



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TOLUCA

**“COMPOSITOS POLIMERICOS UTILIZADOS EN UN PROCESO
FOTO-FENTON PARA LA REMOCIÓN DE UN COLORANTE
AZOICO EN AGUAS RESIDUALES DE UNA INDUSTRIA
TEXTIL”**

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

PRESENTA:

I.A. MARIA BETEL LÓPEZ GRANADOS

No. CONTROL:

M23281644

DIRECTOR DE TESIS:

DR. FRANCISCO JAVIER ILLESCAS MARTÍNEZ

CODIRECTOR DE TESIS:

DR. CARLOS ALFONSO GARCÍA IBARRA



Metepec, Edo. de México, **07/Agosto/2025**

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

P R E S E N T E

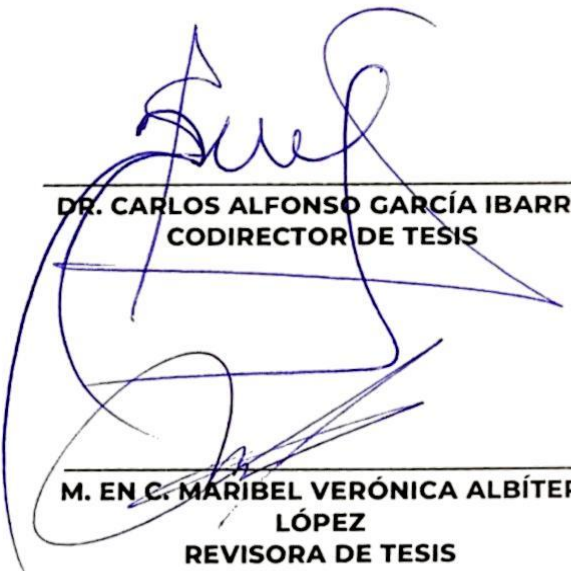
Por este medio comunicamos a usted que la comisión Revisora designada para analizar la Tesis denominada "COMPOSITOS POLIMÉRICOS UTILIZADOS EN UN PROCESO FOTO-FENTON PARA LA REMOCIÓN DE UN COLORANTE AZOICO EN AGUAS RESIDUALES DE UNA INDUSTRIA TEXTIL", que como parte de los requisitos para obtener el grado académico de **Maestra en Ciencias en Ingeniería Ambiental** presenta el **C. MARIA BETEL LÓPEZ GRANADOS** con número de control **M23281644** para sustentar el acto de Recepción Profesional, ha dictaminado que dicho trabajo reúne las características de contenido y calidad para proceder a la impresión del mismo.

A T E N T A M E N T E


**DR. FRANCISCO JAVIER ILLESCAS
MARTÍNEZ**
DIRECTOR DE TESIS


DR. CARLOS ALFONSO GARCÍA IBARRA
CODIRECTOR DE TESIS


**DRA. MARÍA SONIA MIREYA MARTÍNEZ
GALLEGOS**
REVISORA DE TESIS


**M. EN C. MARIBEL VERÓNICA ALBÍTER
LÓPEZ**
REVISORA DE TESIS

ccp. Archivo
JSJ/mccl



2025
Año de
**La Mujer
Indígena**

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





Instituto Tecnológico de Toluca
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Metepec, Edo. de México, **07/Agosto/2025**
DEPI-3200-432/2025

MARIA BETEL LÓPEZ GRANADOS
CANDIDATA AL GRADO DE MAESTRA
EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL

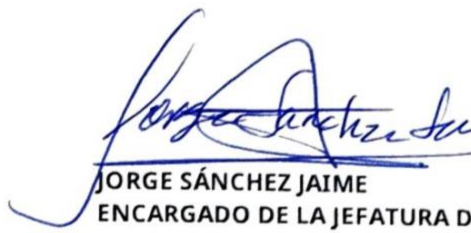
PRESENTE

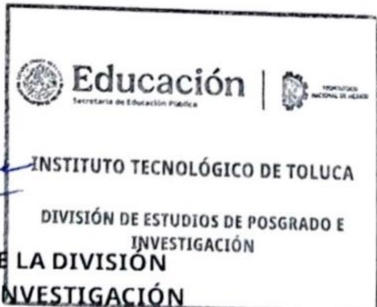
De acuerdo con los Lineamientos para la Operación de los Estudios de Posgrado en el Tecnológico Nacional de México y las disposiciones en este Instituto, habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora realizó con respecto a su Trabajo de Tesis titulado **"COMPOSITOS POLIMÉRICOS UTILIZADOS EN UN PROCESO FOTO-FENTON PARA LA REMOCIÓN DE UN COLORANTE AZOICO EN AGUAS RESIDUALES DE UNA INDUSTRIA TEXTIL"**, 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/mccl



2025
Año de
La Mujer
Indígena

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



Orion



Agradecimientos

En primer lugar, quiero agradecer a la **Dra. Bethsabet Jaramillo Sierra** por inculcar en mí el gusto por la investigación.

Al **Dr. Francisco Javier Illescas Martínez** por haberme permitido participar en este proyecto e incorporarme a su grupo de trabajo, por sus sugerencias, observaciones y apoyo.

Al **Dr. Mario Gauthier, Dr. Ismael Cosme, Dra. Sonia Martínez Gallegos** y La **Mtra. Verónica Albiter López** por el aporte de sus conocimientos, experiencias, comentarios y apoyo brindado que sirvieron de soporte en este trabajo de investigación.

Al **Instituto Tecnológico de Toluca** y al **Laboratorio de Ingeniería Ambiental (LIIA)** de la misma institución por las instalaciones brindadas para desarrollar el presente trabajo de investigación.

A la **Secretaría de Ciencias, Humanidades, Tecnología e Innovación (Secihti)** por la beca otorgada para la realización de los estudios de posgrado.

A **Dios** por nunca soltarme, darme las fuerzas necesarias para seguir siempre adelante, cuidándome y protegiéndome.

A **mis padres** por brindarme el apoyo y los recursos necesarios para iniciar este proyecto.

A personas importantes que contribuyeron de diferentes maneras positivas en mi vida al empezar la maestría **S.A.D y B.O.M.N.**

Finalmente, a mi Novio **Alexander Peñaloza Sandoval** por haberle dado un toque de alegría a mi vida y apoyarme en varios aspectos, gracias a el he aprendido el significado de la vida, a su lado pasa el tiempo volando.

Dedicatorias

Dedico este trabajo a mi madre **Isabel Granados Alpízar** que siempre está al pendiente de mí, cuidándome y procurándome.

Resumen

En este estudio, se evaluó la eficiencia del proceso foto-Fenton para la degradación del colorante Rojo 40 (R-40) bajo condiciones de laboratorio. Se sintetizaron nanopartículas de hierro (NPFe) mediante el método de coprecipitación y fueron soportadas en una matriz de alginato/quitosano. El compuesto (NPFe/A/Q) se caracterizó mediante técnicas de espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), análisis termogravimétrico (TGA), calorimetría diferencial de barrido (DSC), Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) (por sus siglas en inglés), Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS) y análisis de área superficial BET, lo que permitió determinar su composición, estructura, propiedades superficiales, análisis morfológico e identificar y cuantificar los elementos presentes en la muestra como la presencia de las NPFe. Para realizar las pruebas de fotodegradación, se utilizó el compuesto como catalizador. Los resultados mostraron que el proceso foto-Fenton logró una degradación del 100% del colorante R-40 a pH 3, con una concentración inicial de 10 mmol de H_2O_2 y 1 g de NPFe/A/Q. Además, se demostró que este catalizador puede ser reutilizado hasta 10 ciclos, manteniendo una eficiencia de degradación del 77,39% en el último ciclo. Estos resultados sugieren que el proceso foto-Fenton con nanopartículas de hierro soportadas en alginato-quitosano es una técnica eficiente y sostenible para la degradación de contaminantes orgánicos.

Abstract

In this study, the efficiency of the photo-Fenton process for the degradation of Red 40 (R-40) dye under laboratory conditions was evaluated. Iron nanoparticles (FeNPs) were synthesized by the coprecipitation method and supported in an alginate/chitosan matrix. The FeNPs/A/Q composite was characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimetry (DSC), Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), and BET surface area analysis, which allowed determining its composition, structure, surface properties, morphological analysis, and identifying and quantifying the elements present in the sample, such as the presence of FeNPs. The composite was used as a catalyst for photodegradation tests. The results showed that the photo-Fenton process achieved 100% degradation of the R-40 dye at pH 3, with an initial concentration of 10 mmol of H_2O_2 and 1 g of NPFe/A/Q. Furthermore, it was demonstrated that this catalyst can be reused up to 10 cycles, maintaining a degradation efficiency of 77.39% in the last cycle. These results suggest that the photo-Fenton process with iron nanoparticles supported on alginate-chitosan is an efficient and sustainable technique for the degradation of organic pollutants.

Índice

Índice de Tablas.....	13
Índice de Ilustraciones.....	14
Introducción	16
1.2.1 Agua, características químicas, físicas y biológicas	20
1.2.2 Importancia del agua	21
1.3 Contaminación del agua	21
1.3.1. Contaminantes emergentes	22
1.3.2 Tipos de contaminantes emergentes	22
1.3.3. Métodos para el tratamiento de contaminantes emergentes	23
1.4 Contaminantes emergentes en la industria textil.....	26
1.4.1 Colorantes azoicos	27
1.4.2 Rojo 40	27
1.4.4 Efectos adversos	29
1.5 Materiales compuestos.....	30
1.5.1. Tipos de compositos	30
1.6 Técnicas de caracterización de los materiales	35
1.6.1 Espectroscopia UV-Vis.....	36
1.6.3 Análisis térmico	37
1.6.4 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).....	38
1.6.5 Análisis Brunauer, Emmett y Teller (BET)	39
1.6.7 Espectroscopia de absorción atómica	40
2. Método.....	42
2.1 Obtención de los complejos	43
2.2.1 Síntesis de homopolímeros quitosano y alginato	43
2.2.2 Síntesis de los copolímeros alginato-quitosano	43

2.2.3 Síntesis de NPFe por el método de coprecipitación	44
2.2.4 Síntesis del compuesto NP/A/Q	44
2.3 Caracterización de los materiales	44
2.3.1 Espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)	45
2.3.2 Análisis termogravimétrico (TGA)	45
2.3.3 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	45
2.3.4 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	45
2.3.5 Análisis Brunauer, Emmett y Teller (BET)	46
3. Resultados	47
3.1 Espectro UV y curva de calibración R-40	47
3.3 Síntesis de Nanopartículas de Fe (NPFe)	49
3.5.1 Espectroscopia por infrarrojo de los compositos alginato, quitosano, alginato/quitosano y NPFe/A/Q	50
3.5.2 Análisis Termogravimétrico de los de los compositos alginato, quitosano, alginato/quitosano y NPFe/A/Q	55
3.5.3 Calorimetría diferencial de barrido de los homopolímeros quitosano, alginato, y copolímeros alginato/quitosano y el composito NPFe/A/Q	60
3.5.4 Microscopia electrónica de barrido (SEM)	65
3.5.5 Área específica método (BET)	66
3.5.7 Punto de carga Zero	69
3.6 Condiciones del tratamiento foto-Fenton heterogéneo	70
3.6.1 Efecto sin luz UV	71
3.6.2 Efecto del pH	72
3.6.3 Efecto en la cantidad de H ₂ O ₂	73
3.6.4 Efecto en la cantidad de NPFe/A/Q	74
3.6.5 Efecto de varios ciclos en la degradación del R-40	75
3.7 Caracterización post tratamiento foto-Fenton	80
4. Diseño experimental 2 ³ para el tratamiento foto-Fenton	82

5. Conclusiones	101
6. Recomendaciones.....	103
7. Anexos	104
8. Referencias	107

Índice de Tablas

Tabla 1.4.3 Propiedades fisicoquímicas del R-40.....	29
Tabla 1.5.1 Ejemplos de polímeros sintéticos.....	32
Tabla 1.5.2 Ejemplos de polímeros naturales.....	33
Tabla 3. Análisis pH, conductividad, SDT, turbiedad y color.....	47
Tabla 3.2 Síntesis de perlas, estabilidad.....	48
Tabla 3.5.5 Área superficial (BET).....	68
Tabla 3.5.6 Espectroscopia de absorción atómica.....	68
Tabla 3.6.6 Constante de velocidad y coeficiente de correlación	76
Tabla 3.7 Análisis pH, conductividad, SDT, turbiedad, color post experimentación..	81
Tabla 4. Diseño experimental 2 ³ para el tratamiento foto-Fenton.....	82

Índice de Ilustraciones

Figura 1.5 Matriz y refuerzos. (Fuente: Resnauer, 2014)	26
Figura 1.5 1 Compuestos metálicos. (Fuente: UNAM, 2015).....	31
Figura 1.5 2 Compuestos cerámicos. (Fuente: Rodríguez et al., 2012).....	31
Figura 1.5 3: Compositos polimericos. (Fuente: Ojeda, 2011).....	32
Figura 1.5 4: Desacetilación de la quitina.....	34
Figura 1.5 5: Compuesto alginato.....	35
Figura1.6 1Espectrofotómetro UV-vis.....	36
Figura1.6 2 Espectrofotómetro infrarrojo.....	37
Figura1.6 3: a) Equipo TGA y b) Equipo DSC.....	38
Figura1.6 4: Equipo MEB.....	39
Figura1.6 5: Equipo BET.....	40
Figura 2.1 Metodología.....	38
Figura 3.1: a) Espectro UV R40, b) Curva de calibración R-40.....	48
Figura 3.2: a) Alginato, b) Quitosano, c) Alginato/Quitosano.....	49
Figura 3.3: Síntesis de Nanopartículas de Fe (NP).....	49
Figura 3.4: Síntesis del composito NP/A/Q.....	50
Figura 3.5.1: a) Espectro de infrarrojo del homopolímero quitosano.....	51
Figura 3.5.1: b) Espectro de infrarrojo del homopolímero alginato.....	52
Figura 3.5.1: c) Espectro de infrarrojo del copolímero alginato/quitosano.....	53
Figura 3.5.1: d) Espectro de infrarrojo de las nanopartículas de Fe.....	53
Figura 3.5.1 e) Espectro de infrarrojo del composito NP/A/Q.....	55
Figura 3.5.2: a) Termograma quitosano TGA.....	56
Figura 3.5.2: b) Termograma alginato TGA.....	58
Figura 3.5.2: c) TermogramaNP TGA.....	43
Figura 3.5.2: d) Termograma NP/A/Q TGA.....	60
Figura 3.5.3 a) Termograma quitosano DSC.....	61
Figura 3.5.3 b) Termograma Alginato DSC.....	62
Figura 3.5.3 c) Termograma NP DSC.....	64
Figura 3.5.3 d) Termograma NP/A/Q DSC.....	65

Figura 3.6.1: Efecto de la luz UV	73
Figura 3.6.2: Efecto del pH	72
Figura 3.6.3: Efecto en la cantidad de H ₂ O ₂	73
Figura 3.6.4: Efecto en la cantidad de NP/A/Q.....	87
Figura 3.6. 5: Efecto de varios ciclos en la degradación del R-40.....	75
Figura 3.7.1: Decoloración de R-40.....	81
Figura 4 Grafica normal de efectos estandarizados.....	82
Figura 4.1 Diagrama de Pareto.....	84
Figura 4.2 Grafica de probabilidad normal.....	84
Figura 4.3 Histograma de residual.....	85
Figura 4.4 Grafica de probabilidad para residual.....	87
Figura 4.5 Grafica de efectos principales para residual.....	89
Figura 4.6 a) Grafica de interacción para residual pH/H ₂ O ₂	90
Figura 4.6 b) Grafica de interacción para residual pH/NPFe/A/Q.....	91
Figura 4.6 c) Grafica de interacción para residual H ₂ O ₂ /NPFe/A/Q.....	92
Figura 4.7 a) Grafica de contorno residual H ₂ O ₂ /NPFe/A/Q.....	92
Figura 4.7 b) Grafica de interacción para residual pH/ H ₂ O ₂	93
Figura 4.7 c) Grafica de interacción para residual pH/NPFe/A/Q.....	94
Figura 4.8 a) Gráfica de superficie residual H ₂ O ₂ /pH, b) Gráfica de dispersión 3D de residual vs H ₂ O ₂ /pH	95
Figura 4.8 c) Gráfica de superficie residual pH/NPFe/A/Q, d) Gráfica de dispersión 3D de residual vs pH/NPFe/A/Q	96
Figura 4.8 e) Gráfica de superficie residual H ₂ O ₂ / NPFe/A/Q, f) Gráfica de dispersión 3D de residual vs H ₂ O ₂ / NPFe/A/Q	97
Figura 4.9 Grafica de cubos para residual.....	98

Introducción

El agua es un recurso vital para la vida en el planeta, y su calidad es fundamental para la salud humana y el medio ambiente. Sin embargo, la contaminación del agua por colorantes sintéticos es un problema creciente en todo el mundo. Los colorantes sintéticos, como el R-40, se utilizan en diversas industrias, como la textil, la alimentaria y la farmacéutica. Su liberación en el medio ambiente puede tener efectos nocivos en la salud humana como alergias severas, hiperactividad, déficit de atención, desbalance de la microbiota intestinal y cáncer, en los ecosistemas causan toxicidad acuática debido a la presencia de compuestos orgánicos, sales, metales pesados, y aniones tóxicos, además de la reducción del paso de la luz en el agua, lo cual afecta la fotosíntesis de la biota. Existen varios métodos de investigación que buscan la eliminación de este tipo de contaminantes en el medio, uno de ellos es el proceso foto-Fenton que es un método prometedor para la remediación de la contaminación del agua por colorantes sintéticos. Este proceso utiliza la luz ultravioleta para activar el hierro, que a su vez cataliza la descomposición del peróxido de hidrogeno, generando radicales libres que oxidan y degradan los colorantes.

Este trabajo tiene como objetivo sintetizar biopolímeros, alginato y/o quitosano, incorporando sales de hierro y, empleando el proceso foto-Fenton para degradación de un colorante azoico en una disolución acuosa estableciendo su cinética de degradación. Se sintetizaron NPFe mediante el proceso de coprecipitación, se añadieron a una solución de alginato bajo agitación constante y finalmente se goteó en una solución de quitosano/CaCl₂. la matriz de alginato/quitosano proporciona un entorno ideal para las NPFe, lo que permite mejorar su estabilidad, dispersión y biocompatibilidad, aumentando su eficiencia en reacciones catalíticas.

El composito se llevó a caracterización por FTIR, TGA, DSC, SEM, EDS y BET, estas técnicas brindaron información específica de las propiedades físicas, químicas y térmicas del composito, proporcionando información sobre su estructura,

estabilidad, superficie y porosidad. Se realizaron pruebas de degradación del colorante R-40 utilizando el proceso foto-Fenton, logrando una degradación del 100% a pH 3, con 10 mmol de H_2O_2 y 1 g de NPFe/A/Q. Además, las NPFe mostraron que pueden ser reutilizadas hasta en 10 ciclos, logrando mantener una eficiencia de degradación del 77,39% después de 10 ciclos de reúso. Para el análisis de resultados se realizó un análisis estadístico de diseño factorial aplicado al proceso foto-Fenton para la degradación del colorante permitiendo establecer conclusiones sólidas respecto a la influencia y significancia de los factores estudiados: pH (A), concentración de H_2O_2 (B) y dosis del composito de NPFe/A/Q (C).

En conjunto, todas las gráficas del diseño factorial permiten concluir que el proceso foto-Fenton evaluado es altamente dependiente del entorno ácido y de la disponibilidad del catalizador soportado, así mismo, el diseño factorial aplicado constituye una herramienta eficaz para discriminar la importancia relativa de los factores que influyen en el proceso experimental de este trabajo y sus interacciones con el medio. Estos hallazgos no sólo validan experimentalmente la efectividad del composito NPFe/A/Q, sino que también proporcionan una base sólida para el escalamiento y la optimización del proceso en aplicaciones reales de tratamiento de aguas contaminadas con colorantes sintéticos como el R-40.

Fundamentos

Antecedentes

En los últimos años se han realizado investigaciones con diversos métodos, que tienen como propósito el tratamiento de aguas residuales. Se enlistan algunos de los reportes consultados para referencia de este trabajo.

Azha y colaboradores (2019) hicieron una investigación sobre la regeneración de adsorbentes gastados, esto con el fin de reducir los costos de purificación del agua, dando como una alternativa la formulación de un recubrimiento modificando con una sal de hierro para realizar el proceso foto-Fenton en presencia de H_2O_2 y asistencia lumínica para adsorción de un colorante (rojo ácido 1 o acid red 1, en inglés). Los resultados mostraron que la adsorción del rojo ácido 1 sobre un recubrimiento adsorbente compuesto modificado con hierro fue efectiva y capaz de lograr hasta diez ciclos de adsorción-regeneración mediante el proceso foto-Fenton. Por último, se aplicó un modelo de física estadística para comprender el mecanismo de adsorción del tinte.

AlSamman y Sánchez en 2021, trabajaron en la adsorción de colorantes catiónicos y aniónicos con hidrogeles a base de quitosano y alginato. Estos hidrogeles se sintetizaron mediante una red de polímeros semiinterpenetrantes, se caracterizaron mediante espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y análisis termogravimétrico (TGA), y se midieron sus capacidades de hinchamiento en agua. En los experimentos de adsorción, se utilizó azul de metileno (MB) como colorante catiónico y naranja de metilo (MO) como colorante aniónico. Los resultados mostraron que la adsorción del tinte MO en el quitosano fue mayor a pH 3,0 con una capacidad de eliminar el 43% de MO en 10 min usando 0.05 g de hidrogel. Por otro lado, la adsorción del colorante MB fue mayor a pH 8,5 usando alginato, con una capacidad de eliminar el 96% de MB en 10 min usando 0.05 g de hidrogel.

Un estudio realizado en 2022 por Shin y colaboradores citan el desarrollo de membranas funcionalizadas de fluoruro de polivinilideno modificadas con nanomateriales de óxido de hierro recubiertos de quitosano (Fe-PVDF) para el

tratamiento eficiente de aguas contaminadas con colorantes aniónicos. Las soluciones acuosas de colorantes aniónicos se capturaron rápidamente pasando a través de la membrana teniendo una capacidad de adsorción de hasta 434,78 mg/g en condiciones ácidas. Además, el Fe-PVDF puede ser reutilizable mediante un simple paso de lavado en una solución alcalina y, por lo tanto, la membrana compuesta se aplicó varias veces sin una disminución significativa en su rendimiento de adsorción.

Otro estudio realizado en 2023 por Ayed y colaboradores hacen alusión a un nuevo catalizador compuesto por, nanopartículas de Fe_3O_4 y óxido de hierro natural se incrustaron una matriz de alginato para formar Fe_3O_4 -Perlas de NIO/alginato de calcio como fue nombrada por los autores, para ser utilizadas como catalizadores heterogéneos en los procesos Fenton y foto-Fenton para la degradación del colorante azoico reactivo azul de novacron. Este nuevo catalizador heterogéneo logró degradar el 80 % del colorante azul de novacron en 120 min mediante el proceso foto-Fenton en estas condiciones óptimas: azul de novacron = 40 mg/L, pH 2, dosis de catalizador 2 g/L $[\text{H}_2\text{O}_2] = 5 \text{ mM}$, luz UVC. Fe_3O_4 -La perla de NIO/alginato de calcio demuestra su capacidad para ser reutilizada por cuarto ciclo consecutivo sin ninguna pérdida de comportamiento catalítico.

Silva y autores en 2024 trabajaron en un nanocompuesto BC/Fe como catalizador en el proceso foto-Fenton para degradar una mezcla acuosa de tintes textiles (negro directo 22 y azul reactivo 21). El mejor resultado se obtuvo cuando el nanocompuesto se utilizó con $100 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de H_2O_2 a un pH ácido (3.5), degradando los compuestos. después de 120 min, lograron una reducción del 77%, 83% y 95% en la absorbancia a λ de 266, 337 y 664 nm, respectivamente. Además, se observó que los datos experimentales se ajustan bien a los modelos cinéticos de pseudo-primer orden para todos los clústeres monitoreados, las pruebas de toxicidad demostraron que el tratamiento con el nanocompuesto disminuyó la toxicidad de la matriz estudiada.

Fundamentos Teóricos

1.2.1 Agua, características químicas, físicas y biológicas

El agua es una sustancia esencial para la vida en la Tierra. Su estructura molecular, propiedades físico-químicas y funciones biológicas la convierten en un recurso vital para los ecosistemas, los organismos vivos y las actividades humanas. Las características del agua pueden clasificarse en tres grandes grupos: físicas, químicas y biológicas. Las propiedades físicas del agua incluyen su densidad (máxima a 4 °C), punto de fusión (0 °C) y ebullición (100 °C a 1 atm), su elevada tensión superficial, así como su alto calor específico (4.18 J/g·°C), que le permite actuar como un regulador térmico natural. Estas propiedades influyen directamente en la dinámica de los cuerpos de agua, como ríos, lagos y océanos, y en la regulación del clima terrestre (Chaplin, 2022).

Desde el punto de vista químico, el agua es una molécula polar compuesta por dos átomos de hidrógeno y uno de oxígeno, con un ángulo de enlace de 104.5°. Esta configuración le permite formar puentes de hidrógeno, lo que explica su capacidad de disolver una amplia gama de sustancias iónicas y polares, razón por la cual se la denomina “disolvente universal”. Esta propiedad resulta esencial para los procesos bioquímicos y para el transporte de nutrientes y contaminantes en los ecosistemas acuáticos (Ball, 2008; Sposito, 2008). El agua es un componente fundamental para los sistemas biológicos debido a sus propiedades fisicoquímicas y estructurales. Dargaville y Hutmacher (2022) destacan que el agua no solo actúa como medio de transporte y solvente universal, sino que participa en reacciones bioquímicas esenciales como la fotosíntesis y la hidrólisis. Además, sus enlaces de hidrógeno permiten interacciones moleculares claves en procesos como la catálisis enzimática. Por otro lado, Kontogeorgis et al. (2022) subrayan que las propiedades térmicas y dieléctricas del agua la convierten en un regulador eficiente de la temperatura corporal y celular, además de influir en la estabilidad de macromoléculas biológicas. Estas características justifican el papel esencial del agua en la fisiología y metabolismo de todos los organismos vivos.

