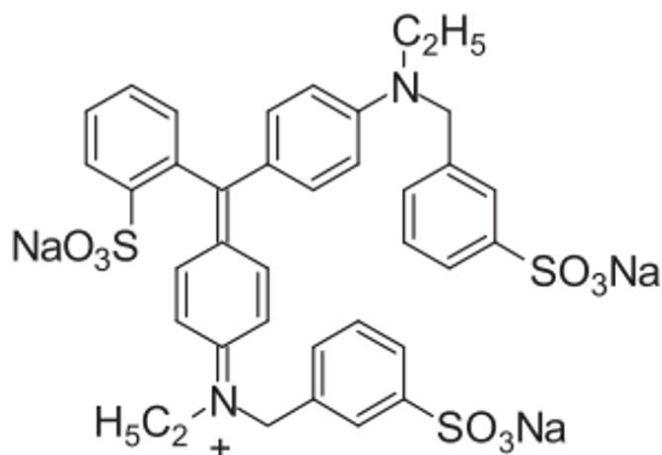


Figura 2.3 Estructura molecular del colorante Azul no. 1 (Azul Brillante).

Entre las aplicaciones más comunes se encuentran el uso en pastillas, goma de mascar, galletas, chocolates y en diversos productos de confitería, alimentos y bebidas.

2.2.5 Cuantificación de los colorantes

La cuantificación de los colorantes se usa para determinar la cantidad de sustancia responsable del color, una técnica con la cual es posible medirla es con ayuda de la espectrofotometría UV-Visible, un espectrofotómetro es un dispositivo que se utiliza para el análisis cuantitativo de una sustancia química, biológica, orgánica o inorgánica. Para ello, se mide la cantidad de luz que es absorbida por el compuesto presente en una solución. Posee una serie de regiones del espectro de luz, empezando por la

ultravioleta (UV), comprendida desde los 190 nm a los 380 nm, después la luz visible (Vis), de los 380 nm a los 750 nm y por último la luz infrarroja cercana (NIR por sus siglas en inglés), va desde los 800 nm a los 2500 nm (Moreno et al., 2021).

La espectrofotometría UV-Vis tiene su principio en la Ley de Lambert-Beer, que expresa la relación entre absorbancia de luz y concentración de un colorante en solución. La absorbancia de una solución es directamente proporcional a su concentración a mayor número de moléculas mayor interacción de la luz. Por lo tanto, la señal que se obtiene es proporcional a la concentración del elemento que se mide, la cual se describe a continuación en la Ecuación 2.1 (Díaz, 2024).

$$A = \varepsilon * b * c$$

Ecuación 2.1

Donde A es la absorbancia de la dilución a una longitud dada (adimensional), ε es el coeficiente de extinción molar ($M^{-1} cm^{-1}$), b longitud de paso de la celda (cm) y c es la concentración de la disolución (M).

De acuerdo con la Ley de Lambert-Beer una gráfica de absorbancia contra concentración será una línea recta de pendiente igual a εb , sin embargo, con frecuencia las mediciones de los sistemas químicos reales dan gráficas de la Ley de Beer que no son lineales en todo el rango de concentración que se desea evaluar, por lo que se realizan curvas de calibración relacionando concentración con absorbancia de varias soluciones de la especie absorbente (Balderas, 2021)

2.2.6 Coeficiente de Difusividad

La difusión es el proceso mediante el cual la materia es transportada dentro de un sistema, de un punto con alta concentración a otro de baja concentración, propiciado por movimientos moleculares que son aleatorios, el resultado es una mezcla gradual

de los materiales involucrados, hasta el punto en que las concentraciones llegan a ser las mismas; es decir la difusión se refiere al transporte neto de elementos de una sola fase (sólido, líquido o gas) en ausencia de mezcla (De Armas y Yadiana, 2021).

Existen diversos métodos para poder determinar el coeficiente de difusión, sin embargo, existen algunas restricciones sobre todo en líquidos ya que la determinación carece de exactitud en comparación con otro estado de agregación como lo es el gaseoso (García, 2021). En un líquido la difusividad, aumenta cuando aumenta la temperatura, disminuye cuando aumenta el peso molecular, y casi no es afectada por la presión, por tal motivo se han propuesto varias teóricas con el fin de obtener valores cercanos del coeficiente de difusividad en líquidos entre ellas la correlación de Wilke-Chang, que es una modificación del modelo de Stokes-Einstein y se muestra en la ecuación 2.2 (Diaz, 2024).

$$D_{AB} = 1.173 \times 10^{-16} (\phi M_B) \frac{T}{\mu_B V_A^{0.6}} \quad \text{Ecuación 2.2}$$

Donde D_{AB} es el coeficiente de difusión del soluto A en muy bajas concentraciones en el disolvente B (cm^2/s), M_B es el peso molecular del disolvente (g/mol), T es la temperatura ($^\circ\text{K}$), μ_B es la viscosidad del solvente B (centipoise), V_A es el volumen molar del soluto en el punto de ebullición, ϕ es el parámetro de asociación del disolvente (2.6 para el agua).

2.3 TECNOLOGÍAS DE REMOCIÓN PARA COLORANTES

La mayoría de los colorantes al ser contaminantes poco biodegradables requieren de tecnologías apropiadas para su remoción de los efluentes industriales, cientos de toneladas diarias de mezcla de agua residual con color, encuentran camino para depositarse en los cuerpos de agua terrestres, llegando a estas de manera disuelta o en sólidos suspendidos (Valdez, 2015).

Para este tipo de efluentes el utilizar un solo tipo de tecnología para su tratamiento, resulta poco exitoso, como consecuencia de esto, en el tratamiento de aguas residuales coloreadas se utiliza una combinación de diferentes procesos para así obtener agua de la calidad deseada a un costo moderado (Balderas, 2021).

Algunos de los tratamientos empleados se describen a continuación

a) Tratamientos físicos

Los tratamientos físicos para efluentes contaminados con la presencia de colorantes y pigmentos en medios acuosos se relacionan con procesos como lo son la filtración, el intercambio iónico, a los procesos de adsorción, entre otros, tomando este último como uno de los procesos más importantes, entre los materiales adsorbentes reportados en la literatura con mejores porcentajes de remoción están por ejemplo los residuos agroindustriales como el carbón, el aceite de palma, virutas, aserrín, algas, celulosa, hojas de pepino, quitosano por mencionar algunos, la característica principal de este tipo de residuos es su bajo costo y la disminución de residuos orgánicos generados por los humanos (García, 2016).

b) Tratamientos químicos

Para este tipo de tratamientos el manejo de efluentes contaminados con colorantes se presenta principalmente mediante técnicas de oxidación como lo son los procesos de ozonación, ultrasonido, fotocátalisis, procesos de oxidación avanzada, reactivo de fenton, oxidantes convencionales como el peróxido de hidrógeno, también se puede encontrar procesos como son los de floculación y coagulación, electrocoagulación y tratamientos con cloro.

c) Tratamientos Biológicos

El hablar de los tratamientos biológicos presenta una alternativa económica para tratar agua contaminada con colorantes debido a la gran variedad de bacterias tanto aerobias como anaerobias capaces de degradar a los colorantes, sin embargo dicha actividad metabólica puede ser optimizada por la adición de sustratos, fuentes de carbono o energías secundarias a los microorganismos además de variar algunas condiciones del medio como lo son la temperatura, el pH, las concentraciones de los colorantes y la concentración de microorganismos, además de la presencia de oxígeno en el sistema (Vázquez y Guerrero, 2017).

d) Tratamiento fisicoquímico

En cuanto a los procesos fisicoquímicos o llamados también como procesos combinados, los más comunes utilizados para tratar las aguas residuales coloreadas de industrias alimenticias o textiles, son por ejemplo los procesos de floculación, electro-flotación, precipitación, electrocinética, coagulación, intercambio iónico, filtración por membrana, destrucción electroquímica, irradiación y ozonización. Sin embargo, todos estos procesos son costosos y el daño que generan en algunos de los casos es de gran importancia por lo que no pueden ser utilizados por pequeñas industrias para tratar la amplia gama de aguas residuales. (Alarcón 2019.).

Este tipo de tratamientos fisicoquímicos tienen la desventaja de producir lodos hidrofílicos, lo que conlleva a establecer otro tipo de tratamiento adicional por ejemplo el uso de filtración o centrifugación, lo que lleva a sumar otro tipo de gastos que incrementan al costear todo el tratamiento (Piña, 2007)

2.4 PROCESOS DE ADSORCIÓN

2.4.1 Adsorción

En el campo de la sorción se refiere principalmente a dos conceptos básicos, absorción y adsorción. Por un lado, la absorción es un proceso físico en el que las moléculas de una fase interpenetran casi uniformemente a otra fase ambas en solución, por el otro lado, la adsorción es un fenómeno que se lleva a cabo en la superficie del material adsorbente en el que se transfiere la masa del adsorbato (gas o líquido) a la superficie del adsorbente (líquido o sólido), formando así una película atómica o molecular en su superficie. La adsorción puede estar gobernada por fuerzas físicas como las fuerzas de Van der Waals o por factores químicos como enlaces covalentes fuertes (Abhinaya et al, 2021).

En la práctica, por adsorción se entiende a la eliminación de uno o más componentes presentes en una fase líquida o gas mediante un sólido. La fase sólida que adsorbe se denomina adsorbente y cualquier sustancia que sea adsorbida se llama adsorbato, hoy en día se reconoce como un proceso de suma importancia en la mayoría de los procesos físicos, químicos y biológicos (Vargas *et al.*, 2013; Canadell, 2010).

La adsorción de colorantes implica la acumulación o retención en la interfase de moléculas disueltas en el agua en una superficie del adsorbente en su mayoría en estado sólido (Sánchez, et al, 2017). En el caso del tratamiento de colorantes azo se utiliza como adsorbentes comunes el carbón activado, sílice, biosorbentes, resinas, polímeros y biopolímeros los cuales se ha comprobado que retienen de manera efectiva a dichos colorantes en su superficie. Los factores que influyen en el proceso de adsorción de un compuesto se basan en la naturaleza y la estructura del adsorbente, en las propiedades fisicoquímicas del adsorbato y del medio por el cuál la adsorción debe efectuarse. El medio puede intervenir modificando las propiedades fisicoquímicas de adsorbente como la solubilidad y la carga superficial, así como en el carácter hidrófobo/hidrófilo de la muestra, modificando así la accesibilidad a los sitios de adsorción por recubrimiento de la superficie externa del adsorbente o introduciendo

compuestos susceptibles a entrar en competición con la molécula cuya eliminación y control se busca, tal es el caso de las aguas naturales que contienen numerosas sustancias orgánicas o minerales que pueden modificar la adsorción de una molécula específica (Sánchez, 2004).

Dentro de la naturaleza del proceso de sorción, existen tres principales ramas de la adsorción que, si bien tienen el mismo fin, se describirán a cada una a continuación.

a) Adsorción del tipo intercambio iónico:

Este tipo de adsorción está clasificado dentro del intercambio iónico y a menudo es conocida como adsorción por intercambio, el proceso consta de la concentración de los iones en la superficie de un sólido como resultado de la atracción electrostática que se da en los lugares cargados de dicha superficie, en donde la carga del ion es un factor determinante para la eficiencia de este tipo de adsorción, para los iones con cargas iguales, el tamaño molecular se vuelve el paso determinante que controla a la adsorción (Balderas, 2021).

b) Adsorción Física o Fisisorción.

Este tipo de adsorción tiene lugar debido a las interacciones que existen entre las moléculas presentes en la superficie del sólido y el adsorbato, normalmente son de naturaleza física como las fuerzas de Van der Waals, por diferencias de cargas o a las fuerzas electrostáticas, en estas interacciones no se producen compartición ni transferencia de electrones, manteniéndose la individualidad del sólido y del adsorbato. La adsorción se realiza en parcialidad, por lo que permite la movilidad del adsorbato en la interfase dando la posibilidad de formar multicapas, siendo por ello reversible, pues un cambio externo de cargas desequilibra la adsorción, por adición de iones (ácidos, bases o sales iónicas) o la misma vibración molecular que genera el desplazamiento de los sitios activos (Dudamel *et al.*, 2010).

c) Adsorción Química o Quimisorción.

Es el resultado de la interacción química entre el adsorbente y el adsorbato, La fuerza de la unión química puede variar considerablemente y puede suceder que no se formen compuestos químicos en el sentido usual; pero la fuerza de adhesión es generalmente mucho mayor que la observada en la adsorción física, esto debido a que se genera por interacciones en los enlaces químicos formados, además se caracteriza por generar una cantidad grande de calor, similar al ocurrido durante una reacción química. El proceso frecuentemente es irreversible y la sustancia original sufre un cambio químico (Balderas, 2021).

En la siguiente Tabla 2.2 se pueden encontrar algunas de las características de manera de resumen de los tipos de adsorción existentes.

Tabla 2.1 Características de los diferentes tipos de adsorción (García, 2021).

Intercambio iónico	Fisisorción	Quimisorción
Fuerzas de atracción electrostáticas	Fuerzas moleculares de atracción	Se generan enlaces químicos
Polaridad de las moléculas	Reversibles	Mayormente Irreversibles
Monocapa	Multicapas	Monocapa
Efecto de pH bajo	Efecto de pH alto	Efecto de pH bajo

Efecto de la temperatura en la solubilidad	Efecto de la temperatura en la solubilidad	Efecto de la temperatura en la solubilidad
La carga del ion es importante	Se realiza por parcialidades	Genera calor
El tamaño molecular es determinante	Existe movilidad en sitios activos	Se generan cambios en las moléculas

2.4.2 Cinéticas de adsorción

La cinética describe la razón de adsorción del soluto lo que controla el tiempo de residencia de la adsorción del sorbato en la interfase sólido-líquido. Los estudios cinéticos son importantes para los procesos de adsorción porque además de describir valores como la rapidez de adsorción en el adsorbato, también determina el tiempo en el que el adsorbente alcanza el equilibrio, el conocer una cinética de adsorción permitirá predecir la velocidad a la cual el contaminante se remueve del efluente tratado, para esto necesitamos parámetros como lo son la velocidad de reacción, el tiempo de contacto del adsorbato y el adsorbente, el pH, la masa del adsorbente, las concentraciones del adsorbato, el volumen de la solución y la temperatura en algunos casos (Balderas, 2021).

La importancia de realizar cinéticas de adsorción radica en realizar un diseño apropiado de tratamientos, ya que es posible establecer la razón a la cual el contaminante es removido del líquido (García, 2021). En los procesos de adsorción, la

descripción del comportamiento dinámico de los sistemas se expresa en diagramas, los cuales pueden ser ajustados a modelos matemáticos, que permiten optimizar las vías del mecanismo de adsorción para expresar la dependencia de las propiedades en la superficie del adsorbente a los resultados de sorción, esto con la finalidad de determinar las capacidades de adsorción del adsorbente, además de brindar herramientas para describir los aspectos que controlan la velocidad del proceso. Actualmente se desarrollan diversos modelos empíricos para determinar dichos parámetros cinéticos para su posterior análisis, algunos de estos modelos destacan por su sencillez en aplicación y por su fácil interpretación, entre los más utilizados se encuentran los modelos cinéticos de pseudo-primer orden (Lagergren), pseudo-segundo orden (Ho-McKay) y Elovich, mismos que se describirán a continuación.

La evaluación de la capacidad de adsorción para especies iónicas en presencia de contaminantes se evalúa a partir de la determinación de la concentración residual de los colorantes en función de la capacidad de adsorción q_t expresada en la Ecuación 2.3 y por otro lado el porcentaje de remoción de los procesos cinéticos e isotérmicos los cuales se expresan por medio de la Ecuación 2.4 que a continuación se presentan:

$$q_t = \frac{(C_0 - C_t)}{m} \times V \quad \text{Ecuación 2.3}$$

Donde:

q_t = es la capacidad de adsorción en (mg/g)

C_0 = es la concentración inicial del adsorbato en (mg/L)

V = volumen de la solución en (L)

M = masa del adsorbente en (g)

$$\% \text{ de Remoción} = \frac{(C_i - C_f)}{C_i} \times 100 \quad \text{Ecuación 2.4}$$

Donde:

C_i = concentración inicial del adsorbato en (mg/L)

C_f = concentración final del adsorbato en (mg/L)

a) Modelo de pseudo-primer orden

Este modelo cinético es también llamado Lagergren, el cual es basado en la suposición de que a cada ion disponible se le es asignado un sitio de sorción específico del material sorbente, a lo que se le llama un proceso de fisisorción, esto debido a la asociación del adsorbato por medio de las fuerzas de Van der Waals, lo cual en términos de velocidad de reacción se expresa según la Ecuación 2.5 (Kumar et al., 2009):

$$q_t = q_e(1 - e^{-k_1 t}) \quad \text{Ecuación.2.5}$$

Donde:

q_e = capacidad de adsorción al equilibrio es la cantidad de adsorbato entre la cantidad de adsorbente en (mg/g).

q_t = es la capacidad de adsorción en el tiempo t.

t = tiempo de contacto

k_1' = es la constante de pseudo primer orden.

b) Modelo de pseudo-segundo orden

La ecuación cinética de pseudo-segundo orden fue propuesta por Blanchart y desde ese entonces, es la que se utiliza con mayor frecuencia para analizar los datos de biosorción obtenidos de diversos adsorbatos y biosorbentes, esta ecuación ha sido analizada de diversas formas, con la adición de factores que adecuen de mejor manera el comportamiento, este modelo también es conocido como la ecuación de Ho Mckay, durante los estudios se demostró que el adsorbato se deposita en los sitios activos disponibles que tiene el adsorbente, principalmente se basa en que la velocidad de adsorción tiene un mecanismo de segundo orden y se expresa por la Ecuación 2.6 (Balderas, 2021):

$$q_t = \frac{K_2 q_e^2 t}{1 + K_2 q_e t} \quad \text{Ecuación 2.6}$$

Donde:

k_2 = es la constante de pseudo segundo orden.

c) Modelo de Elovich

Este modelo se utiliza principalmente en la aplicación general de la cinética de quimisorción en donde la superficie de adsorción se comporta de manera heterogénea, su modelo matemático es el siguiente expresado en la Ecuación 2.7.

$$q_t = \alpha \ln(\alpha\beta) + \beta \ln(t) \quad \text{Ecuación 2.7}$$

Donde:

α = es la constante de adsorción inicial

β = es la constante de desorción durante el experimento

2.4.3 Isotermas de adsorción

Los isotermas de adsorción son curvas construidas a partir de las concentraciones iniciales y en el equilibrio, a temperatura constante, representan la adsorción de un soluto o adsorbato sobre una superficie. Particularmente, si se trata de un sistema líquido-sólido, puede definirse como la relación en el equilibrio entre la máxima capacidad de adsorción del adsorbente con respecto a la concentración del adsorbato a temperatura constante, experimentalmente se han determinado algunos isotermas de adsorción al poner en contacto un adsorbato con un adsorbente (Gupta *et al.*, 2010; Mendoza y Morales, 2012). A continuación, en la Figura 2.4 se muestra una comparación entre los isotermas lineal, Langmuir y el de Freundlich.

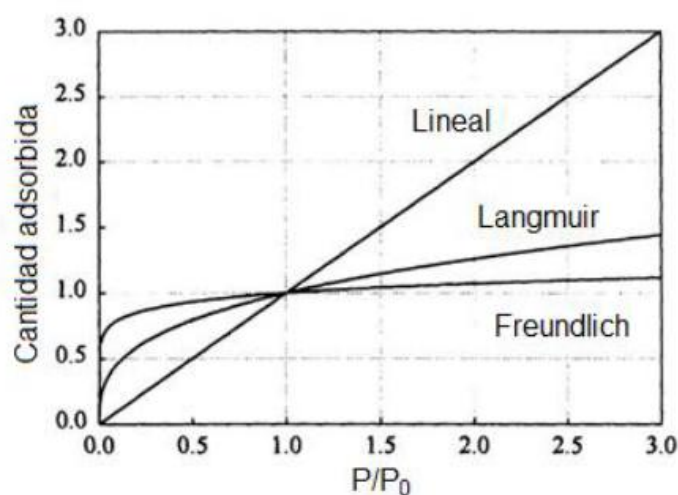


Figura 2.4 Comparación de las isotermas de modelos lineal, Langmuir y Freundlich.

El comportamiento de cada isoterma depende de las características del adsorbente. A continuación, se describe cada tipo.

a) Modelo de Langmuir

Langmuir fue el primero en proponer una teoría coherente de adsorción sobre una superficie plana desde un punto de vista cinético, explicando el fenómeno como un continuo "bombardeo" de moléculas adsorbiéndose sobre la superficie mientras otras se desorben a la misma velocidad, considera la adsorción como un fenómeno químico, tiene una forma hiperbólica según la Ecuación 2.8 descrita a continuación:

$$q_e = \frac{q_m K_L C_e}{1 + K_L C_e} \quad \text{Ecuación 2.8}$$

En la cual.

q_e = es la capacidad de adsorción por peso al equilibrio en (mg/g).

q_m = es teóricamente la capacidad máxima de adsorción por peso en (mg/g).

K_L = representa la constante de equilibrio del isoterma de Langmuir en (L/mg).

C_e = es la concentración del sorbato en la superficie del adsorbente en el equilibrio en (mg/L)

Cabe mencionar que esta ecuación ha sido frecuentemente aplicada a fenómenos de biosorción, sin embargo, no hace consideración de los mecanismos involucrados (Liu y Liu, 2007).

b) Ecuación de la isoterma de Freundlich

Se utiliza en sistemas en los que la superficie de adsorción es energéticamente heterogénea. La Ecuación 2.9 es la fórmula empírica que describe el modelo:

$$q_e = k_f C_e^{1/n_F} \quad \text{Ecuación 2.9}$$

Donde:

k_f = Se refiere a la Constante de Freundlich (mg/g)

n_f = es el exponente de Freundlich que indica la intensidad de adsorción

Esta ecuación al ser del tipo exponencial, su empleo se puede aplicar a rangos de concentraciones de bajos a intermedios, similar a la ecuación de la isoterma de Langmuir, puede ser aplicada a diversos procesos de biosorción (Liu y Liu, 2007).

c) Ecuación de la isoterma de Sips

La idea de este modelo es de alguna forma combinar las expresiones de Langmuir y de Freundlich y se deriva para predecir sistemas de adsorción heterogéneos y eludir la limitante del incremento de la concentración del adsorbato asociado al modelo Freundlich, dotando a este modelo de un límite finito cuando la concentración fuese lo suficientemente alta (Munguía, 2019). La diferencia con el modelo de Langmuir es un parámetro adicional llamado n ; que se puede definir como un parámetro de la heterogeneidad de la superficie, puede ser debida tanto a la superficie del adsorbente, como al adsorbato o a ambos. El parámetro n suele ser mayor que la unidad, y cuanto mayor es, mayor es la heterogeneidad del sistema. Comparte con la ecuación de Freundlich el no cumplir la ley de Henry a bajas presiones, la ecuación que representa este modelo es la Ecuación 2.10 que a continuación se describe (Liu y Liu, 2007).

$$q_e = \frac{q_m (K_s C_e)^{n_s}}{1 + (K_s C_e)^{n_s}} \quad \text{Ecuación 2.10}$$

En donde:

K_s = se refiere a la constante de Sips en (L/g).

n_s = es el exponente de sips

2.5 DESORCIÓN

La desorción es un fenómeno por el cual una sustancia se libera desde o a través de una superficie, este proceso es el opuesto a la adsorción. Ocurre en un sistema que se encuentra en el estado de equilibrio de adsorción. La masa de adsorbato que permanece adsorbida se calcula a partir de un balance de masa del adsorbato, que se muestra a continuación en la ecuación 2.11 (Díaz, 2024).

$$q_d = \frac{mq_0 - Vc_e}{m}$$

Ecuación 2.11

Donde q_d es la capacidad de desorción del adsorbente después de la desorción, mq_0 es la masa de adsorbato en el adsorbente al comienzo de la desorción (mg/g), c_e es la concentración en el equilibrio (mg/L), V es el volumen del adsorbato (L) y m es la masa del adsorbente (g).

2.6 BIOSORBENTES

El hablar de los biosorbentes, es referirse a los materiales que se componen de biomasa, es decir, materia orgánica, por ejemplo, en el caso de las plantas puede ser de materia viva o muerta, lo característico de estos materiales es que poseen dentro de su estructura sitios activos o iones que poseen la capacidad de retener a los compuestos con los que llegan a interactuar por medio de mecanismos de sorción ya sea físicos, químicos o eléctricos, entre estos biosorbentes se estudian a compuestos como el quitosano, la celulosa y a los desechos industriales con propiedades porosas (García, 2021).

2.6.1 Quitosano

El quitosano es un polisacárido obtenido a partir de la desacetilación de la quitina, el segundo polímero natural más abundante en la tierra después de la celulosa (Balderas 2020), la quitina, se puede extraer fácilmente de los exoesqueletos y caparazones de algunos crustáceos e insectos e inclusive forma parte de la estructura de algunos hongos. Fue descubierta por Braconnot en 1811 cuando estudiaba las sustancias derivadas de hongos (Monter, 2016, Lárez, 2003).

El quitosano es un biopolímero que comprende dos polisacáridos, la N-acetil D-glucosamina y D-glucosamina, ambas son interconectados por enlaces β -1,4-glicosídicos (Abhinaya et al, 2021), además es de características catiónicas, de estructura lineal, es un biopolímero de alto peso molecular, de fácil aplicación y manejo, se disuelve fácilmente en soluciones diluidas ácidas, la más utilizada es la del ácido acético, fórmico y cítrico, por tal motivo, es insoluble en medios polares como el agua o solventes orgánicos comunes como los alcoholes. La solubilidad y viscosidad del quitosano dependen del grado de desacetilación y degradación del polímero, pero también puede verse influenciada por la adición de formaldehído, cloruros de acilo, anhídridos de ácidos o sales de metales alcalinos (Vázquez y Guerrero, 2017).

Los polímeros de quitina y quitosano son amino polisacáridos naturales con estructuras únicas, propiedades multidimensionales, funciones altamente sofisticadas lo que les confiere un amplio rango de aplicaciones en biomedicina y otras áreas de la industria, debido a sus propiedades como: biocompatibilidad, biodegradabilidad, baja toxicidad, actividad antimicrobiana y baja inmunogenicidad, así mismo, inmensas posibilidades para su modificación en cuanto a su estructura y propiedades mecánicas generando así novedosos materiales con diversas propiedades, funciones y aplicaciones. Como en todas las estructuras poliméricas, el peso molecular y la distribución, son parámetros que deben tomarse en cuenta debido a que afectan de manera significativa las propiedades de la quitina y el quitosano en solución, que,

aunado al grado de acetilación juegan un papel importante en sus aplicaciones, a continuación, en la Figura 2.5 se muestra la estructura molecular del quitosano.

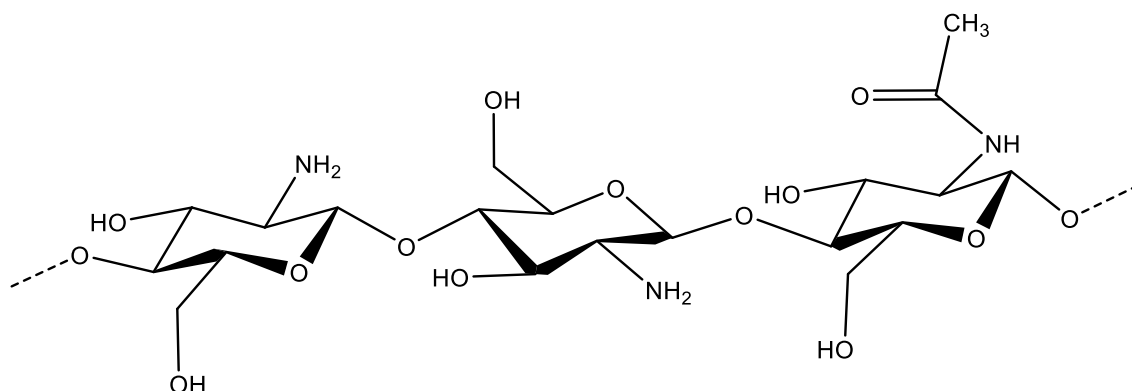


Figura 2.5 Molécula del quitosano.

El uso del quitosano en la eliminación de colorantes de efluentes se basa principalmente en tres factores:

- Los polímeros a base de quitosano son materiales de bajo costo obtenidos de fuentes naturales y su uso como biosorbentes es sumamente rentable.
- Su capacidad y velocidad de adsorción es alta.
- Es un material adecuado para el desarrollo de materiales complejos (Dotto y Pinto, 2011).

El quitosano es utilizado ampliamente como un adsorbente para iones metálicos de transición y especies orgánicas. Los grupos amino (NH_2) e hidroxilo (OH) de las cadenas de quitosano pueden servir como sitios de coordinación y reacción, lo cual depende de la capacidad de adsorción. La adsorción del colorante depende principalmente de sus propiedades y estructura y en igual medida de la química de la

superficie del adsorbente. En los procesos de adsorción por lotes, los principales parámetros a considerar que favorecen la capacidad de adsorción son: la concentración de colorante, pH, temperatura, tamaño de partícula, tiempo de contacto entre adsorbato y adsorbente, velocidad de agitación y grado de desacetilación. Por lo tanto, es necesario investigar exhaustivamente la relación entre la eficiencia de adsorción y los parámetros que afectan a la misma. Los datos experimentales se correlacionan por modelos de isothermas de adsorción generalizadas como son los modelos de Langmuir y Freundlich (Annadurai, *et al*, 2008).

2.6.2 Agentes entrecruzantes

Los agentes entrecruzantes son compuestos multifuncionales que dentro de su estructura contienen enlaces polimerizables; es decir, contienen al menos un doble enlace entre átomos que tiene la característica de ser altamente polimerizable, además de contener al menos un grupo funcional reactivo con el monómero y también algunos metales polivalentes capaces de formar entrecruzamientos iónicos (Vázquez y Guerrero, 2017).

El entrecruzamiento de polímeros se produce debido a diferentes tipos de redes poliméricas. Ejemplo de estas redes son las interpenetradas (IPNs) las cuales se dan por la mezcla de dos redes poliméricas diferentes, en estas redes no presentan los enlaces covalentes entre redes. Un tipo especial de IPNs son las denominadas redes semi interpenetradas (semi-IPNs); en este caso, uno de los polímeros no se entrecruza químicamente y se encuentra en forma de cadenas lineales que interpenetran a la red formada por el otro polímero (Soto y Oliva, 2012).

Los agentes entrecruzantes, pueden otorgar a los polímeros diferentes características específicas, la relación de entrecruzamiento se define como la relación entre los moles de agente entrecruzante y los de las unidades repetidas de monómeros. A mayor nivel de entrecruzamiento, mayor cantidad de agente entrecruzante es incorporado en la

estructura del polímero, es decir, los polímeros muy entrecruzados tienen una estructura más compacta, rígida, opaca, frágil y adquieren menos humedad dentro de la molécula en comparación con materiales con un entrecruzamiento menor (Arcos, 2012).

Desde un punto de vista práctico, el quitosano muestra una alta capacidad de adsorción para eliminar colorantes en solución. Sin embargo, existen parámetros que pueden influir en dicha capacidad de fijación de colorantes, uno de ellos es el pH, según la literatura se ha comprobado que los grupos amino del quitosano son más fáciles de protonar a pH bajos y se adsorben más fuertemente los aniones del colorante por atracción electrostática. La disolución de quitosano con un efluente ácido puede limitar su uso como un adsorbente para la remoción de colorantes. Para superar este comportamiento, el quitosano puede ser modificado por entrecruzamiento de las cadenas del polímero para mejorar la resistencia mecánica, reforzar la estabilidad química, mejorar la estabilidad a pH drásticos, todas estas características son importantes para actuar como un adsorbente eficaz (Vázquez y Guerrero, 2017).

2.6.3 Etilenglicol diglicidil éter (EGDE)

El agente entrecruzante que se utiliza en este trabajo es el EGDE mismo que interactúa con los grupos hidroxilo (-OH) y las cadenas laterales que se presentan en el quitosano. La fórmula molecular del EGDE es $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_4$, tiene un peso molecular de 174.1944 g/mol y un punto de ebullición de 112 °C a 4.5 mmHg es $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{O}_4$, su nombre IUPAC es 2-[2-(oxiran-2-ilmetoxi) etoximetil] oxirano tiene un peso molecular de 174.1944 g/mol y un punto de ebullición de 112 °C a 4.5 mmHg.

El EGDE es un compuesto de características sintéticas, propicia la formación de enlaces covalentes estables entre las cadenas del polisacárido y los dos grupos funcionales epóxido (éteres cíclicos), mismos que son localizados en ambos extremos de cada molécula, esto se puede apreciar en la Figura 2.6. Estos éteres son mucho

Tabla 2.3 Comparación de adsorción de colorantes azoicos y las diferentes

Azul no. 1						
Material	q_e (mg/g)	C_o (mg/L)	$pH_{eq.}$	masa (mg)	Tiempo al eq (min)	Referencia
CS–BC Hydrogel (perlas)	159.5	100	2	10	180	Zhao et al., 2023
Perlas chitosan– vermiculita	98	200	5 a 6	15	1440	Şenol et al., 2020
Compuesto de arcilla de quitosano- glioxal/caolín	0.219	100	4	60	30	Jawad et al., 2022
Películas quitosano con CO ₂	97	-	3	200	240	Karaer y Uzun, 2022
Rojo no.2						
Adsorbente	q_e (mg/g)	C_o (mg/L)	$pH_{eq.}$	Masa (mg)	Tiempo al eq (min)	Referencia
Q-4-GA-5	43.25	100	6.7	60	90 - 1000	Kloster, et al. 2023.
Hidrogel Q con generación de plasma	110	250	2	15	1440	J. Munguía., 2023

Cascara de cacahuete modificada con surfactante	0.352	50	4	100	60	Ghosh et al., 2021
CG-EDGE-PPy (40 min)	742.81	250	5	15	150 (30°C)	Balderas-Gutiérrez et al., 2020
Amarillo no. 5						
Adsorbente	q_e (mg/g)	C_o (mg/L)	pH_{eq.}	Masa (mg)	Tiempo al eq (min)	Referencia
Compósito quitosano-bentonita	607	200	3.5	8.75	120	Velásquez, 2022
Perlas Quitosano-bentonita	60	350	4	-	1600	Pérez, J. et al., 2020

2.8 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

Las técnicas de caracterización en un material son procesos científicos fundamentales que han demostrado ser útiles para proporcionar toda la información acerca de las características de los materiales (Balderas, 2021), además de conocer cualitativa y cuantitativamente la conformación de los materiales tanto en la superficie como en su estructura interna, englobando parámetros como la morfología, composición, estructura, topografía, topología y las propiedades tanto físicas como químicas. Estos estudios se realizan a partir de la interacción de una señal de diferentes naturalezas ya sea eléctrica, luminosa, térmica, etc., con los diferentes materiales.

2.8.1 Contenido de Humedad

Se define como humedad a la capacidad de retener una admisión de agua, se considera como una variable física definida formalmente como la cantidad de agua absorbida en un sólido en base a su afinidad hidrofílica, determinada por los grupos funcionales presentes en la molécula, tal como los grupos ^{-}OH y ^{+}NH (Dragan y Dinu, 2019).

Consiste en medir la masa del sólido a prueba en una balanza, y someterlo a un proceso de secado, ya sea por desecador o calentarlo en un horno cerrado. Se saca el sólido, se le mide otra vez la masa en la balanza, se resta esa medida a la inicial para deducir la masa de agua desprendida, y se calcula la humedad que corresponda según la Ecuación 2.12 descrita a continuación.

$$\% \text{Humedad} = \frac{\text{masa}_i - \text{masa}_f}{\text{masa}_i} \times 100 \quad \text{Ecuación 2.12}$$

Donde:

% Humedad = Porcentaje de humedad

m_i = Peso de la muestra húmeda (g)

m_f = Peso de la muestra seca (g)

Generalmente, durante este proceso, los poros se llenan rápidamente de disolvente y, al mismo tiempo, la región polimérica del material absorbe moléculas de disolvente del entorno.

2.8.2 Hinchamiento de materiales

La hidratación de los polímeros es uno de los factores que influyen en la difusión de elementos a través de matrices poliméricas, pues altera la forma y la complejidad de las paredes de los poros. La hidrofobicidad en los polímeros está dada por el grado de

hinchamiento, el cual se calcula a partir de la relación entre el volumen de gel hinchado y el volumen de gel seco. Durante el proceso de hinchamiento se produce la incorporación del líquido en el interior de la matriz, producto de la diferencia de potencial químico del disolvente dentro y fuera de ella, provocando una dilatación de esta. Al proceso de dilatación se opone una fuerza elástica retráctil, la cual se opone a la penetración del solvente. El equilibrio de hinchamiento se alcanza cuando se igualan la fuerza de hinchamiento y la fuerza elástica retráctil. En los hidrogeles iónicos, la presencia de grupos cargados confiere características únicas al hinchamiento. Dichas características dependen del pH y la fuerza iónica del medio (García, 2021).

2.8.3 Punto de carga cero (PCC)

Esta caracterización se consigue a través de la medición de la carga superficial del material y está definido como el valor del pH de la solución, en el cual, la carga neta de la superficie de un adsorbente es neutra (Díaz, 2024), es decir, es el pH en donde las cargas eléctricas positivas de la superficie de un sorbente están en equilibrio con las cargas negativas. La determinación de este parámetro permite inferir las posibles interacciones de los solutos con el sorbente. Esto significa que a valores de pH superiores al pH PCC, los solutos cargados positivamente interactuarán con mayor fuerza con el sorbente y a valores de pH inferiores al pH PCC, los solutos cargados negativamente interactuarán preferentemente con el sorbente (García, 2016).

Para el cálculo del incremento del pH, se ocupa la siguiente Ecuación 2.13 en dónde es preciso determinar el pH final.

$$\Delta pH = pH_{inicial} - pH_{final} \quad \text{Ecuación 2.13}$$

Esta información se presenta de forma gráfica para permitir la identificación del punto de carga cero.

2.8.4 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Es una técnica útil para cualquier superficie en alto y bajo vacío, realizando un recubrimiento de oro a las muestras no conductoras y un barrido de electrones sobre la superficie de la muestra. Las interacciones de los electrones con la muestra generan la emisión de electrones y fotones que proporcionan una imagen que se construye a partir de los electrones emitidos por la muestra, y se va formando a medida que el haz de electrones incidente se desplaza por una zona de la superficie del material (Díaz, 2024)

2.8.5 Espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (EDS):

Permite la identificación y cuantificación de los elementos químicos presentes en una muestra mediante el análisis de los rayos-X característicos emitidos por los átomos cuando son excitados por un haz de electrones (Castelo, 2024)

2.8.6 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

La espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier es una técnica analítica basada principalmente en el estudio de la interacción que ocurre entre la radiación y la materia, permite conocer los grupos funcionales de la estructura molecular de un compuesto, permitiendo la identificación cualitativa de materiales orgánicos y de determinadas estructuras de muestras sólidas y líquidas, en esta técnica se emplea un rango espectral de 400 a 10,000 cm^{-1} . La información se obtiene a del espectro de absorción del compuesto al haberlo sometido a la acción de la radiación infrarroja en el espectrofotómetro. El espectro infrarrojo de un compuesto puede dar importante información acerca de su naturaleza química y de su estructura. Dependiendo de la región del espectro en la que se trabaje y por tanto de la energía de la radiación utilizada (longitud o número de onda), esta interacción será de diferentes naturalezas,

como: excitación de electrones, vibraciones y rotaciones moleculares. En el caso del estudio del espectro infrarrojo (IR) de muestras sólidas y líquidas sólo se tienen en cuenta los cambios entre estados de energía vibracional (Balderas, 2021).

2.8.7 Análisis Termogravimétrico (TGA)

Es un método de análisis térmico en el que la masa de una muestra se mide a lo largo del tiempo a medida que cambia la temperatura. Esta medición proporciona información sobre fenómenos físicos, como transiciones de fase, absorción y desorción; así como fenómenos químicos que incluyen: descomposición térmica y reacciones de gases sólidos (oxidación o reducción). Es una técnica especialmente útil para el estudio de materiales poliméricos, incluidos termoplásticos, termoestables, elastómeros, materiales compuestos, películas plásticas, fibras, recubrimientos, pinturas y combustibles. El TGA se puede usar para evaluar la estabilidad térmica de un material y estudios de descomposición (Safdar., et al, 2019).

2.8.8 Calorimetría Diferencial de Barrido

La Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC, por sus siglas en inglés) es una técnica termo analítica utilizada para estudiar las transiciones térmicas de los materiales mediante la medición de la diferencia en el flujo de calor entre una muestra y una referencia inerte en función de la temperatura. Esta técnica permite identificar procesos endotérmicos y exotérmicos como la fusión, cristalización, transiciones vítreas y reacciones de descomposición. Su alta sensibilidad térmica y resolución hacen del DSC una herramienta clave en la caracterización de polímeros, compuestos orgánicos, materiales farmacéuticos y biomateriales, permitiendo evaluar su estabilidad térmica, pureza y comportamiento estructural frente a variaciones de temperatura. (Pereira et al., 2012)

3 MÉTODO

En la Figura 3.1 se describe la metodología que se utilizó en este trabajo para la adsorción de colorantes azoicos en solución acuosa mediante dos morfologías a base de quitosano.

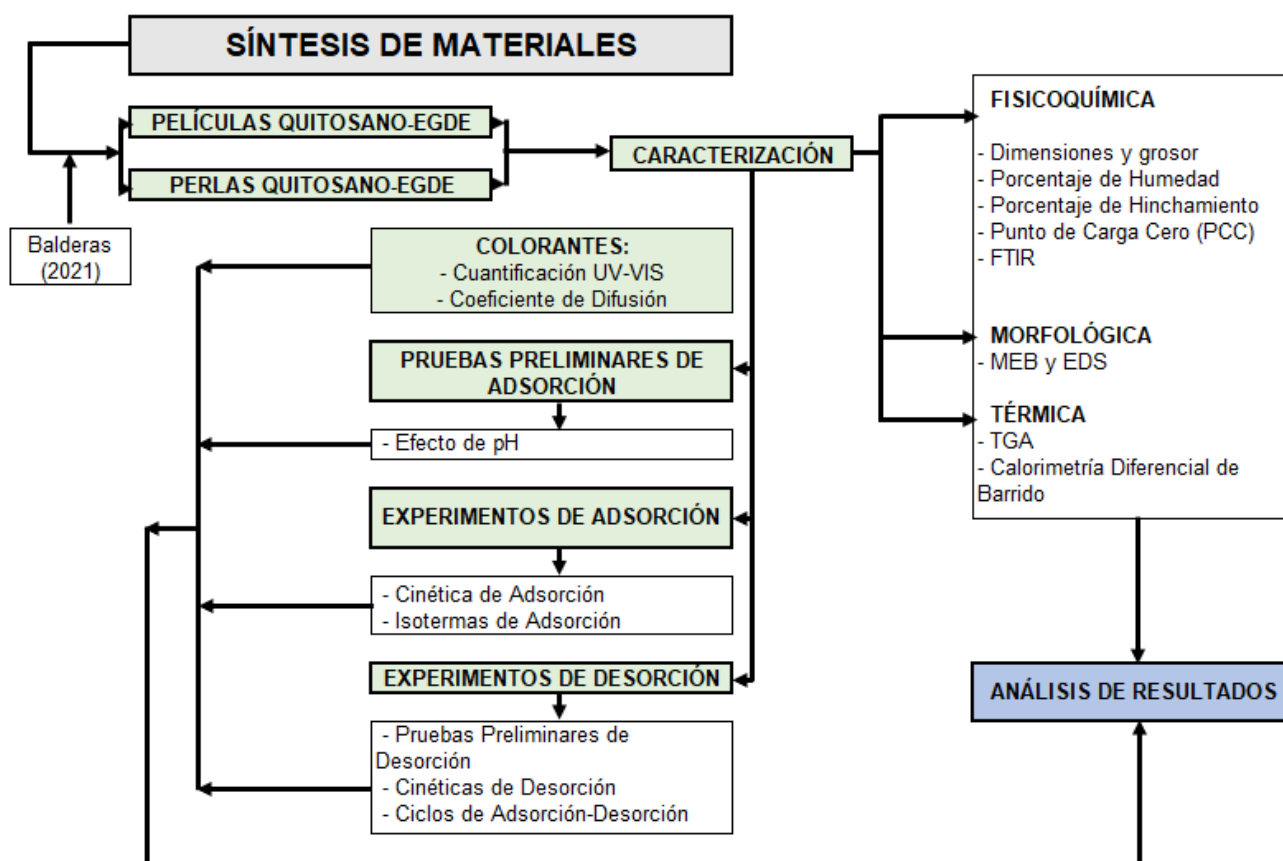


Figura 3.1 Metodología para la adsorción de Colorantes azoicos con películas y perlas de Quitosano-EGDE.