1.2.2 Importancia del agua

El agua es un recurso natural imprescindible para el desarrollo social, económico y ecológico. Cumple funciones esenciales en la salud humana, la producción de alimentos, la generación de energía, el mantenimiento de los ecosistemas y la regulación climática del planeta. Aunque el 70 % de la superficie terrestre está cubierta por agua, solo el 2.5 % es dulce y menos del 1 % está disponible para el consumo humano, lo que hace que su gestión sostenible sea una prioridad global (FAO, 2020). La ONU en 2021 mencionó que, en el ámbito humano, el agua es necesaria para el consumo directo, la higiene, el saneamiento, la agricultura, la industria y la generación de energía hidroeléctrica. La naturaleza permite la existencia de ecosistemas acuáticos como ríos, lagos, humedales y océanos, que albergan una rica biodiversidad y contribuyen al equilibrio biogeoquímico.

La escasez, sobreexplotación y contaminación del agua generan impactos graves sobre la salud, la seguridad alimentaria, los ecosistemas y la estabilidad social. Por ello, el acceso al agua potable y al saneamiento ha sido reconocido por las Naciones Unidas como un derecho humano fundamental (Brown et al, 2016).

1.3 Contaminación del agua

La contaminación del agua se refiere a la alteración de su calidad debido a la introducción de sustancias físicas, químicas o biológicas que afectan su uso para el consumo humano, la agricultura, la industria o la preservación de la vida acuática. Esta problemática puede tener origen puntual (descargas industriales o domésticas específicas) o difuso (escorrentía agrícola, atmosférica o urbana) (UNEP, 2016). Entre los principales contaminantes se encuentran: materia orgánica biodegradable, nutrientes (nitrógeno y fósforo), metales pesados (plomo, cadmio, mercurio), pesticidas, hidrocarburos, microorganismos patógenos y contaminantes emergentes. Estos contaminantes pueden provocar efectos adversos como eutrofización, bioacumulación, toxicidad aguda o crónica en organismos acuáticos, y enfermedades en humanos.

La contaminación hídrica también impacta negativamente en la economía, afectando actividades como la pesca, el turismo y el suministro de agua potable. El

monitoreo constante y el desarrollo de tecnologías de tratamiento son fundamentales para mitigar estos efectos y preservar la calidad del recurso hídrico.

1.3.1. Contaminantes emergentes

Los contaminantes emergentes (CE) son sustancias químicas o biológicas que no están reguladas oficialmente, pero que han sido detectadas en diferentes cuerpos de agua y presentan riesgos potenciales para la salud humana y los ecosistemas. Estos compuestos no son removidos eficientemente por las plantas de tratamiento convencionales, lo que permite su persistencia en el ambiente (Lapworth et al., 2012). Dentro de esta categoría se incluyen fármacos, hormonas, productos de cuidado personal, plaguicidas de nueva generación, retardantes de llama, compuestos perfluorados, nanomateriales, microplásticos y colorantes sintéticos. A pesar de que suelen encontrarse en concentraciones del orden de nanogramos a microgramos por litro, diversos estudios han demostrado que pueden producir efectos subletales, bioacumulación, alteraciones endocrinas y toxicidad crónica (Ebele, Abdallah & Harrad, 2017).

El origen de estos contaminantes es diverso: provienen de la excreción humana y animal, uso agrícola, vertimiento de residuos industriales, productos de higiene personal, entre otros. Su identificación y remoción representan un reto para la gestión ambiental, ya que requieren métodos analíticos avanzados y tecnologías de tratamiento especializadas (Richardson y Ternes, 2018).

1.3.2 Tipos de contaminantes emergentes

Los contaminantes emergentes abarcan una amplia gama de compuestos que, aunque no están completamente regulados, se han detectado en el ambiente acuático con frecuencia creciente. Su clasificación puede realizarse con base en su origen o en su uso, siendo los principales grupos los siguientes:

- a) **Fármacos:** Incluyen antibióticos, analgésicos, antidepresivos y anticonceptivos. Ingresan al ambiente principalmente a través de excretas humanas y animales, aguas residuales domésticas e industriales, y la disposición inadecuada de medicamentos caducos. Varios estudios han documentado la presencia de

antibióticos en aguas superficiales, lo cual contribuye al desarrollo de resistencia bacteriana en ambientes acuáticos (Kümmerer, 2009).

- b) Productos de cuidado personal: Abarcan cosméticos, protectores solares, desodorantes, champús y jabones. Contienen compuestos como triclosán, parabenos y benzofenonas, los cuales actúan como disruptores endocrinos y pueden afectar la reproducción y el desarrollo de organismos acuáticos (Richardson et al., 2018).
- c) Disruptores endocrinos: Son compuestos capaces de alterar el sistema hormonal de organismos incluso a bajas concentraciones. Ejemplos incluyen el bisfenol A (BPA), ftalatos, alquilfenoles y ciertas hormonas sintéticas. Se han asociado con feminización de peces, malformaciones en anfibios y reducción de la fertilidad en poblaciones silvestres (Jobling et al., 2006).
- d) Microplásticos: Fragmentos menores de 5 mm provenientes de la degradación de plásticos más grandes o de productos cosméticos. Actúan como vectores de contaminantes orgánicos persistentes (COPs) y metales pesados, y su ingestión puede provocar bloqueo intestinal, estrés oxidativo y alteraciones metabólicas en organismos marinos (Andrady, 2011).
- e) Colorantes sintéticos: Usados en las industrias textil, alimentaria y farmacéutica. Muchos de ellos, como los colorantes azoicos, son resistentes a la biodegradación y pueden formar subproductos carcinógenos bajo condiciones anaerobias (Yagub et al., 2014).

Cada uno de estos contaminantes representa un riesgo potencial debido a su persistencia, bioacumulación, toxicidad y dificultad de remoción mediante tratamientos convencionales.

1.3.3. Métodos para el tratamiento de contaminantes emergentes

Los contaminantes emergentes son compuestos que se encuentran en el medio ambiente causando problemas ambientales y de salud. Actualmente, existen algunas categorías de métodos de tratamiento para la eliminación de estos contaminantes:

- a) Adsorción: Utiliza materiales sólidos porosos como carbón activado, zeolitas o materiales funcionalizados (por ejemplo, con quitosano). Es eficaz para eliminar colorantes, fármacos y productos de cuidado personal, aunque su rendimiento depende del tipo de contaminante y del material adsorbente (Bhatnagar & Sillanpää, 2010).
- b) Filtración por membranas: Tecnologías como la nanofiltración (NF), ósmosis inversa (RO) y ultrafiltración (UF) permiten la separación de contaminantes por exclusión de tamaño o carga. Son altamente eficaces, pero presentan problemas como el ensuciamiento (fouling) de las membranas y altos costos de operación (Shannon et al., 2008).
- c) Biorremediación: Emplea microorganismos especializados capaces de degradar compuestos como hormonas, pesticidas y ciertos fármacos. Puede aplicarse en sistemas aerobios o anaerobios, y se utiliza tanto en biorreactores como en ambientes naturales (Zaidi et al., 2014).
- d) Procesos electroquímicos: Como la electro-Fenton, oxidación anódica y electrocoagulación. Estas tecnologías combinan corriente eléctrica con reacciones químicas para oxidar o remover contaminantes orgánicos. Tienen alta eficiencia y control operacional (Martínez-Huitle & Brillas, 2009).
- e) Procesos de Oxidación Avanzada (*POA*): comprenden un conjunto de tecnologías diseñadas para la eliminación de contaminantes orgánicos persistentes mediante la generación de especies altamente reactivas, principalmente el radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$). Estas especies poseen un alto potencial de oxidación (2.80 V), lo que las hace capaces de mineralizar compuestos recalcitrantes no biodegradables presentes en aguas residuales (Glaze et al., 1987). Los *POA* pueden clasificarse en función de la fuente de generación de radicales y del tipo de energía empleada. Los principales tipos son:

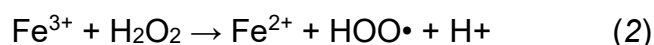
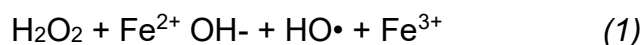
- Ozonización (O_3): Consiste en la aplicación directa de ozono en agua. El ozono actúa como oxidante primario o puede generar radical hidroxilo mediante reacciones secundarias. Es eficaz para eliminar compuestos aromáticos, pesticidas y colorantes, aunque puede producir subproductos como bromatos si no se controla adecuadamente el proceso (von Gunten, 2003).
- Fotocatálisis heterogénea: Utiliza semiconductores sólidos, típicamente dióxido de titanio (TiO_2), que al ser irradiados con luz UV generan pares electrón-hueco. Estos interactúan con el agua o el oxígeno para producir especies oxidantes como $\bullet OH$ y superóxidos ($\bullet O_2^-$). Tiene la ventaja de no requerir reactivos químicos adicionales, aunque su eficiencia puede estar limitada por la recombinación de cargas (Herrmann, 1999). subproductos como bromatos (von Gunten, 2003).
- Fotocatálisis homogénea: Se basa en la activación de precursores homogéneos como el sistema Fenton (Fe^{2+}/H_2O_2) mediante irradiación UV. Esta combinación genera radical hidroxilo en solución acuosa. La reacción clásica es el proceso foto-Fenton, que utiliza sales de hierro en presencia de peróxido de hidrógeno bajo luz UV o solar. Este proceso mejora la eficiencia del sistema Fenton convencional al regenerar continuamente Fe^{2+} a partir de Fe^{3+} mediante fotólisis (Pignatello et al., 2006).

Algunos de los parámetros que influyen en el proceso Foto-Fenton según (Silva et al, 2018):

- Efecto del pH: el pH influye en la generación de radicales $HO\bullet$ y por ello, en la eficiencia de la oxidación. Para valores del pH por encima de 4, la degradación disminuye drásticamente, apareciendo precipitados de hidróxido de hierro, como en el caso del proceso de Fenton tradicional.
- Influencia de la concentración inicial de H_2O_2 : la velocidad de degradación aumenta con la cantidad de H_2O_2 , debido a la mayor producción de radicales $OH\bullet$. No obstante, a partir de una determinada cantidad de H_2O_2 , la velocidad de la reacción puede verse negativamente afectada, debido a

la posible y esperada auto-descomposición del H_2O_2 en oxígeno y agua, por recombinación con $\text{HO}\cdot$.

- Efecto de la cantidad de sal de hierro: como en el caso del H_2O_2 , la velocidad de degradación aumenta con la cantidad de sal empleada, pero a partir de una determinada concentración de hierro disminuye la eficiencia de la reacción. En parte, esto puede deberse al aumento de la turbidez de la disolución, que dificulta la absorción de luz necesaria para la realización del proceso foto-Fenton.
- Fenton: La adición de sales de hierro como catalizador en presencia de H_2O_2 es un método clásico de producción de radicales $\text{OH}\cdot$. Este POA se conoce como proceso de Fenton, en este proceso, los radicales $\text{OH}\cdot$ se forman a partir de la interacción entre H_2O_2 y hierro ferroso (Fe^{2+}) en medio ácido (pH 2,5-4), en un mecanismo desarrollado de acuerdo con la *Ecuación 1*. Como el hierro es un catalizador, no se consume durante el proceso. Por el contrario, el Fe^{2+} se regenera a partir del hierro férrico (Fe^{3+}), como se describe en la Ecuación 2. Normalmente, el hierro es añadido como una sal ferrosa, sobre todo sulfato de hierro (II), (Silva et al., 2018).



El proceso Fenton ha resultado efectivo para el tratamiento de aguas residuales conteniendo distintos compuestos orgánicos de difícil degradación por tratamientos biológicos convencionales, estos son principalmente compuestos fenólicos, organoclorados y colorantes.

1.4 Contaminantes emergentes en la industria textil

La industria textil es una de las principales generadoras de contaminantes emergentes debido al uso intensivo de colorantes, auxiliares químicos, detergentes, suavizantes, metales pesados y solventes. Se estima que aproximadamente el 20 % de la contaminación industrial del agua a nivel mundial proviene de esta industria (Bisschops y Spanjers, 2003). Los efluentes textiles suelen presentar alta carga

orgánica, color persistente, pH alcalino, alta conductividad y baja biodegradabilidad. Uno de los principales grupos de contaminantes presentes son los colorantes azoicos, compuestos que poseen grupos funcionales (-N=N-) que confieren estabilidad química y resistencia a la degradación. Estos colorantes pueden transformarse en aminas aromáticas bajo condiciones reductoras, algunas de las cuales son carcinógenas (Pinheiro et al., 2004).

Asimismo, se ha detectado la presencia de compuestos como nonilfenoles etoxilados, utilizados como agentes humectantes y dispersantes, que actúan como disruptores endocrinos. Además, la liberación de microfibras sintéticas durante el lavado de textiles contribuye a la creciente contaminación por microplásticos en cuerpos de agua (Henry et al., 2019).

1.4.1 Colorantes azoicos

Los colorantes azoicos son una clase de colorantes sintéticos caracterizados por la presencia de uno o más grupos azo (-N=N-) que enlazan dos anillos aromáticos. Representan entre el 60 y 70 % de todos los colorantes utilizados industrialmente debido a su bajo costo, diversidad cromática y alta estabilidad térmica y fotoquímica (Zollinger, 2003). Estos colorantes son comúnmente utilizados en la industria textil, del cuero, papelera, alimentaria y farmacéutica. Su estructura molecular compleja y su solubilidad en agua dificultan su eliminación por métodos convencionales de tratamiento.

En condiciones anaeróbicas, los colorantes azoicos pueden reducirse a aminas aromáticas, muchas de las cuales han demostrado ser mutagénicas o carcinogénicas (Carliell et al., 1995). Desde el punto de vista ambiental, la presencia de estos compuestos en cuerpos de agua afecta la penetración de luz, interfiere con la fotosíntesis de organismos acuáticos y altera la dinámica ecológica del sistema. Su remoción requiere tecnologías avanzadas como oxidación química, adsorción, biorremediación y combinaciones de procesos.

1.4.2 Rojo 40

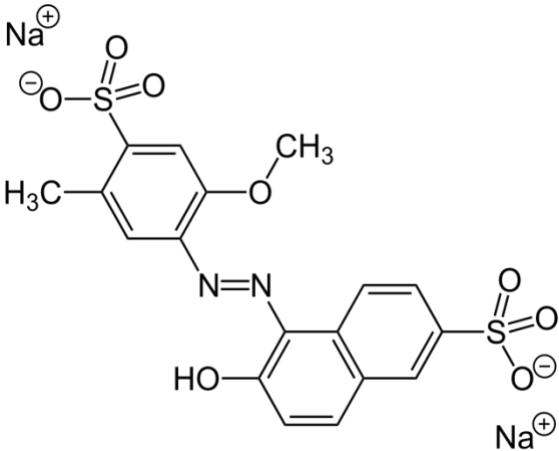
El Rojo 40 (R-40), también conocido como Allura Red AC, es un colorante azoico sintético ampliamente utilizado en las industrias alimentaria, farmacéutica, cosmética y textil. Químicamente, pertenece al grupo de los colorantes sulfonados, lo que le otorga alta solubilidad en agua. Es identificado como E129 bajo la codificación europea de aditivos y ha sido aprobado por varias agencias regulatorias como la FDA (Food and Drug Administration) y la EFSA (European Food Safety Authority) para su uso en alimentos y medicamentos dentro de límites establecidos (EFSA, 2009).

Su estructura molecular se caracteriza por contener un grupo azo ($-N=N-$) que enlaza dos anillos aromáticos, además de grupos sulfonato que facilitan su disolución en medios acuosos. La tonalidad rojo-naranja intensa que presenta lo hace atractivo para la coloración de bebidas, dulces, medicamentos y cosméticos. Sin embargo, su uso ha sido objeto de controversia debido a estudios que sugieren posibles efectos adversos en la salud humana, lo cual ha llevado a su restricción o prohibición en algunos países (EFSA ANS Panel, 2013).

1.4.3 Características fisicoquímicas

El R-40 presenta un peso molecular de 496.42 g/mol y es altamente soluble en agua debido a sus grupos sulfonato. Su punto de absorción máxima ($\lambda_{\text{máx}}$) se encuentra alrededor de los 504 nm, lo cual lo hace fácilmente detectable mediante espectroscopía UV-Vis. Además, su estructura azo confiere una elevada estabilidad térmica y fotoquímica, haciéndolo resistente a la degradación natural en condiciones ambientales comunes (Ternes et al., 2015).

Tabla 1.4.3. Propiedades fisicoquímicas del R-40.

Fórmula química	$C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$
Estructura química	
Masa molecular	496.42 g/mol
Apariencia	Polvo rojo oscuro
Soluble en agua	

1.4.4 Efectos adversos

El uso del Rojo 40 ha sido vinculado con diversos efectos adversos sobre la salud humana y el ambiente. En el ámbito sanitario, varios estudios han sugerido una posible relación entre el consumo de este colorante y el incremento de la hiperactividad en niños. Un estudio clínico doble ciego realizado por McCann et al. (2007) demostró que ciertos colorantes, incluido el R-40, podrían exacerbar síntomas de trastorno por déficit de atención con hiperactividad (TDAH) en niños sensibles.

También se ha reportado que, en condiciones anaerobias, los colorantes azoicos pueden degradarse a aminas aromáticas potencialmente cancerígenas. Estas sustancias pueden inducir efectos genotóxicos y mutagénicos, aunque los niveles exactos de riesgo dependen de la dosis y el tiempo de exposición (Golka et al., 2004). En términos ambientales, el Rojo 40 reduce la penetración de luz en cuerpos de agua, lo que afecta negativamente a la fotosíntesis de organismos autótrofos acuáticos. Además, puede ser tóxico para microcrustáceos y peces, afectando su

metabolismo, reproducción y crecimiento. Por su persistencia y toxicidad, se considera un contaminante emergente de alta preocupación.

1.5 Materiales compuestos

Los materiales compuestos (compositos) son sistemas heterogéneos formados por la combinación de dos o más componentes con propiedades distintas, cuya sinergia da lugar a un material con características superiores a las de sus fases individuales. Generalmente, consisten en una matriz (fase continua) y un refuerzo (fase dispersa), como fibras, nanopartículas o capas (Bunsell, 2018). Estos compuestos ofrecen ventajas como alta área superficial específica, funcionalización química adaptable, estabilidad mecánica, bajo costo y biodegradabilidad. La posibilidad de modificar la superficie del material o de combinarlo con otros aditivos hace que su aplicación sea versátil y prometedora en tecnologías ambientales avanzadas.

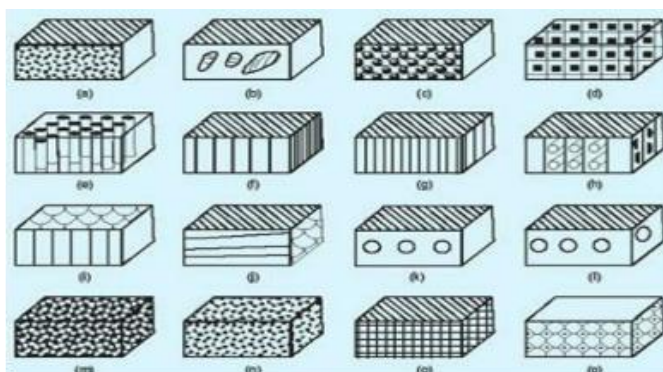


Figura 1.5. Matriz y refuerzos (Fuente: Resnauer, 2014).

1.5.1. Tipos de compositos

Los materiales compuestos, o compositos, se clasifican principalmente según el tipo de matriz y el refuerzo. Esta clasificación permite definir su comportamiento mecánico, térmico y químico, lo cual es fundamental para su aplicación en tratamiento de agua y otros campos.

- a) Compuestos con matriz metálica: Combinan metales como aluminio, titanio o magnesio con refuerzos cerámicos o de fibra. Se aplican en áreas como aeroespacial y automotriz por su excelente relación resistencia-peso, aunque

también están siendo explorados para filtros metálicos de alta resistencia en tratamiento de aguas industriales (Stupenengo, 2011).



Figura 1.5.1. Compuestos metálicos (Fuente: UNAM, 2015).

- b) Compuestos con matriz cerámica: Poseen alta resistencia a la temperatura y a la corrosión. Este tipo de materiales se utilizan en aplicaciones de alta temperatura; están formados por una matriz cerámica y un refuerzo de fibras cortas u hojuelas “whiskers” de carburo de silicio o nitruro de boro (Stupenengo, 2011).

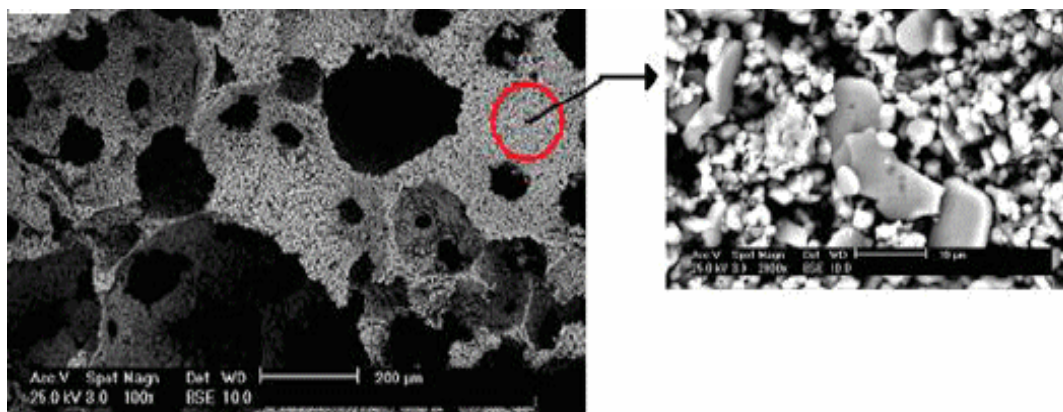


Figura 1.5.2. Compuestos cerámicos (Fuente: Rodríguez et al., 2012).

- c) Compuestos con matriz polimérica: Utilizan polímeros naturales (quitosano, alginato, celulosa) o sintéticos (poliuretano, polietileno) como matriz. Son los más comunes en aplicaciones ambientales debido a su fácil procesamiento, bajo costo y capacidad para ser funcionalizados con nanopartículas o grupos activos (Stupenengo, 2011).

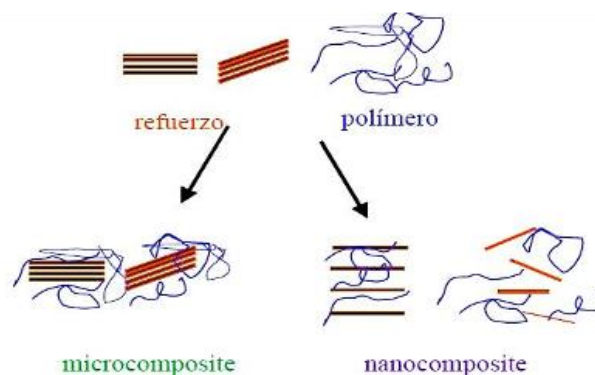
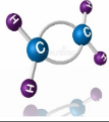
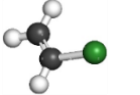
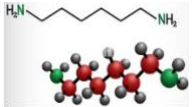
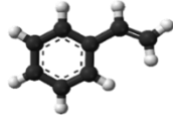


Figura 1.5 3. Compositos poliméricos (Fuente: Ojeda, 2011).

- Sintéticos

Los polímeros sintéticos han sido un valioso aporte al desarrollo industrial y tecnológico del mundo, convirtiéndose en acompañantes habituales de nuestra vida, sin embargo, hoy son considerados un problema ambiental por la gran producción de artículos que se convierten en desechos, esto se evidencia en los informes estadísticos de producción en Estados Unidos, Europa occidental y Japón en donde se reportan cifras de 101.8 millones de toneladas de la cuales 36.4 millones están en rellenos sanitarios (Sandoval y Arévalo, 2020).

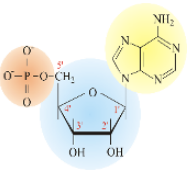
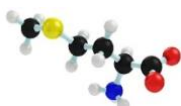
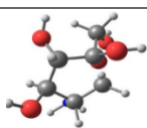
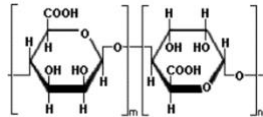
Tabla 1.5.1. Ejemplos de polímeros sintéticos.

Polímeros	Monómeros	Imagen
PET (botellas de plástico)	Bis-(2-hidroxietil)tereftalato	
PVC (tuberías, bolsas de sangre)	Cloruro de vinilo	
Nylon 66 (industria textil)	cloruro de adipoilo y hexametilendiamina	
Poliestireno (termoplástico como unicele)	Estireno	

- Naturales

Los polímeros naturales, también llamados biopolímeros, son macromoléculas producidas por organismos vivos como plantas, animales o microorganismos. Estos materiales han recibido creciente atención debido a su biodegradabilidad, biocompatibilidad y bajo impacto ambiental, convirtiéndolos en una alternativa sostenible frente a los polímeros sintéticos convencionales (Onyeaka et al., 2022).

Tabla 1.5.2. Ejemplos de polímeros naturales

Polímeros	Monómeros	Imagen
Ácido nucleico	Nucleótidos	
Proteínas	Aminoácidos	
Quitina	D-acetilglucosamina	
Alginato	D-manurónico y L-gulurónico	

- Quitosano: El quitosano es un polisacárido lineal compuesto por unidades repetitivas de β -(1 $\rightarrow$ 4)-D-glucosamina y N-acetil-D-glucosamina, obtenido por desacetilación parcial de la quitina, que es el segundo biopolímero más abundante en la naturaleza. Su principal fuente comercial proviene de los exoesqueletos de crustáceos como camarones y cangrejos, aunque también puede extraerse de hongos y otros organismos. Su estructura le otorga una carga positiva en medio ácido, lo que facilita su interacción con superficies

cargadas negativamente, como bacterias o ciertos contaminantes (Rinaudo, 2006).

Gracias a su biocompatibilidad, biodegradabilidad y propiedades antimicrobianas, el quitosano ha sido ampliamente investigado en aplicaciones biomédicas. Se ha utilizado en apósitos para heridas, matrices para ingeniería de tejidos, sistemas de liberación controlada de fármacos y como agente hemostático. Además, su capacidad para formar películas, geles y microesferas le otorga gran versatilidad en aplicaciones industriales (Aranaz et al., 2021).

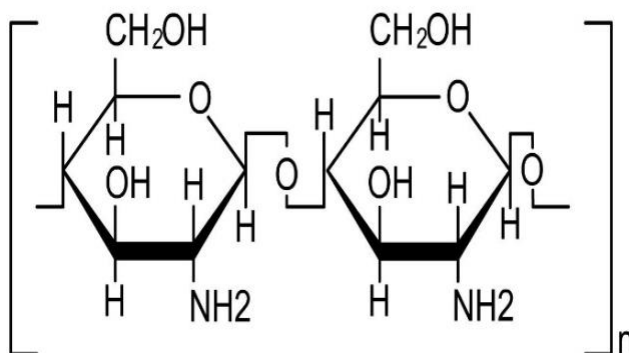


Tabla 1.5.4. Compuesto quitosano

- Alginato: El alginato es un polisacárido aniónico extraído principalmente de algas pardas del género *Laminaria* y *Macrocystis*. Su estructura está compuesta por bloques alternados de ácido β -D-manurónico (M) y ácido α -L-gulurónico (G), unidos por enlaces β -(1 $\rightarrow$ 4). La proporción y distribución de estos bloques (M/G ratio) afectan directamente su viscosidad y capacidad gelificante en presencia de iones divalentes como Ca^{2+} (Lee & Mooney, 2012).

En aplicaciones biomédicas, el alginato se utiliza para la elaboración de hidrogeles biocompatibles, que pueden encapsular células o fármacos. También, sus geles suaves y porosos permiten un entorno adecuado para la proliferación celular, siendo útiles en la regeneración de tejidos y administración controlada de medicamentos (George & Abraham, 2006).

En el sector industrial, es común su uso como espesante, estabilizante y gelificante en alimentos. Además, se ha aplicado en el tratamiento de aguas debido a su capacidad para formar estructuras tridimensionales que retienen contaminantes, incluyendo metales pesados y compuestos orgánicos (Moe et al., 1995).

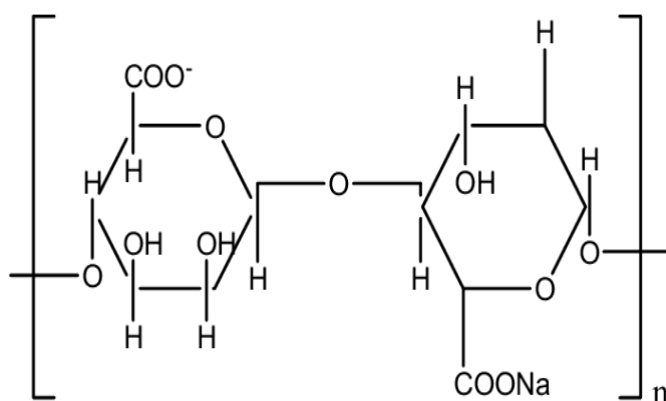


Figura 1.5 4. Compuesto alginato.

La combinación de quitosano y alginato permite formar complejos polielectrolíticos mediante enlaces iónicos entre los grupos amino protonados del quitosano (catiónico) y los grupos carboxilo del alginato (aniónico). Esta interacción mejora las propiedades mecánicas, la estabilidad estructural y la capacidad de control en la liberación de compuestos activos (Zivari et al., 2024).

Los hidrogeles compuestos quitosano-alginato han demostrado ser útiles en aplicaciones biomédicas como la cicatrización de heridas, donde proporcionan un ambiente húmedo y antimicrobiano. También son usados como matrices para encapsulación de células y tejidos, dada su alta biocompatibilidad y fácil manejo físico-químico (Moeini et al., 2020).

Además, este sistema binario ha sido evaluado como soporte en procesos ambientales como adsorción de colorantes y metales, debido a su elevada porosidad, funcionalidad superficial y capacidad de retención (Ruel-Gariépy & Leroux, 2004).

1.6 Técnicas de caracterización de los materiales

La caracterización de materiales es el proceso de estudio y comprensión de las propiedades físicas, estructurales, morfológicas y químicas de los materiales. Es una parte esencial del análisis de ingeniería de materiales que ayuda a identificar el material adecuado para aplicaciones específicas. Existen diversas técnicas de caracterización de acuerdo a la finalidad del material, las cuales se mencionan a continuación.

1.6.1 Espectroscopia UV-Vis

La espectroscopia ultravioleta-visible es una técnica que mide la absorción de radiación electromagnética en las regiones ultravioleta y visible del espectro. Esta absorción ocurre cuando los electrones en una molécula son promovidos desde un estado de menor energía a uno de mayor energía, lo que permite la identificación y cuantificación de diversas especies químicas (Skoog, Holler, & Nieman, 2001). Se basa en la medición de la absorbancia de una muestra en el rango de 200 a 800 nm. En estudios de degradación de contaminantes, se utiliza para seguir la disminución de la absorbancia en la longitud de onda característica del contaminante, como el Rojo 40 ($\lambda \approx 504$ nm). La aplicación de la ley de Beer-Lambert permite cuantificar la concentración de un analito a partir de su absorbancia (Skoog, Holler, Crouch et al, 2019). Es una herramienta simple, rápida y no destructiva, ideal para estudios cinéticos en procesos de fotodegradación y ensayos de remoción por adsorción.



Figura1.6.1. Espectrofotómetro UV-vis.

1.6.2 Espectroscopia de infrarrojo (IR)

La espectroscopia de infrarrojo (IR) permite la identificación de los grupos funcionales de un compuesto, debido a que cuando una molécula absorbe radiación infrarroja, la vibración intermolecular aumenta en intensidad, lo que genera señales con frecuencias que corresponden a la vibración de un enlace específico. El espectrofotómetro de IR permite la obtención de espectros de forma rápida, precisa y relaciones señal/ruido elevadas; es una técnica espectroscópica versátil y de aplicación en la caracterización e identificación de materiales (UNAM, 2017).

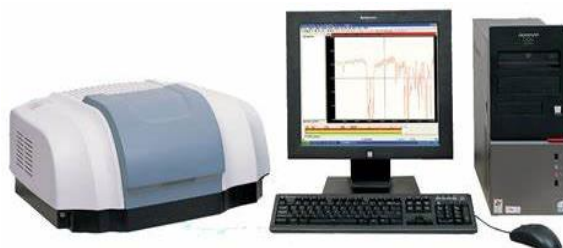


Figura 1.6.2. Espectrofotómetro infrarrojo.

1.6.3 Análisis térmico

Dentro del grupo de técnicas de análisis térmico se encuentran: el Análisis Termogravimétrico (TGA, por sus siglas en inglés) y la Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC, por sus siglas en inglés), con las cuales se determina el cambio de las propiedades físicas de los compuestos químicos y materiales en función de la temperatura o el tiempo.

- a) El Análisis Termogravimétrico (TGA) es una técnica termoanalítica que permite registrar la variación de masa de una muestra en función de la temperatura o del tiempo, bajo una atmósfera controlada de gas inerte u oxidante. Esta técnica proporciona información crucial sobre los procesos de pérdida de masa asociados a fenómenos como la deshidratación, descomposición térmica, oxidación y desorción de compuestos volátiles, permitiendo evaluar la estabilidad térmica de los materiales analizados (Chandra, 2022).
- b) La Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) proporciona información sobre los efectos térmicos, los cuales son caracterizados por un cambio en la entalpía y por un intervalo de temperatura cuando la muestra se calienta o se enfría. Dichos

cambios comprenden: la fusión, la cristalización, la ebullición, la sublimación, las transiciones vítreas, las transformaciones polimórficas, entalpías de fusión, la capacidad calorífica, el % de Pureza, el % de Cristalinidad, la compatibilidad en formulaciones (principio activo y excipientes), etc (Rodríguez et al, 2019).



Figura 1.6 3. a) Equipo TGA y b) Equipo DSC

1.6.4 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés) es una técnica de caracterización morfológica que utiliza un haz de electrones enfocado para escanear la superficie de una muestra, generando imágenes de alta resolución. Esta técnica permite visualizar la topografía superficial y microestructura con gran nivel de detalle, gracias a su alta profundidad de campo y una resolución que puede alcanzar el orden de nanómetros (González & Noguez, 2006). El principio de funcionamiento del SEM se basa en la interacción entre el haz de electrones y los átomos de la muestra, lo que da lugar a la emisión de diferentes señales, como electrones secundarios, retrodispersados y rayos X característicos. Estas señales son detectadas y convertidas en información visual y composicional. Cuando el equipo cuenta con un sistema acoplado de espectroscopía de dispersión de energía (EDS), es posible obtener análisis cualitativos y semicuantitativos de los elementos presentes en la superficie (Goldstein et al., 2017).

El SEM se aplica ampliamente en ciencia de materiales, biotecnología, nanotecnología, geología y otras áreas, ya que permite analizar estructuras a nivel micro y nanométrico. En estudios de materiales compuestos, por ejemplo, el SEM permite observar la distribución de fases, aglomeración de partículas y defectos

morfológicos, lo cual es esencial para correlacionar la estructura con las propiedades del material (Zhou & Wang, 2007).



Figura 1.6.4. Equipo MEB

1.6.5 Análisis Brunauer, Emmett y Teller (BET)

El análisis BET es una técnica ampliamente utilizada para determinar el área superficial específica de materiales porosos y sólidos en general. Este método se basa en la adsorción física de gases, generalmente nitrógeno, sobre la superficie del material a temperaturas criogénicas (77 K). El modelo BET, propuesto por Brunauer, Emmett y Teller en 1938, extiende la teoría de adsorción de monolayer de Langmuir para incluir múltiples capas de adsorción, permitiendo calcular con precisión el área superficial específica a partir de la cantidad de gas adsorbido (Brunauer, Emmett, & Teller, 1938).

La importancia del análisis BET radica en que el área superficial específica influye directamente en las propiedades reactivas, catalíticas y de adsorción de un material, siendo un parámetro fundamental en la caracterización de materiales como catalizadores, adsorbentes, y materiales compuestos. Este análisis también proporciona información sobre la porosidad, ya que se pueden obtener parámetros adicionales como el volumen de poros y la distribución del tamaño de poro cuando se combina con técnicas complementarias (Sing et al., 1985).

En la práctica, se realiza una curva de adsorción-desorción del gas, midiendo la cantidad adsorbida en función de la presión relativa. El área superficial se calcula mediante la ecuación BET, que relaciona la presión relativa con el volumen

adsorbido, y asume que las capas sucesivas de gas tienen propiedades similares a las del líquido condensado. Esta técnica es especialmente útil para materiales con poros mesoporosos (2-50 nm) y microporosos (<2 nm), lo cual es relevante en el estudio de materiales compuestos y nanomateriales utilizados en procesos de remoción de contaminantes (Thommes et al., 2015).



Figura1.6 5. Equipo de Análisis BET

1.6.7 Espectroscopia de absorción atómica

La espectroscopia de absorción atómica (AAS) es una técnica analítica utilizada para la determinación cuantitativa de elementos metálicos mediante la medición de la radiación absorbida por átomos en estado gaseoso. Esta técnica se basa en la ley de Beer-Lambert, la cual establece que la absorbancia es proporcional a la concentración del analito (Maharani et al., 2024). Un sistema típico de AAS incluye una fuente de radiación (como una lámpara de cátodo hueco), un atomizador (llama o horno de grafito), un monocromador y un detector. La atomización por horno de grafito permite mayor sensibilidad, mientras que la atomización por llama es más común por su simplicidad (Welz & Sperling, 2008). La AAS se aplica ampliamente en análisis ambientales, alimentarios, clínicos e industriales, destacando en la

detección de metales pesados en aguas, suelos y tejidos biológicos, debido a su alta sensibilidad y selectividad (Maharani et al., 2024; Welz & Sperling, 2008).



Figura1.6 6. Equipo de análisis BET.

2. Método

A continuación, en la figura 2, se presenta la metodología utilizada para llevar a cabo la investigación, la cual se divide en varias etapas que se describen a continuación.

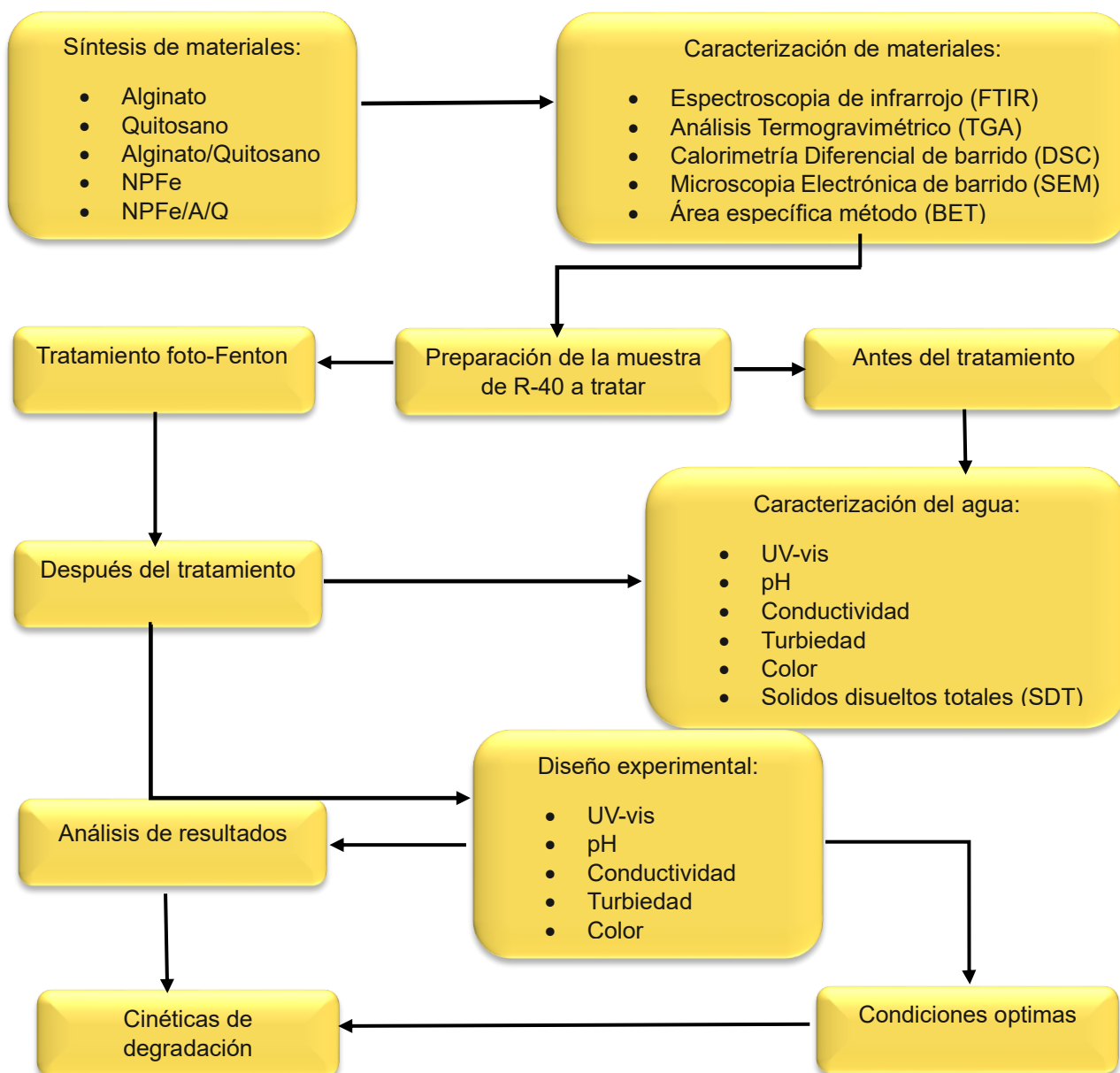


Figura 2. Método

2.1 Obtención de los complejos

Los reactivos utilizados en esta investigación fueron: el alginato de sodio (Meyer: Grado ACS), quitosano (Meyer: Grado ACS), hidróxido de sodio (Meyer: Grado ACS), cloruro de calcio dihidratado (J.T.Baker: Grado ACS), ácido acético (Fermont: Grado ACS).

2.2.1 Síntesis de homopolímeros quitosano y alginato

La síntesis de los homopolímeros quitosano y alginato se describe a continuación: Síntesis de perlas de alginato: se disolvieron 2.5 g de alginato en agua desionizada con una agitación constante de 250 rpm a temperatura ambiente, dicha solución se dejó reposar durante un día. Posteriormente fue goteada en una solución 0.25 M de CaCl_2 bajo agitación constante de 250 rpm y a temperatura ambiente, las perlas formadas se dejaron en agitación durante 24 h. Después se colocaron en agua desionizada bajo agitación constante y cambiando el agua cada 2 h, se dejaron toda la noche en agitación, al siguiente día se secaron a temperatura ambiente.

Síntesis de perlas de quitosano: se disolvieron 2 g de quitosano en una solución al 1% w/v de ácido acético a temperatura ambiente bajo agitación constante. Posteriormente, esta disolución fue goteada en NaOH 2.5 M dejándose bajo agitación durante 24 h.

2.2.2 Síntesis de los copolímeros alginato-quitosano

La síntesis de los copolímeros alginato-quitosano se desarrolló de la siguiente manera: Se prepararon 3 disoluciones de alginato a diferentes concentraciones al 1.5, 2 y 2.5% w/v con una agitación constante de 250 rpm, a temperatura ambiente durante 24 h. Se prepararon 3 disoluciones gelificantes de quitosano al 1.5, 2 y 2.5% w/v; se disolvieron en ácido acético al 1% durante 24 h. Se adicionó la solución de CaCl_2 al 2.5% w/v, a temperatura ambiente bajo agitación constante (250 rpm). La solución de alginato fue adicionada gota a gota en cada una de las soluciones gelificantes en condiciones suaves de agitación constante a temperatura ambiente. Finalmente, las perlas formadas se dejaron en agitación a temperatura ambiente

durante 24 h con la intención de favorecer el entrecruzamiento que ocurre al sintetizar el copolímero.

2.2.3 Síntesis de NPFe por el método de coprecipitación

- 1.- Preparación de la solución de cloruro ferroso (II) Tetrahidratado (Fermont: ACS): Se preparó una solución con 0.5 moles de cloruro de hierro (II) ($FeCl_2$) en 100 ml de agua desionizada.
- 2.- Preparación de la solución de cloruro férrico (III) (Sigma-Aldrich: ACS): Se preparó una solución con 0.5 moles de cloruro de hierro (III) ($FeCl_3$) en 100 ml de agua desionizada.
- 3.- Mezcla de las soluciones: Se mezclaron las soluciones de hierro (III) bajo agitación constante.
- 4.- Adición de hidróxido de sodio: Se agregó hidróxido de sodio 2M en 100 ml de agua desionizada, a la mezcla de hierro bajo agitación constante.
- 5.- Agitación y reposo: Se mantuvo la agitación durante 2 h y luego dejó reposar la mezcla durante 24 h.
- 6.-Centrifugación y lavado: Se centrifugó la mezcla 5 veces a 4000 rpm durante 15 minutos.
- 7.-Se dejaron secar las nanopartículas en un horno 70°C durante 2 h.

2.2.4 Síntesis del compuesto NP/A/Q

Una vez encontradas las concentraciones ideales de alginato y quitosano, se procedió a la síntesis del compuesto NPFe/A/Q.

1. Se agregaron las NPFe a la solución de alginato, dejándose agitar durante 30 minutos.
2. Se goteó una solución de alginato-NPFe a una mezcla gelificante de quitosano- $CaCl_2$ (0,1 M).
3. Las perlas se dejaron en agitación constante durante 1 h bajo agitación.
4. Se procedió al lavado de perlas para quitar el exceso de gelificante con agua desionizada, hasta que tuvieran un pH cercano a 7.

2.3 Caracterización de los materiales

Con el fin de determinar las propiedades físicas y químicas de los materiales sintetizados, se realizó la caracterización de estos a través de diferentes técnicas.

2.3.1 Espectroscopia de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

Los materiales iniciales se caracterizaron mediante espectroscopia de infrarrojo empleando un espectrofotómetro de absorción infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) marca JASCO modelo 4X. Las perlas de alginato, quitosano, alginato/quitosano y NPFe/A/Q se dejaron secar a temperatura ambiente, posteriormente 50 mg de cada una de ellas fueron molidas en un mortero hasta tener un polvo fino. Las muestras se leyeron en un rango de 4000 a 400 cm^{-1} , con 16 barridos y 4 cm^{-1} de resolución.

2.3.2 Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico se realizó en el equipo Discovery TGA, marca: TA INSTRUMENT, modelo: 550, número de serie: 0550-1504. Las perlas de quitosano, alginato, quitosano/alginato y NPFe/A/Q fueron molidas en un mortero hasta obtener un polvo fino que se colocara en la microbalanza del instrumento. La muestra se analizó con una velocidad de calentamiento de 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, y en un rango de 25 a 600 $^{\circ}\text{C}$ bajo atmósfera de nitrógeno.

2.3.3 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Las perlas previamente secadas a temperatura ambiente se molieron en un mortero de ágata y se analizaron en un equipo de calorimetría diferencial de barrido marca: TA INSTRUMENT, modelo: 250, número de serie: DSC2-02085. La muestra se analizó con una velocidad de calentamiento de 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, y en un rango de -30 a 400 $^{\circ}\text{C}$ bajo atmósfera de nitrógeno.

2.3.4 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

Las muestras previamente secadas se llevaron al SEM, donde lo primero que se realizó fue un recubrimiento de oro en el equipo ion sputtering desk V JSM-6610LV, posteriormente las muestras fueron llevadas a su análisis al SEM JBM-6610LV.

2.3.5 Análisis Brunauer, Emmett y Teller (BET)

Para este análisis se secaron las muestras del compuesto en un horno a una temperatura de 60°C, se molieron en un mortero hasta obtener un polvo fino, esto aumentó la superficie específica de la muestra y facilitó la adsorción de gases. Se pesó una cantidad conocida de la muestra, aproximadamente 200 mg y se sometió a un proceso de degasificación a una temperatura de 100-150°C durante 2 h. Esto eliminó cualquier gas adsorbido en la superficie de la muestra, se enfrió la muestra a temperatura ambiente y finalmente se introdujo la muestra en el analizador BET.

2.3.5. Espectroscopia de absorción atómica

Para la evaluación de la posible lixiviación de hierro (Fe) desde el material compuesto de alginato–quitosano con nanopartículas de hierro utilizado en el proceso foto-Fenton, se analizaron siete muestras de agua tratada que contenían inicialmente el colorante R-40. Una vez finalizado el tratamiento, las muestras fueron recolectadas y preparadas para su análisis mediante espectroscopia de absorción atómica de llama (FAAS). En primer lugar, las soluciones se filtraron con el objetivo de eliminar cualquier residuo sólido o partícula coloidal en suspensión que pudiera interferir en el análisis. Posteriormente, cada muestra fue acidificada con ácido nítrico (HNO_3) concentrado hasta alcanzar una concentración final de aproximadamente 1–2% v/v, lo cual permitió estabilizar los posibles iones de hierro presentes y evitar su precipitación. Las muestras se almacenaron en frascos de polietileno previamente lavados con solución ácida y enjuagados con agua desionizada para prevenir contaminación cruzada.

Finalmente, las soluciones líquidas fueron llevadas al equipo de absorción atómica, donde se cuantificó la concentración de hierro disuelto, permitiendo verificar si hubo o no desprendimiento de Fe desde la matriz soporte durante el proceso de degradación del colorante.

3. Resultados

Los resultados del tratamiento foto-Fenton se muestran a continuación. Primero, las soluciones acuosas del colorante R-40 se caracterizaron a través de los parámetros que se presentan en la Tabla 3, conductividad, pH, turbiedad, color y STD, antes y después del tratamiento. Segundo, se realizó el tratamiento foto-Fenton a las soluciones acuosas ya caracterizadas.

Tabla 3. Análisis pH, conductividad, STD, turbiedad y color.

Rojo 40 (25°C)	Conductividad (μS/cm)	Sólidos disueltos totales (STD) (mg/L)	Turbiedad (NTU)	Color (Pt/Co)
pH 6	328	154	657	510
pH 5	643	312	660	510
pH 4	760	420	662	510
pH 3	960	510	662	510

Según los resultados de la Tabla 3, se puede observar que la concentración de color no se ve afectada por la variación de pH, por lo que los cambios en este parámetro no tendrían una influencia real de degradación foto-Fenton. Esto se debe a que el pKa del colorante es igual 11.3, por lo cual a un pH de 3 a 6 no hay transformación química de este.

3.1 Espectro UV y curva de calibración R-40

Para realizar la cuantificación del colorante R-40, se realizó un barrido del R-40, mediante UV-Vis a diferentes concentraciones: 1, 5, 10, 15 y 20 mg/L para verificar los puntos máximos de absorbancia, estos son similares con los reportados en la literatura (Ensuncho et al., 2015) a una longitud de onda (λ) de 212, 315 y 504 nm. En la Figura 3.1 a), se muestran los espectros UV-Vis del R-40 y en la Figura 3.1 b) la curva de calibración obtenida de las soluciones, en una región de 504 nm.

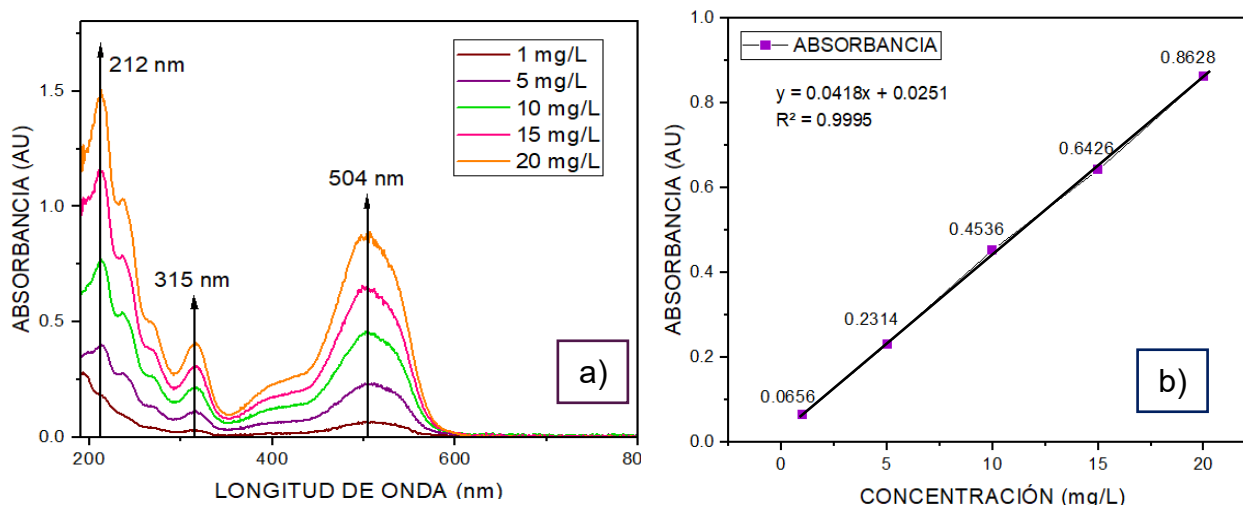


Figura 3.1. a) Espectro UV R-40, b) Curva de calibración R-40

3.2 Síntesis de biopolímeros, estabilidad

Se realizó síntesis de perlas a diferentes concentraciones w/v (1, 2 y 2.5 % alginato-quitosano), estas se dejaron en viales a diferentes pH (8,7,6,5,4,3,2) respectivamente durante una semana con el propósito de observar a que concentraciones las perlas se mantenían más estables, es decir, sin deterioro visual de estas. En la Tabla 3.2 se muestran las concentraciones y la descripción de cuales perlas fueron más estables en los diferentes pH.