3.1 SÍNTESIS DE LOS ADSORBENTES

Se emplearon los siguientes reactivos de grado analítico: ácido acético, ácido clorhídrico e hidróxido de sodio, de la marca Fermont. También se utilizó agua destilada y colorantes sintéticos Amarillo 5 (FD&C Yellow 5), Rojo 2 (FD&C Red 2) y Azul 1 (FD&C Blue 1). Se utilizó quitosano de grado industrial de marca Alimentos América, correspondiente al lote K1202029, con un peso molecular de 82,682.6 g/mol, se utilizó EGDE, adquirido de la empresa Tokyo Chemical Industry Co., con número EC 218-746-2.

Se sintetizaron dos morfologías del quitosano como materiales principales, el primero consistió en unas películas y el segundo es con forma de perlas, ambos materiales fueron a partir de un gel común, el cual fue elaborado utilizando la metodología establecida por Balderas en 2021, para el cual se disolvió el biopolímero, en ácido acético 0.4 M, a temperatura ambiente con agitación moderada hasta lograr una solución homogénea que se utilizó para la síntesis correspondiente para las diferentes morfologías descritas a continuación.

a) Películas

La reacción de entrecruzamiento con EGDE se llevó a cabo utilizando tres diferentes dosis del entrecruzante: 309 μL , 650 μL y 1300 μL , las cuales fueron añadidas bajo agitación continua durante 5 horas a temperatura ambiente. Posteriormente, el gel de quitosano-EGDE se vertió en moldes planos de acrílico con forma circular y un área de 60.95 cm^2 , de acuerdo con la proporción de volumen indicada en la Tabla 3.1, con el objetivo de obtener películas con distintos grosores y niveles de entrecruzamiento. Las muestras fueron sometidas a un proceso de secado en horno a 45 °C durante 24 horas para eliminar el solvente residual. Una vez secas, las películas fueron colocadas en un desecador para permitir su enfriamiento gradual. Posteriormente, se extrajeron de los moldes y se procedió al corte en seco, obteniendo secciones cuadradas de 0.5

cm por lado. Las películas fueron lavadas con agua desionizada hasta alcanzar un pH neutro en el medio, y finalmente almacenadas en recipientes herméticos bajo condiciones de refrigeración.

Tabla 3.1 Determinación de la relación Área / volumen durante la síntesis de películas Quitosano-EGDE

ÁREA (cm)	VOLUMEN (mL)	EGDE (μ L)	MUESTRA
60.95	10	A = 309	P-10T-A
		B = 650	P-10T-B
		C = 1300	P-10T-C
	20	A = 309	P-20T-A
		B = 650	P-20T-B
		C = 1300	P-20T-C
	30	A = 309	P-30T-A
		B = 650	P-30T-B
		C = 1300	P-30T-C

b) Perlas

El contenido del gel de quitosano-EGDE fue goteado en función de la temperatura y la concentración de la solución receptora de NaOH, siguiendo las condiciones descritas en la Tabla 3.2. La formación de perlas se controló mediante calibraciones precisas en la altura de un único cabezal conectado a una bomba peristáltica operando a baja velocidad. El entrecruzamiento se llevó a cabo a dos temperaturas distintas durante un periodo de 6 horas en atmósfera inerte de nitrógeno gaseoso. Finalizada la reacción, las perlas se enfriaron a temperatura ambiente, y posteriormente fueron

sometidas a lavados con agua desionizada hasta alcanzar un pH neutro en el medio. Finalmente, las películas obtenidas fueron almacenadas en recipientes herméticos y conservadas en refrigeración.

Tabla 3.2 Determinación condiciones durante la síntesis de perlas Quitosano-EGDE

TEMPERATURA (°C)	NaOH (M)	EGDE (μL)	MUESTRAS
30	0.3	A = 309	Pr-30-0.3A
	0.6	B = 650	Pr-30-0.6B
	1	C = 1300	Pr-30-1.0C
50	0.3	A = 309	Pr-30-0.3A
	0.6	B = 650	Pr-30-0.6B
	1	C = 1300	Pr-30-1.0C

3.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES

3.2.1 Espesor de los materiales

a) Películas

El grosor en las películas se determinó con la ayuda de un micrómetro, las muestras se tomaron después del proceso de lavado de las películas, se sometieron a un proceso de secado en desecador por 24 horas, posterior a esto, se fijaron en una tabla de corte y se determinó la medición en pulgadas (in), para esto fue necesario hacer la conversión de unidades a mm, como parte primordial, los resultados son apreciados en la siguiente Tabla 3.3, en donde además se completó el nombre final de las muestras para su completa identificación en los estudios posteriores.

Tabla 3.3 Determinación del grosor y nombre para las películas de Quitosano-EGDE en la síntesis de materiales.

Área / Volumen (cm ² /mL)	Espesor (in)	Espesor (mm)	Nombre de las muestras
60.95 / 10 = 6.095	0.0075	0.19	P-0.19T-A
			P-0.19T-B
			P-0.19T-C
60.95 / 20 = 3.048	0.0126	0.32	P-0.32T-A
			P-0.32T-B
			P-0.32T-C
60.95 / 30 = 2.032	0.0154	0.39	P-0.39T-A
			P-0.39T-B
			P-0.39T-C

Para elaborar el nombre de las películas, cada uno de los materiales que se sintetizó se clasificó dependiendo de la medición de su espesor y de la dosis de entrecruzante que se utilizó durante la síntesis, se ocupó la inicial del nombre de películas “P” seguido del valor del espesor en mm, incluyendo el punto decimal y posterior a esto la letra “T” que significa el molde utilizado en este caso la tapa del molde circular, se finalizó con la última letra simbolizando el nivel de entrecruzante, es decir, la A=309 μ L, B=650 μ L y C=1300 μ L, este nombre es aplicado para los materiales que se sintetizaron en forma de película.

b) Perlas

En la determinación del diámetro para las perlas, se realizó mediante el uso del microscopio electrónico de barrido equipo JSM-6610LV operando a 20 kV con un acercamiento de x30, empleado sobre la muestra de hidrogel previamente puesto a secar por 2 horas en un desecador. A través de la micrografía fue posible determinar el tamaño promedio del diámetro y realizando las mediciones a dos muestras a diferentes temperaturas se obtuvo un valor promedio.

Para el diámetro de las perlas, debido a las características del material, (suavidad y viscosidad) no fue posible determinarlo por las mismas condiciones de las películas, en el primer intento se dejó secar el material por 24 horas en un desecador, sin embargo, las perlas perdieron toda la forma y redujeron a un tamaño de diámetro diminuto. en el segundo procedimiento se empleó el microscopio electrónico de barrido, a las muestras se les retiró el agua superficial por medio de un paño o servilleta en un colador y posteriormente se dejaron en un desecador durante 1 hora, después de esto las muestras fueron ingresadas al microscopio, y se determinó el tamaño promedio a través de las micrografías. En este caso se logró establecer una escala de medición y únicamente se realizó para las síntesis correspondientes a una muestra a 30 °C y la otra a 50 °C.

3.2.2 Porcentaje de humedad

La determinación del contenido de humedad se llevó a cabo mediante técnicas gravimétricas aplicadas a los materiales sintetizados. Para ello, las charolas utilizadas fueron estabilizadas hasta alcanzar masa constante. cada muestra fue secada superficialmente, colocándola dentro de un colador, y eliminando el exceso de agua mediante una servilleta de papel absorbente. después, se pesaron exactamente 1.0 g de cada material en las distintas charolas, previamente identificadas y estabilizadas, y

fueron colocadas nuevamente en un desecador hasta alcanzar una masa constante, lo cual ocurrió después de 48 horas. el contenido de humedad fue determinado por diferencia de masas utilizando la Ecuación 2.12. Para el pesaje y filtrado de las perlas de hidrogel, se empleó una balanza analítica marca Mettler Toledo, modelo ML204, y una bomba de vacío marca Evar, modelo EV-40, con una potencia de ¼ HP, respectivamente.

3.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido

Se obtuvieron imágenes de la morfología de los materiales mediante Microscopía Electrónica de Barrido. Las películas sintetizadas fueron sometidas a un haz de electrones secundarios para generar las micrografías, utilizando un microscopio JEOL JSM-6610IV-W / HP XW4600 operando en alto vacío, con recubrimiento de oro, a un voltaje de 20 KV y con aumentos de x5000, x1500 y x2000.

3.2.4 Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier

Se obtuvieron los espectros de los adsorbentes, así como de los reactivos utilizados en la síntesis de los materiales, tal fue el caso del quitosano y del agente entrecruzante EGDE. El análisis por FTIR fue realizado en el equipo JASCO FT/IR-4x, con un rango de trabajo de 4000 cm^{-1} a 400 cm^{-1} . El procedimiento para el análisis de las muestras se llevó a cabo aplicando los ajustes necesarios a través del software Origin Pro 2016.

Las muestras analizadas correspondieron a:

1. Quitosano grado industrial.
2. EGDE (Entrecruzante) grado reactivo.
3. Película sintetizada de quitosano–EGDE.

4. Hidrogel sintetizado de quitosano–EGDE.

3.2.5 Análisis Termogravimétrico

El análisis se realizó en el equipo TGA-550 de la marca TA Instruments con ayuda del software Trios para el procesamiento de los datos. Para ello se pesaron en el crisol del equipo 3.065 mg de películas Quitosano y 2.719 mg de películas Quitosano-EGDE, mientras que para perlas se pesaron 1.931 mg de perlas de quitosano y 1.880 mg de perlas Quitosano-EGDE, las muestras fueron sometidas a una rampa de calentamiento desde temperatura ambiente hasta 600 °C, con una tasa de calentamiento de 10 °C/min.

3.2.6 Calorimetría Diferencial de Barrido

El análisis se realizó en el equipo DSC-250 de la marca TA Instruments con ayuda del software Trios para el procesamiento de los datos. Para ello se pesaron en la capsula de aluminio 3.70 mg de películas de Quitosano y 3.126 mg de películas Quitosano-EGDE, para perlas 1.931 mg de perlas de Quitosano y 1.880 mg de perlas Quitosano-EGDE, posterior a esto se sometieron al proceso de análisis que consta de 2 etapas, enfriamiento y calentamiento desde – 80°C hasta 400°C.

3.2.7 Porcentaje de hinchamiento de materiales

La capacidad de hinchamiento de los materiales adsorbentes fue evaluada mediante un procedimiento gravimétrico en medios acuosos con valores de pH ajustados en el intervalo de 2 a 13. Para ello, se prepararon soluciones tampón con un volumen de 50 ml para cada uno de los niveles de pH (2, 4, 6, 8, 10, 12 y 13), empleando ácido clorhídrico e hidróxido de sodio para el ajuste correspondiente.

Se pesaron inicialmente 0.0200 g de cada muestra de material adsorbente seco, y se colocaron por separado en vasos de precipitados con las soluciones de pH previamente preparadas. Las muestras fueron incubadas a temperatura ambiente sin agitación durante 24 horas, permitiendo el equilibrio de absorción. Transcurrido el tiempo de hinchamiento, las muestras fueron retiradas cuidadosamente, filtradas con papel cualitativo y secadas superficialmente con papel absorbente para eliminar el exceso de solución sin perturbar la estructura hinchada. Posteriormente, las muestras fueron pesadas inmediatamente para registrar la masa final húmeda.

Cada medición fue realizada por triplicado y se reportaron los valores promedio con su correspondiente desviación estándar.

3.2.8 Punto de carga cero (PCC)

El punto de carga cero fue determinado por el método de adición de masas. Para ello, se prepararon soluciones de NaCl con una concentración de 0.1 M en un intervalo de pH de 2 a 12. Los materiales sintetizados se pusieron en contacto con esta solución en una proporción de 0.25 g / 50 mL y se mantuvieron bajo agitación a 30 °C durante 24 h a 200 RPM. Al finalizar, se registró el pH final utilizando la Ecuación 2.13 descrita en los fundamentos. Esta información fue representada gráficamente para permitir la identificación del punto de carga cero.

3.3 EXPERIMENTOS DE ADSORCIÓN

Se procedió al análisis detallado de los mecanismos implicados en el proceso. Para ello, se desarrollaron estudios de cinética y equilibrio de adsorción, los cuales permiten comprender tanto la velocidad con la que ocurre la retención del adsorbato sobre la

superficie del adsorbente como la capacidad máxima de adsorción alcanzada bajo condiciones específicas.

3.3.1 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción

Por otra parte, se analizó el efecto del pH en cada una de las películas sintetizadas; para ello, se prepararon soluciones en un rango de pH de 2 a 12 y se pusieron en contacto con los materiales durante 24 horas, bajo las mismas condiciones que las pruebas de adsorción, es decir, a 200 rpm y 30 °C. Al término del ensayo, se realizó una inspección visual de los materiales y se determinó la masa del material húmedo. Este análisis fue complementado con microscopía electrónica de barrido (MEB).

Asimismo, se evaluó el efecto del pH en la adsorción de colorantes, comparando las capacidades de adsorción al equilibrio y la variación del pH durante el ensayo. Para ello, se prepararon soluciones de concentración conocida (250 mg/L) para los colorantes amarillo 5, rojo 2 y azul 1, ajustando el pH a valores de 2 a 7, incluyendo 2.5, mediante el uso de HCl y NaOH. Posteriormente, las soluciones fueron puestas en contacto con los materiales sintetizados a 200 RPM y 30 °C durante 72 horas. Transcurrido este tiempo, el adsorbente fue separado de la solución, se midió la concentración residual mediante espectrofotometría UV-VIS con el equipo ThermoScientific Genesys 10s, y se registró el pH final del medio.

Las lecturas de concentración fueron utilizadas para el cálculo de la capacidad de adsorción, mediante la Ecuación 1.3 descrita en el apartado de fundamentos. La información obtenida fue representada gráficamente en una curva de pH vs q.

3.3.2 Coeficiente de difusión de los colorantes

El coeficiente de difusión molecular fue estimado mediante la ecuación semiteórica propuesta por Wilke y Chang, la cual ha demostrado ser adecuada para soluciones

diluidas de solutos no electrolitos en disolventes líquidos. Para ello, se utilizaron los parámetros fisicoquímicos correspondientes a cada sistema soluto-disolvente: masa molecular del disolvente, viscosidad dinámica a la temperatura de 10, 30 Y 50 °C, volumen molar del soluto. Además, se consideró el factor de asociación del disolvente, siendo 2.6 para el caso del agua.

Los valores experimentales o tabulados para cada variable fueron introducidos en la ecuación con el fin de calcular el valor estimado de difusión. Esta metodología permitió caracterizar comparativamente el comportamiento difusivo de los solutos bajo diferentes condiciones operativas.

3.3.3 Cinéticas de Adsorción

Se evaluó el comportamiento de la velocidad de adsorción sobre las películas sintetizadas, poniéndolas en contacto con soluciones de colorantes a un valor de pH de 2.5. Se determinó la capacidad de adsorción a distintos intervalos de tiempo; para ello, se prepararon soluciones de los colorantes amarillo 5, rojo 2 y azul 1 con concentraciones de 250 mg/L. Las pruebas se realizaron por triplicado: para los tres colorantes, teniendo como variaciones en la Temperatura, a 10 °C, 30 °C y 50 °C, además de tomar las mediciones en los siguientes rangos de tiempo a 15, 30, 60, 120, 240, 480, 960, 1440 y 2880 minutos.

Se midió la concentración residual de los colorantes por espectrofotometría UV-Vis, empleando el equipo ThermoScientific Genesys 10s al cabo de los tiempos establecidos, lo cual permitió obtener los datos de concentración a través de la Ecuación 1.3.

Los datos fueron ajustados a modelos cinéticos de pseudo primer orden, pseudo segundo orden y Elovich, mediante el uso del software Origin Pro 2016, aplicando un ajuste no lineal.

3.3.4 Isotermas de Adsorción

Se determinó la capacidad máxima de adsorción de las películas a base de quitosano, así como el efecto de la temperatura y de la concentración inicial en el proceso de adsorción en equilibrio, a un valor de pH de 2.5, considerando los tiempos de equilibrio obtenidos en la cinética de adsorción.

La experimentación fue realizada empleando soluciones con concentraciones de 150 a 500 mg/L, en intervalos de 50 mg/L. para cada ensayo, se colocó un volumen de 10 mL en viales, junto con la masa seca de película, en una proporción correspondiente a 240–300 mg/L de solución, y se mantuvo en agitación a 200 RPM durante 24 horas a una Temperatura de 30 °C. al término del tiempo de contacto, se cuantificó la concentración de colorante en el sobrenadante.

Los datos generados fueron ajustados a los modelos matemáticos de equilibrio de Langmuir, Freundlich y Sips, este último como una combinación de los dos anteriores. los ajustes se realizaron utilizando las ecuaciones correspondientes para sistemas mono componente y multicomponente, mediante el software matemático Origin Pro 2016.

3.4 EXPERIMENTOS DE DESORCIÓN

Se realizaron estudios de desorción basados en la determinación de la concentración del colorante liberado y en la medición del pH final tras alcanzar el equilibrio, siguiendo la metodología propuesta por A. García (2021). Para ello, se sometieron las películas de quitosano a un ciclo de Adsorción-Desorción utilizando colorante amarillo 5 como modelo.

3.4.1 Pruebas preliminares de desorción

Se evaluó el efecto del pH sobre la capacidad de desorción de la película Quitosano–EGDE (650 μ l), con el objetivo de identificar las condiciones óptimas para este proceso. Se prepararon soluciones con pH alcalino (8, 9, 10, 11 y 12) y a cada una se le agregaron 0.0030 g de películas previamente saturadas con colorante amarillo no. 5. las muestras se mantuvieron en contacto durante 24 horas, y al finalizar el tiempo de exposición, se separaron las películas y se cuantificó la concentración del colorante liberado, como se describió previamente, además de registrarse el pH final de la solución. a partir de estos datos, se calculó la capacidad de desorción (q_d) correspondiente al valor de pH en equilibrio, una vez teniendo este experimento de piloto, se replicó en los otros dos colorantes.

3.4.2 Ciclos de Adsorción-Desorción

Con el fin de evaluar la reutilización del material, se llevaron a cabo ciclos sucesivos de adsorción y desorción. En cada ciclo, las películas fueron sometidas nuevamente al proceso de adsorción con colorante Amarillo No. 5 bajo las condiciones previamente descritas, seguidas por la etapa de desorción al pH óptimo. Este procedimiento se repitió durante cinco ciclos consecutivos, registrando en cada etapa la capacidad de adsorción y desorción alcanzada. Los resultados obtenidos permitieron determinar la estabilidad, eficiencia y vida útil del adsorbente a lo largo del uso repetido, así como su viabilidad en procesos de tratamiento continuo. Cuantificando el color del sobrenadante al inicio y final por UV-Vis usando el equipo ThermoScientific Genesys 10s

4 RESULTADOS

A continuación, se presentan los resultados obtenidos a partir de los estudios experimentales descritos previamente, los cuales abarcan desde la síntesis, pruebas de adsorción, modelado, hasta los ensayos de desorción y su comportamiento frente a múltiples ciclos de reutilización. Estos resultados permiten evaluar no solo la eficiencia de los materiales sintetizados en la retención de colorantes, sino también su estabilidad estructural y potencial regenerativo, proporcionando una visión integral del desempeño del sistema adsorbente bajo diferentes condiciones operativas.

4.1 SÍNTESIS DE LOS ADSORBENTES

Se sintetizaron dos morfologías a base de quitosano con diferentes espesores y diámetros, así mismo se realizaron variaciones en la dosis de entrecruzante y en la forma, esta última fue muy específica, para el primer material la síntesis tuvo forma de películas delgadas cuya medida fue específica para el largo y ancho de cada una, son de naturaleza plana y con forma rectangular. Para el segundo material, la forma se asoció a una esfera, también son llamadas perlas o hidrogeles, en la Figura 4.1 se muestran ambos procesos de obtención materiales, en ella observamos la dilución del quitosano elaborando el gel común y su posterior proceso de entrecruzado según la dosis deseada y descrita en la metodología.

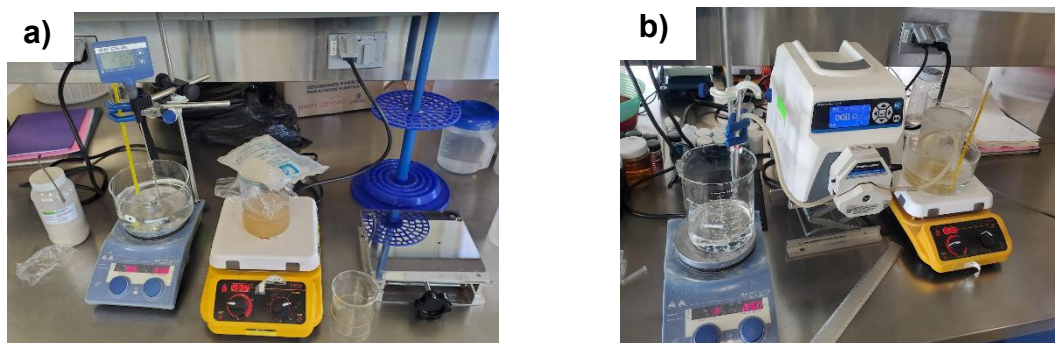


Figura 4.1 Proceso de síntesis de materiales: a) Películas de quitosano con EGDE y b) Perlas de quitosano con EGDE.

Ambos materiales se obtuvieron con características uniformes, al tacto fueron suaves y resistentes, para las películas el color fue ligeramente amarillo opaco, de naturaleza transparente, la forma bien definida por medio de cortes precisos y tuvieron una buena resistencia a la deformación, por otro lado, para las perlas el color fue de un blanco opaco, no poseen transparencia, la forma fue bien definida ya que a través del goteo se llega a formar la esfera, presentaron una resistencia menor a la manipulación, esto quiere decir que son frágiles al someterse a una fuerza superior pierden su forma, a continuación en la Figura 4.2 se observan los materiales sintetizados.