Tabla 3.2. Síntesis de perlas, estabilidad.

Compuesto	Concentración (%)	Concentración (%)	Concentración (%)	Notas
Quitosano	1	2	2.5	La síntesis se muestra muy estable con 2 y 2.5%
Alginato	1	2	2.5	La síntesis se muestra estable a partir de 2.5%
	Alginato	Quitosano	Notas	
Mezcla	1	1	Muy alto deterioro	
Mezcla	2	2	Deterioro menor	
Mezcla	2.5	2.5	Perlas estables	
Mezcla	2.5	2	Estable	

En la Figura 3.2 se observan los materiales sintetizados: a) Alginato, b) Quitosano, c) Alginato/Quitosano para el desarrollo del proyecto de investigación, los biopolímeros y el copolímero sintetizados a diferentes concentraciones mantuvieron un color transparente blanquizco.

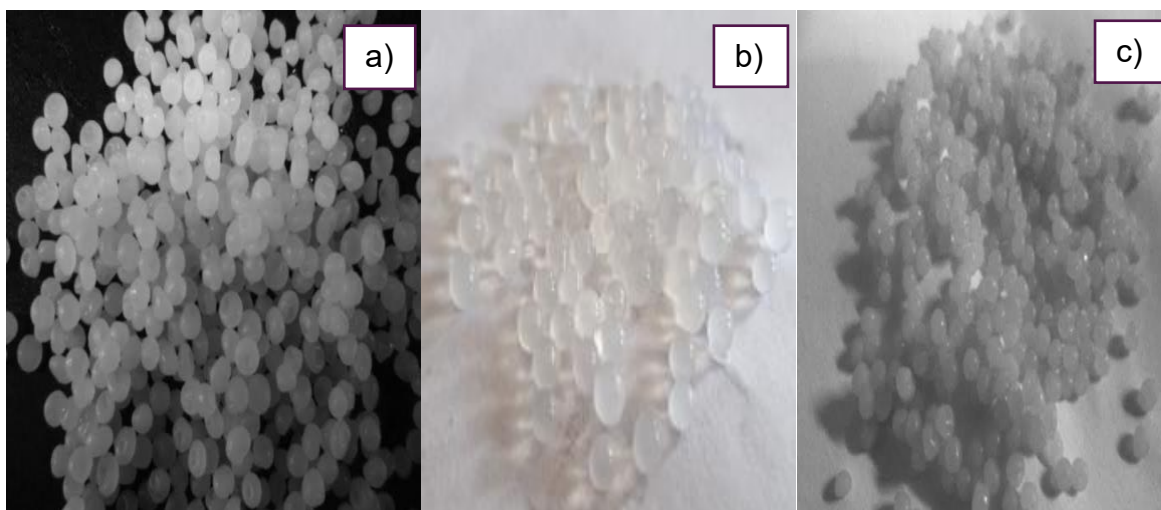


Figura 3.2. a) Alginato, b) Quitosano, c) Alginato/Quitosano

3.3 Síntesis de Nanopartículas de Fe (NPFe)

Las nanopartículas NPFe se sintetizaron por el método de coprecipitación, una vez concluida la reacción, el material resultante se lavó y centrifugó, una vez terminado este proceso se llevaron a secado, donde se después de 2 h se veían de la siguiente



Figura 3.3. Síntesis de Nanopartículas de Fe (NPFe)

3.4 Síntesis del compuesto NP/A/Q

Después de la síntesis de los homopolímeros alginato, quitosano, el copolímero alginato/quitosano, y las NPFe se procedió a encontrar las cantidades óptimas para el compuesto NPFe/A/Q, con diferentes concentraciones de NPFe como se puede observar en la Figura 3.4.



Figura 3.4. Síntesis del compuesto NP/A/Q

3.5 Caracterización de los materiales

La caracterización de los materiales es fundamental para entender sus propiedades, comportamiento y aplicaciones. Permite optimizar procesos, seleccionar materiales adecuados, predecir comportamiento, garantizar calidad y seguridad, y resolver problemas.

3.5.1 Espectroscopia por infrarrojo de los compositos alginato, quitosano, alginato/quitosano y NPFe/A/Q

En la Figura 3.5.1. a) se puede observar el espectro FTIR del quitosano, se muestra una banda ancha centrada en 3318 cm^{-1} , atribuida al estiramiento O–H solapado con el estiramiento N–H de los grupos amino primarios presentes en el polímero. Esta banda es característica del quitosano debido a su alta capacidad para formar enlaces por puente de hidrógeno, lo cual se relaciona con su naturaleza hidrofílica (Kumar et al., 2000). La banda en 2873 cm^{-1} se relaciona con las vibraciones de estiramiento simétrico de los enlaces C–H alifáticos, asociados con los grupos metileno ($-\text{CH}_2-$) de la estructura del quitosano (Rinaudo, 2006).

En 1650 cm^{-1} se observa una banda atribuida al estiramiento $\text{C}=\text{O}$ del grupo amida I ($-\text{CONH}_2$), que evidencia la presencia de residuos de N-acetilglucosamina, los cuales permanecen en el quitosano incluso después de la desacetilación parcial de la quitina (Kasaai, 2009). La señal en 1376 cm^{-1} corresponde a la vibración de deformación del grupo metilo ($-\text{CH}_3$) asociado a los restos acetilados (N-acetil-D-glucosamina) en la estructura del quitosano (Brugnerotto et al., 2001). Finalmente, la banda en 1026 cm^{-1} se asocia a las vibraciones de estiramiento $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ del anillo de pirano y a enlaces $\text{C}-\text{O}$ en alcoholes secundarios y primarios de la cadena principal (Liu et al., 2024).

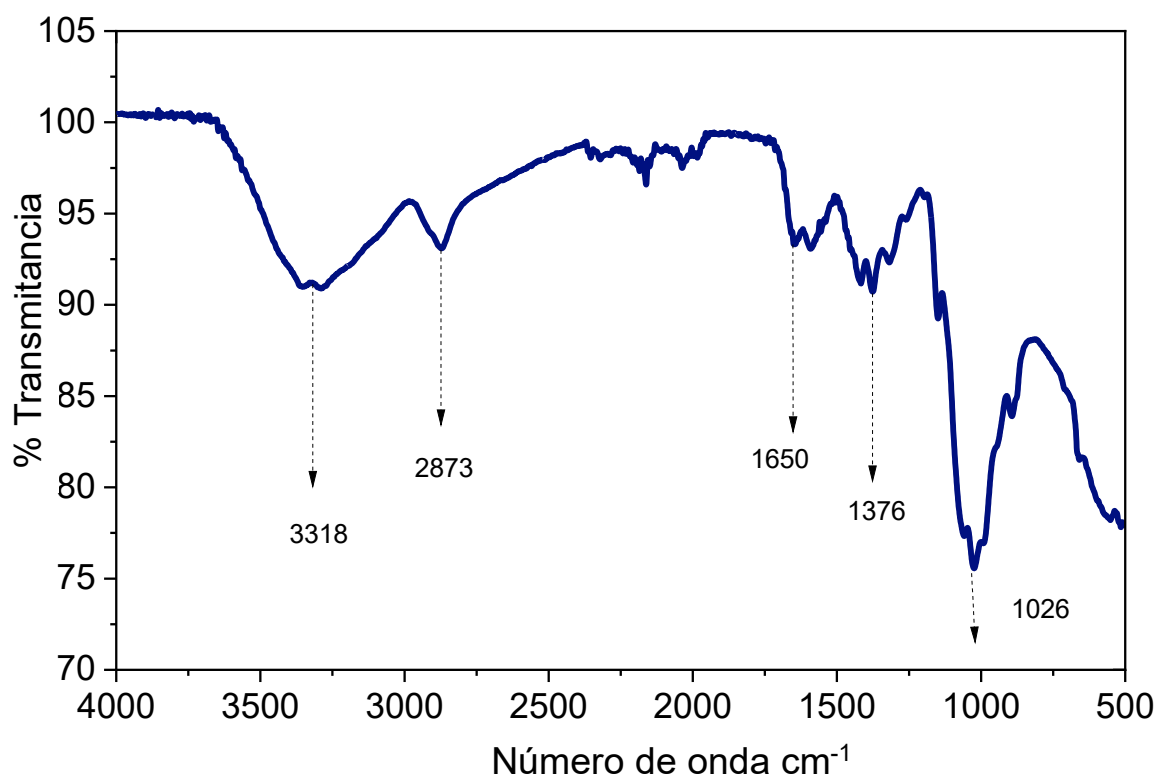


Figura 3.5.1. a) Espectro de infrarrojo del homopolímero quitosano

En la Figura 3.5.1 b) se observan las bandas típicas del alginato de sodio, como el pico en 3318 cm^{-1} está asociado al estiramiento $\text{O}-\text{H}$ de los grupos hidroxilo del ácido algínico y a los enlaces de hidrógeno intramoleculares e intermoleculares (Praveena et al., 2013). La señal en 1650 cm^{-1} es característica del estiramiento asimétrico de los grupos carboxilato (COO^-), lo que confirma la presencia del ácido urónico en el alginato (El-Sheekh et al., 2022). En 1376 cm^{-1} aparece el modo de

vibración de estiramiento simétrico de los grupos carboxilato (COO^-), complementando el pico anterior y reafirmando la identidad del polímero como un polisacárido aniónico (El-Houssiny et al, 2016). La banda en 1026 cm^{-1} se relaciona con las vibraciones de estiramiento de enlaces C–O–C del esqueleto polisacárido del alginato, incluyendo los anillos de manurónico y gulurónico (El-Houssiny et al, 2016).

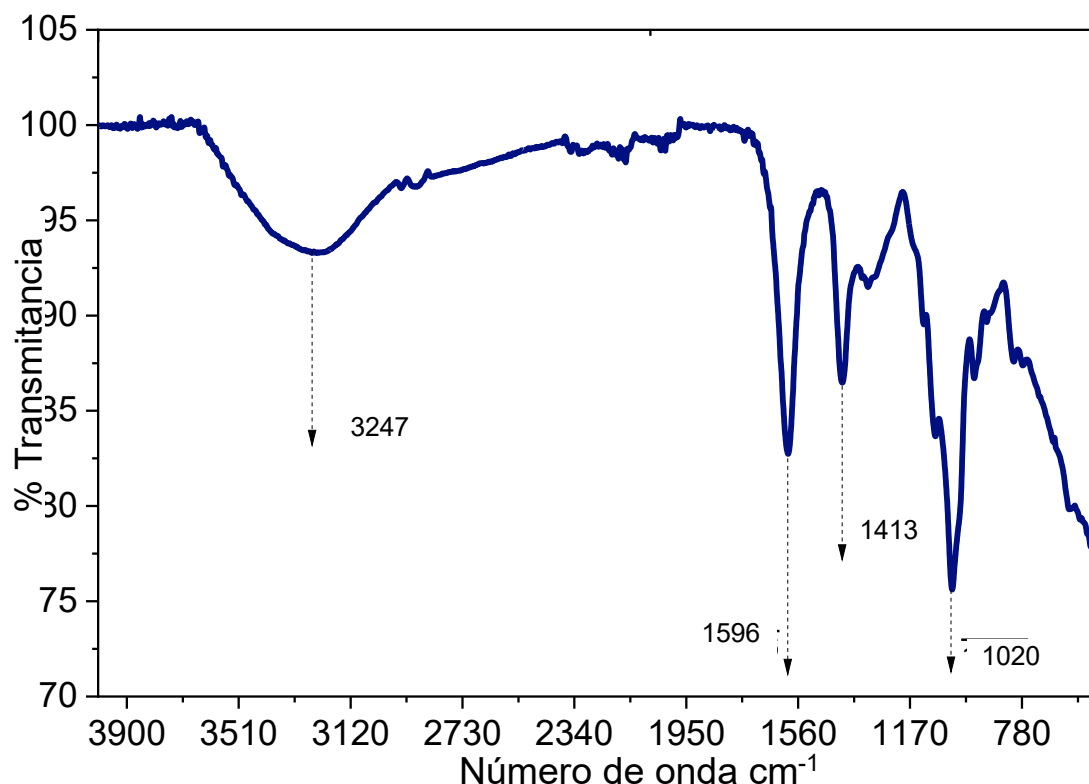


Figura 3.5.1. b) Espectro de infrarrojo del homopolímero alginato.

En la Figura 3.5.1 c) se observa el FTIR correspondiente al copolímero alginato/quitosano donde se encuentran varias bandas típicas de estos polímeros, la banda ancha en 3275 cm^{-1} se atribuye al estiramiento de los enlaces O–H y N–H, representando interacciones por puente de hidrógeno entre los grupos funcionales del alginato ($-\text{OH}$, $-\text{COO}^-$) y del quitosano ($-\text{NH}_2$, $-\text{OH}$). Esta banda indica una alta hidratación e interacción intermolecular entre los dos biopolímeros (Berger et al., 2004; Rinaudo, 2006). En 1595 cm^{-1} , se presenta la vibración de estiramiento asimétrico de los grupos carboxilato (COO^-) del alginato, desplazada respecto al homopolímero, lo cual sugiere la formación de enlaces iónicos con

grupos amino protonados del quitosano (Praveena et al., 2013), la banda en 1409 cm^{-1} corresponde al estiramiento simétrico de los grupos COO^- del alginato. La cercanía entre esta señal y la anterior permite inferir la formación de un complejo polielectrolito (Berger et al., 2004) y una última banda en 1024 cm^{-1} está asociada a las vibraciones de estiramiento C–O–C de los enlaces glucosídicos, lo cual es indicativo de la estructura polisacáridica compartida entre alginato y quitosano (Rinaudo, 2006).

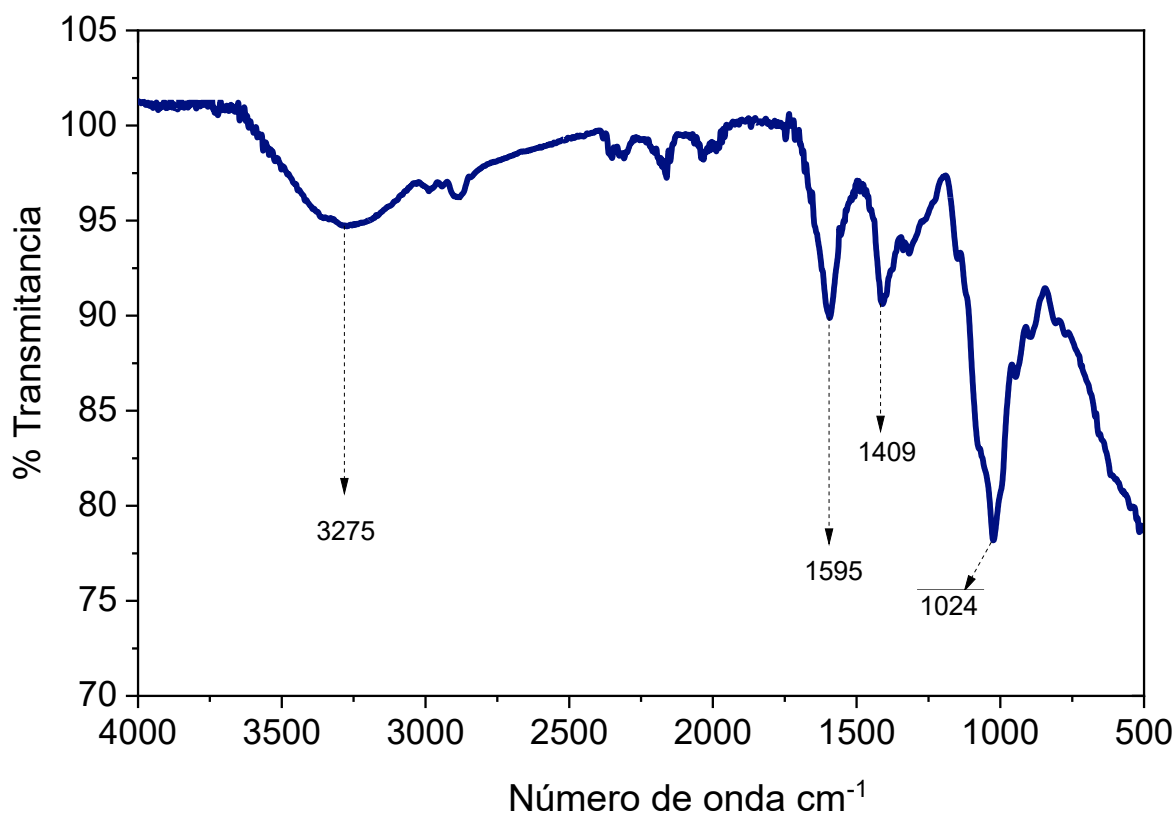


Figura 3.5.1. c) Espectro de infrarrojo del copolímero

En la Figura 3.5.1 d) se observa una única banda presente en 555 cm^{-1} se asocia al modo de vibración de estiramiento del enlace Fe–O, característico de óxidos de hierro como magnetita (Fe_3O_4) o maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Esta señal es un marcador inequívoco de estructuras tipo espinela y confirma la presencia de nanopartículas magnéticas (Schwertmann & Cornell, 1991; Wu et al., 2008). La banda está dentro del rango típico reportado para materiales con estructura magnetita ($540\text{--}570\text{ cm}^{-1}$), y su presencia sin señales adicionales sugiere una superficie sin funcionalización orgánica significativa (Gupta & Gupta, 2005).

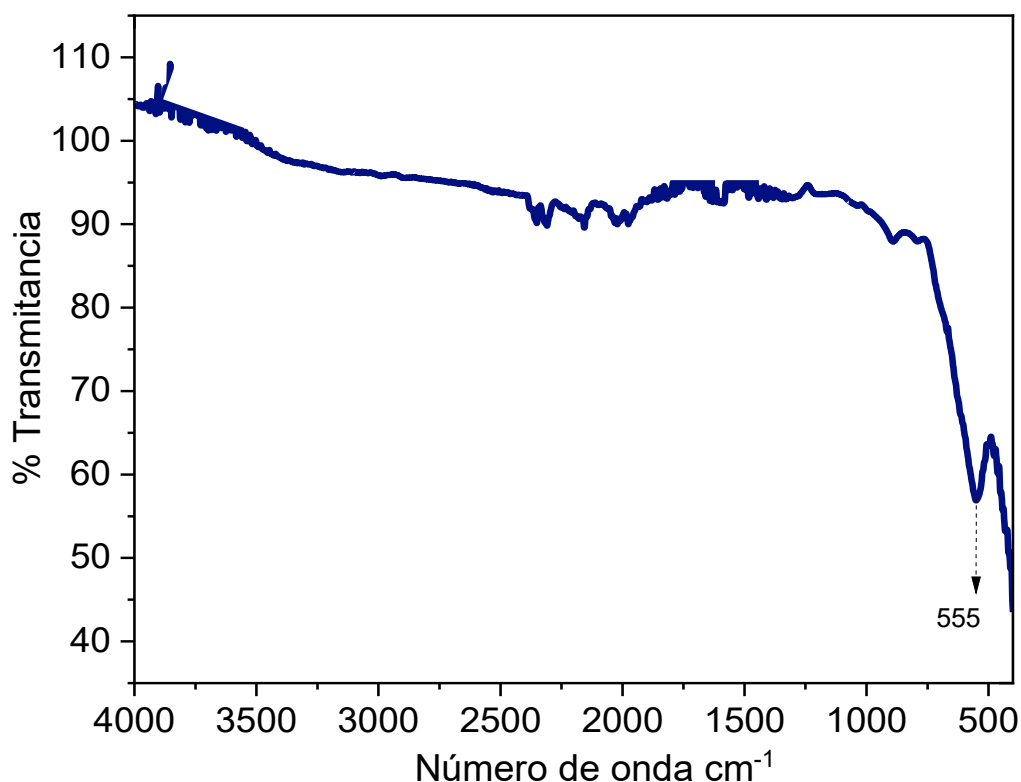


Figura 3.5.1. d) Espectro de infrarrojo de las NPFes

En la Figura 3.5.1 e) se observa el FTIR correspondiente al compuesto NP/alginato/quitosano, presentando bandas a 3724 cm^{-1} esta banda puede estar asociada a un estiramiento libre de grupos O–H no enlazados por puente de hidrógeno, lo que podría indicar la presencia de humedad residual o hidroxilos libres en la superficie del material (Liu et al., 2024). La señal en 2990 cm^{-1} es característica de los estiramientos C–H alifáticos, posiblemente acentuados por la presencia de grupos metilo del quitosano en estado más expuesto o desordenado en la matriz híbrida (Brugnerotto et al., 2001).

La banda en 2897 cm^{-1} refuerza esta observación, mostrando vibraciones adicionales de C–H, típicas de grupos metileno en las cadenas polisacáridicas (Rinaudo, 2006). En 1059 cm^{-1} se presenta una fuerte banda relacionada con las vibraciones C–O–C del esqueleto polisacárido, pero su leve desplazamiento respecto al copolímero original (1024 cm^{-1}) puede deberse a la interacción con las NPFes, modificando la densidad electrónica de los enlaces (Li et al., 2010). La señal en 673 cm^{-1} puede interpretarse como una banda de vibración Fe–O modificada por

la interacción con grupos funcionales del alginato o quitosano. Está dentro del rango bajo característico de vibraciones de óxidos metálicos y sugiere una posible coordinación superficial entre Fe y grupos oxigenados (Cornell & Schwertmann, 1991).

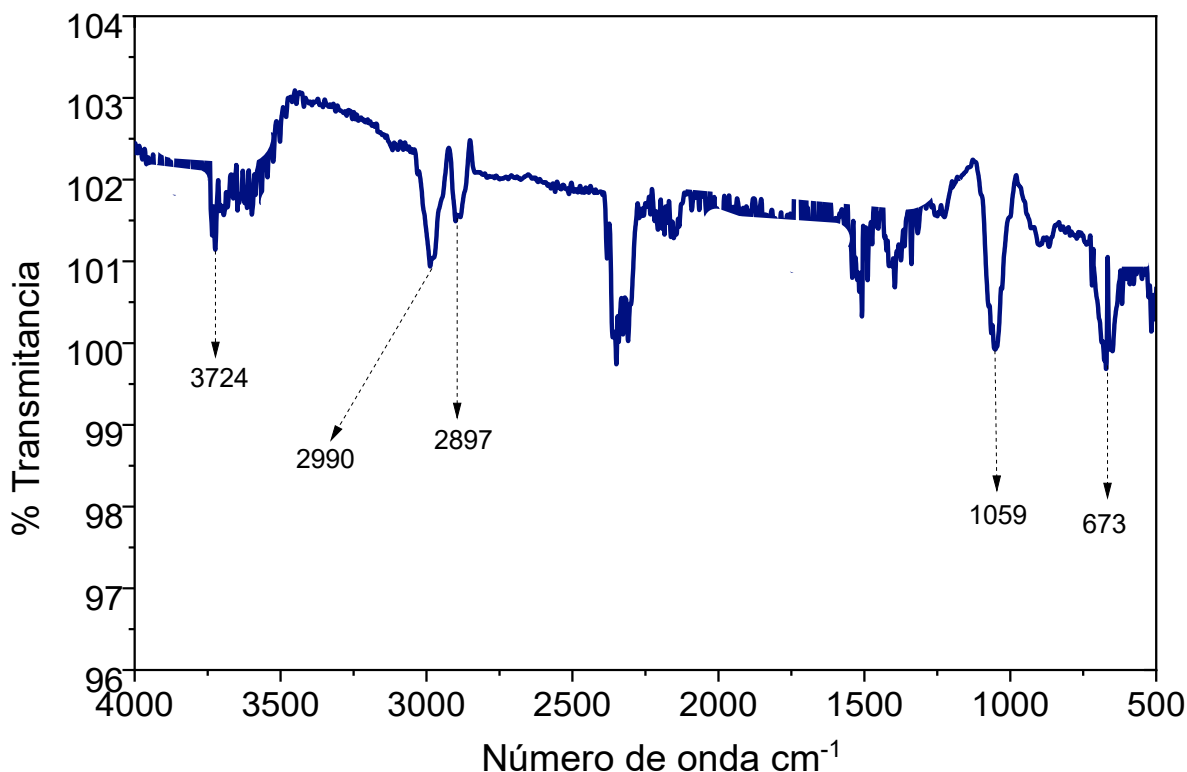


Figura 3.5.1. e) Espectro de infrarrojo del compuesto

3.5.2 Análisis Termogravimétrico de los de los compositos alginato, quitosano, alginato/quitosano y NPFe/A/Q

La Figura 3.5.2 a) indica el termograma correspondiente al biopolímero quitosano, se observa a los 52°C pérdida de humedad que corresponde al 5% en peso, la descomposición inicial que se observa a los 286.62°C con una pérdida de peso es del 12%, corresponde la ruptura de enlaces débiles como puentes de hidrogeno. La descomposición de grupos acetilo u otros grupos lábiles, comienza en 379°C, aquí se observa la fase de descomposición principal, donde ocurre la ruptura de enlaces glucosídicos y comienza la formación de grupos volátiles, teniendo una pérdida de peso del 46.458% entre los 200 y 300 °C que podría tratarse de la despolimerización del quitosano debido a la degradación de sus cadenas principales. Por último, a

440° ocurre la carbonización (formación de carbón residual), con una pérdida de peso de 55.823%.