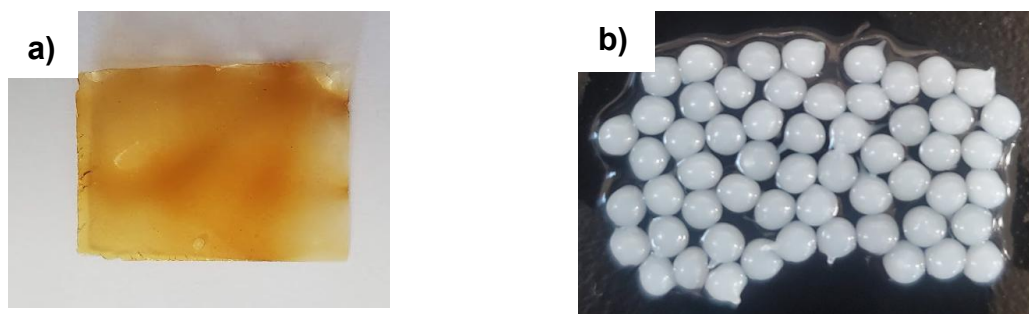


Figura 4.2 Materiales sintetizados: a) Películas Quitosano - EGDE y b) Perlas Quitosano - EGDE.

4.2 CARACTERIZACIÓN DE LOS MATERIALES

En este estudio, se emplearon técnicas complementarias para evaluar las propiedades estructurales, morfológicas y superficiales de los adsorbentes de quitosano. Se realizaron análisis instrumentales y fisicoquímicos, mismos que permitieron correlacionar las propiedades estructurales de los adsorbentes con su capacidad de adsorción, aportando evidencia fundamental para elucidar el mecanismo de adsorción involucrado en los materiales.

4.2.1 Dimensiones de los adsorbentes

a) Determinación del espesor de películas de Quitosano-EGDE

La determinación del grosor de películas de Quitosano-EGDE se realizó mediante un micrómetro, se obtuvieron para cada tipo de material sintetizado, su espesor promedio, analizando varios puntos de la película, permitiendo correlacionar la metodología que indica una relación del área de secado (cm^2) y el volumen de vaciado (mL). En la Tabla 4.1 se observa las mediciones en cuanto al espesor que se obtuvieron para cada una de las relaciones área/volumen en las síntesis realizadas de películas.

Tabla 4.1 Grosos obtenidos para las películas de Quitosano-EGDE sintetizadas.

Muestra	Área / Volumen (cm^2/mL)	Espesor (mm)
P-0.19T-A	60.95 / 10	0.19
P-0.19T-B	= 6.095	
P-0.19T-C		
P-0.32T-A	60.95 / 20	0.32

P-0.32T-B	<u> = 3.048 </u>	
P-0.32T-C	<u> </u>	
	60.95 / 30	
P-0.39T-A	<u> = 2.032 </u>	
P-0.39T-B	<u> </u>	0.39
P-0.39T-C	<u> </u>	

Para la determinación del espesor promedio para las películas el factor del área de vaciado se mantuvo constante, variando únicamente el volumen depositado, así se obtuvieron los tres espesores, el de 0.19mm obtenido al vaciar 10 mL de solución de Quitosano-EGDE, el de 0.32mm cuando se vertió 20 mL de solución y por último el de 0.39mm que es obtenido al depositar 30 mL de Quitosano-EGDE en un área de 60.95 cm². Esto indica que, a mayor cantidad del material, el espesor aumenta, aunque no sea de manera lineal, si bien tiene un aspecto semejante al logarítmico, esto debido a los mecanismos de transferencia de masa durante el proceso de secado cuando se impactan en la formación de la monocapa en la superficie que posteriormente colapsan a medida que se da la pérdida del solvente (Surthasan et al, 2023).

b) Determinación del diámetro en perlas de Quitosano-EGDE

La determinación de las dimensiones de las perlas se realizó en similares condiciones de secado que las películas para descartar el efecto de la humedad en las dimensiones de los materiales, es por ello que tal como se describe en la metodología se analizó por microscopia electrónica de barrido mostrada en la siguiente Figura 4.3.

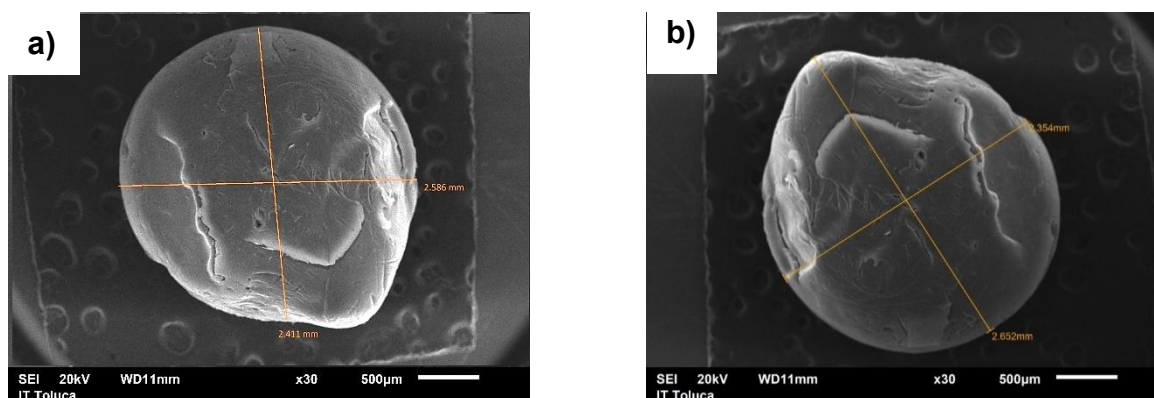


Figura 4.3 Micrografía obtenida para mediciones del espesor en perlas de Quitosano-EGDE a) muestra: Pr-30-0.3B y b) muestra Pr-50-0.3C

El diámetro obtenido para las perlas Pr-30-0.3B fue de 2.652 mm cuyas condiciones de síntesis correspondieron a los 30°C una concentración de sosa de 0.3 M y una dosis de EGDE de 650 µL. Por otro lado, las perlas Pr-50-0.3C sintetizadas a 50°C, con la misma concentración de sosa y una dosis de EGDE de 1300 µL, presentaron un diámetro de 2.586 mm. Al promediar ambos valores, se obtuvo un diámetro representativo de 2.619 mm para las perlas analizadas. Estos resultados sugirieron que la temperatura de síntesis tuvo efecto mínimo sobre el diámetro final de los materiales basados en quitosano-EGDE, mientras la dosis de entrecruzante no mostró una influencia significativa en dicha propiedad.

4.2.2 Porcentaje de Humedad

a) Humedad promedio en películas

Se determinó el porcentaje de humedad en las películas, las muestras sintetizadas se sometieron a una prueba de gravimetría, los resultados se muestran en la Figura 4.4 las cuales fueron agrupadas por los diferentes grosores y dosis de entrecruzante, los

resultados se reportan como el valor promedio de humedad y se ocupó la Ecuación 2.2.

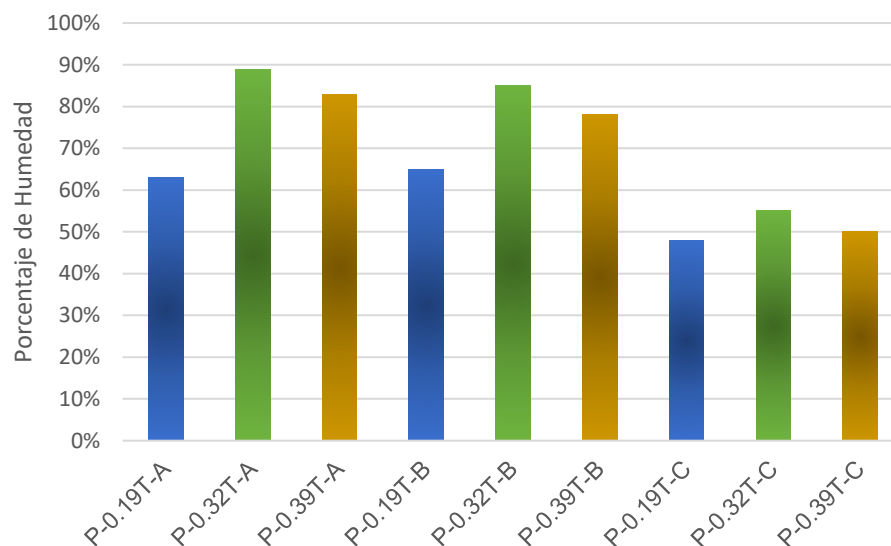


Figura 4.4 Gráfico comparativo del porcentaje de humedad promedio para las películas a diferentes grosores y dosis de entrecruzante.

Se observa en la figura anterior que el contenido de humedad mínimo obtenido es del 48% correspondiente a la muestra P-0.39T-C, mientras que el porcentaje mayor obtenido fue del 89% en la muestra P-0.32T-A, esto ayuda a valorar el efecto de la dosis de entrecruzante, al disminuir la dosis de entrecruzante, se obtuvieron materiales más flexibles que permiten mayor acumulación de agua en los poros, por otro lado, son más rígidos al aumentar la dosis de entrecruzante, lo cual tiene una relación directa con la capacidad de retener agua, tal como menciona García et al., 2021. Además de esto, se observa que el método de secado también favorece a obtener materiales más rígidos si la película es delgada o muy gruesa, mientras que se obtienen materiales más flexibles con un espesor medio, esto demuestra que el proceso de secado afecta a las propiedades de la película

b) Humedad promedio en perlas

Se obtuvo el porcentaje de humedad promedio en las perlas, los resultados son apreciados en la Figura 4.5 de igual manera fueron agrupadas por los diferentes criterios de síntesis, es decir por la temperatura, concentración de la solución de NaOH receptora de las gotas y dosis de entrecruzante.

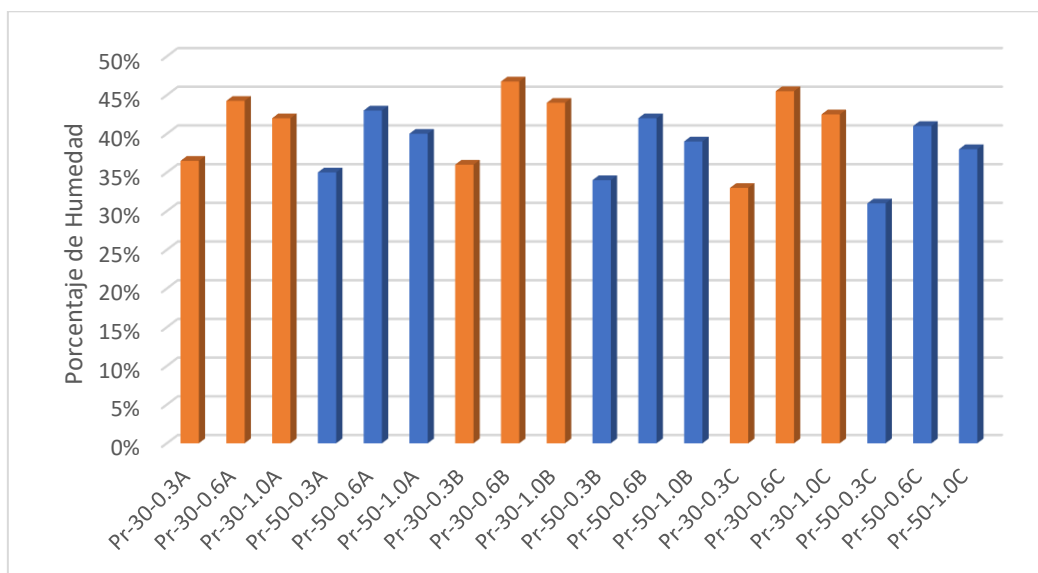


Figura 4.5 Gráfico comparativo de los resultados del porcentaje de humedad promedio para las perlas sintetizadas

El análisis de resultados permite observar que el contenido de humedad mínimo es del 31% y correspondió a la muestra Pr-50-1.0A, mientras que porcentaje mayor es del 47% en la muestra Pr-30-0.6B, se observó un incremento ligero en la humedad para los materiales sintetizados a los 30 °C con respecto a los que fueron a 50 °C, por lo que se concluye que la disminución de la temperatura de síntesis determina un pequeño incremento de la humedad, la dosis de entrecruzante solo presenta una mejora entre la metodología A y B, sin embargo al aumentar la dosis de entrecruzante, ya no existe una mejora y la concentración de la solución de hidróxido de sodio (NaOH) receptora del goteo, mejora las propiedades de las perlas, a mayor concentración se

forman materiales más firmes y con un contenido de humedad medio; si el entrecruzamiento es adecuado, las perlas preservarán su forma durante los lavados, liberando elementos que no se hallan fijado químicamente (Vázquez y Guerrero, 2017). Por otro lado, es preciso aclarar que este experimento se realizó como lo indica la metodología en el apartado anterior en condiciones tendientes a neutras con un valor aproximado de pH de 6.0 a 7.5.

4.2.3 Microscopía Electrónica de Barrido

Durante esta prueba se obtuvieron micrografías de la superficie de las películas (Figura 4.6). En ellas se aprecia una superficie plana y homogénea, con grandes poros entre 1.2 y 1.8 μM . Estos tamaños de poro indican que no existe impedimento de interfase para la adsorción del colorante, según Balderas et al., 2020. La aparición de estos poros se atribuye a la estructura del polímero en el momento del entrecruzamiento y lavado debido a la concentración del entrecruzante añadido durante la síntesis.

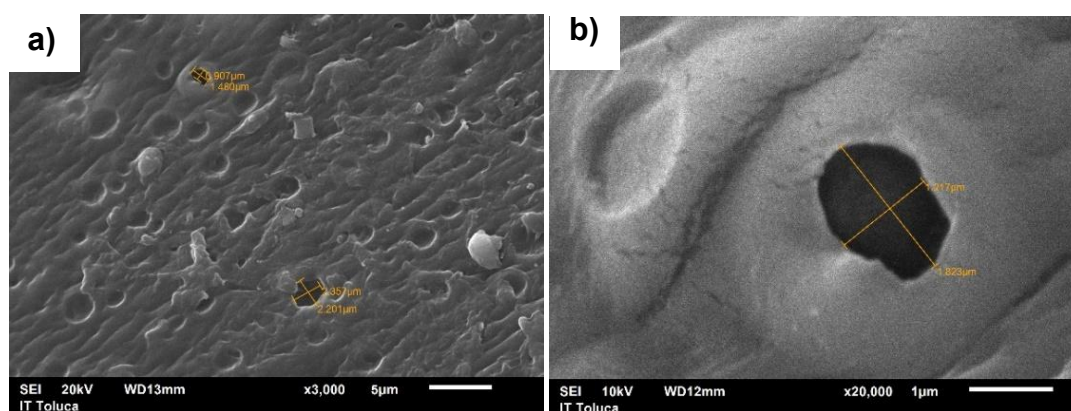


Figura 4.6 Micrografías MEB de película Qitosano-EGDE a) superficie de película P-0.32T-B y b) Determinación del tamaño del poro mediante la medición del radio promedio.

La morfología de las perlas se aprecia en la Figura 4.7 en ella se observó una superficie uniforme y homogénea, sin embargo, para este material se apreció como una estructura rugosa tal como los observado por Zhao et al., 2023 además de ser suave

y con pocos canales porosos, además como dato importante en todos los hidrogeles se observa una superficie en forma de red bien definida que se forma debido al entrecruzamiento (Pérez et al., 2023).

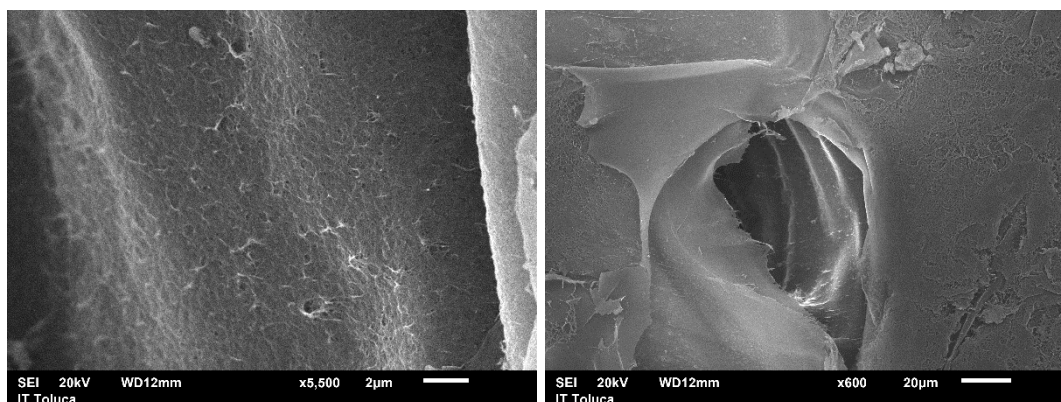


Figura 4.7 Micrografías MEB de perlas Quitosano-EGDE a) superficie de perla Pr-30-0.6C b) Acercamiento en uno de los poros observables.

Para los análisis elementales, fueron realizados de manera puntual para cada uno de los materiales, sin embargo, muestran una proporción muy cercana de los elementos predominantes, los resultados más relevantes de estos análisis se muestran en la Tabla 4.2

Tabla 4.2 Análisis EDS de los materiales sintetizados

Material	Carbono	Nitrógeno	Oxígeno	Silicio	Aluminio	Total
Películas sin EGDE	35.90%	-	50.18%	12.58%	1.34%	100%

Películas						
con EGDE	37.66%	15.50%	46.84%	-	-	100%
Perlas sin EGDE						
	45.75%	-	53.12%	1.13%	-	100%
Perlas con EGDE						
	52.6%	0.32%	44.24%	2.84%	-	100%

Al realizar una comparación entre los análisis EDS llevados a cabo para ambas morfologías, los resultados fueron enfocados en la presencia del Nitrógeno (N_2), debido a que este elemento es característico de los grupos funcionales amino NH_3^+ , la proporción que se observó es mayor para las películas entrecruzadas en comparación con las películas sin entrecruzante, además en las perlas, realizando la misma comparación se observó el mismo comportamiento, incrementó este porcentaje en los materiales entrecruzados, esta cuantificación del grupo amino no indica el nivel de protonación de las moléculas, es decir la disponibilidad de adquirir sitios activos y tenerlos disponibles durante la interacción con los colorantes (Kloster, et al, 2023).

4.2.4 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

En la Figura 4.8 se muestran los espectros FTIR del Quitosano (grado reactivo), entrecruzante EGDE, película (P-0.32T-B) y perla (Pr-30-0.6B); en general, se observan diversas señales típicas de los grupos funcionales dentro de los materiales

sometidos a este estudio. En el que se observaron vibraciones muy características, tal como, en las bandas a los 3450 cm^{-1} y 3200 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de tensión del grupo O-H de los grupos hidroxilo presentes en el quitosano y en la molécula EGDE respectivamente (Balderas, et al., 2020), en las bandas correspondientes entre $3430 - 3300\text{ cm}^{-1}$ aparecen vibraciones de estiramiento correspondientes al grupo amino N-H (Zhao et al., 2023), en la banda de los 2876 cm^{-1} aparece un movimiento de elongación que corresponde al enlace entre C-H de las moléculas de metilo y metileno presentes en el quitosano y en el entrecruzante (García et al., 2010), las bandas de 1465 a 1360 cm^{-1} aparecen vibraciones de tipo tijera que corresponden a las moléculas de CH_2 y CH_3 (Pérez et al., 2023), las bandas comprendidas en el rango de 1400 a 1500 cm^{-1} aparecen vibraciones de deformación correspondiente a los grupos amino y metileno que están presentes en el quitosano (Flores et al., 2024), entre los 1250 y 1000 existen vibraciones de estiramiento de los enlaces C-O-C correspondientes a la molécula de quitosano (Balderas et al., 2020) y finalmente aparecen las bandas comprendidas entre los 1155 a 897 cm^{-1} existen vibraciones de estiramiento correspondientes a los enlaces $1,4\text{ }\beta$ -glucosídico del quitosano (Alvarado et al., 2019).

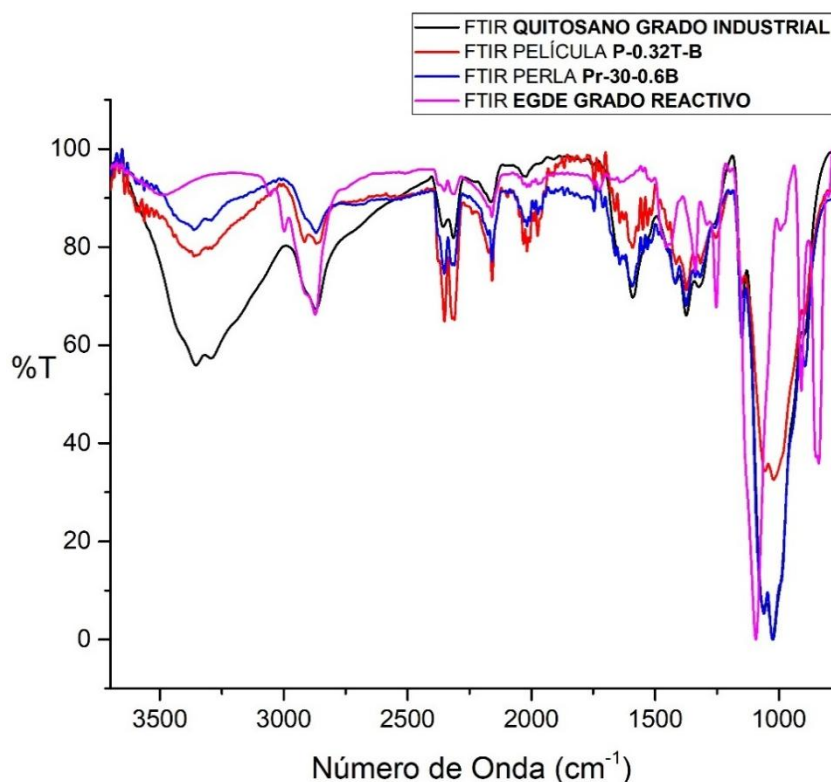


Figura 4.8 Espectros FTIR de las muestras de Quitosano grado reactivo, Entrecruzante EGDE, Película P-0.3 2T-B y perla Pr-30-0.6B.

Se puede observar que los grupos funcionales que corresponden a las bandas correspondientes a los grupos amino del quitosano disminuyen a medida que se agrega la dosis de entrecruzante, lo cual nos indica que los grupos amino del quitosano intervienen en una reacción o interacción provocando la disminución de los grupos funcionales disponibles lo que se aprecia mediante un decremento en la intensidad de las bandas características. Pasa lo mismo si observamos en las bandas correspondientes a los grupos hidroxilo tanto en la molécula de quitosano y la del entrecruzante EGDE, existe la disminución de la intensidad de las bandas, lo cual nos señala una disminución en los sitios activos del quitosano, además si se hace una comparación entre las dos morfologías se aprecia en las bandas correspondientes a los grupos amino, hidroxilo y a los enlaces 1,4 β -glucosídico que la morfología de

películas tiene un incremento considerable que se aprecia por una mayor la intensidad en las bandas, indicando que estos grupos funcionales se encuentran presentes en mayor proporción en dicha morfología (Alvarado et al., 2019,).

4.2.5 Análisis Termogravimétrico

Este análisis se utilizó para evaluar la estabilidad térmica del biopolímero, haciendo una comparación de condiciones normales y con una estructura entrecruzada. Durante este análisis ambos materiales, tanto perlas, como películas, los Termogramas presentaron un único proceso de degradación térmica, lo cual se observa en la Figura 4.9, visualizándose simultáneamente la curva del análisis termogravimétrico para cada uno de los materiales.

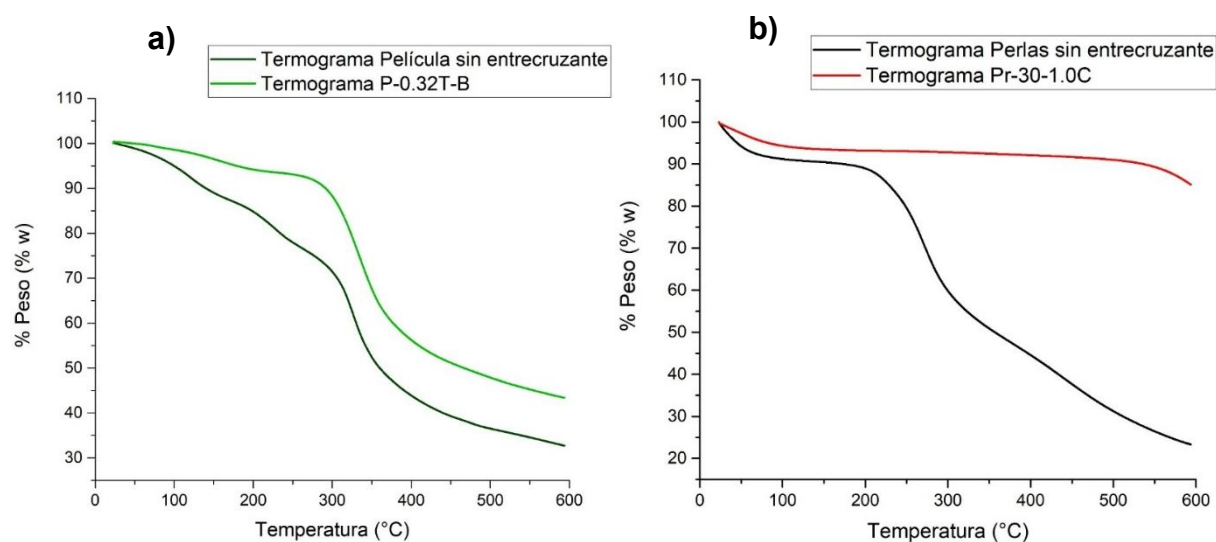


Figura 4.9 Termogramas a) P-0.32T-B y Película sin dosis de entrecruzante y b) Pr-30-0.6B y Perla sin dosis de entrecruzante

Para describir cada uno de los eventos, es necesario agrupar cada uno de los procesos de degradación, esto se visualiza a detalle en la siguiente Tabla 4.3:

Tabla 4.3 Resultados y comparación de los Termogramas de película y perlas de Quitosano y Quitosano-EGDE.

T (°C)	Películas sin EGDE	P-0.32T-B	Perlas sin EGDE	Pr-30-0.6B	Observaciones
	-	-	8.00%	8.00%	Pérdidas atribuidas a la eliminación de humedad contenida en el material y degradación de grupos O-H y N-H (Pereira et al., 2012)
72	-	2.50%			
116	10%	-			
158	-	5%			Las pérdidas se le atribuyen a la descomposición del material (temperatura de descomposición del quitosano es a los 311°C)
223-270	13%	-	44%		
320-330	39%	-			
330-350	-	43.50%		60.00%	
450	3%	-	19%		Continúa la descomposición del biopolímero
Total	65%	51%	71%	68%	Pérdida total de masa en el material

La disminución en la temperatura de descomposición indica que existe una protonación de los grupos amino utilizados para disolver al quitosano, según Sánchez et al., 2007, esto tiene un impacto en la estabilidad térmica del polisacárido, se observa en la morfología de películas que si bien son muy similares las curvas de pérdida de masa se visualiza que el material entrecruzado obtiene una mayor estabilidad térmica ocasionando que la degradación de los materiales sea más lenta y controlada, por el otro lado en las perlas, se observa que las curvas de degradación son completamente diferentes, por lo que el adsorbente entrecruzado otorga una estabilidad térmica total

al material ya que la pérdida de masa es sumamente controlada y con valores pequeños.

El proceso de entrecruzamiento de los adsorbentes se puede inferir debido a la mejora en las temperaturas de degradación, la mejora en la estabilidad térmica es evidencia del reforzamiento de un entrecruzante (Pereira et al, 2012).

4.2.6 Calorimetría Diferencial de Barrido

La técnica de DSC se utiliza para determinar los calores de reacción y establecer el mecanismo involucrado durante los cambios de masa. El proceso de fusión resulta evidenciado la aparición de una banda endotérmica presente en ambas curvas DSC, mismas que se observan de manera gráfica en la Figura 4.10, mostrada a continuación para cada una de las morfologías.

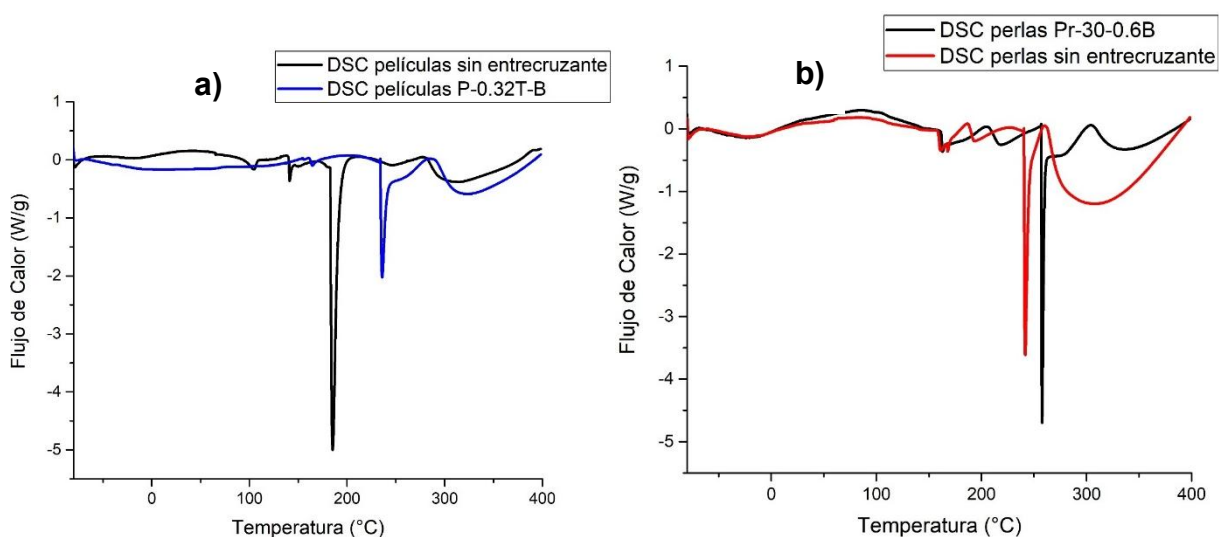


Figura 4.10 Calorimetría diferencial de barrido (DSC) a) PL-0.32T-B y películas sin entrecruzante y b) Pr-30-0.6B y perla sin entrecruzante

En las curvas del DSC para ambos materiales se puede observar un incremento en la temperatura de degradación del material, es notorio que la reacción de entrecruzamiento tiene un efecto muy importante, ya que brinda mayor estabilidad ante la temperatura a los adsorbentes, se puede corroborar en los resultados obtenidos ya que en las películas el incremento se dio de aproximadamente 50°C de diferencia entre ambos materiales, debido a que en películas sin entrecruzante ocurre a los 180°C, mientras que en las películas con EGDE ocurre a los 230°C. Por otro lado, en las perlas el incremento es pequeño de aproximadamente 20°C entre un material y otro, comenzando con el material sin EGDE a los 240 y a los 260°C para el material entrecruzado, este incremento en ambos materiales confirma que una reacción de entrecruzamiento, además de proporcionar estabilidad estructural a los materiales, también transfiere fuerzas de cohesión internas que hacen resistente ante el calor a los materiales, con esto se puede ampliar las aplicaciones del quitosano en otros ámbitos laborales.

4.2.7 Porcentaje de Hinchamiento de materiales

a) Porcentaje de hinchamiento en películas de Quitosano-EGDE

Se analizó el cambio en el contenido de hinchamiento en diferentes valores de pH, los resultados se muestran en la Figura 4.10. El rango de pH en donde se obtuvieron los más altos porcentajes de humedad es entre 2.0 y 3.0 con valores aproximados del 90% (P-0.32T-A y P-0.32T-B) y el valor mínimo obtenido fue del 3% a un pH de 12.0 (P-0.19T-C). Durante la prueba se observó que con dosis bajas de EGDE y grosor mínimo, al igual que dosis altas de EGDE y grosores gruesos, resultaron afectados en sus estructuras debido a la velocidad de agitación (RPM), ambos materiales en las orillas presentaron desgaste y ruptura de las esquinas, un material duro es frágil, un material elástico tiene menor entrecruzante y se alcanza a solubilizar, este hinchamiento es consecuencia de la ionización de los grupos funcionales del quitosano con los iones ^{-}OH y H^{+} en medio acuoso (Villareal, 2024).

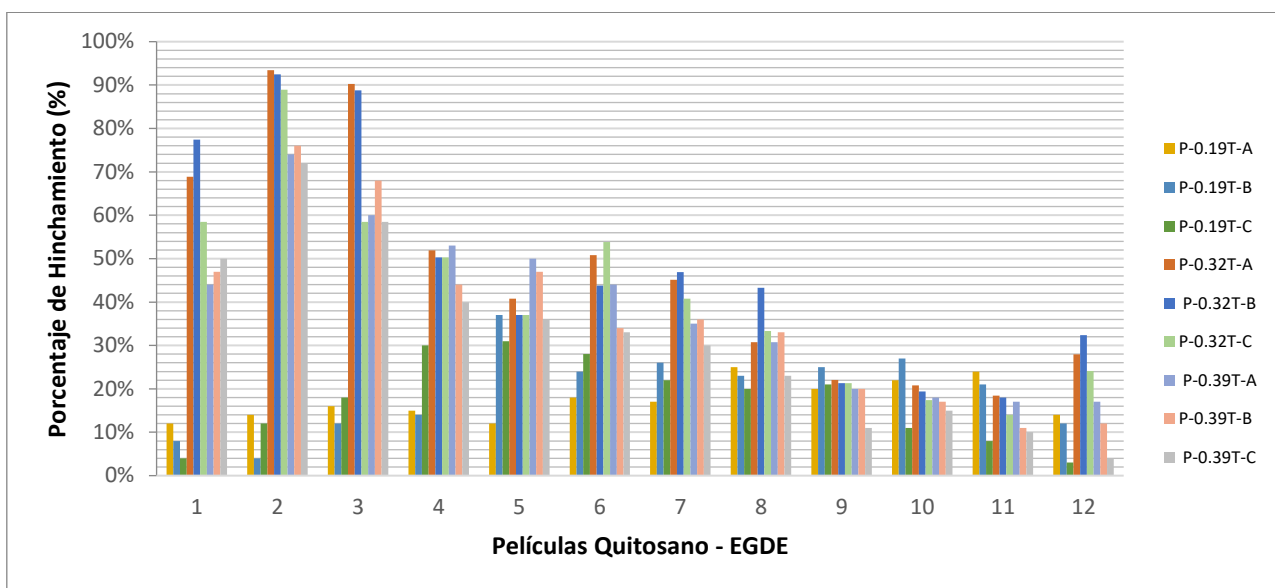


Figura 4.11 Porcentaje de hinchamiento de películas Quitosano-EGDE en los diferentes valores de pH

Este gráfico permite corroborar que las dosis de entrecruzante altas y grosores de las películas, son causantes de materiales rígidos por consecuencia, no permiten el hinchamiento de los adsorbentes, lo que ocasiona un bajo contenido de humedad y dificulta la difusión intraparticular, de acuerdo con García et al. 2021

b) Porcentaje de hinchamiento en perlas de Quitosano-EGDE

En la Figura 4.10 se observó de manera visual el comportamiento del porcentaje de hinchamiento en las perlas de Quitosano-EGDE. En este experimento se identificaron los valores mínimos de pH entre los rangos de 1 a 3, ya que no fue posible registrar mediciones debido a que las perlas no conservaron su forma, las condiciones del experimento aunado con un ambiente meramente ácido, propiciaron la solubilización del quitosano, además, otro parámetro que influyó fue la velocidad de agitación (RPM), ya que al someter a una fuerza externa, las perlas de hidrogel no resistieron y sufrieron rupturas internas, sin embargo a partir de un valor de pH de 4.0 se comenzó a tener lecturas del hinchamiento del material, cabe mencionar que se encontraron estos materiales en proceso de degradación inclusive se encontraron ligeramente

desgastados y reducidos de tamaño, aun así, se obtuvieron las mediciones aproximadamente del 5%, conforme se dio el incremento del pH se obtuvieron valores máximos del porcentaje de hinchamiento de un 37% en un pH con valor de 5.0 correspondiente a la muestra Pr-30-0.6A.

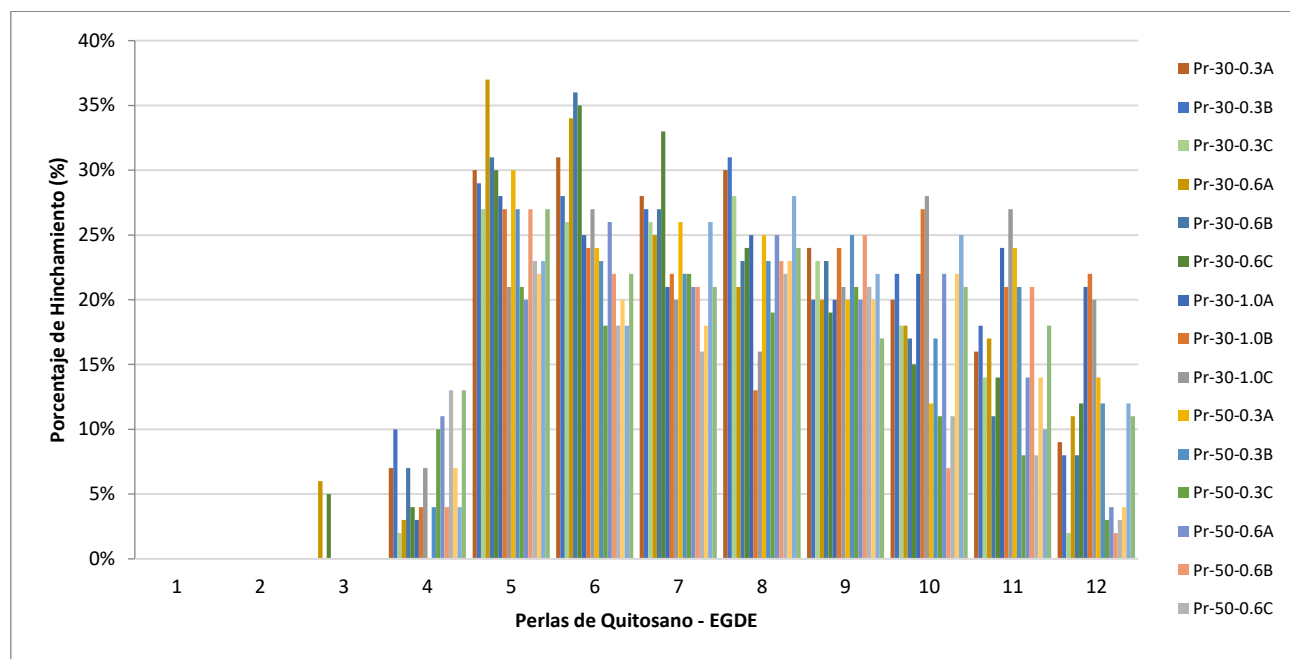


Figura 4.12 Porcentaje de hinchamiento de perlas Quitosano-EGDE en los diferentes valores de pH

La morfología de las perlas no cumplió con los criterios establecidos, esto debido a que durante las pruebas de hinchamiento a pH ácidos se obtuvo la solubilización del quitosano, es decir, la perla se desintegró al ser colocado en estas soluciones por lo que se optó por excluirlas de los estudios subsiguientes, con base en los resultados obtenidos.

Además en relación con su estructura, en los hidrogeles formados con quitosano, el tamaño de poro se asoció con una menor reticulación, lo que favoreció a la formación de una red polimérica más flexible y con mayor movilidad de las cadenas (Flores et al.,

2024), esto ayudo a establecer que los medios ácidos generan mayor retención de humedad en ambos materiales, este parámetro se relaciona con el contenido de humedad retenido en la estructura, lo cual puede ser limitante sobre el proceso de adsorción con los colorantes.

4.2.8 Punto de carga cero (PCC)

El PCC únicamente se realizó con las películas Quitosano-EGDE, por lo comentado anteriormente sucedió con las perlas, los datos experimentales se analizaron a través de las mediciones de diferentes valores de pH de la solución y utilizando la Ecuación 2.3, los resultados obtenidos se presentan en la Figura 4.10 se observó la carga superficial de las películas sintetizadas de los tres diferentes grosores, la cual presenta un cambio de carga que se representa mediante la convergencia de la gráfica en un valor aproximado de 7.0 para todas las películas independientemente del grosor, esto indica que la carga superficial de las películas de Quitosano es positiva a un pH menor que el PCC y se convierte a negativa en valores superiores a este.

Este resultado corroboró lo encontrado por García et al., 2021 ya que el quitosano en pH ácidos, su carga superficial es catiónica, ya que en solución acuosa a estos valores de pH se promueve la protonación del grupo amino (NH_2 a NH_3^+) facilitando la interacción electrostática entre las cadenas de polímero y la carga negativa de los colorantes que adquieren en solución.

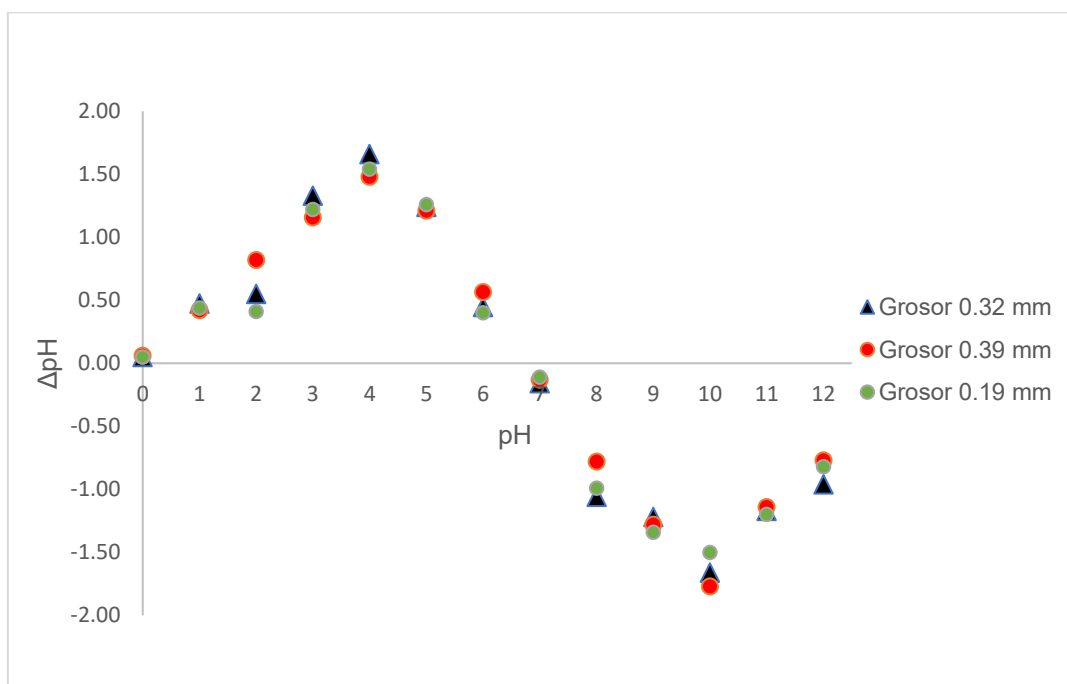


Figura 4.13 PCC de las películas de Quitosano-EGDE a sus diferentes grosores.

4.3 EXPERIMENTOS DE ADSORCIÓN

Este estudio tuvo la finalidad de correlacionar las propiedades de los adsorbentes determinadas en la caracterización de materiales con el mecanismo de adsorción, para ello fue necesario determinar las mejores condiciones para optimizar los procesos de adsorción.

4.3.1 Efecto del pH sobre la capacidad de adsorción

A continuación, se presentan los resultados obtenidos del efecto de la variación del pH en la capacidad de adsorción de los colorantes azoicos utilizados. En la Figura 4.14 se presentan los resultados de la comparación entre las diferentes películas sintetizadas, evaluando la influencia de parámetros como la dosis de entrecruzante, el grosor en la capacidad de adsorción “q” de los colorantes a las diferentes concentraciones; por otro

lado, en la Figura 4.15 se muestra la influencia de la concentración de la solución de los colorantes, el pH de la solución y la capacidad de adsorción para cada uno de los colorantes.