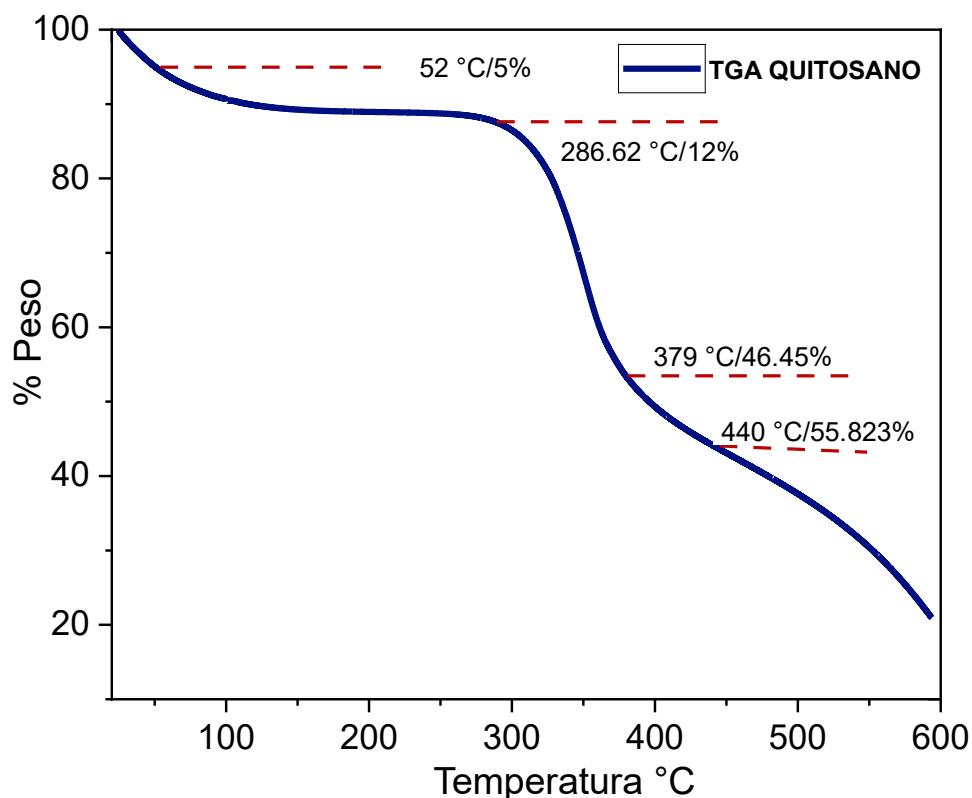


Figura 3.5.2. a) Termograma quitosano TGA

En la figura 3.5.2 b) se observa el termograma correspondiente al alginato de sodio, donde se observa una pérdida de humedad a 65°C y un 6% de pérdida de peso. Esta fase corresponde a la pérdida de agua adsorbida en la superficie del alginato de sodio (Lee et al., 2012). A los 258.12°C se observa una descomposición con un 16.865% de pérdida de peso), esta fase se atribuye a la descomposición de grupos funcionales lábiles, como los grupos carboxilo e hidroxilo. La descomposición inicial del alginato de sodio se ha reportado en un rango de temperaturas entre 200-300°C (Sen et al., 2015). La descomposición principal se da en 304.93°C y un 45 % de pérdida de peso, donde se descomponen las cadenas principales del alginato. Esta descomposición ocurre entre 250-350°C (Neto et al., 2013); por último, se tiene la carbonización del material se identifica en 440.95°C y un 54.597% de pérdida de peso total, esta fase se atribuye a la formación de carbón residual y la eliminación

de gases volátiles. La carbonización del alginato de sodio se ha reportado en temperaturas superiores a 400°C (Liu et al., 2024).

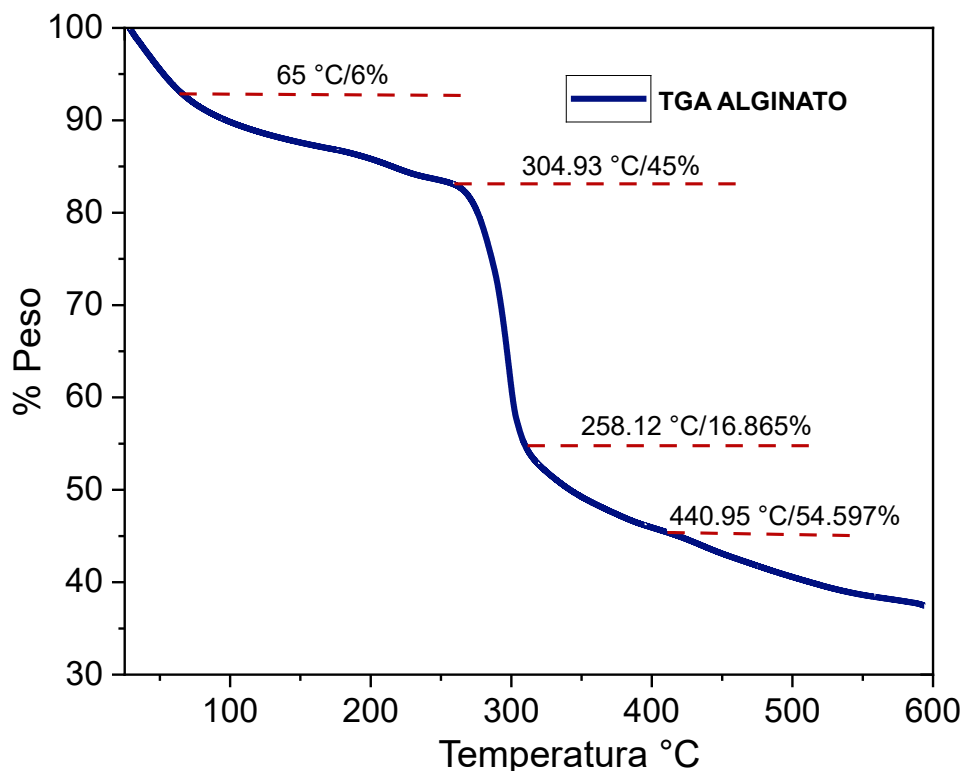


Figura 3.5.2. b) Térmograma alginato TGA

El análisis termogravimétrico (TGA) del copolímero A/Q muestra cuatro etapas bien diferenciadas de pérdida de masa: la primera pérdida de masa se observa a 97 °C, con un 5%, esta etapa corresponde a la eliminación del agua absorbida y agua ligada dentro de la estructura del copolímero; se trata de una pérdida común en materiales hidrofílicos como el quitosano y el alginato, los cuales pueden retener agua tanto en forma libre como ligada por puentes de hidrógeno (Kumar et al., 2000; Dutta et al., 2004). La segunda pérdida se observa en 230°C y un 12%, esta zona térmica está asociada a la descomposición de los grupos funcionales más débiles, como el desacetilado del quitosano y la ruptura de los enlaces glucosídicos del alginato. Esta etapa también puede involucrar la ruptura de la red polimérica entre ambos componentes (alginato/quitosano), lo cual está de acuerdo con los resultados DSC (Chávez de Paz et al., 2011; Rhim et al., 2009). La tercera pérdida se observa en 365 °C y un 47% de pérdida de peso. Esta etapa representa la degradación térmica principal del copolímero, que incluye la despolimerización del

esqueleto del quitosano y alginato, así como la combustión de residuos carbonosos. La magnitud de la pérdida (alrededor del 52%) indica que una fracción importante del material se descompone en esta etapa, lo cual es común en materiales naturales (El-Naggar et al., 2016; Berger et al., 2004). La carbonización del copolímero alginato/quitosano (AQ) inicia aproximadamente a los 513 °C, temperatura a la cual el material ha perdido un 60% de su masa original, quedando un residuo del 40% en peso. Esta pérdida significativa indica no solo la degradación térmica avanzada, sino también el comienzo de la transformación del material en residuos carbonosos (carbón amorfo), la eliminación de elementos como oxígeno e hidrógeno en forma de H₂O, CO y CO₂ favorece la formación de una matriz rica en carbono, lo que marca el inicio de la carbonización (Rinaudo, 2006; El-Hefian et al., 2010).

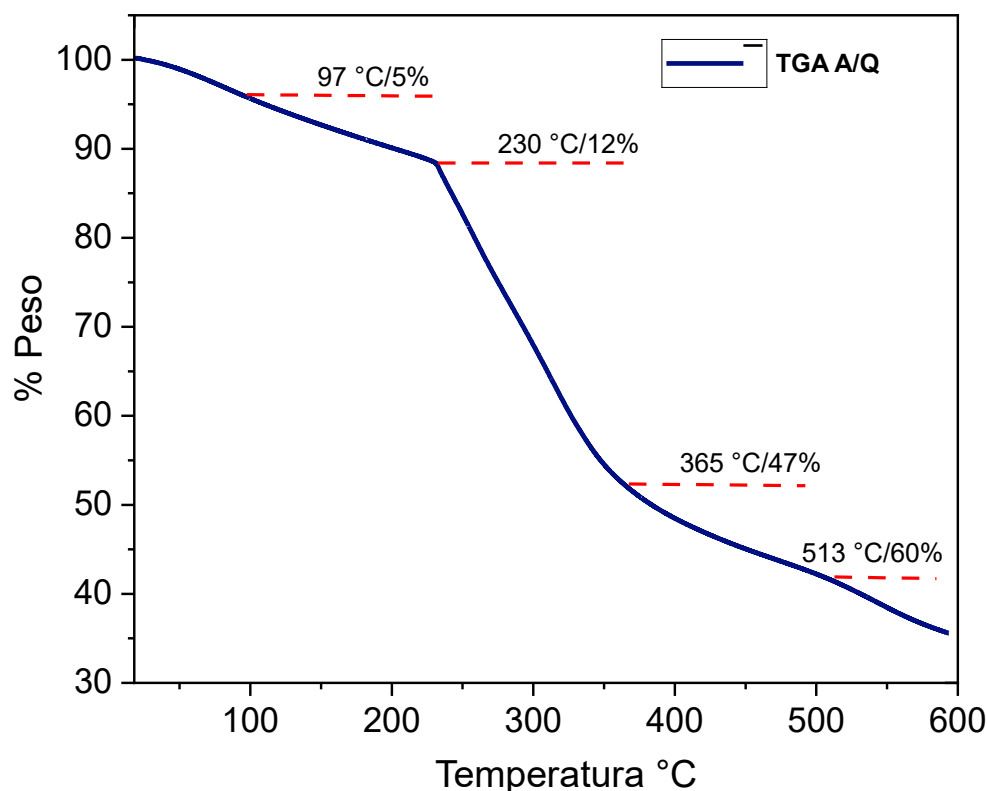


Figura 3.5.2. c) Termograma A/Q TGA

A continuación, se presenta el análisis termogravimétrico de NPFe en la figura 3.5.2 c) se observa que a 61.54°C, existe un 1.967% de pérdida de peso, esta fase corresponde a la pérdida de agua adsorbida en la superficie de las nanopartículas de Fe. La pérdida de humedad en las nanopartículas de Fe puede ocurrir entre 50-

150°C (Kumar et al., 2017). A 212.48°C, se observa una pérdida de peso de 3.225% esta fase se atribuye a la descomposición de impurezas orgánicas presentes en las nanopartículas de magnetita (Puente et al., 2022). En conclusión, se puede observar las NP tienen una estabilidad térmica muy elevada, ya que a los 600°C solo ha perdido menos del 5% de su peso total.

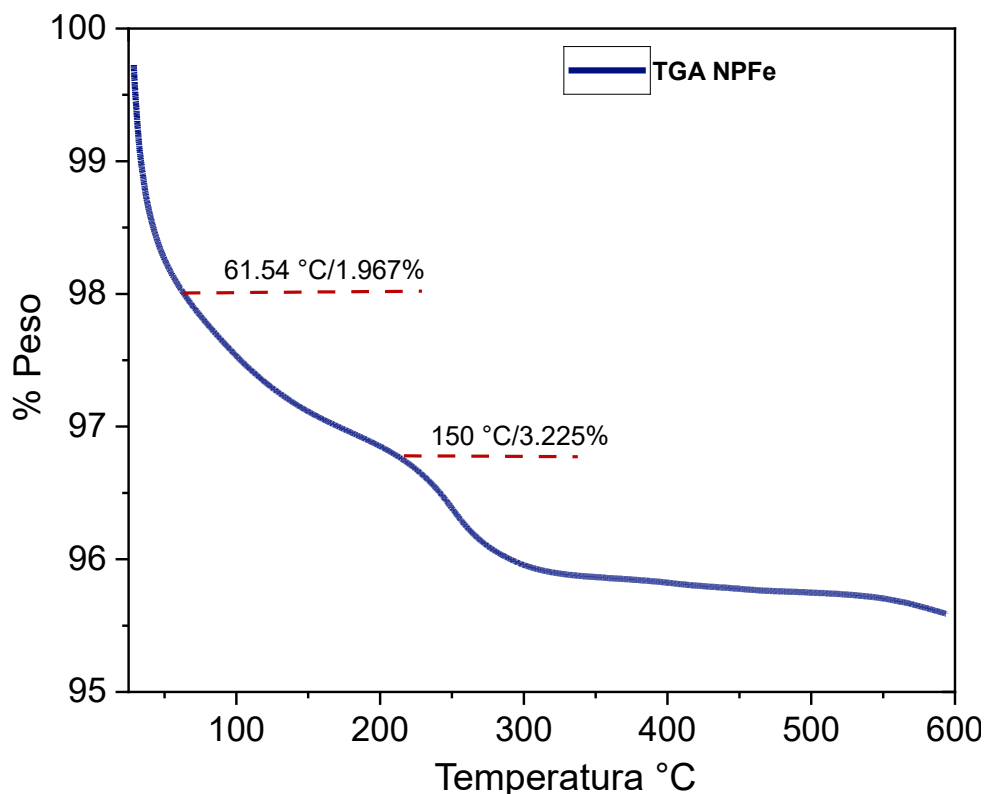


Figura 3.5.2. d) Termograma NPFé TGA

En la figura 3.5.2 e) se observa el termograma correspondiente al compuesto NPFé/alginato/quitosano, en el que en primera instancia se observa una pérdida de humedad a 78.56°C con un 4% de pérdida de peso. Esta fase corresponde a la pérdida de agua adsorbida en la superficie de la matriz alginato de sodio/Quitosano. Estudios han demostrado que la pérdida de humedad en matrices poliméricas puede ocurrir entre 50-150°C (Lee et al., 2012). La descomposición inicial en 231°C con un 12.488% de pérdida de peso, se atribuye a la descomposición de grupos funcionales lábiles en la matriz. La descomposición inicial de matrices poliméricas puede ocurrir entre 200-300°C (Sen et al., 2015). Por último, se tiene la descomposición principal en 356.9°C con un 45.723% de pérdida de peso, esta fase

corresponde a la descomposición del esqueleto de la matriz. La presencia de nanopartículas de Fe puede influir en la estabilidad térmica de la matriz polimérica. (Kumar et al., 2017). En conclusión, se puede observar como al agregar las NP a la matriz de alginato/quitosano, es más estable térmicamente, comparando con los polímeros por separado.

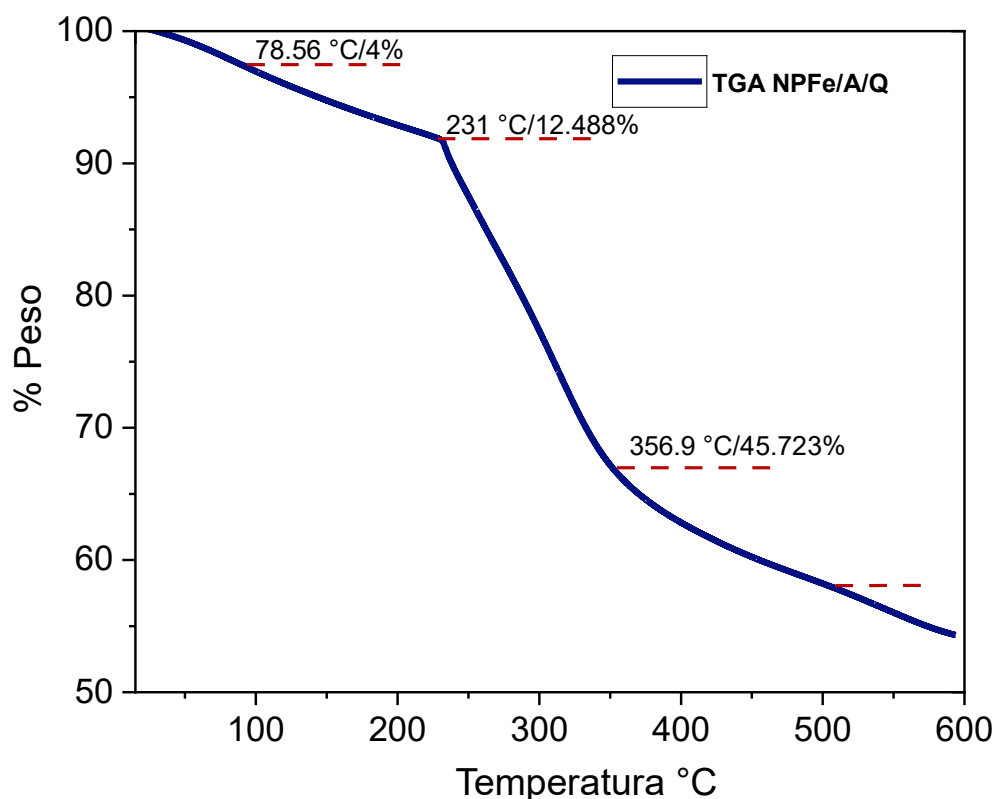


Figura 3.5.2. e) Termograma NPFes/A/Q TGA

Los resultados de TGA muestran que cada material tiene un comportamiento térmico único. Los polímeros Quitosano y Alginato presentan una descomposición más pronunciada, mientras que las NPFes presentan una estabilidad térmica más alta. La combinación de NPFes con Alginato y Quitosano mejora la estabilidad térmica de estos dos materiales.

3.5.3 Calorimetría diferencial de barrido de los homopolímeros quitosano, alginato, y copolímeros alginato/quitosano y el compuesto NPFes/A/Q

En la Figura 3.5.3 a) se muestra el termograma del quitosano, donde abajo 67 °C las cadenas del polímero están rígidas y con poca movilidad. Al superar esta

temperatura, estas cadenas ganan movilidad y el material se vuelve más flexible. El pico endotérmico a 126.5°C, significa que el sistema está absorbiendo calor, en el quitosano, este pico puede indicar pérdida de humedad ya que el quitosano puede retener agua, y podría corresponder a la evaporación de esta agua o reordenamientos moleculares, por último, un pico exotérmico a 310°C indica la degradación térmica del quitosano (Guinesi & Cavalheiro, 2006). A medida que se aumenta la temperatura, los enlaces químicos del polímero se rompen, liberando energía en forma de calor y generando productos de degradación más pequeños.

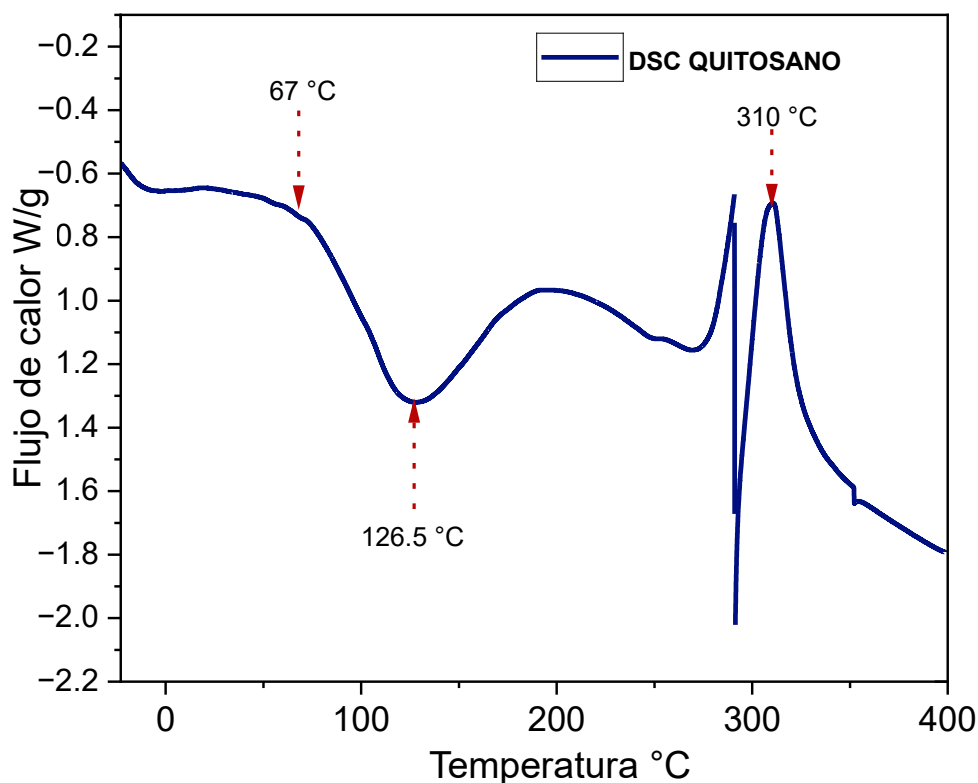


Figura 3.5.3. a) Termograma quitosano DSC

Se presenta el termograma correspondiente al homopolímero alginato en la Figura 3.5.3 b) donde se observa a una temperatura de 122°C un pico endotérmico asociado al punto de fusión de la fase cristalina del homopolímero de alginato, y uno a 244.61°C como consecuencia de las reacciones de combustión lo que indica que se lleva a cabo un proceso de degradación del material el cual es un comportamiento también observado en la matriz (Kim, 2013)

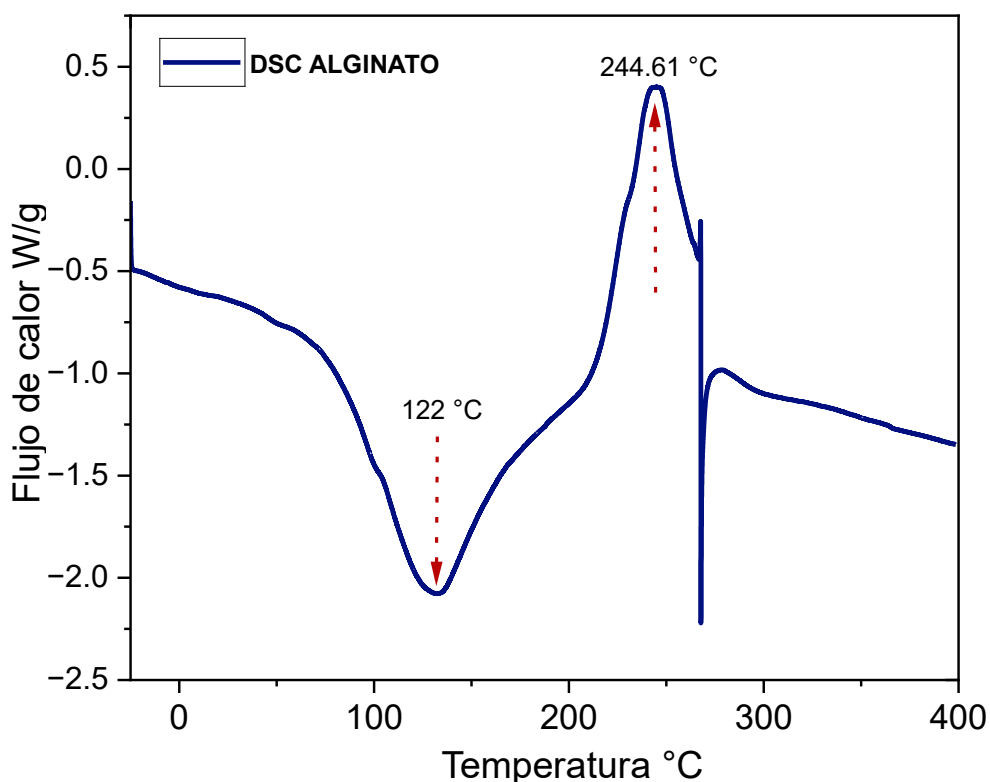


Figura 3.5.3. b) Termograma Alginato DSC

El termograma DSC (Figura 3.5.3 c)) del copolímero A/Q presenta dos eventos térmicos claramente definidos, ubicados en 133 °C y 203 °C. Todos ellos corresponden a picos endotérmicos, lo cual indica que en cada uno de estos eventos el material absorbe calor, propio de transiciones físicas o procesos de degradación. El primer pico endotérmico a 133 °C se atribuye a la pérdida de agua adsorbida o agua estructuralmente ligada dentro de la red polimérica. Este comportamiento es típico en biopolímeros hidrofílicos como el quitosano y el alginato, que contienen múltiples grupos funcionales (hidroxilo, amino y carboxilo) capaces de formar enlaces de hidrógeno con moléculas de agua (George & Abraham, 2006; Berger et al., 2004). La liberación de esta agua requiere energía térmica, lo que justifica el carácter endotérmico de la señal.

El segundo pico endotérmico, observado alrededor de 203 °C, puede relacionarse con el inicio de la descomposición térmica de grupos funcionales menos estables, como los residuos acetilados del quitosano o los grupos carboxilo del alginato. Esta transición suele estar influenciada por la interacción electrostática

entre los grupos -NH_3^+ del quitosano y -COO^- del alginato, generando una red polimérica más compacta y térmicamente estable (Rhim et al., 2009; Elbaz et al., 2016). Estas interacciones pueden elevar la T_g (transición vítrea) respecto a los polímeros individuales, y la absorción de calor en este punto responde a una reorganización estructural del material.