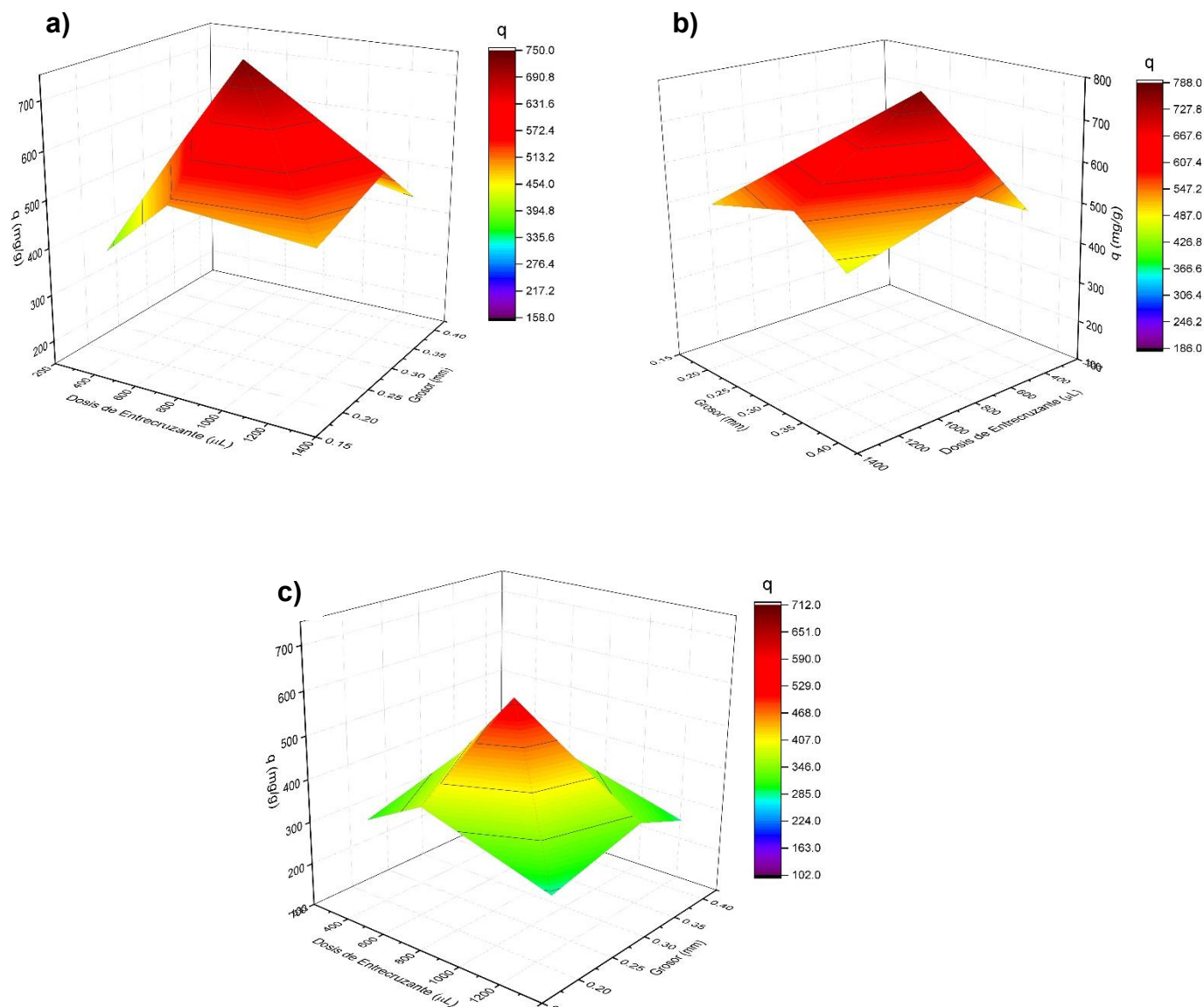


Figura 4.14 Influencia del pH de la solución y dosis del entrecruzante EGDE en la capacidad de adsorción de los colorantes a) Amarillo No.5. b) Rojo No.2 y c) Azul No.1

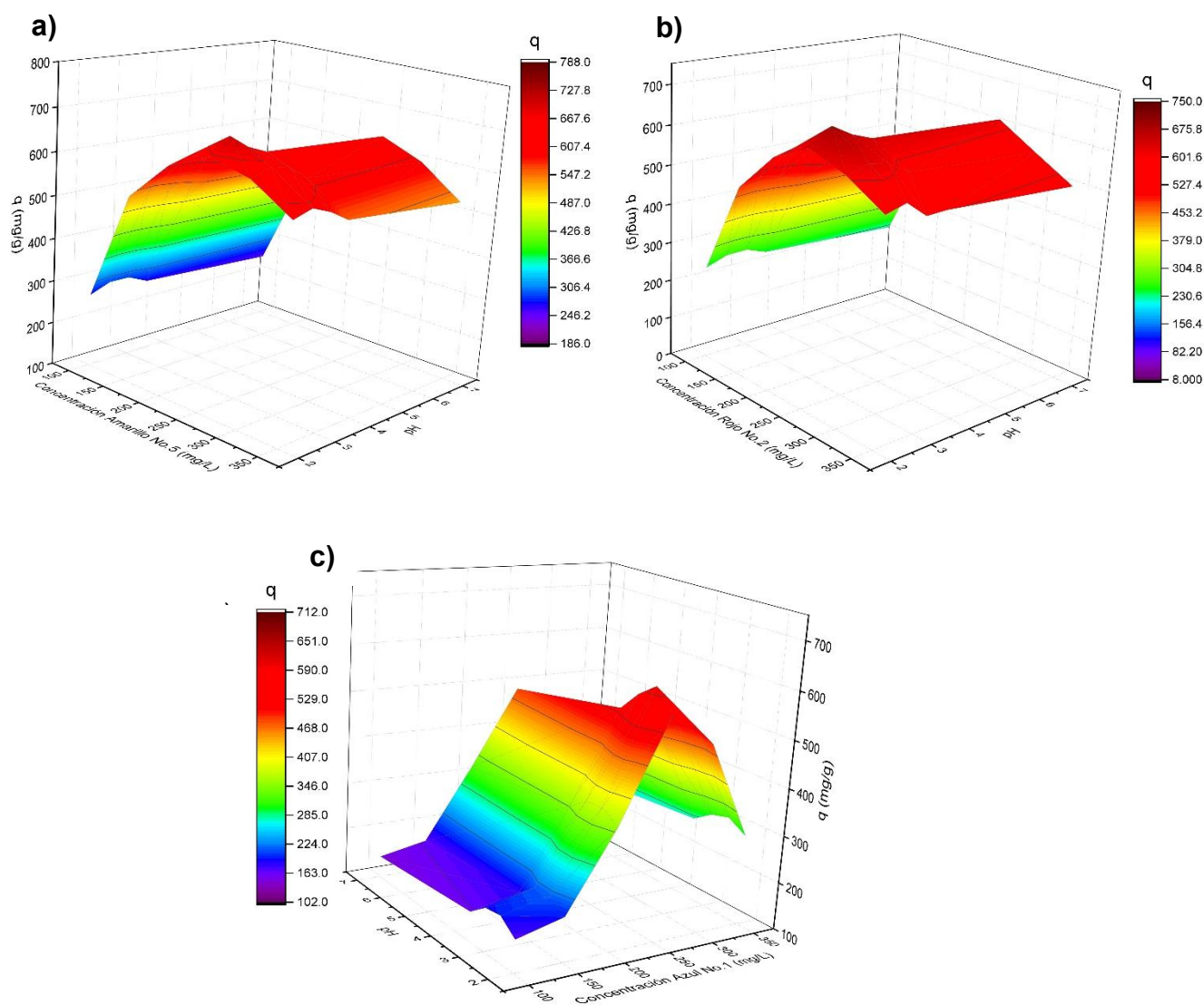


Figura 4.15 Influencia del pH de la solución y la concentración de soluciones de colorante en la capacidad de adsorción a) Amarillo No.5. b) Rojo No.2 y c) Azul No.1

El primer análisis se realizó para la selección del material en la Figura 4.14 se puede apreciar de manera gráfica teniendo como criterio principal la capacidad máxima de adsorción, se observa en el gráfico la cantidad de entrecruzante aplicado durante el proceso de síntesis y el grosor de los adsorbentes, para cada uno de los materiales, obteniendo como resultados que a mayor dosis de entrecruzante, las capacidades de

adsorción son bajas mientras que a dosis bajas de EGDE, el material se fragmenta y no adsorbe de manera eficaz; debido a esto las mejores capacidades de adsorción se obtienen con dosis intermedias de entrecruzante, por otro lado, el grosor de la película también es considerado determinante debido a que tanto a mayores y menores grosores, se tiene poca capacidad de adsorción, atribuible al mecanismo de entrecruzamiento durante el secado, siendo que el espesor de 0.32 mm es el que brinda la mejor capacidad de adsorción.

Con los datos obtenidos en la Figura 4.15 se puede apreciar la comparación entre el rango de pH y la concentración de la solución del colorante se observa que la mejor capacidad de adsorción se obtiene en un valor óptimo de pH para todos los colorantes de 2.5, lo cual se justifica con lo obtenido en los resultados de la determinación del punto de carga cero, en donde a este valor de pH la carga superficial de la película es positiva, esto permite asumir un mecanismo de adsorción electrostático en un medio ácido, por otro lado, la concentración en los colorantes que generó mayor capacidad de adsorción es la de concentración con un valor de 250 mg/L de colorante, aplicando este criterio para los tres colorantes utilizados; por otro lado la película que mostró los mejores resultados de adsorción es la película P-0.32T-B con un grosor de 0.32mm, sintetizada a con una dosis de EGDE de 650 μ L, siendo las capacidades de adsorción para el Amarillo No.5 de 783 mg/g, para el color Rojo No.2 de 750 mg/g y para el Azul No.1 el valor fue de 711 mg/g, a un pH de 2.5.

4.3.2 Coeficiente de difusión en los colorantes

En la Tabla 4.4 se puede observar los resultados del cálculo de los coeficientes de difusión en los colorantes, se observa que existe una diferencia muy notable en los valores de los tres colorantes, el colorante con mayor coeficiente de difusión molecular es el Amarillo no.5 seguido del colorante Rojo no.2 y en el tercer lugar el colorante Azul no.1. Esto tiene una relación directa con su tamaño molecular, entre más grande

sea la molécula, menor será su coeficiente de difusión molecular, además, la difusividad de los colorantes en soluciones acuosas incrementa conforme aumenta la temperatura. El coeficiente de difusión representa la velocidad con la que las moléculas de los colorantes se transportan dentro del agua hacia los sitios activos de las películas de Quitosano-EGDE, (Diaz, 2024).

Tabla 4.4 Coeficientes de difusión de los colorantes a diferentes temperaturas.

Color	PM (g/mol)	Coeficiente de difusividad (m ² /s)		
		10°C	30°C	50°C
Amarillo no. 5	534.4	3.81E-10	3.87E-10	4.13E-10
Rojo no. 2	604.5	3.49E-10	3.55E-10	3.78E-10
Azul no. 1	792.85	2.62E-10	2.67E-10	2.84E-10

4.3.3 Cinéticas de adsorción

Estas pruebas se realizaron bajo las condiciones encontradas en los experimentos anteriores a un valor de pH de 2.5, la concentración de las soluciones sintéticas de

colorantes fue de 250 mg/L. En la Figura 4.16 se puede apreciar los estudios de cinética de adsorción en los tres colorantes a las tres temperaturas analizadas.

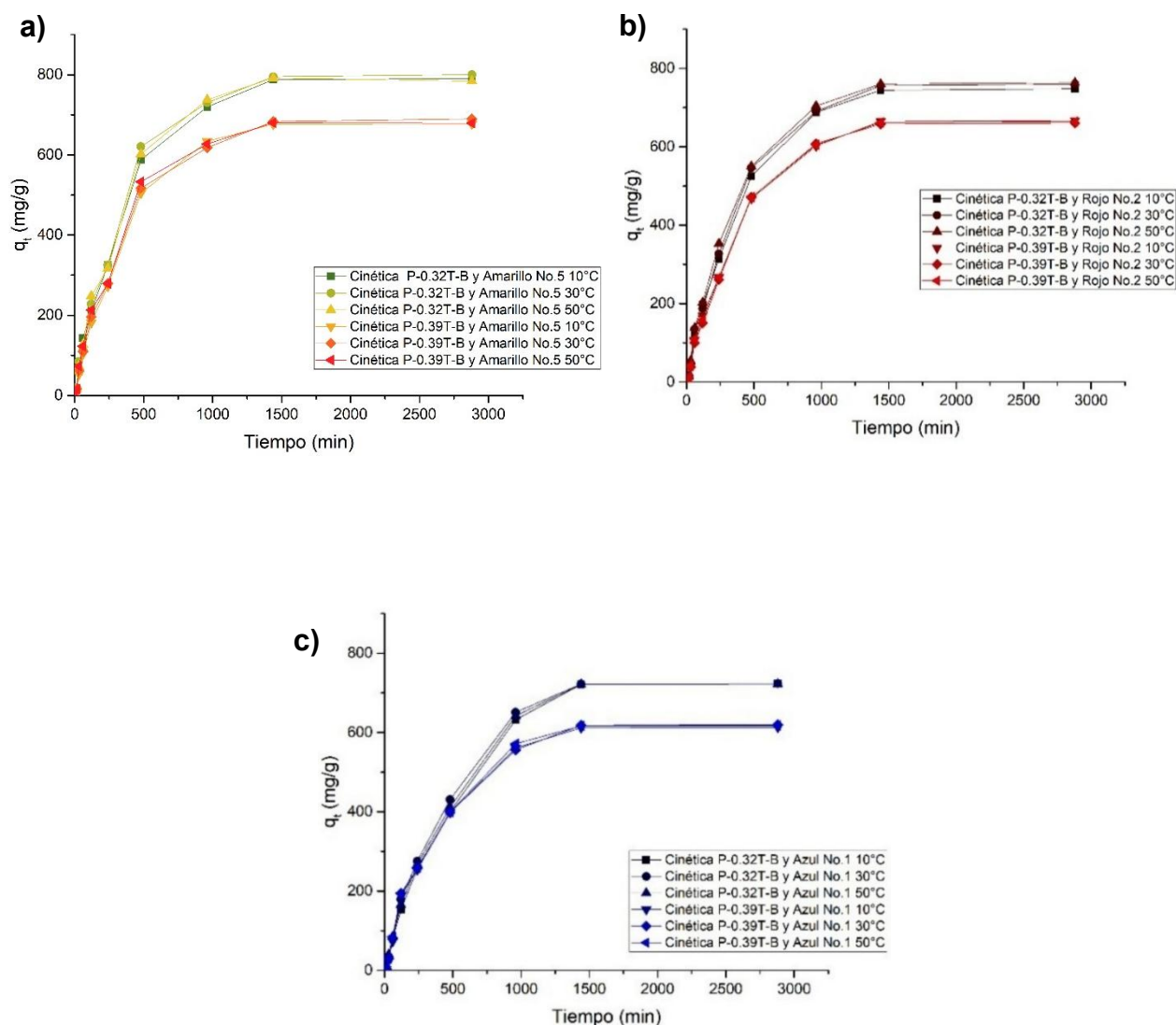


Figura 4.16 Cinéticas de adsorción de los colorantes sintéticos azoicos con películas P-0.32T-B y P-0.39T-B, a la temperatura de 10, 30 y 50 °C a) Para el Amarillo No.5 b) Para el Rojo No.2 y c) Para el Azul No. 1

En las gráficas se puede apreciar al comparar el comportamiento de las películas P-0.32T-B, son las que presentan mayores capacidades de adsorción para los tres colorantes azoicos de naturaleza aniónica, también se puede observar que la temperatura no tiene un efecto sobre la capacidad de adsorción, es por ello que se mantuvo para las posteriores pruebas experimentales una temperatura constante de 30 °C, al mismo tiempo, se observa que el tiempo de equilibrio de adsorción se obtiene para ambos materiales a los 1440 min. Los resultados de las pruebas anteriores se resumen en la Tabla 4.5.

Tabla 4.5 Resumen de tiempos de equilibrio de adsorción de cada colorante por cada uno de los materiales

TEMPERATURA		P-0.32T-B			P-0.39T-B		
		Amarillo No.5	Rojo No.2	Azul No.1	Amarillo No.5	Rojo No.2	Azul No.1
10 °C	t_{eq} (min)	1440	1440	1440	1440	1440	1440
	q_{eq} (mg/g)	787.725	744.322	721.121	676.632	665.217	611.783
30 °C	t_{eq} (min)	1440	1440	1440	1440	1440	1440
	q_{eq} (mg/g)	795.086	755.779	723.896	682.948	658.784	617.878
50 °C	t_{eq} (min)	1440	1440	1440	1440	1440	1440
	q_{eq} (mg/g)	791.521	760.163	718.508	679.891	662.951	616.264

Se puede apreciar que el material que obtuvo la mayor capacidad de adsorción es el P-0.32T-B a una temperatura de 30 °C, alcanzando para el Amarillo no.5 valores de 795.086 mg/g, para el Rojo no. 2 un valor de 755.779 mg/g y para el Azul no.1 el valor de 723.896 mg/g.

La tendencia que se observa en estas capacidades de adsorción para los colorantes es $A5 > R2 > A1$ se puede relacionar con el peso molecular de cada uno de los colorantes, así como el coeficiente de difusión molecular calculado para cada uno de ellos, siendo también tendencia el valor del coeficiente de difusión de ellos $A5 > R2 > A1$, misma correlación que correspondiente con la obtenida en las capacidades de adsorción obtenidas, indicando que el mecanismo de difusión intra particular afecta de manera directa el proceso de adsorción dentro de las películas de quitosano.

Por otra parte, en la Tabla 4.6 se muestra la comparación de las capacidades de adsorción en colorantes azoicos obtenidas en este trabajo con las de adsorbentes a base de quitosano morfológicamente similares elaborados por otros autores.

Tabla 4.6 Comparación de la capacidad de adsorción de colorantes con otros autores

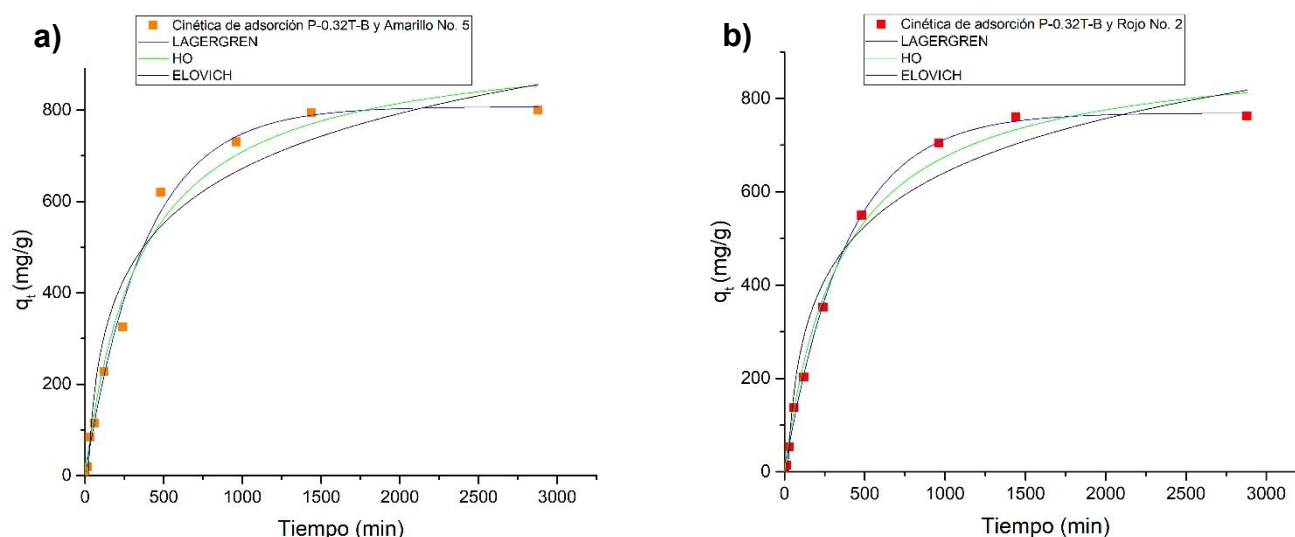
COLORANTE AZUL NO.1				
	q_e (mg/g)	C_0 (mg/L)	pH	
Q-CO₂	97	200	3	Karaer y Uzun, 2022
Q-EGDE	724	250	2.5	Este trabajo
COLORANTE ROJO NO.2				
	q_e (mg/g)	C_0 (mg/L)	pH	
Q-PPY-EGDE	743	250	5	Balderas et al, 2020
Q-EGDE	756	250	2.5	Este trabajo
COLORANTE AMARILLO NO.5				
	q_e (mg/g)	C_0 (mg/L)	pH	
Q-BENTONITA	607	200	3.5	Velásquez, 2022
Q-EGDE	795	250	2.5	Este trabajo

En la tabla anterior se puede observar que las películas de quitosano entrecruzadas con EGDE (Q-EGDE) presentan una capacidad de adsorción notablemente superior en general frente a otros materiales reportados en la literatura para la remoción de los colorantes Azul No.1, Rojo No.2 y Amarillo No.5. En todos los casos revisados, el Q-EGDE superó en eficiencia a materiales como quitosano con CO₂ supercrítico, películas compuestas con polipirrol (Q-PPY-EGDE) y soportes inorgánicos como bentonita, alcanzando capacidades máximas de adsorción de hasta 795 mg/g en condiciones similares de adsorción.

Este desempeño puede atribuirse a la modificación química inducida por EGDE, que favorece la formación de una red polimérica más estable que permite la disponibilidad de sitios activos. Además, el comportamiento observado a pH ácido resalta la utilidad del Q-EGDE ante colorantes de naturaleza aniónica por promover la protonación de los grupos aminos.

Ajuste de los resultados de las cinéticas a modelos matemáticos

Mediante el uso del software Origin Pro 2016 fue posible realizar los ajustes a los modelos cinéticos de adsorción mismos que se puede observar en la Figura 4.18



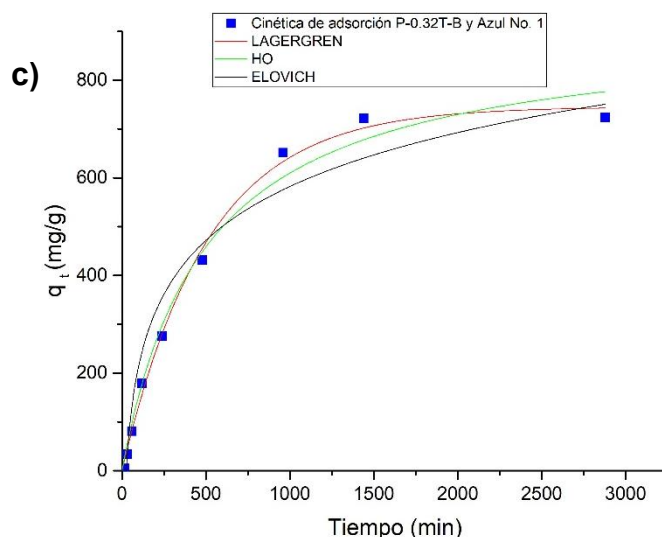


Figura 4.17 Ajuste de modelos cinéticos de adsorción a) Amarillo no. 5, b) Rojo no. 2 y c) Azul no. 1

Mediante el ajuste realizado para cada uno de los colorantes con el adsorbente P-0.32T-B se puede observar el comportamiento al ajustar los datos en cada uno de los modelos cinéticos, en esta prueba se obtuvo el mejor ajuste para el modelo de Lagergren o pseudo primer orden para los tres colorantes.

El ajuste de los datos experimentales a los modelos cinéticos de Lagergren (pseudo primer orden), Ho-McKay (pseudo segundo orden) y Elovich se resumen en la Tabla 4.7 se puede corroborar las capacidades de adsorción al equilibrio de los colorantes y su efecto inverso que presenta al coeficiente de difusión molecular.

Tabla 4.7 Resumen de cinéticas de adsorción y el ajuste a modelos matemáticos de película P-0.32T-B con cada uno de los colorantes sintéticos utilizados

Modelo	Amarillo No.5	Rojo No.2	Azul No.1
q_e	807.3447 ± 18.6680	769.0373 ± 8.2555	745.4435 ± 15.0288

LAGERGREN pseudo primer orden	k_1	$0.0026 \pm 1.9072\text{E-}4$	$0.0026 \pm 8.8530\text{E-}5$	$0.0019 \pm 1.1522\text{E-}4$
	R^2	<u>0.9944</u>	<u>0.9988</u>	<u>0.9967</u>
HO pseudo segundo orden	q_e	958.5234 ± 48.2147	910.7621 ± 33.9009	909.0434 ± 47.5956
	k_2	$2.9584\text{E-}6 \pm 6.0963\text{E-}7$	$3.1485\text{E-}6 \pm 4.8116\text{E-}7$	$2.2395\text{E-}6 \pm 4.4903\text{E-}7$
	R^2	0.9855	0.9920	0.988
ELOVICH	α	8.3252 ± 1.5142	7.8365 ± 1.2015	6.1543 ± 1.0493
	β	$0.0057 \pm 4.783\text{E-}4$	$0.006 \pm 4.227\text{E-}4$	$0.0063 \pm 5.1939\text{E-}4$
	R^2	0.9562	0.9681	0.9553

En los resultados se puede corroborar que el modelo que mejor ajusta a los datos experimentales en los tres colorantes es el de pseudo primer orden, lo cual indica que el proceso de adsorción está limitado a partir de la afinidad de los sitios activos de adsorción y se desprecia el efecto de difusión intraparticular, retomando lo observado en las gráficas del ajuste a los modelos cinéticos y tomando como criterio el ajuste obtenido casi en la totalidad de las cinéticas con el mayor valor del coeficiente de correlación R^2 para cada colorante.

4.3.4 Isotermas de adsorción

Los resultados obtenidos en las pruebas de equilibrio de adsorción se muestran en la Figura 4.18 se realizaron los experimentos para cada uno de los colorantes con el adsorbente P-0.32T-B, obteniendo como resultado la capacidad de adsorción en el equilibrio a 30°C debido a que en las pruebas anteriores se demostró que no hay afecto alguno en la variación de temperatura.

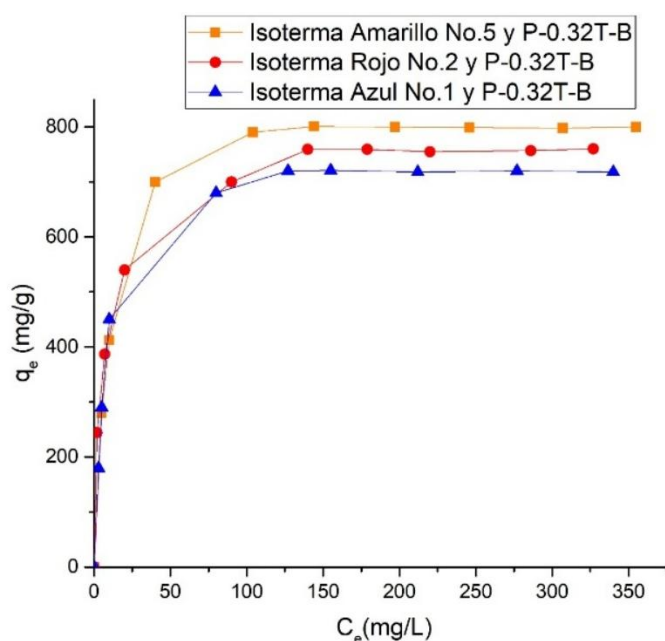


Figura 4.18 Isotermas de adsorción de los colorantes sintéticos azoicos con películas P-0.32T-B y los colorantes utilizados en este trabajo

Se observa que las películas de quitosano alcanzan la saturación del material adsorbente a partir de una concentración al equilibrio de 150 mg/L para todos los colorantes azoicos utilizados, que corresponden a concentraciones iniciales de equilibrio, también se observa una tendencia en la cual el material incrementa la capacidad de adsorción conforme se incrementa la concentración del colorante hasta alcanzar la máxima capacidad de adsorción. Por otro lado, en el gráfico se puede observar la capacidad máxima de adsorción que alcanza la película P-0.32T-B con los colorantes, para el Amarillo No.5 es de 790 mg/g, en el Rojo No.2 de 760 mg/g y para el Azul No.1 es de 711 mg/g.

Ajuste de los resultados de las isothermas a modelos matemáticos

De la misma manera los datos experimentales de equilibrio de adsorción se ajustaron a los modelos de isothermas, mediante el uso del software Origin Pro 2016, mismos que se muestran en la Figura 4.18 para cada uno de los colorantes.

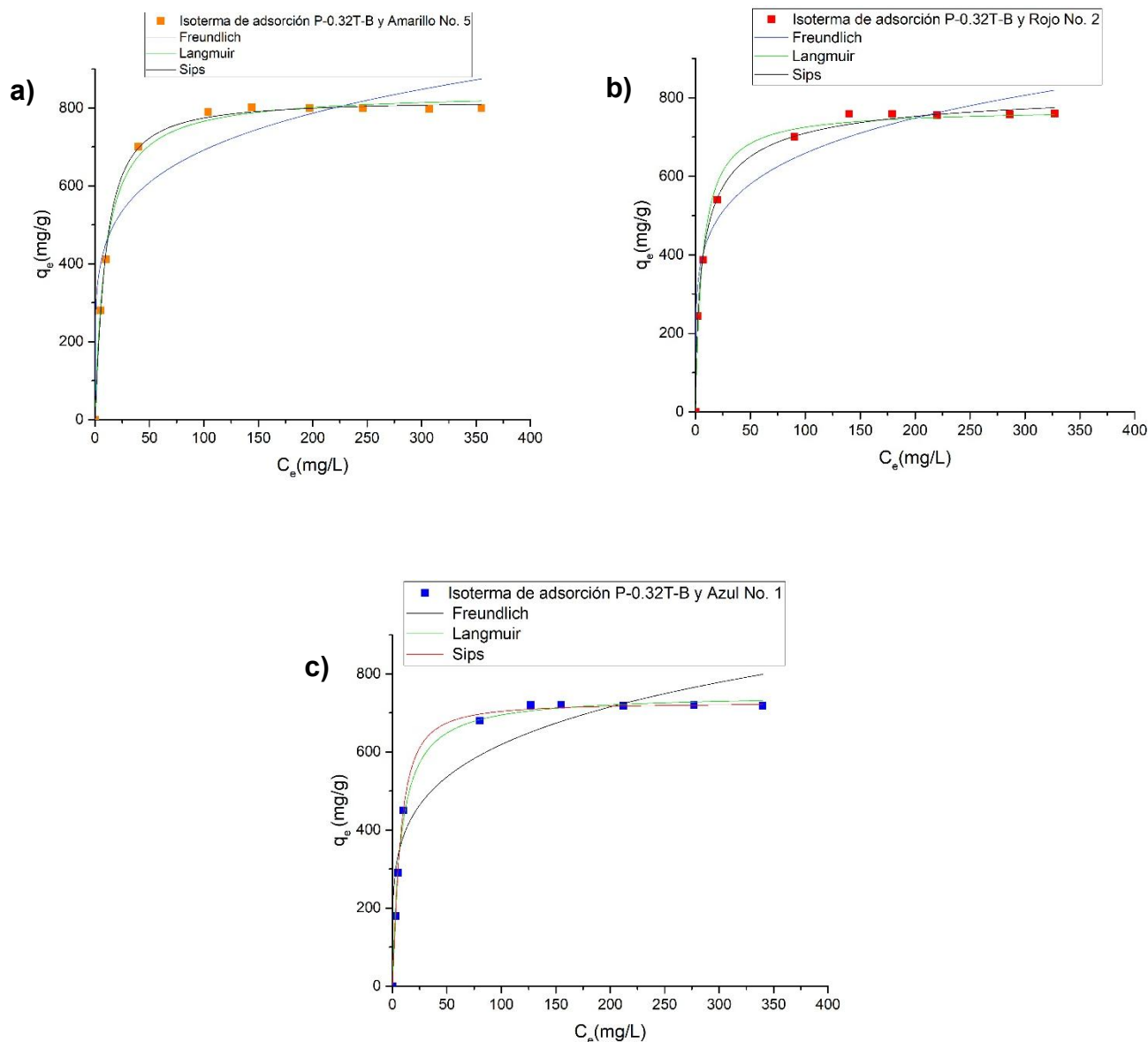


Figura 4.19 Isothermas de adsorción de los colorantes sintéticos azoicos con películas P-0.32T-B y los colorantes utilizados en este trabajo

En los gráficos se puede apreciar el comportamiento de cada uno de los modelos y su interacción a lo largo de las isothermas, a partir del ajuste obtenido para cada uno de los colorantes, se determinó que existen dos modelos que tienen una interacción mayor para los tres colorantes figurando el modelo de Sips y el de Langmuir.

A continuación, en la Tabla 4.8, se muestra el resumen de los ajustes matemáticos obteniendo los parámetros para cada uno de los ajustes realizados a las isothermas de adsorción del colorante Amarillo No. 5, Rojo No.2 y Azul No.1 con el material P-0.32T-B.

Tabla 4.8 Resumen de parámetros de ajuste a modelos matemáticos de isothermas de P-0.32T-B con cada uno de los colorantes sintéticos utilizados.

Modelo		Amarillo No. 5	Rojo No. 2	Azul No. 1
Freundlich	K_F	295.13333 ± 52.78876	282.55619 ± 31.78059	237.05763 ± 41.42119
	n	5.40588 ± 1.03078	5.43965 ± 0.66548	4.79826 ± 0.8031
	R^2	0.932	0.968	0.935
Langmuir	q_m	840.07413 ± 7.99222	771.85726 ± 13.78591	748.17363 ± 7.95874
	K_L	0.10313 ± 0.00641	0.15457 ± 0.019	0.1298 ± 0.00819
	R^2	0.997	0.989	0.997
Sips	q_m	820.14901 ± 8.12234	836.12822 ± 23.798	725.97166 ± 4.54843
	k_s	0.10791 ± 0.00454	0.12455 ± 0.01532	0.14457 ± 0.00414
	n	1.18657 ± 0.07443	0.68408 ± 0.0601	1.29608 ± 0.0625
	R^2	0.999	0.998	0.999

Al analizar los parámetros de los ajustes a los modelos matemáticos, se observa la tendencia de los datos al comportamiento de la isoterma de Sips con cada uno de los colorantes, alcanzando capacidades de adsorción teóricas máximas en el Amarillo no.5 de 820.15 mg/g, en el Rojo no.2 de 836.13 mg/g y para el Azul no.1 de 725.97 mg/g. El modelo de Sips siendo un modelo combinado de Langmuir y Sips, se reduce la interpretación del ajuste al modelo de Langmuir, donde el valor n del ajuste de Sips indica que para valor $n < 1$, se tiene una superficie heterogénea, mientras que para $n > 1$ indica heterogeneidad y saturación rápida, lo que claramente indica que la interacción del colorantes es mayormente física con superficie heterogénea y con una saturación rápida (García, 2021), esto corresponde con el ajuste a modelos cinéticos que indican que el proceso de adsorción está dominado por la interacción de los grupos funcionales y los colorantes.

4.4 EXPERIMENTOS DE DESORCIÓN

Se realizaron los experimentos de desorción con la finalidad de evaluar la reversibilidad del proceso de adsorción para la reutilización de las películas adsorbentes, considerando parámetros como la estabilidad, eficiencia, vida útil de cada uno de los adsorbentes y su interacción con los colorantes.

4.4.1 Pruebas preliminares de desorción

En la Figura 4.20 se puede observar los experimentos para la selección de una solución desorbente, comparando entre el hidróxido de Sodio (NaOH) y Carbonato de Sodio (Na₂CO₃), ambas soluciones se pusieron a prueba en diferentes criterios según lo especificado en la metodología. A continuación, se presentan los resultados para el colorante Amarillo No.5, debido a que en el Rojo No.2 y Azul No.1 se presentaron resultados similares.

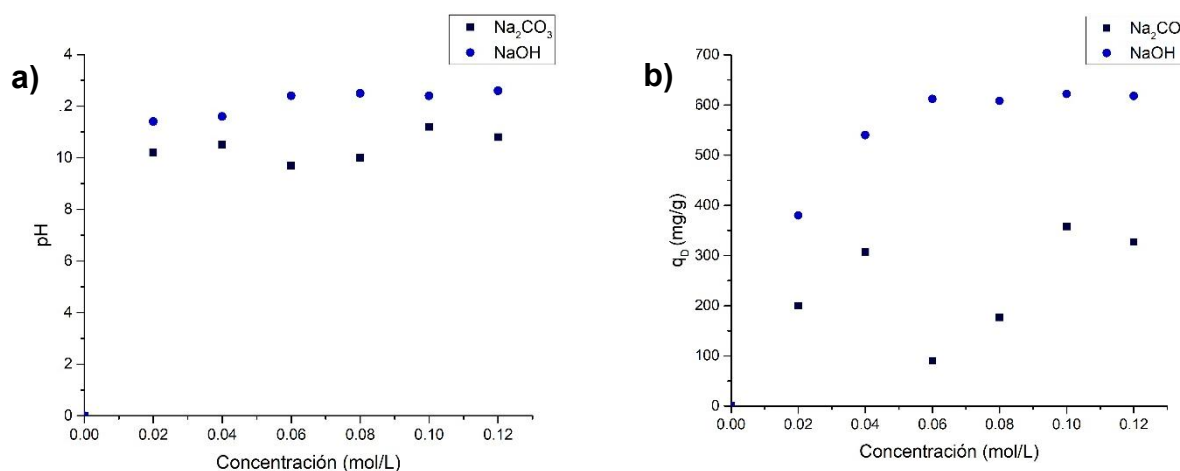


Figura 4.20 Gráficos comparativos entre la desorción de dos soluciones Sosa NaOH y Carbonato de Sodio Na₂CO₃ con el colorante Amarillo no.5 a) Concentración de soluciones vs pH final en función de la capacidad de desorción y b) Concentración de soluciones vs capacidad de desorción

En los gráficos se aprecia la comparación de ambas soluciones en procesos de desorción, el NaOH alcanza valores más alcalinos en comparación con el Na₂CO₃ a las mismas concentraciones, por otro lado, las capacidades de desorción, calculada a partir de la Ecuación 2.11, corroboran que en el NaOH favorece mayormente la liberación del colorante adsorbido, esto debido a que según las pruebas de carga cero, la superficie se vuelve aniónica, es decir, repele la carga del colorante, esto se comprobó cuando se alcanza el valor de 12.5, en ambas pruebas siendo este pH de control, además se determinó la capacidad de desorción con un valor de 620 mg/g, estos datos se usaron para replicar el proceso de adsorción-desorción de manera controlada para los demás colorantes.

En contraste con la solución del Na₂CO₃, en los resultados obtenidos, no se aprecia una tendencia estable para las diferentes concentraciones en la capacidad de desorción, a pesar de que se realizó un cambio en el valor de pH en el medio para favorecer la desprotonación del grupo amino de quitosano y la ionización del grupo

hidroxilo, no favorecen a la desorción, debido a que el ion carbonato compite para adsorberse en los sitios activos limitando la desorción del colorante.

4.4.2 Ciclos de Adsorción-Desorción

En la Figura 4.21 se muestran los ciclos de regeneración que se obtuvieron para la película P-0.32T-B y el colorante Amarillo no. 5, como lo indica la metodología, utilizando a la solución de NaOH para llevar a cabo la desorción.

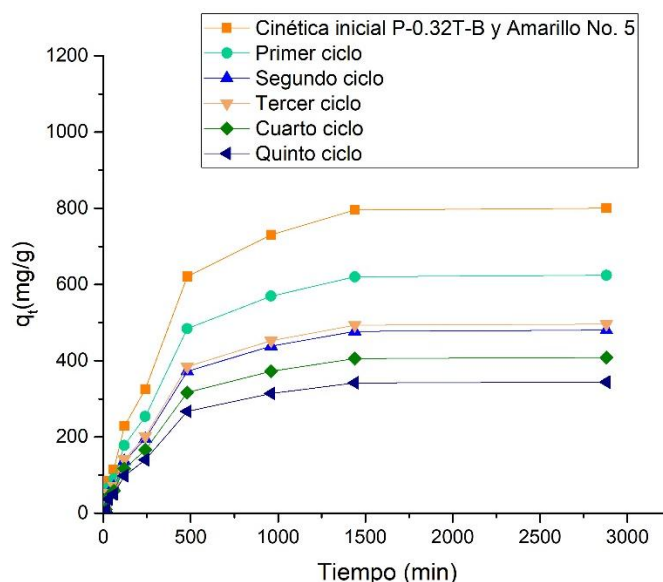


Figura 4.21 Ciclos de Adsorción-Desorción de las películas P-0.32T-B, colorante Amarillo no. 5 y desorción con NaOH 0.05M

Se puede observar, que inicialmente la capacidad máxima de adsorción para la tartrazina es de 800 mg/g, para el primer ciclo de adsorción-desorción, se obtuvo un remanente de color cercano al 20%, alcanzando una capacidad de 624 mg/g. Para el segundo ciclo, el remanente que se obtuvo fue del 40% alcanzando una capacidad de 480 mg/g, Para el tercer ciclo, sucedió una cuestión interesante, ya que el remanente que se obtuvo fue del 42% y la capacidad de adsorción fue del 496 mg/g. Para el cuarto ciclo, la saturación en la película fue del 50% y la capacidad máxima obtenida fue de 408 mg/g. Para el quinto ciclo la saturación en el adsorbente fue del 57% del colorante y se alcanzó una capacidad de 344 mg/g.

En la Figura 4.22 se pueden visualizar los ciclos de regeneración que se obtuvieron con el colorante Rojo no. 2 y el adsorbente P-0.32T-B.

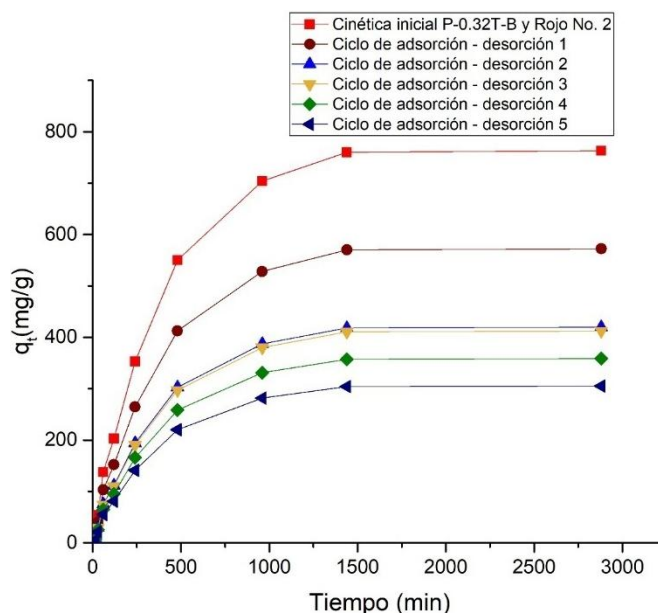


Figura 4.22 Ciclos de Adsorción-Desorción de las películas P-0.32T-B, colorante Rojo no. 2 y desorción con NaOH 0.05M

La capacidad máxima de adsorción obtenida es de 760 mg/g, para el primer ciclo de adsorción-desorción el remanente de color alojado en las películas fue del 25% y se alcanzó una capacidad de adsorción de 570 mg/g, en este ciclo el remanente de colorante fue del 45% dejando para el segundo ciclo una capacidad de 419 mg/g, para el tercer ciclo el remanente obtenido fue del 46% y la capacidad de adsorción fue de 412 mg/g, para el cuarto ciclo, el remanente en la película fue del 53% y se alcanzó una capacidad máxima de 358 mg/g, finalizando en el quinto ciclo con un remanente del 60% de colorante en la película y alcanzando una capacidad máxima de 300 mg/g de adsorción.

En la Figura 4.23 se observan los ciclos de regeneración obtenidos con el colorante Azul no. 1 y el biosorbente P-0.32T-B.