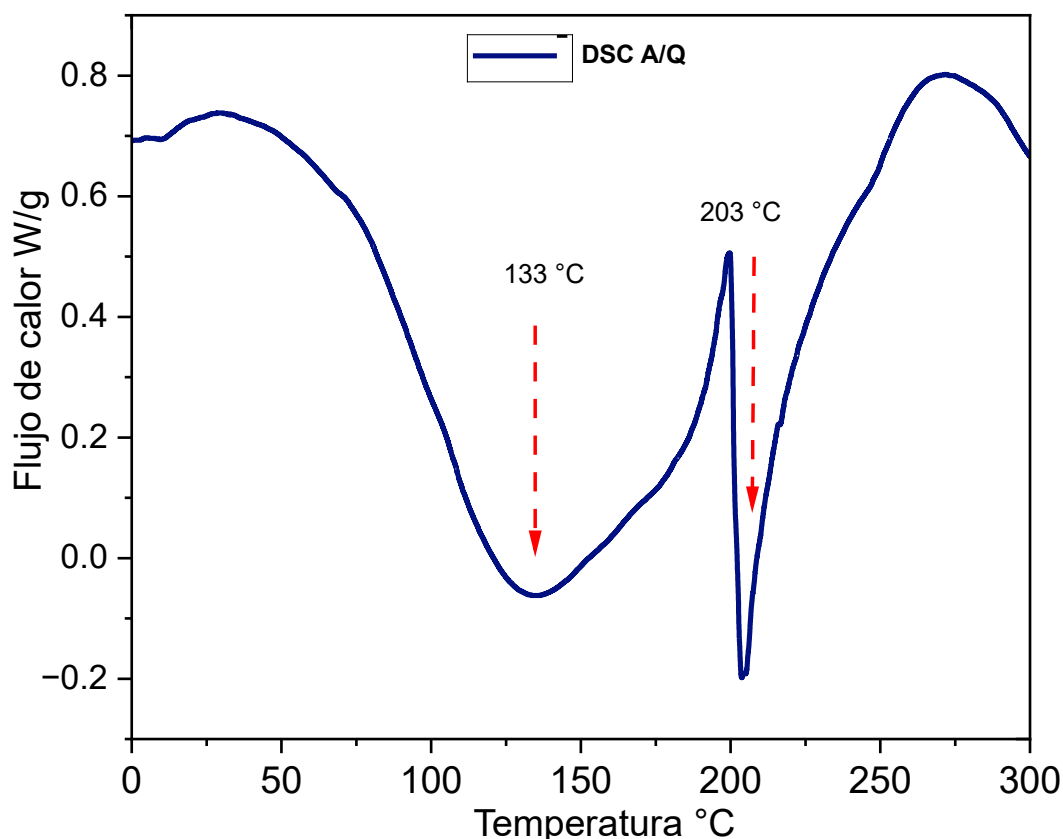


Figura 3.5.3. c) Termograma A/Q DSC

En la siguiente Figura 3.5.3 c) se observa el termograma correspondiente a las NP, donde se observa un pico 56.6°C siendo causado por la desorción de agua adsorbida en la superficie de las nanopartículas. Un pico más a 127.63°C que se debe a la descomposición de grupos hidroxilo (-OH) superficiales, las nanopartículas de Fe tienen grupos hidroxilo superficiales que se descomponen a temperaturas moderadas (Holland, H. 2014). Como se observó en el análisis TGA, las NPFe tienen una estabilidad térmica elevada, por lo que solo se puede observar la pérdida de agua y algunas impurezas presentes en su superficie.

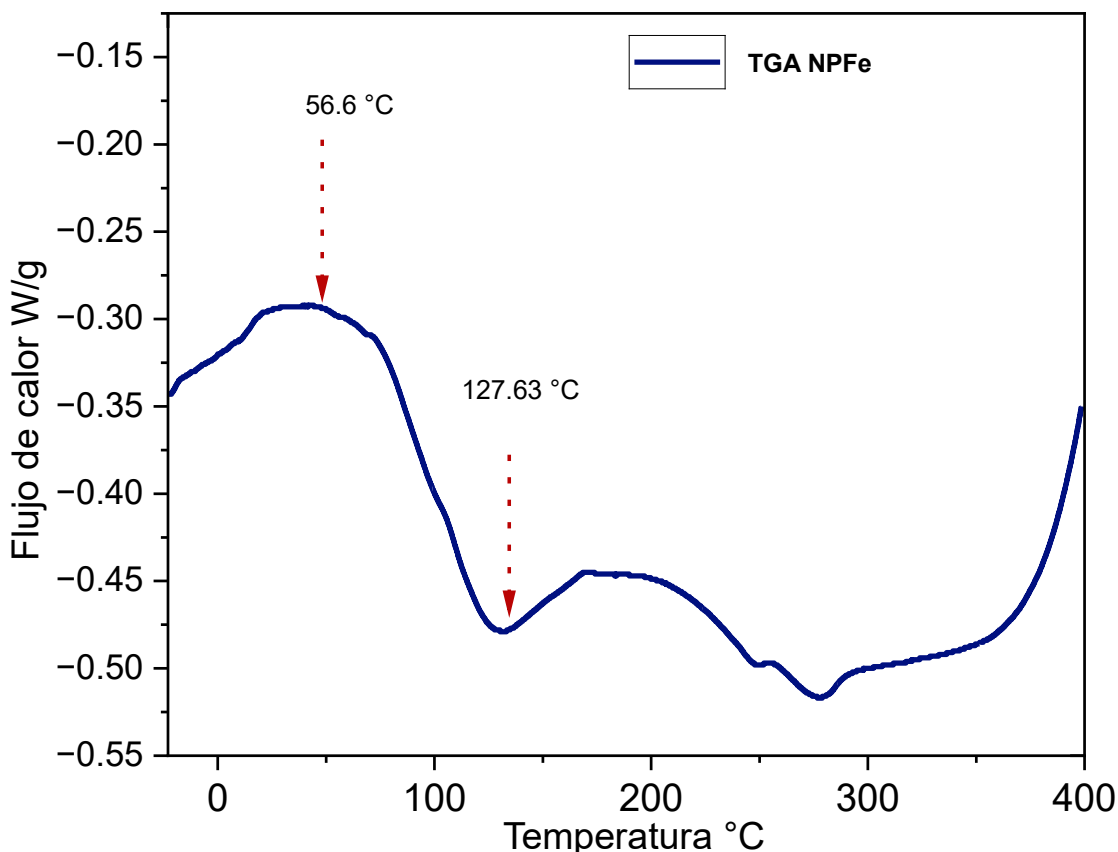


Figura 3.5.3 d) Termograma NPFe DSC

A continuación, se presenta el termograma DSC en la Figura 3.5.3 d) correspondiente al compuesto NPFe/A/Q, donde se puede observar un pico endotérmico a 76.78° que hace referencia a la desorción de agua adsorbida en la superficie de las nanopartículas de magnetita o en la matriz de alginato/quitosano. La desorción de agua es un proceso endotérmico que requiere energía para romper las interacciones entre las moléculas de agua y la superficie. Se observa otro pico endotérmico a 206.91°C que puede referirse a la descomposición térmica del alginato, liberando agua y gases, este es un proceso endotérmico que requiere energía para romper los enlaces químicos y, un último pico exotérmico a 264.77°C que indica la oxidación de la matriz de alginato/quitosano liberando calor (Wang et al 2013).

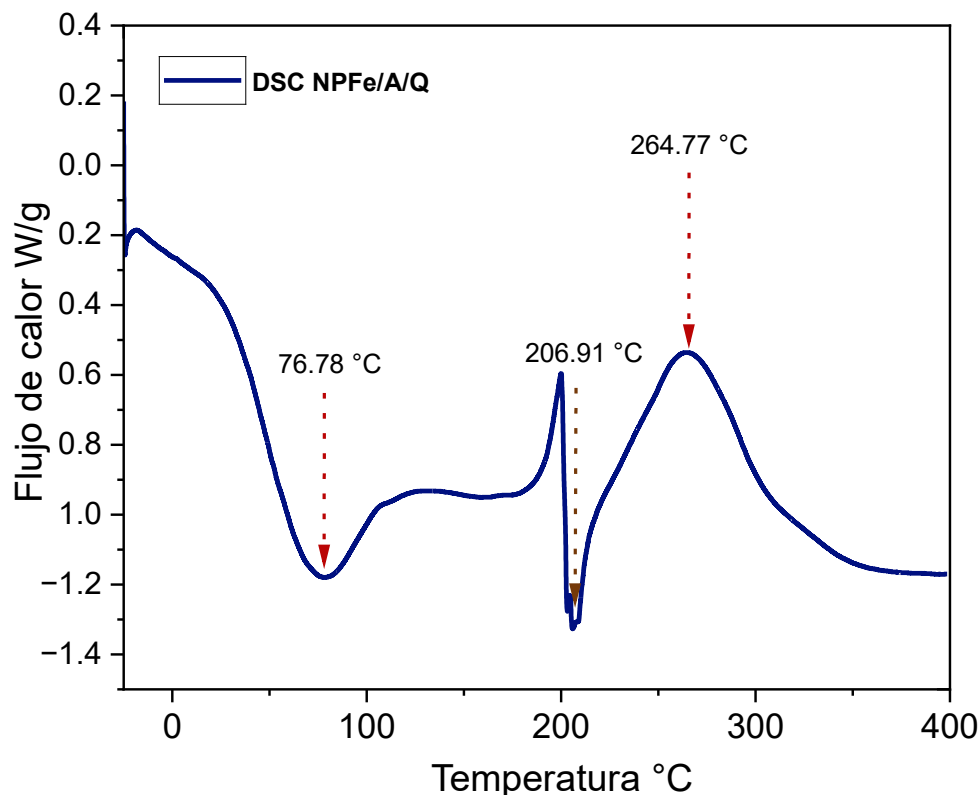


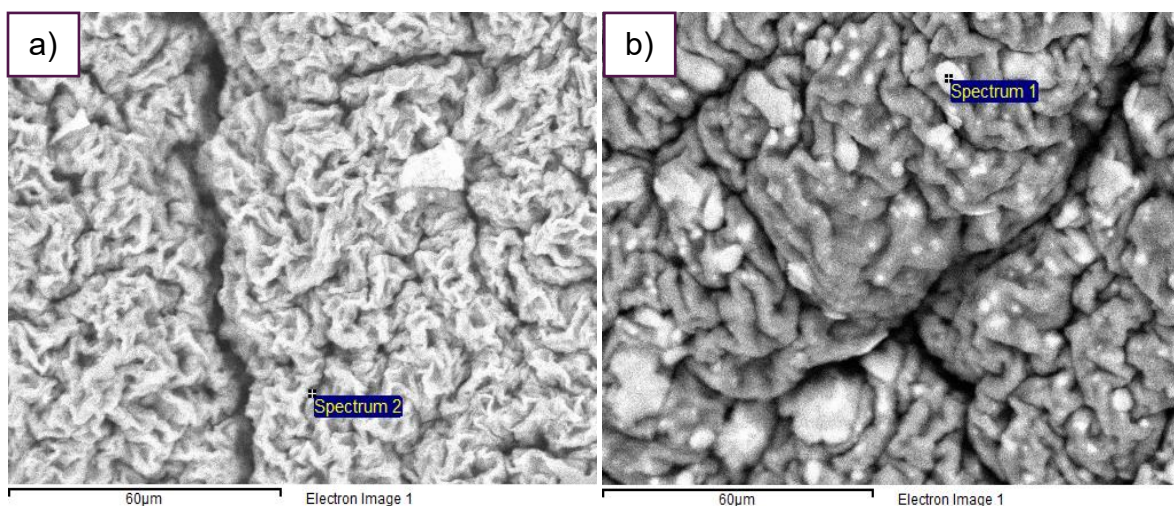
Figura 3.5.3 e) Termograma NP/A/Q DSC

3.5.4 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Las imágenes SEM revelan en ambas perlas (a y b) una estructura compleja, caracterizada por pliegues y microfisuras. Estas morfologías son resultado del colapso heterogéneo de la red de alginato-quitósano durante el secado, un fenómeno reportado por Boulogne et al. (2014), quienes atribuyeron la formación de fisuras a tensiones mecánicas internas. En la Figura (b), que incluye NPFe, se observan además abultamientos característicos de cúmulos magnéticos. Esto concuerda con los hallazgos de Finotelli et al. (2010), quienes señalaron la formación de estructuras poligonales irregulares en sistemas con Fe_3O_4 , y con Kazmierczak et al. (2013), quienes describen agregación de nanopartículas por interacciones dipolo-dipolo.

Estas perlas están diseñadas para su uso como catalizadores en procesos foto-Fenton para la degradación del colorante rojo 40. Según Jiménez et al. (2025), la magnetita favorece la generación de radicales hidroxilos ($\bullet\text{OH}$) al reaccionar con

H₂O₂ bajo irradiación UV. La encapsulación en la matriz polimérica permite múltiples ciclos de uso, como lo demostraron Rezgui et al. (2022), quienes reportaron estabilidad catalítica tras varios ciclos. Además, la superficie rugosa mejora la eficiencia de contacto entre el catalizador y el colorante, aumentando la eficacia del proceso.



3.5.5 Área específica método (BET)

La determinación del área superficial específica (BET), el diámetro de poro (Dp) y el volumen de poro (Vp) es esencial para caracterizar la superficie interna de materiales utilizados en aplicaciones de adsorción, catálisis o liberación controlada. En este estudio, se analizaron dichos parámetros en cuatro materiales: quitosano, alginato, nanopartículas de hierro magnéticas (NPFe) y el compuesto NPFe/alginato/quitosano (NP/A/Q). El quitosano presentó un área superficial específica de 2.2571 m²/g, con un diámetro de poro promedio de 8.5265 nm y un volumen de poro de 0.0048113 cm³/g. Estos valores son consistentes con lo reportado por Vázquez et al. (2020), quienes describen que el quitosano, debido a su estructura semicristalina y su limitada interconectividad porosa, muestra áreas específicas bajas, normalmente menores a 10 m²/g. Además, el tamaño de poro observado sugiere la presencia de una red mesoporosa, lo cual ha sido asociado con formas secas de quitosano como polvos o esponjas (Miretzky & Cirelli, 2011). La baja porosidad también limita su capacidad adsorbente directa en estado nativo,

aunque puede mejorar cuando se combina con otros materiales. En el caso del alginato, se observó un área superficial aún más baja ($0.50211 \text{ m}^2/\text{g}$), un D_p de 9.7054 nm y un volumen de poro de $0.0012183 \text{ cm}^3/\text{g}$. Este comportamiento se relaciona con la estructura densa que forma al secarse, especialmente cuando se presenta como película o esferoide gelificado. Rhim (2009) señaló que el alginato seco forma una matriz compacta con baja accesibilidad a gases adsorbentes, presentando áreas superficiales muy reducidas. Esto compromete su eficiencia como adsorbente en aplicaciones directas, aunque su capacidad de gelificación sigue siendo útil como soporte o encapsulante. En contraste, las nanopartículas de hierro magnéticas (NPFe) mostraron una alta área superficial de $86.443 \text{ m}^2/\text{g}$, con un diámetro de poro de 11.934 nm y un volumen de poro significativo de $0.2579 \text{ cm}^3/\text{g}$. Estos valores son característicos de nanopartículas obtenidas por métodos como coprecipitación, donde se generan partículas de tamaño pequeño y gran accesibilidad superficial (Lunge et al., 2014). Xu et al. (2012) también reportaron que las NPFe poseen una estructura mesoporosa abierta con alta capacidad de adsorción, lo que las convierte en excelentes candidatas para aplicaciones en tratamiento de aguas, liberación controlada o catálisis heterogénea.

Finalmente, el composito NPFe/A/Q presentó una caída drástica en el área superficial ($0.33242 \text{ m}^2/\text{g}$) y volumen de poro ($0.00065166 \text{ cm}^3/\text{g}$), con un D_p promedio de 7.8415 nm . Esta reducción significativa se explica por el efecto de encapsulamiento de las nanopartículas por la matriz polimérica de quitosano y alginato. Xu et al. (2012) destacaron que al recubrir nanopartículas con polímeros naturales se observa una disminución de la porosidad efectiva, debido al bloqueo de sitios activos o a la compactación estructural. Además, según Kaur et al. (2021), esta pérdida de superficie es típica en compositos híbridos donde la fase polimérica predomina, sacrificando la exposición superficial de las nanopartículas a cambio de mejoras en estabilidad, dispersabilidad o biocompatibilidad. Por lo tanto, el comportamiento observado refleja una transición esperada: desde biopolímeros de baja porosidad, pasando por nanopartículas altamente porosas, hasta un composito híbrido con propiedades intermedias, dominado por la matriz polimérica que reduce el área superficial útil.

Tabla 3.5.5 Área superficial (BET)

Material	A _{BET} (m ² /g)	Dp (nm)	Vp (cm ³ /g)
Quitosano	2.2571	8.5265	0.0048113
Alginato	0.50211	9.7054	0.0012183
NP	86.443	11.934	0.2579
NP/A/Q	0.33242	7.8415	0.00065166

3.5.6 Espectroscopia de absorción atómica

Con el propósito de verificar la posible lixiviación de hierro desde el compuesto, se realizó un análisis cuantitativo del contenido de hierro (Fe) disuelto en siete muestras líquidas tratadas mediante el proceso foto-Fenton. Estas muestras correspondieron a combinaciones experimentales, en las cuales se evaluaron los valores máximos y mínimos de los factores pH, H₂O₂, y del compuesto NPFe/A/Q, de acuerdo con el diseño factorial propuesto en este estudio. El análisis fue realizado mediante espectroscopia de absorción atómica (EAA) en un equipo marca Thermo Scientific, bajo condiciones ambientales controladas de 20.6 °C y 20 % de humedad relativa. El límite de cuantificación (LQ) del método empleado fue de 0.25 mg/L, y todas las muestras analizadas (B-1 a B-7) reportaron resultados no cuantificables (NQ), es decir, concentraciones de hierro disuelto por debajo del LQ del método.

Estos resultados indican que no se detectó liberación significativa de hierro al medio líquido en ninguna de las condiciones experimentales evaluadas. Esto evidencia una alta estabilidad estructural del compuesto NPFe/A/Q, lo que se atribuye al eficaz entrecruzamiento iónico de la matriz de alginato con iones Ca²⁺ y la capacidad de encapsulamiento del quitosano, que actúa como barrera de difusión para la liberación de nanopartículas metálicas (Ghosh et al., 2019).

Desde el punto de vista normativo, la Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-2021, que establece los límites permisibles de calidad del agua para consumo humano, especifica un valor máximo permitido para el hierro total de 0.3 mg/L (Secretaría de Salud, 2021). Al encontrarse todas las muestras por debajo del límite de cuantificación (0.25 mg/L), puede inferirse que el contenido de hierro en las

soluciones tratadas es aceptable y no representa un riesgo para su eventual disposición o reutilización, en el marco de esta normativa.

Estos hallazgos coinciden con lo reportado por Zhang et al. (2020), quienes observaron niveles de lixiviación por debajo de 0.2 mg/L al utilizar nanopartículas de magnetita encapsuladas en polímeros naturales para reacciones Fenton heterogéneas, lo que confirma que la inmovilización de catalizadores en matrices biopoliméricas es una estrategia efectiva para prevenir la contaminación secundaria del medio acuoso.

Tabla 3.5.6 Espectroscopia de absorción atómica

Identificación de la muestra	Parámetro	Resultado	Unidades	Fecha de análisis	Condiciones ambientales	
					°C	% Humedad
B-1	Hierro (Fe)	NQ	mg/L	2025/02/06	20,6	20
B-2		NQ				
B-3		NQ				
B-4		NQ				
B-5		NQ				
B-6		NQ				
B-7		NQ				

3.5.7 Punto de carga Zero

La figura muestra la variación del ΔpH (diferencia entre el pH final y el pH inicial) en función del pH inicial de la disolución. En la curva presentada, el valor de ΔpH cruza el eje horizontal ($\Delta\text{pH} = 0$) en un punto cercano a $\text{pH} \approx 6$, lo que indica que el valor de pH para el punto de carga cero (pH_{pcz}) del nanocomposito NPFe/A/Q es aproximadamente 6. Esto implica que a $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pcz}}$, la superficie del material está cargada positivamente favoreciendo la adsorción de especies aniónicas. A $\text{pH} > \text{pH}_{\text{pcz}}$, la superficie se carga negativamente favoreciendo la interacción con especies catiónicas. El valor de pH_{pcz} determinado para el nanocomposito NPFe/A/Q es aproximadamente 6, lo que lo posiciona como un material adecuado para tratamientos en medios ligeramente ácidos. Esta propiedad debe considerarse al definir las condiciones óptimas de operación del sistema, ya que influye en la

reactividad superficial del catalizador y su interacción con las especies involucradas en el proceso foto-Fenton.

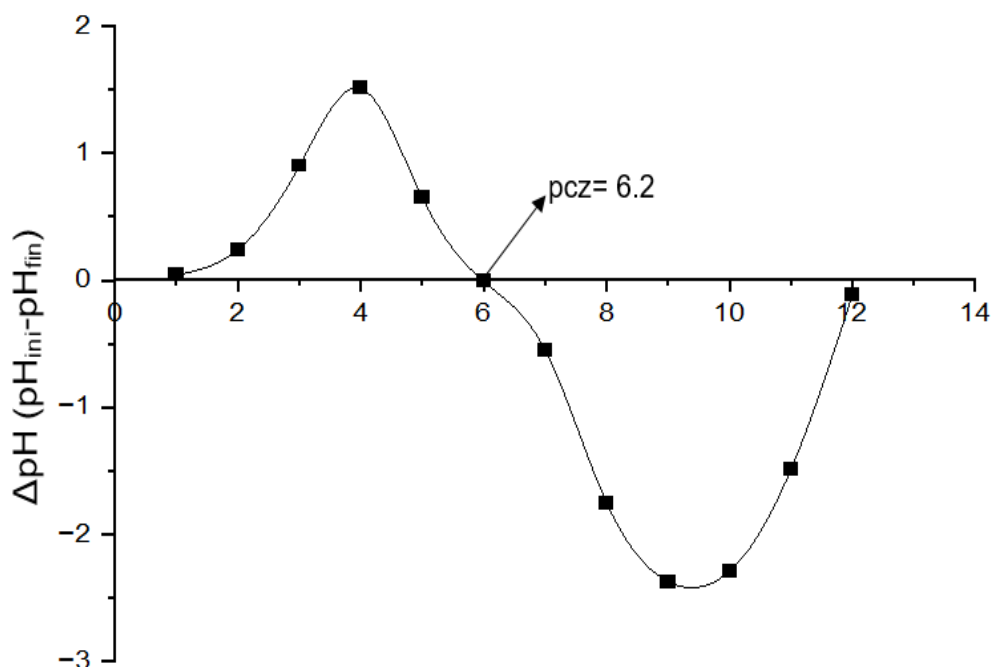


Figura 3.5.7. Punto de carga Zero

3.6 Condiciones del tratamiento foto-Fenton heterogéneo

Las condiciones que afectan el tratamiento foto-Fenton heterogéneo son de gran interés ya que la eficiencia en la degradación del R-40 es fuertemente influenciada por las características químicas de las soluciones, por ejemplo: la luz UV, el pH, cantidad de catalizador NP/A/Q, cantidad de H_2O_2 y la cantidad de ciclos a la que se someten los catalizadores. Los puntos representados en las gráficas incluyen barras verticales que muestran la desviación estándar de cada medida, derivadas de experimentos repetidos. Estas barras permitieron evaluar la variabilidad de los resultados. En este caso, las desviaciones estándar son pequeñas, lo que indica que los datos son consistentes entre sí y que el experimento presenta buena reproducibilidad. La tendencia general confirma que el proceso Fenton es efectivo en condiciones oscuras, lo cual puede ser beneficioso para aplicaciones en tratamientos de aguas contaminadas cuando no se dispone de fuentes de radiación.

3.6.1 Efecto sin luz UV

La luz UV aporta energía adicional para excitar los complejos de hierro y descomponer el peróxido de hidrógeno de manera más eficiente, generando una mayor cantidad de radicales hidroxilos. La luz UV incide sobre la solución que contiene el catalizador de hierro ($\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$) y el peróxido de hidrógeno (H_2O_2). La luz UV excita los electrones del hierro, lo que permite la formación de radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$) a partir del peróxido de hidrógeno (Silva et al., 2018).



En la figura 3.6.1 se puede observar el proceso de degradación del R-40 sin la participación de la luz ultravioleta, se observa que durante los primeros 30 minutos ocurre la mayor reducción en la concentración, lo que sugiere que en esta etapa se produce la mayor cantidad de especies oxidantes reactivas, responsables de romper la estructura del colorante. Posteriormente, la disminución se vuelve más lenta, posiblemente por una reducción en la disponibilidad de radicales activos o una saturación del sistema con los productos intermedios de la reacción, dando un porcentaje de degradación de 100 % a lo largo de 80 minutos.

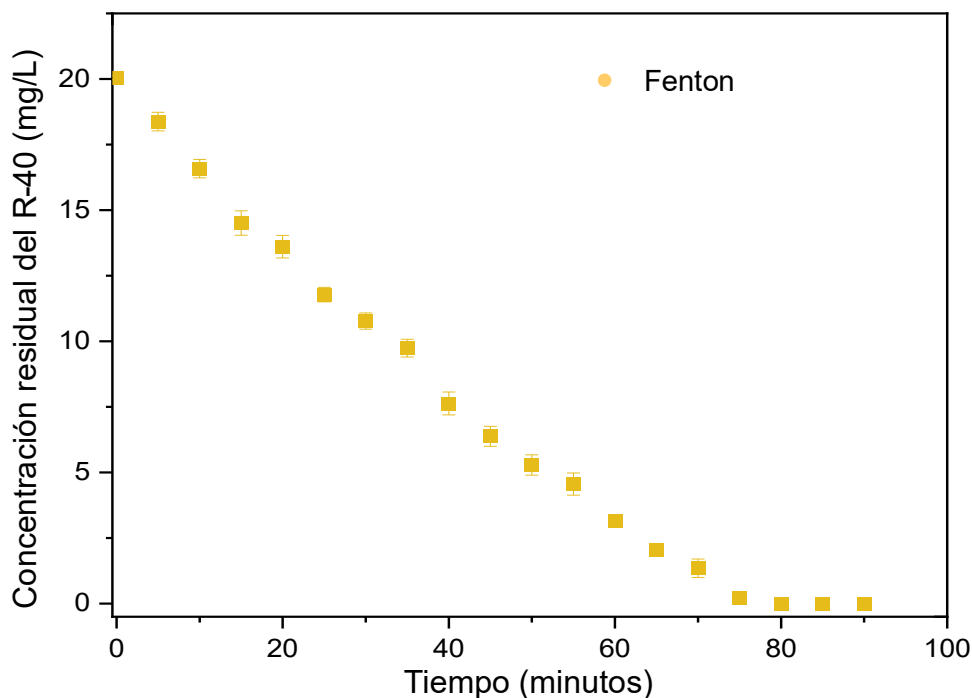


Figura 3.6.1. Efecto sin luz UV

3.6.2 Efecto del pH

El pH ha sido identificado como uno de los parámetros más importantes que puede influir en el tratamiento foto-Fenton heterogéneo, se realizaron pruebas de degradación de R-40 variando el pH de la solución, esta se ajustó con una solución de HCl 0.1 M. La Figura 3.5, muestra la influencia del valor de pH en el tratamiento, se observa que el pH óptimo fue de 3, ya que se presenta la mayor degradación del colorante, donde se obtiene una degradación del 100% a los 30 minutos, siendo la condición ácida lo que favoreció la degradación. A pH 4 se obtuvo una degradación de 98.53, para pH 5 el % de degradación fue de 92.76% y para pH 6 obtuvo la menor degradación, siendo del 89.66%. Estos resultados confirman el punto pH_{pcz} determinado en la sección 3.5.5 y el cual favorece la adsorción de especies aniónicas en condiciones ácidas. Es importante mencionar que se tiene un amplio rango de pH para experimentar, donde se obtienen resultados de degradación significativos. Esto se debe al tipo de catalizador que se está utilizando. La matriz de alginato/Quitosano proporciona una mayor estabilidad al catalizador, evitando la corrosión y la precipitación de las nanopartículas de Fe, mayor superficie activa: La nanometría de las partículas de Fe aumenta la superficie activa disponible para la reacción, lo que mejora la eficiencia del proceso.