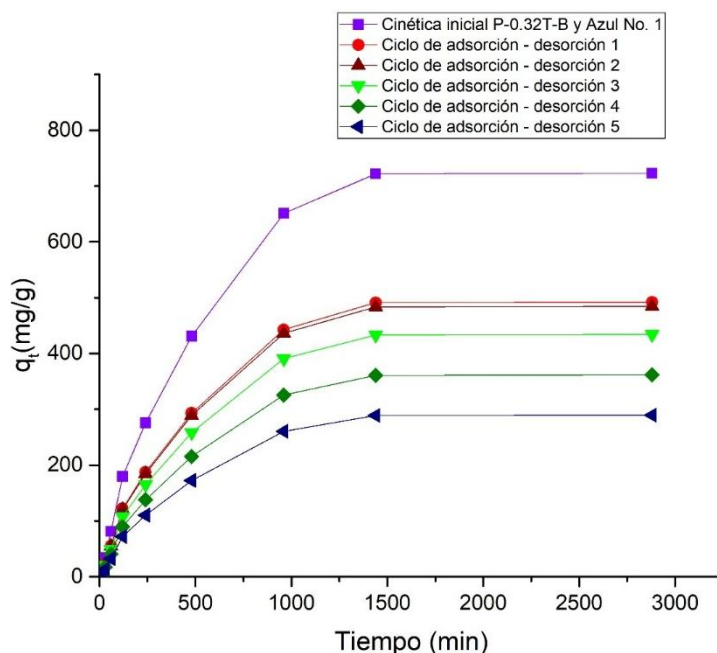


Figura 4.23 Ciclos de Adsorción-Desorción de las películas P-0.32T-B, colorante Azul no. 1 y desorción con NaOH 0.05M

La capacidad máxima de adsorción inicial para el colorante Azul no. 1 fue de 720 mg/g, de manera que para el primer ciclo de adsorción-desorción el remanente obtenido en las películas fue del 32% y se alcanzó una capacidad de adsorción de 491 mg/g, dejando para el segundo ciclo un remanente del 33% y una capacidad de 484 mg/g, de manera gráfica en este colorante, la saturación del colorante dentro de las películas fue progresiva de manera lenta, de tal modo que para el tercer ciclo dicha saturación fue del 40% y la capacidad obtenida fue de 433 mg/g, en el cuarto ciclo se inició con una saturación del 50% en las películas y se obtuvo una capacidad de 361 mg/g, finalmente para el quinto ciclo la saturación alcanzo el 60% del colorante en la película y se obtuvo una capacidad máxima de adsorción de 289 mg/g.

Como se observa en el análisis de los ciclos de adsorción, para los tres colorantes se obtuvieron un total de cinco ciclos de Adsorción-Desorción con una capacidad reducida entre el 50 y 60% al finalizar los cinco ciclos. En términos del material el saturar a las películas nos da un panorama del mecanismo reversible de adsorción que ocurrirían

en un proceso de fisisorción, sin embargo, al no regenerarse completamente el adsorbente, se puede asumir que también está involucrado un proceso de quimisorción lo que ocasiona que ocurra un bloqueo en los poros o sitios activos ocupados por los colorantes y al momento de revertirlo con la solución alcalina, se limita la liberación del colorante (García et al., 2021).

Por otro lado, el análisis de estabilidad estructural de las películas durante el proceso de adsorción-desorción con cada uno de los colorantes durante el primer ciclo se muestra en la Figura 4.24.

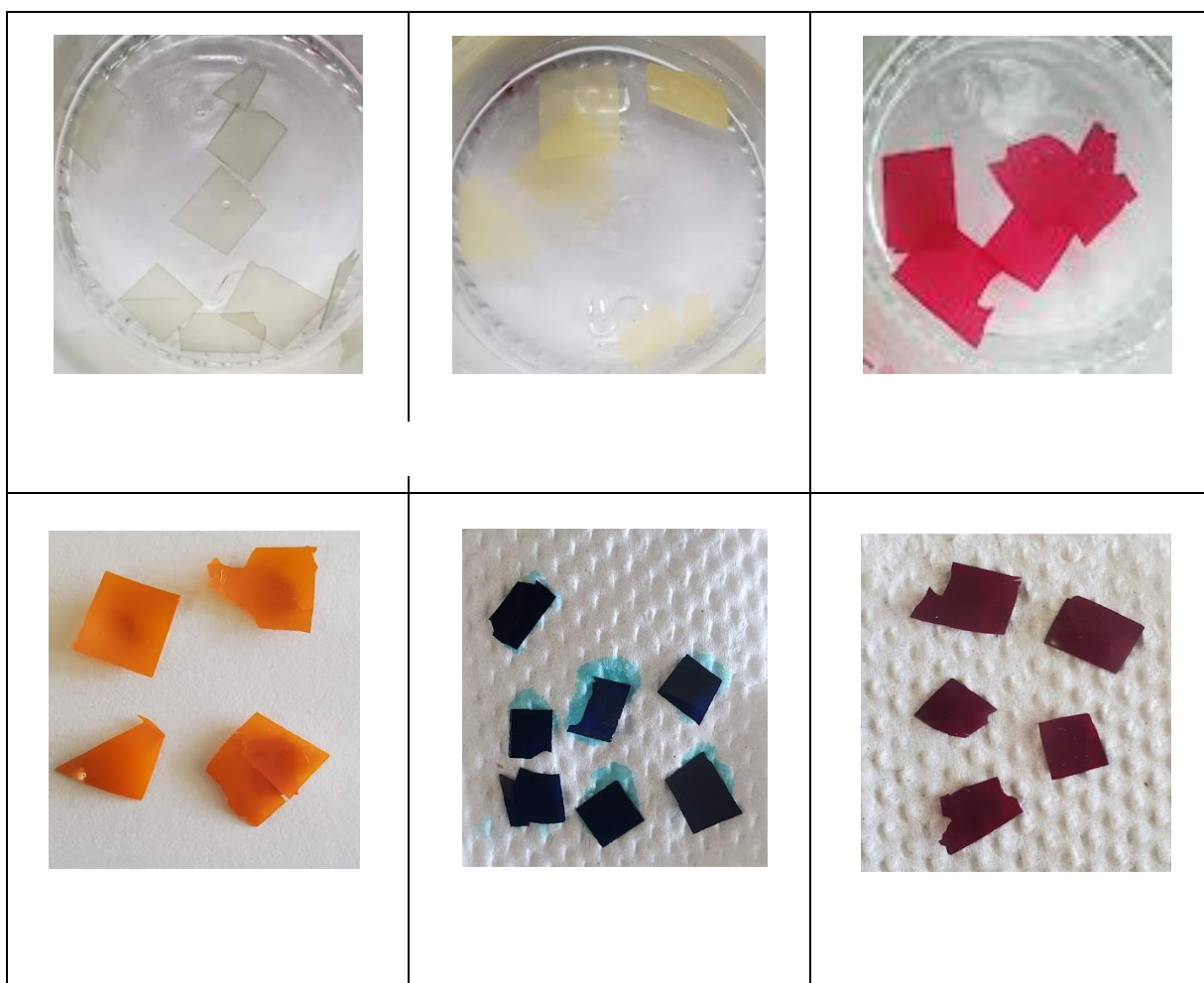


Figura 4.24 Apariencia de las películas P-0.32T-B después de la adsorción y al final de la desorción a) Con Amarillo no. 5, b) Con Azul no. 1 c) Con Rojo no. 2

Los resultados muestran la estabilidad de las películas, se aprecia una estructura estable durante el primer ciclo, mantienen las mismas propiedades de manejo, así como las propiedades físicas, estructura visiblemente completa; el efecto visual durante los ciclos es el color característico adsorbido presente ligeramente en el Amarillo no. 5 y Azul no. 1, mientras que para el Rojo no.2 se aprecia de un color más intenso pero opaco, tal como se muestra en las imágenes, aun así, siguen conservando su transparencia.

5 CONCLUSIONES

Se sintetizaron exitosamente materiales a base de quitosano entrecruzado con EGDE en dos morfologías: películas y perlas. Las películas presentaron superficies planas y flexibles, mientras que las perlas mostraron una textura opaca y moldeable. Las micrografías confirmaron la presencia de poros internos en ambas morfologías, con redes bien definidas, evidenciando la eficacia del proceso de entrecruzamiento.

Los espectros FTIR revelaron señales características del quitosano y del EGDE, confirmando la reacción del grupo amino durante la síntesis. El análisis térmico mostró una mejora en la estabilidad térmica, con descomposición entre 300 y 311 °C.

En medios ácidos, las películas demostraron mayor estabilidad que las perlas, las cuales se desintegraron por hinchamiento excesivo. Por ello, los estudios se centraron en las películas, especialmente en la muestra P-0.32T-B, que presentó las mejores capacidades de adsorción.

Las pruebas cinéticas indicaron que la adsorción no depende de la temperatura y sigue una cinética de pseudo-primer orden. Las isothermas se ajustaron al modelo de Langmuir, sugiriendo un proceso físico, reversible y sobre superficie heterogénea.

Finalmente, los estudios de desorción mostraron una reversibilidad parcial, con una recuperación del 50–60% de la capacidad de adsorción tras cinco ciclos, posiblemente limitada por procesos de quimisorción o deformaciones estructurales.

6 REFERENCIAS

Abhinaya, M., Parthiban, R., Senthil Kumar, P., Dai-Viet N. V, (2021). A review on cleaner strategies for extraction of chitosan and its application in toxic pollutant removal, *Environmental Research*, Volume 196,110996, ISSN 0013-9351, <https://doi.org/10.1016/j.envres.2021.110996>.

Alarcón, M. (2019). Efecto del plasma de descarga luminiscente en la capacidad de adsorción del colorante Amarillo no. 5 mediante perlas de Quitosano-Tripolifosfato de Sodio. Tesis de Maestría en Instituto Tecnológico de Toluca.

Almeida, E.J.R., Corso, C.R. (2018). Decolorization and removal of toxicity of textile azo dyes using fungal biomass pelletized. *International Journal of Environmental Science and Technology*. 16, 1319– 1328.

Annadurai, G., L., Ling, Y., and Lee, J. F. (2008). Adsorption of reactive dye from an aqueous solution by chitosan: isotherm, kinetic and thermodynamic analysis, *J. Hazard. Mater*, vol. 152, no. 1, pp. 337–46.

Arcos A. A. (2012). Síntesis y caracterización de un criogel a partir de quitosano y su estudio como adsorbente de iones Cu (II) en solución acuosa, Tesis de Maestría Instituto Tecnológico de Toluca.

Bafana A, Devi S.S., Chakrabarti T. (2011). Azo dyes: past, present and future, Review. *Environmental Reviews; NRC Research Press Journals*, 19,350–370.

Balderas J. N. (2020) “Síntesis de películas de quitosano y quitosano-ppy expuestas a plasma y su evaluación en la eliminación de colorantes rojo 2

y amarillo 5 en soluciones acuosas”, Tesis de Doctorado, Instituto Tecnológico de Toluca.

Balderas J. N., Hernández C., Zavala R.E., Pacheco J. H., García B., Illescas J., (2020). Chitosan films modified with glow discharge plasma in aqueous solution of pyrrole and its evaluation in the removal of red dye no. 2. Revista Mexicana de Ingeniería Química. [https:// doi.org/10.24275/rmiq/IA893](https://doi.org/10.24275/rmiq/IA893)

Canadell, A. (2010). Comparación de la adsorción del boro en perlas de alginato y alginato/alúmina, Universidad Politécnica de Cataluña. Departamento de Ingeniería Química.

Castelo, R. (2024). Síntesis de nanopartículas de sulfuro de zinc para la fabricación de nanofibras y su uso en la degradación de azul de metileno. Maestría en Ciencias, Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, Baja California.

De Armas, C., Yadiana, Y. (2021). Estudio teórico de la medida del coeficiente de difusión en líquidos por métodos ópticos de interferometría holográfica.

Delgado M., Pérez J. (2006). Identificación de colorantes azoicos permitidos en refrescos coloreados de rehidratación oral elaborados en El Salvador. El Salvador. Universidad de El Salvador.

Díaz A. (2024). Adsorción de colorantes sintéticos en solución acuosa mediante las hidrotalcitas de magnesio y níquel con ion interlamina nitrato. Doctorado en Ciencias Ambientales, Instituto Tecnológico de Toluca

Dotto, G. L. & Pinto L. A. A. (2011) Adsorption of food dyes onto chitosan:

Optimization process and kinetic”, Carbohydr. Polym, vol. 84, no. 1, pp. 231–238

Dragan, E. S., & Dinu, M. V. (2019). *Advances in porous chitosan-based composite hydrogels: Synthesis and applications. Reactive and Functional Polymers*, 104372. doi:10.1016/j.reactfunctpolym.2019.104372

Dudamel, D. W. J., Wolbert, D. y De Cazeaudumec, Y. R. (2010). Modelado de la cinética de adsorción de plaguicidas en fase acuosa sobre carbón activado considerando efectos de la temperatura, Revista Interciencia, 35 (4), 255-262.

Erman, E. S., & Dinu, M. V. (2019). *Advances in porous chitosan-based composite hydrogels: Synthesis and applications. Reactive and Functional Polymers*, 104372. doi:10.1016/j.reactfunctpolym.2019.104372

Flores, V. R. (2024). Caracterización y evaluación de la hemocompatibilidad de un hidrogel de quitosano para la liberación de L-arginina al 10%. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla <https://hdl.handle.net/20.500.12371/21373>.

García, A. (2021). Estudio de adsorción de colorantes sintéticos disueltos en agua con biopolímeros a base de quitosano. Tesis de Doctorado. Instituto Tecnológico de Toluca.

García, A. (2016). “Estudio de adsorción de tartracina en condiciones estáticas y dinámicas de flujo con un criogel de q-c”. Tesis de Maestría, Instituto Tecnológico de Toluca.

García, O. (2010). Síntesis del Copolímero de Injerto de Estireno-Anhídrido Maleico por NMRP en Quitosano, usando CO₂ Supercrítico

como medio de reacción. Maestría en polímeros, Centro de investigación de Química aplicada, Saltillo, Coahuila.

Gupta V. K., Jain R., Shrivastava M., Nayak A. (2010). Equilibrium and thermodynamic studies on the adsorption of the dye tartrazine onto waste coconut husks carbon and activated carbon. J. Chem. Eng. Data, 55: 5083–5090.

Kloster, M., Mosiewicki, M. A., Marcovich, N. E. (2023). Aerogeles basados en quitosano para la remediación de efluentes textiles; Universidad Nacional de Cuyo. Facultad de Ciencias Aplicadas a la Industria; Revista de Ingeniería y Ciencias Aplicadas; 2; 2; 8-14.

Kumar, M., Tripathi, B. P., & Shahi, V. K. (2009). Crosslinked chitosan/polyvinyl alcohol blend beads for removal and recovery of Cd (II) from wastewater. Journal of Hazardous Materials, 172(2), 1041–1048. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.07.108>

Lárez, C. (2003) Algunos usos del quitosano en sistemas acuosos, Rev. Iberoamericana. Polímeros, vol. 4, no. 2, pp. 91–109.

Liu Yu, Liu Ya Juan, (2007), Biosorption isotherms, kinetics and thermodynamics, Review, Separation and Purification Technology, 61, Singapore.

Marmion, D., & Updated by Staff. (2012). Colorants for Foods, Drugs, and Cosmetics. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. doi:10.1002/0471238961.0315121513011813.a01.pub3

Mendoza P. J. A., Morales G. J. A. (2012). Tecnología Ambiental: Ciencias aplicadas. Planeación y servicio Editorial S.A. de IPN. Primera impresión. pp. 23-30, 65-78. México.

Mendoza, L. H., (2014). A theoretical study of chemical reactivity of tartrazine through DFT reactivity descriptors. *Journal of the Mexican Chemical Society* 70, 58: p. 416-423.

Mijinyawa, A. H., Durga, G., Mishra, A. (2022). Preparation and Application of Chitosan-Based Membrane: Focusing on Dye Removal. In: Muthu, S.S., Khadir, A. (eds) *Membrane Based Methods for Dye Containing Wastewater. Sustainable Textiles: Production, Processing, Manufacturing & Chemistry*. Springer, Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-16-4823-6_6

Monter, J. G., Tirado, J. M., Zamudio, P. B., Ríos, C., Ornelas, J. de J., Salgado, R., Espinosa, V., Hernández, F. (2016). Extracción y caracterización de propiedades fisicoquímicas, morfológicas y estructurales de quitina y quitosano de *Brachystola magna* (Girard). *Revista Mexicana de Ingeniería Química*. 15(3), 749-761. ISSN: 1665-2738.

Moreno, V. L., Ávila, F. J., Montes, I. G., Garrido, A., Cardoso, C. A., Pacheco, C. J. (2021). Diseño de un espectrofotómetro UV-VIS de bajo costo para la industria bioquímica: una revisión. *PADI*. DOI.org/10.29057/icbi.v9iEspecial2.7788

Munguia, J. M. (2019). Adsorción de Rojo 2 con hidrogeles de Q-TPP modificados bajo diferentes condiciones de generación de plasma de descarga luminiscente. Tesis maestría, Instituto Tecnológico de Toluca.

Nambela, L., Haule, L. V., Mgani, Q. (2020). A review on source, chemistry, green synthesis, and application of textile colorants. *Journal of Cleaner Production*, 246, 119036. DOI: 10.1016/j.jclepro.2019.119036.

Paz, K. F. (2024). Extracción y evaluación de la estabilidad del colorante obtenido de las semillas del achiote (Bixa Orellana) en la industria de alimentos. Tesis para obtener el grado de Ingeniero químico, Universidad Mayor de San Andrés, La Paz Bolivia.

Pereira, F. S., Da Silva Agostini, D. L., Job, A. E., & González, E. R. P. (2012). Thermal studies of chitin–chitosan derivatives. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 114(1), 321–327. doi:10.1007/s10973-012-2835-z

Pérez, C. J., Torres, A. V., Del Castillo, T., Armenta, L., & García, A. M. (2023) Hidrogeles bioadhesivos de pnipaam/quitosano para aplicaciones biomédicas. en memorias del X congreso estatal de ciencias exactas y naturales (p. 26-37).

Pérez, J., Marin, D. A., Zaritzky, N., Pinotti, A. (2022) Eco-friendly PVA-chitosan adsorbent films for the removal of azo dye Acid Orange 7: Physical cross-linking, adsorption process, and reuse of the material, *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*, Volume 6, Issue 3, Pages 239-254, ISSN 2542-5048, <https://doi.org/10.1016/j.aiepr.2022.12.001>.

Piña M., Scherezada, J. (2007). Tesis de maestría - degradación biológica del colorante azul directo 2 en filtro anaerobio/aerobio, Universidad Nacional Autónoma de México.

Rai, H. S, Bhattacharyya, M. S., Singh, J., Bansal, T. K., Vats, P., and Banerjee, U. C. (2005) Removal of dyes from the effluent of textile and dyestuff manufacturing industry: A review of emerging techniques with reference to biological treatment, *Crit. Rev. Environ. Sci. Technol.*, vol. 35, no. 3, pp. 219–238.

Rodríguez, F., Sosa, D. R. J. (2022). Hidróxidos Dobles Laminares (HDL) como material adsorbente en descontaminación de aguas contaminadas por colorantes azoicos. *Revis Bionatura*; 7 (3) 33. DOI: 10.21931/RB/2022.07.03.33.

Safdar, R., Gnanasundaram, N., Iyyasami, R., Appusamy, A., & Papadimitriou, S. (2019). Preparation, characterization and stability evaluation of ionic liquid blended chitosan tripolyphosphate microparticles. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 50, 217–225. <https://doi.org/10.1016/j.jddst.2019.01.027>.

Sánchez, D., y Correa, M. (2017). Cinética de adsorción del colorante rojo allura en solución con quitosano- tripolifostato (p. 170).

Sánchez P. O. (2004). Estudio de la capacidad de sorción del alginato de calcio en la remoción de Cr (III) en competencia con Fe (III) presentes en soluciones acuosas. Tesis Ingeniería Química. UAEMéx.

Sánchez R. G. y Dévora G. E. (2018). Cinética de adsorción del colorante rojo allura. *Ciencias Ambientales: Tendencias y Aplicaciones Tecnológicas en México*. (pp. 161). México: ITSON

Şenol, Z. M., Gürsoy, N., Şimşek, S., Özer, A., Karakuş N. (2020) Removal of food dyes from aqueous solution by chitosan-vermiculite beads. *Int J Biol Macromol.* 2020 Apr 1; 148:635-646. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.01.166. Epub Jan 18. PMID: 31958562.

Sutharsan, J., Boyer, C. y Zhao J. (2023). Effect of molecular weight and drying temperature on the physicochemical properties of chitosan edible film. *JSFA Reports*. 3. 10.1002/jsf2.142

Sutherland, A. J., Ruiz-Caldas, M. X., Lannoy, C. F. (2020). Electrocatalytic microfiltration membranes electrochemically degrade azo dyes in solution. *Journal of membrane science*, 611, 118335. DOI: 10.1016/j.memsci.2020.118335.

Jóźwiak T., Filipkowska, U., Szymczyk, P., Rodziewicz, J., Mielcarek, A. (2017). Effect of ionic and covalent crosslinking agents on properties of chitosan beads and sorption effectiveness of Reactive Black 5 dye. <https://doi.org/10.1016/j.reactfunctpolym.2017.03.007>

Valdez, A., (2015). Estudio de adsorción del colorante rojo no.2 en solución acuosa con un hidrogel de quitosano-poli (vinil-alcohol) en condiciones estáticas y dinámicas de flujo. Tesis de maestría Instituto Tecnológico de Toluca.

Vargas, S., Nivaldo, E., Cremades, L. V., Villareal, J., Medina, D. (2013), Determination of the maximum adsorption capacity Arriera land in removing phosphates in aqueous solutions, *Revista Ingeniería de los Recursos Naturales y del Ambiente - EIDENAR*, No. 32.

Vázquez, M., & Guerrero, J. (2017). Efecto del aceite esencial de *Cymbopogon citratus* sobre propiedades fisicoquímicas en películas de quitosano. *Scientia Agropecuaria*, 8(4), 401-409. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2017.04.11>

Velásquez, W. (2022). Compósitos quitosano-bentonita como material adsorbente para la remoción de un colorante aniónico azo en solución acuosa. Universidad Nacional de Colombia.

Villarreal, A. A. (2024). Evaluación de nanofibras electro hiladas de alcohol polivinílico, quitosano e hidroxiapatita con plata (PVA/QTS/AgHAp) en el

proceso de regeneración ósea en un modelo in vitro (Doctoral dissertation, Universidad Autónoma de Nuevo León).

Zhao, Y., Song, Y., Li, R., Lu, F., Yang, Y., Huang, Q., Deng, D., Wu, M., Li, Y. (2023) Enhanced Reactive Brilliant Blue Removal Using Chitosan–Biochar Hydrogel Beads. *Molecules*, 28, 6137. <https://doi.org/10.3390/molecules28166137>

Zioui, D., Aoudjit, L. A. M. I. N. E., Touahra, F. O. U. Z. I. A., & Bachari, K. (2022). Preparation and characterization of tio2-chitosan composite films and application for tartrazine dye degradation. *Cellular. Chem. Technol*, 56(9-10), 1101-1107.