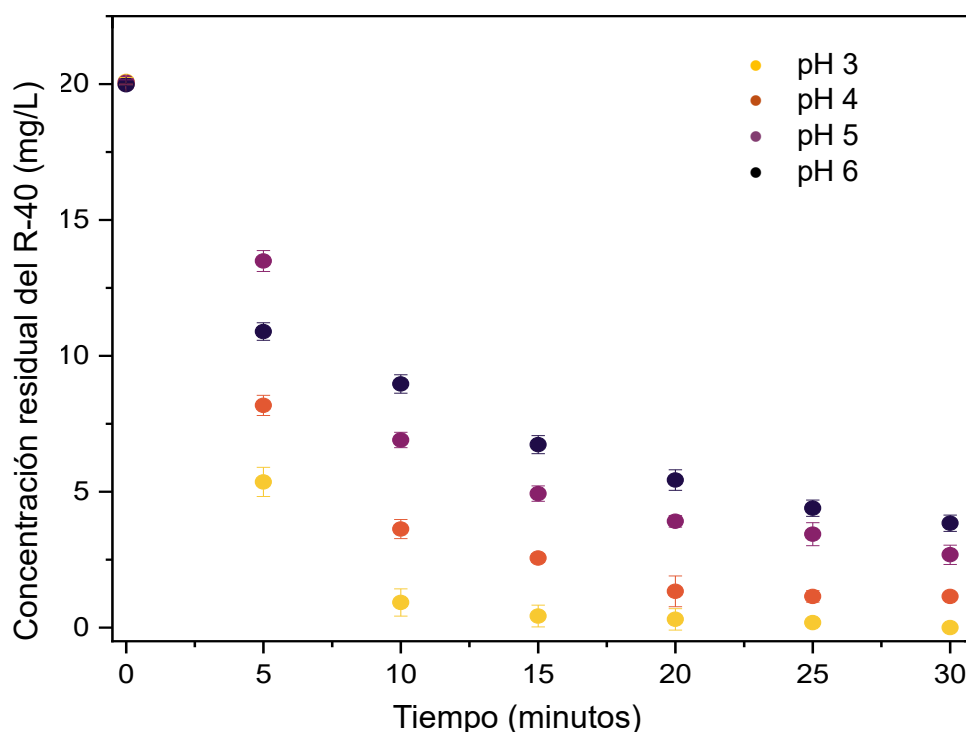


Figura 3.6.2. Efecto del pH

3.6.3 Efecto en la cantidad de H_2O_2

La cantidad de H_2O_2 en el proceso foto-Fenton puede tener un impacto significativo en la eficiencia y selectividad del proceso. Los efectos de una cantidad insuficiente de H_2O_2 pueden causar baja en la degradación de contaminantes, formación incompleta de radicales hidroxilos necesarios para la degradación y menor velocidad de reacción, puede ser más lenta debido a la falta de H_2O_2 . Una cantidad excesiva de H_2O_2 puede provocar la formación de subproductos indeseados y consumo excesivo de catalizador, una cantidad excesiva de H_2O_2 puede consumir el catalizador de hierro (Silva et al., 2018). La siguiente figura muestra los resultados obtenidos de cuatro experimentaciones donde se trabajó a diferentes volúmenes de H_2O_2 (15 mmol, 10 mmol, 5 mmol y 2.5 mmol) donde se puede observar que 10 mmol de H_2O_2 logra obtener una degradación más rápida del colorante, siendo a los 10 minutos donde se logra una degradación del 95.12% y finalizando a lo largo de 30 minutos con una degradación del 100%, se puede observar como a medida que se aumenta la cantidad de H_2O_2 la eficiencia de degradación es más lenta pero de igual forma una cantidad menor de H_2O_2 , no logra una buena degradación, 2.5 mmol obtuvo 80.62% de degradación.

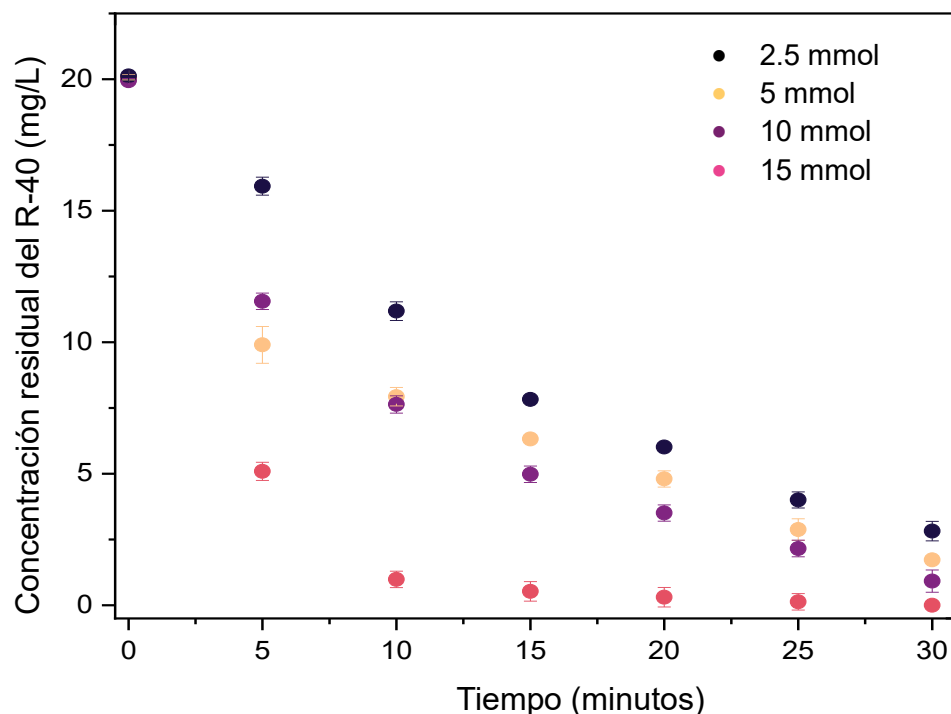


Figura 3.6.3. Efecto en la cantidad de H_2O_2

3.6.4 Efecto en la cantidad de NPFe/A/Q

La cantidad de NPFe/A/Q como catalizador en la degradación del R-40 se muestra en la Figura 3.6.4. La eficiencia del tratamiento mejoró conforme la cantidad de catalizador aumentaba, ya que al utilizar 1000 mg de NP/A/Q se obtuvo la degradación completa del colorante en 30 minutos de tratamiento. A mayor cantidad de catalizador, mayor será la cantidad de sitios activos disponibles para la reacción Fenton, lo que resulta en una mayor generación de radical hidroxilo y un aumento en la velocidad de reacción. Hasta cierto punto, un aumento en la cantidad de catalizador mejora la eficiencia de degradación de los contaminantes. Sin embargo, existe un punto óptimo a partir del cual un mayor aumento en la cantidad de catalizador no produce un aumento proporcional en la eficiencia. Un exceso de catalizador aumenta los costos de tratamiento, puede promover reacciones secundarias no deseadas, como la precipitación de hidróxidos de hierro, que pueden disminuir la eficiencia del proceso, puede atenuar la luz UV, reduciendo la eficiencia del proceso foto-fenton y puede formar complejos con los contaminantes orgánicos, lo que puede inhibir la reacción de Fenton (Fang et al., 2017; Yaman y Gündüz, 2015).

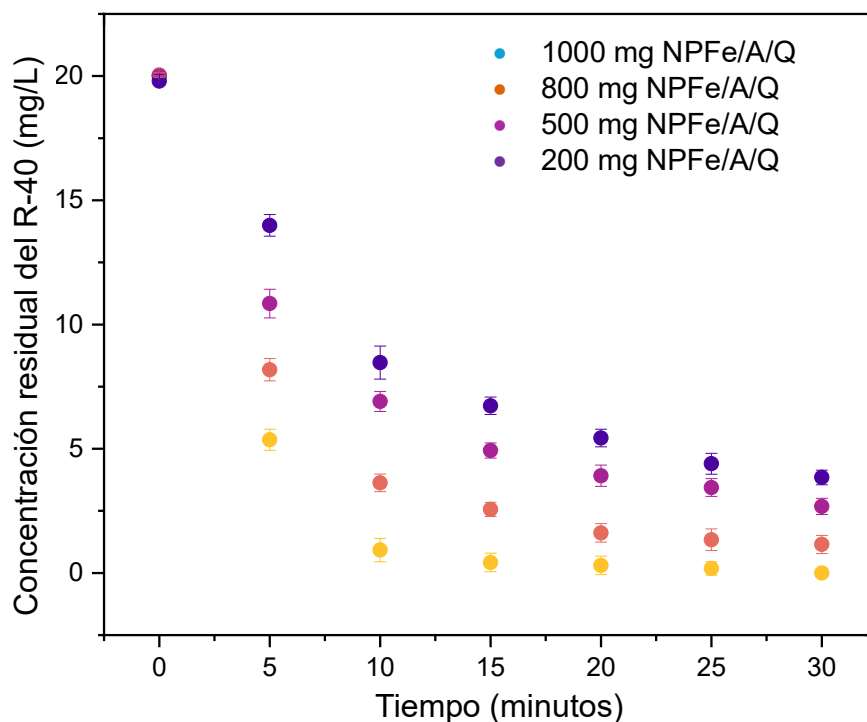


Figura 3.6.4. Efecto en la cantidad de

3.6.5 Efecto de varios ciclos en la degradación del R-40

En la figura 3.6.5 se puede observar la disminución de degradación para R-40 a lo largo de 10 ciclos. La disminución de la eficiencia de degradación de catalizadores de nanopartículas de Fe soportados en matrices de alginato/quitosano a lo largo de múltiples ciclos de reacción en procesos foto-Fenton es un fenómeno común y complejo. Esta reducción en la actividad catalítica puede atribuirse a varios factores interrelacionados:

Disolución del catalizador, pérdida de sitios activos: La lixiviación del hierro reduce la cantidad de sitios activos disponibles para la reacción de Fenton, oxidación, los radicales hidroxilos generados en el proceso foto-Fenton pueden oxidar la matriz polimérica afectando su estructura y propiedades y las condiciones de reacción, el pH, la temperatura, la intensidad de la radiación UV y la concentración de peróxido de hidrógeno influyen en la estabilidad del catalizador y en la velocidad de reacción (Wu, et al., 2008).

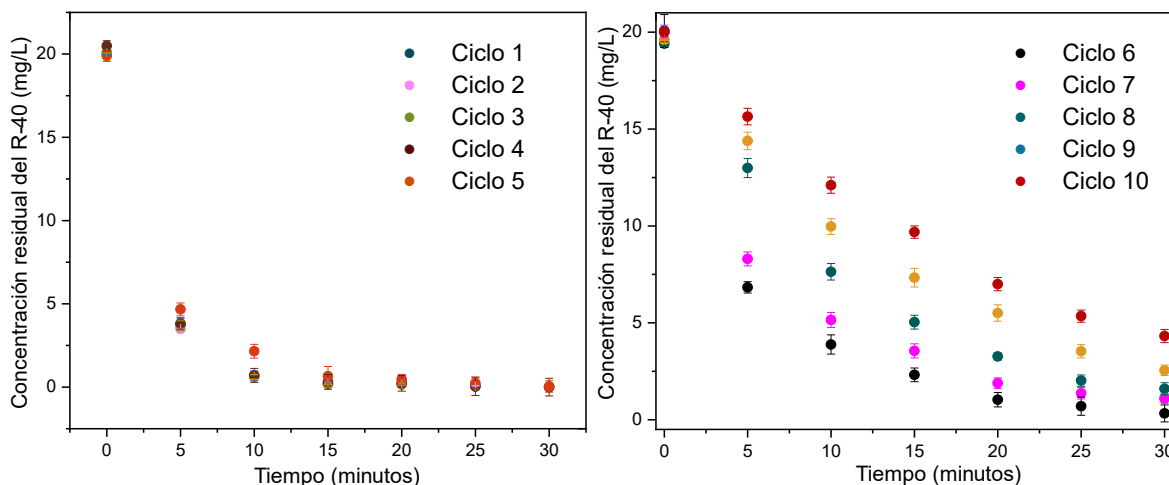


Figura 3.6.5. Efecto de varios ciclos en la degradación del R-40

3.6.6. Cinéticas de degradación orden cero y primer orden

Se realizaron los ajustes lineales de los modelos cinéticos de orden cero y primer orden de forma lineal estos muestran la degradación del R-40 a través del tratamiento foto-Fenton, los modelos se presentan en las siguientes ecuaciones:

Modelo de cero orden:

$$C_t = C_0 - k_0 t \quad (3)$$

Modelo de primer orden:

$$\ln C_0/C_t = k_1 t \quad (4)$$

Donde k_0 y k_1 son las constantes de velocidad de la reacción de las cinéticas, t es el tiempo de reacción, C_0 es la concentración de equilibrio del colorante y la concentración del colorante después del tiempo t es C_t (Sirajudheen y Meenakshi, 2019). los parámetros k_0 , k_1 y el coeficiente de correlación se muestran en la Tabla 3.6.6, donde el primer parámetro en negrita representa la variable analizada y cada color representa un ciclo de experimentación.

Tabla 3.6.6. Constante de velocidad y coeficiente de correlación

Combinaciones					
A	B	C		D	
pH: 3 H ₂ O ₂ : 2.5 mmol NPFe/A/Q:200mg	pH: 4 H ₂ O ₂ : 5 mmol NPFe/A/Q:500mg	pH: 5 H ₂ O ₂ : 10 mmol NPFe/A/Q:800mg		pH: 6 H ₂ O ₂ : 15 mmol NPFe/A/Q:1000mg	
Modelo cinético	Combinaciones	k_0 (L ⁻¹ min ⁻¹)		R^2	
Orden cero	Fenton: pH A H ₂ O ₂ :C NPFe/A/Q: D	0.85		0.992	
Primer orden	Combinaciones	k_1 (min ⁻¹)		R^2	
	pH: A, B, C, D	0.045		0.971	
	H ₂ O ₂ : C, C, C, C	0.070		0.988	
	NPFe/A/Q: D, D, D, D	0.078		0.993	
		0.088		0.998	
	H ₂ O ₂ : A, B, C, D	0.085		0.997	
	pH: A, A, A, A	0.087		0.998	
	NPFe/A/Q: D, D, D, D	0.083		0.996	
		0.076		0.992	
	NPFe/A/Q: A, B, C, D	0.088		0.998	
		0.055		0.979	
	pH: A, A, A, A	0.075		0.991	
	H ₂ O ₂ : C, C, C, C	0.070		0.988	
	pH: A	0.068	0.067	0.986	0.985
	H ₂ O ₂ : C	0.072	0.055	0.990	0.979
	NPFe/A/Q: D	0.070	0.070	0.993	0.988
		0.085	0.078	0.997	0.993
		0.080	0.068	0.995	0.986

Los valores de la constante de velocidad para cada modelo cinético se presentan en las siguientes figuras, estas se determinaron a partir de las pendientes de los datos que se muestran en la Figura 3.6.6., a) modelo de cero orden Fenton, b) modelo de primer orden pH, c) modelo de primer orden H_2O_2 , d) modelo de primer orden NPF_e/A/Q y d) modelo de primer orden ciclos. Estas se graficaron según el modelo al que mejor se ajustaron, las combinaciones lograron porcentajes de degradación arriba del 90 % lo cual habla de la eficiencia del tratamiento, sin embargo, el tiempo de degradación fue un parámetro importante ya que la combinación ACD de orden cero Fenton, degradando en 85 minutos el R-40 y una k de 0.1552 min^{-1} , indicando que la degradación de la molécula de R-40 fue más lenta en comparación con los experimentos con radiación UV, la combinación que mejor dio resultados fue ACD primer orden (con luz UV) el valor de k fue de 0.045 min^{-1} . El ajuste de los datos experimentales hacia el modelo cinético de primer orden donde el tiempo es mayor muestra buen ajuste lineal, mientras que para tiempos menores los datos se ajustan al modelo de cero orden.

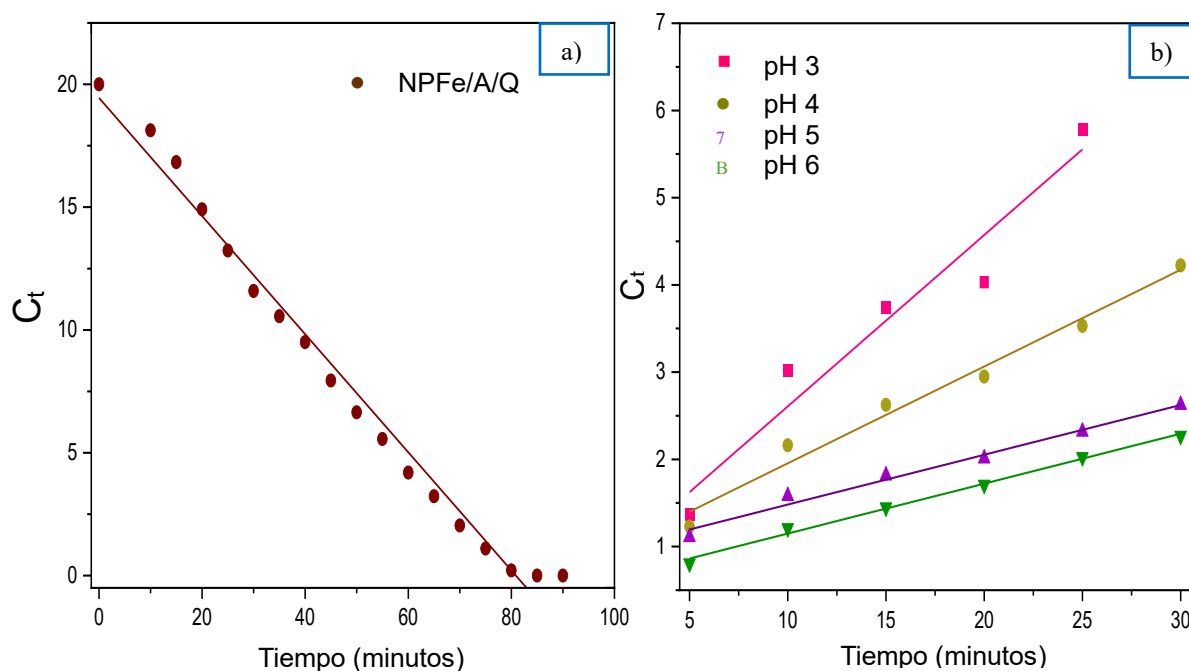


Figura 3.6.6. a) modelo de cero orden Fenton;
b) modelo de primer orden pH

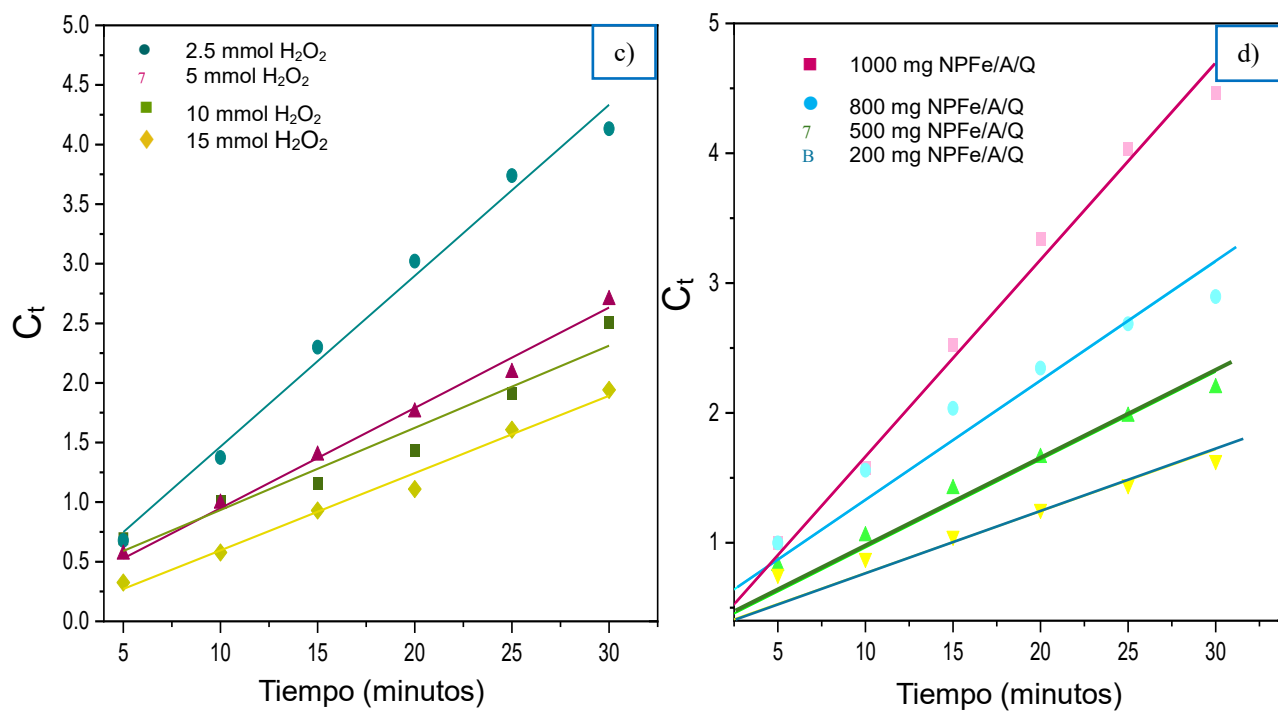


Figura 3.6.6. c) modelo de primer orden H_2O_2 ;
d) modelo de primer orden NPFe/A/Q

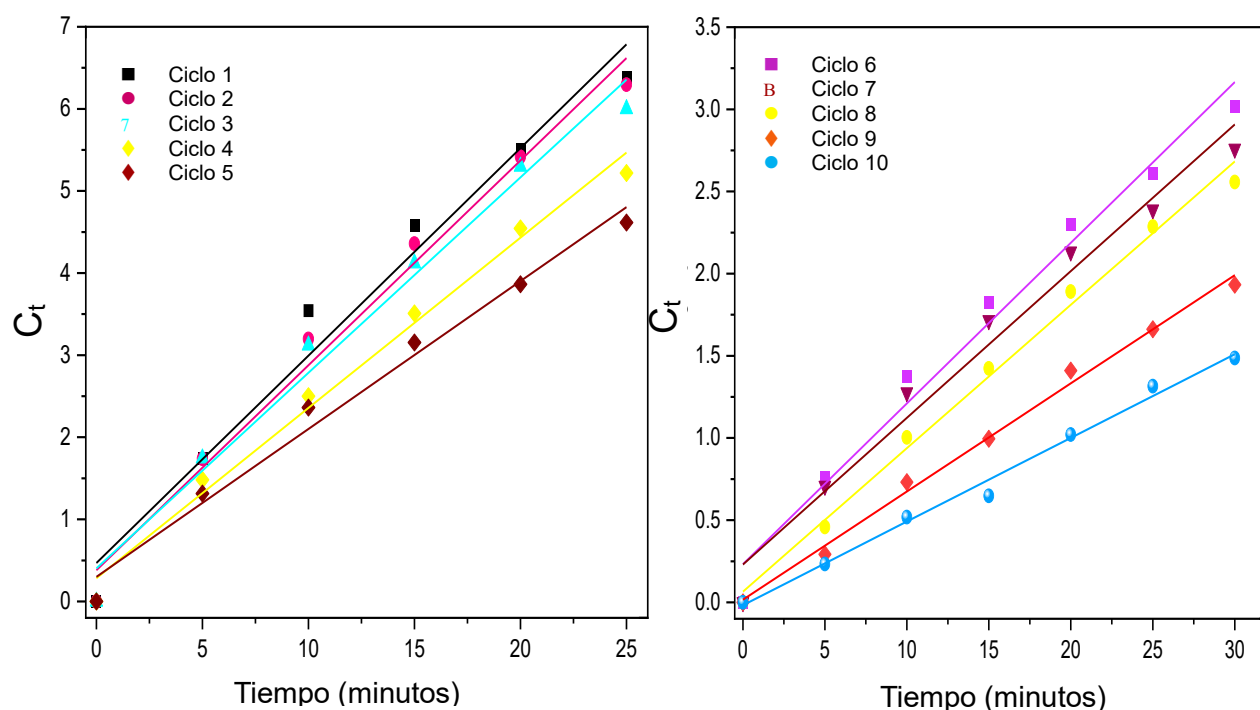


Figura 3.6.6. e) modelo de primer orden Ciclos

El análisis cinético de la degradación del R-40 bajo diferentes combinaciones de concentración de H_2O_2 , pH y carga de catalizador (NPFe/AQ) permitió evaluar la adecuación de los modelos de orden cero y primer orden. Se observó en general, que las condiciones experimentales se ajustaron mejor al modelo de primer orden, con coeficientes de correlación superiores a $R^2=0.990$ en la mayoría de los casos, y constantes de velocidad que alcanzaron valores de hasta 0.088 min^{-1} , lo que indica una alta eficiencia en la degradación del contaminante. Este comportamiento sugiere que, bajo estas condiciones, la velocidad de reacción depende directamente de la concentración del catalizador, lo cual es típico en etapas iniciales de reacción o cuando no hay saturación de catalizador o agente oxidante.

Por otro lado, algunas condiciones específicas mostraron un mejor ajuste al modelo de orden cero, como en el tratamiento prolongado de 90 minutos con altas concentraciones de H_2O_2 y catalizador, donde el valor de R^2 alcanzó 0.992. En estos casos, la velocidad de degradación se mantuvo constante a lo largo del tiempo, independiente de la concentración de colorante, lo cual indica que el sistema pudo haber alcanzado un punto de saturación catalítica o que los sitios activos de reacción eran limitantes. Esta diferencia en el ajuste cinético se relaciona con el equilibrio entre la disponibilidad de radical hidroxilo y la concentración del sustrato, así como con el tiempo de tratamiento. Es importante resaltar que las constantes de velocidad de orden cero resultaron más bajas, lo cual es coherente, ya que estas fueron determinadas con un tiempo de reacción mayor (90 minutos) en comparación con los ensayos de primer orden (30 minutos).

Estos resultados coinciden con lo reportado en la literatura, donde autores como Sajjala et al. (2019) y Zhou et al. (2022) señalan que las reacciones de oxidación avanzada como Fenton o hetero-Fenton tienden a seguir una cinética de primer orden cuando la concentración del contaminante es alta o cuando el sistema aún no se ha saturado, mientras que a mayores tiempos de tratamiento o en condiciones de exceso de catalizador, el comportamiento puede transitar hacia un orden cero. En resumen, el mejor desempeño cinético se observó en las condiciones que combinaron concentraciones moderadas de H_2O_2 (10–15 mmol), pH entre 5 y 6, y altas cargas de catalizador (800–1000 mg), lo cual favoreció tanto la generación

eficiente de radicales como un adecuado contacto con el contaminante. Esto demuestra la importancia de optimizar las condiciones experimentales no es solo para maximizar la remoción del colorante, sino también para comprender el mecanismo cinético dominante bajo cada situación.

3.7 Caracterización post tratamiento foto-Fenton

Antes de iniciar con el tratamiento foto-Fenton, se caracterizó el agua según los resultados presentados en la Tabla 3. Después de realizar el proceso, en la tabla 3.7 se encuentran los resultados obtenidos para SDT, conductividad, color y turbiedad después del experimento con las condiciones ideales, y una figura de la decoloración a lo largo de 30 minutos de la muestra tratada. Una vez aplicado el tratamiento foto-Fenton bajo condiciones óptimas, se observó una reducción drástica en todos los parámetros analizados. Por ejemplo, la conductividad disminuyó hasta 20 $\mu\text{S/cm}$ (pH 4), lo que representa una reducción de hasta 97.4 %, mientras que los SDT se redujeron de 510 a 12 mg/L en pH 3 (97.6 %). Este comportamiento evidencia una alta eficiencia en la remoción de especies iónicas, tanto del colorante como de productos secundarios, y sugiere un proceso avanzado de mineralización (Oturán & Aaron, 2014). La turbiedad también mostró una disminución significativa, pasando de hasta 662 NTU a 0 NTU en los tratamientos con pH 3 y 4, indicando una excelente remoción de materia coloidal y partículas dispersas, resultado característico de procesos foto-Fenton bien optimizados (Chong et al., 2010).

En cuanto al parámetro de color, los resultados post-tratamiento fueron notables, se logró una remoción total (0 Pt/Co) en las condiciones de pH 3 y 4, lo cual evidencia la eficiencia del proceso en la ruptura de los enlaces azo ($-\text{N}=\text{N}-$) del R-40 y posterior destrucción de sus cromóforos. Estos resultados coinciden con lo reportado por Bafana et al. (2011), quienes observaron eliminación completa de colorantes azoicos utilizando procesos Fenton a pH ácido. A pH 6, el color remanente fue de 8 Pt/Co, lo que aún representa una remoción superior al 98.5 % respecto a los valores iniciales. Desde una perspectiva normativa, aunque esta solución no proviene de una descarga industrial real, los parámetros finales obtenidos permiten evaluar el

potencial del tratamiento para aplicaciones reales. En este sentido, se compararon los valores con los límites establecidos por normas mexicanas, como se detalla a continuación:

Según la NOM-127-SSA1-2021, el límite máximo permisible para sólidos disueltos totales en agua potable es de 500 mg/L. En todos los tratamientos post-Fenton, los SDT fueron inferiores a 105 mg/L, cumpliendo ampliamente con el criterio, lo que indica que el proceso reduce las sales disueltas a niveles incluso aceptables para potabilización. Para turbiedad, la misma norma establece un límite de 5 NTU. Los tratamientos a pH 3 y 4 alcanzaron 0 NTU, mientras que pH 5 y 6 presentaron 8 y 10 NTU, respectivamente. Aunque ligeramente por encima del límite de agua potable, estos valores siguen estando dentro del rango permisible para ciertos usos industriales no potables (NOM-001-SEMARNAT-2021), evidenciando un tratamiento exitoso. En cuanto al color, aunque la NMX-AA-038-SCFI-2001 no impone límites máximos, la NOM-127-SSA1-2021 sugiere un valor guía de 15 unidades Pt/Co para agua de consumo humano. En esta investigación, los valores finales fueron de 0 a 8 Pt/Co, cumpliendo con los criterios más estrictos de calidad. La conductividad eléctrica, aunque no está directamente regulada en la NOM-001-SEMARNAT-2021, es referida en la NMX-AA-093-SCFI-2015, la cual establece el método de medición, pero no los límites permisibles. No obstante, valores por debajo de 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$ se consideran indicadores de agua con baja salinidad. En este estudio, se alcanzaron valores mínimos de 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$, lo que sugiere una excelente calidad iónica del efluente tratado, comparable a aguas de alta pureza (Metcalf et al., 2014).

Tabla 3.7 Análisis pH, conductividad, SDT, turbiedad y color post experimentación

Rojo 40 (25°C)	Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Sólidos disueltos totales (SDT) (mg/L)	Turbiedad (NTU)	Color (Pt/Co)
pH 6	78	105	10	8
pH 5	54	82	8	4
pH 4	20	84	0	0
pH 3	58	12	0	0

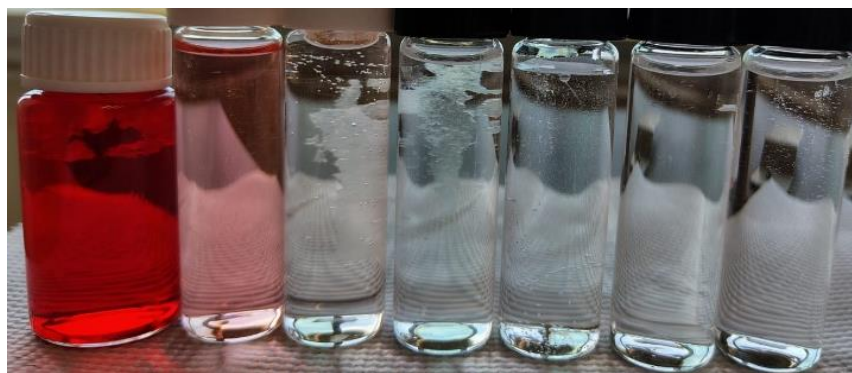


Figura 3.7. Decoloración de R-40

4. Diseño experimental 2^3 para el tratamiento foto-Fenton

Se realizó una planeación de experimentos con un diseño factorial 2^3 , donde se consideran como factores la concentración de R-40, cantidad de NPFe/A/Q y la cantidad de H_2O_2 en un nivel alto (A) y bajo (B) ver Tabla 3.6.

Tabla 4. Diseño experimental 2^3 para el tratamiento foto-Fenton

Experimento	pH	NPFe/A/Q	H_2O_2
1	B	B	B
2	A	B	B
3	B	A	B
4	A	A	B
5	B	B	A
6	A	B	A
7	B	A	A
8	A	A	A
Niveles	A: pH 6	A: 1000 mg	A: 15 mmol
	B: pH 3	B: 250 mg	B: 2.5 mmol

La gráfica normal de efectos estandarizados es una herramienta fundamental para identificar los efectos significativos en un diseño factorial. En esta gráfica (Figura 4), los efectos que se desvían notablemente de la línea de referencia indican una influencia significativa sobre la variable de respuesta. Se observa que el factor C (NPFe/A/Q) presenta una desviación considerable hacia el extremo izquierdo, lo que indica un efecto positivo significativo en la eficiencia de remoción del colorante. Asimismo, la interacción BC ($H_2O_2 \times$ NPFe/A/Q) muestra una interacción significativa ya que son los responsables de la generación de los radicales OH,

sugiriendo una interacción significativa entre estos factores. El factor B (H_2O_2) también se desvía, aunque en menor medida, indicando un efecto moderadamente significativo. El factor A (pH) y las demás interacciones no presentan desviaciones significativas, lo que sugiere que su influencia en la respuesta es limitada. Estos resultados sugieren que tanto la dosis del composito como su interacción con la concentración de H_2O_2 son determinantes en la eficiencia del proceso foto-Fenton. La dirección positiva de estos efectos implica que niveles más altos de estos factores aumentan la eficiencia de remoción del colorante.

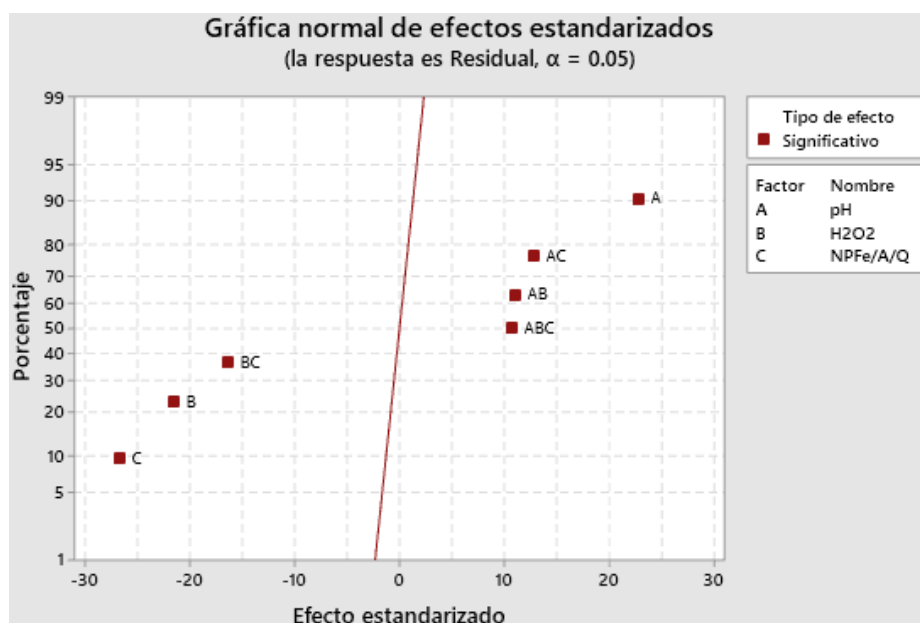


Figura 4. Gráfica normal de efectos estandarizados

El diagrama de Pareto mostrado en la Figura 4.1. ordena los efectos estandarizados de mayor a menor magnitud y permite identificar aquellos que son estadísticamente significativos mediante una línea de referencia (2.12), generalmente al alfa 0.05 (95%) de confianza. En el diagrama analizado, el efecto principal C (NPFe/A/Q) es el más significativo, superando la línea de significancia, lo que confirma su impacto significativo en la respuesta. La interacción BC también cruza esta línea, reforzando la importancia de la interacción entre la concentración de H_2O_2 y la dosis del composito. El efecto B (H_2O_2) se aproxima a la línea de significancia, indicando un efecto potencialmente significativo. El factor A (pH) y las demás interacciones se encuentran por debajo del umbral de significancia, lo que sugiere que su influencia

en la respuesta es limitada. Estos hallazgos corroboran los obtenidos en la gráfica normal de efectos estandarizados y destacan la relevancia del compuesto y su interacción con el peróxido de hidrógeno en la eficiencia del proceso.

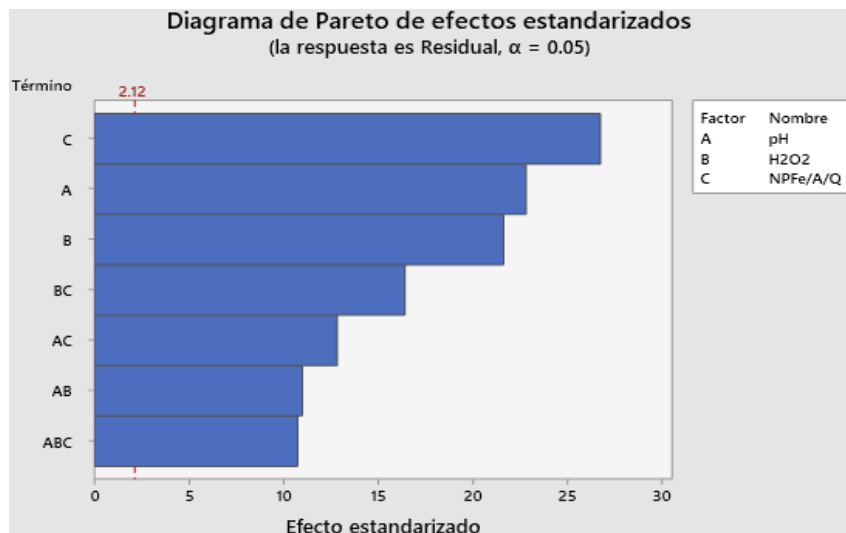


Figura 4.1 Diagrama de Pareto de efectos estandarizados

La Figura 4.2 evalúa la normalidad de los residuos del modelo, un supuesto fundamental en el análisis de regresión. En una distribución normal, los residuos se alinean aproximadamente sobre una línea recta. En la gráfica observada, los residuos se distribuyen de manera cercana a la línea de referencia, sin desviaciones significativas ni patrones anómalos. Esto indica que los residuos siguen una distribución aproximadamente normal, lo que valida el uso de métodos estadísticos basados en este supuesto.

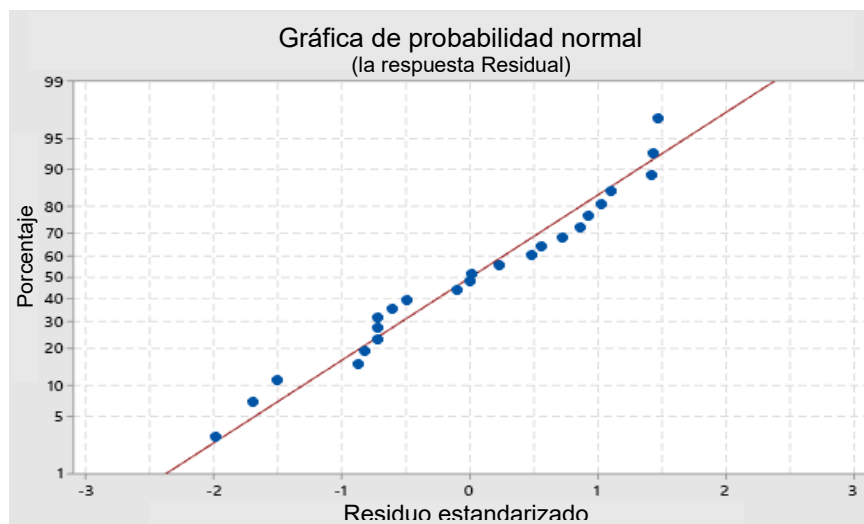


Figura 4.2 Grafica de probabilidad normal

En el histograma residual (Figura 4.3) se observa que la distribución de los residuos sigue una forma aproximadamente simétrica, con la mayor concentración de frecuencias en el rango central, cercano a la media (3.773), y una disminución progresiva hacia ambos extremos. La curva normal superpuesta permite evaluar visualmente la adecuación de los residuos a una distribución normal teórica. En este caso, las barras del histograma se alinean bien con dicha curva, lo que indica una distribución de residuos con forma de campana. Además, no se identifican sesgos evidentes ni acumulaciones desproporcionadas en los extremos, lo cual sugiere que no existen problemas de curtosis ni asimetría significativos. Este comportamiento es coherente con los supuestos de normalidad requeridos por los modelos estadísticos basados en análisis de varianza (ANOVA) y regresión lineal múltiple. Por tanto, se concluye que los residuos del modelo se distribuyen de forma aproximadamente normal, lo que valida la pertinencia del análisis estadístico aplicado y respalda la confiabilidad de los resultados obtenidos.

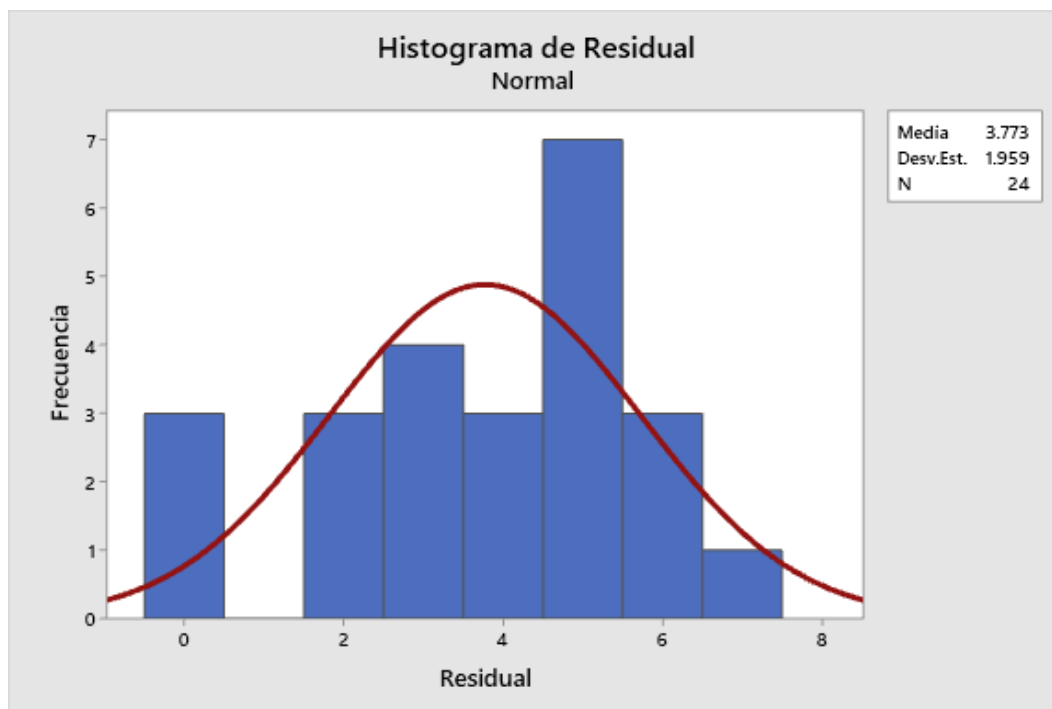


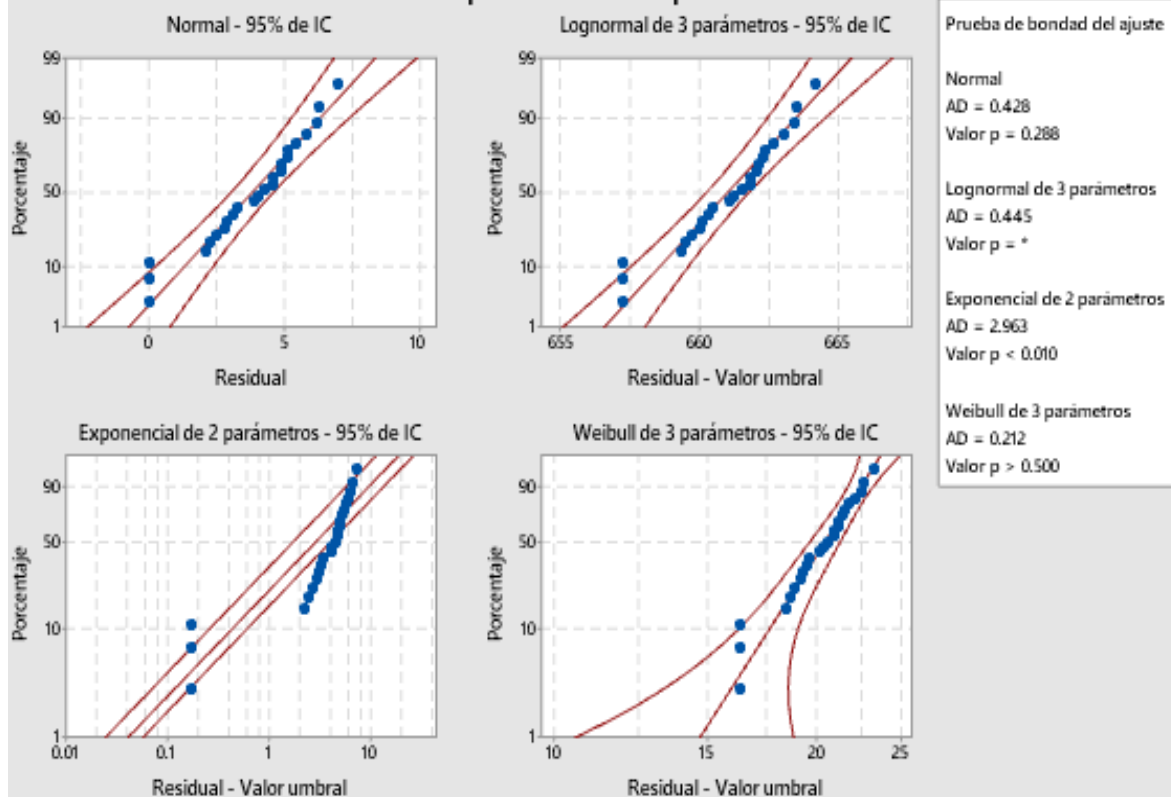
Figura 4.3. Histograma de residual

Para evaluar la distribución estadística (Figura 4.4) que mejor describe el comportamiento de los residuos obtenidos en el experimento, se aplicaron pruebas

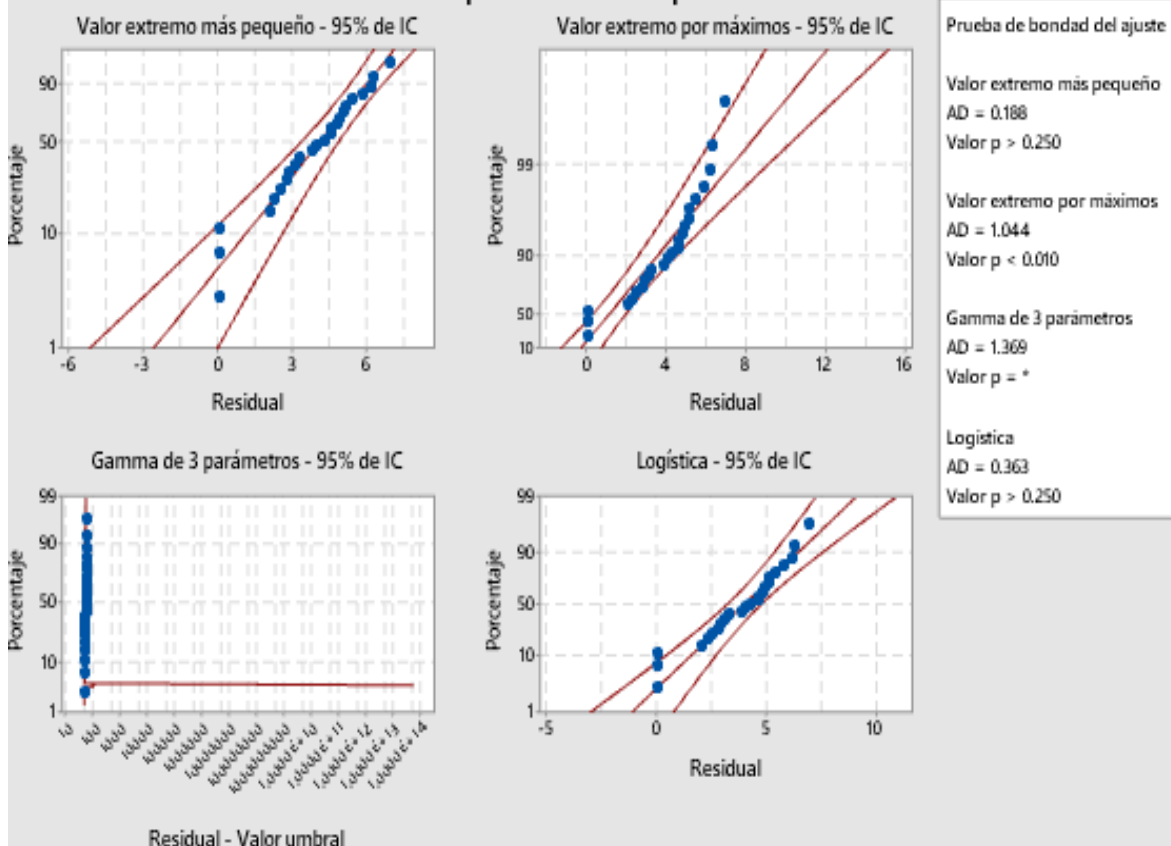
de bondad de ajuste mediante el estadístico de Anderson-Darling (AD) y sus respectivos valores p , además de analizar gráficamente la alineación de los puntos con la recta teórica en las gráficas de probabilidad. Se evaluaron nueve distribuciones: Normal, Lognormal de 3 parámetros, Exponencial de 2 parámetros, Weibull de 3 parámetros, Valor extremo (mínimo y máximo), Gamma de 3 parámetros, Logística y Loglogística de 3 parámetros. De acuerdo con los resultados, las distribuciones que se ajustan a los datos: Las distribuciones Normal ($AD = 0.428$, $p = 0.288$), Weibull de 3 parámetros ($AD = 0.212$, $p > 0.500$), Valor extremo mínimo ($AD = 0.188$, $p \approx 0.250$), Logística ($AD = 0.363$, $p > 0.250$) y Loglogística de 3 parámetros ($AD = 0.366$, p no mostrado) no presentan evidencia estadísticamente significativa para rechazar la hipótesis nula de ajuste. En otras palabras, estas distribuciones podrían describir adecuadamente el comportamiento de los residuos. En especial, la distribución Weibull presenta el menor valor de AD y un $p > 0.5$, lo que indica el mejor ajuste entre todos los factores evaluados.

Distribuciones que no se ajustan: Las distribuciones Exponencial de 2 parámetros ($AD = 2.963$, $p < 0.010$), Valor extremo por máximos ($AD = 1.044$, $p < 0.010$) y Gamma de 3 parámetros ($AD = 1.369$, $p < 0.010$) muestran valores p menores a 0.01, por lo que se rechaza la hipótesis nula de ajuste con un 99% de confianza. Estos modelos no representan adecuadamente la distribución de los. Sobre los valores p no mostrados: en el caso de la distribución Loglogística de 3 parámetros, aunque no se muestra explícitamente el valor p en la salida, el valor de AD es relativamente bajo (0.366), lo cual sugiere un ajuste aceptable. En algunos softwares estadísticos, los valores p no se muestran cuando el cálculo no es exacto o no puede determinarse con precisión, pero se puede interpretar el valor de AD como criterio comparativo. Desde el punto de vista gráfico, aquellas distribuciones cuyos puntos siguen de manera cercana la línea recta central dentro del intervalo de confianza (líneas rojas) indican un mejor ajuste. Las distribuciones Weibull, Logística, Normal y Loglogística muestran una alineación razonablemente buena, mientras que en las distribuciones Gamma, Exponencial y Valor extremo por máximos se observan claras desviaciones de los puntos respecto a la recta, lo cual concuerda con los altos valores de AD.

Gráfica de probabilidad para Residual



Gráfica de probabilidad para Residual



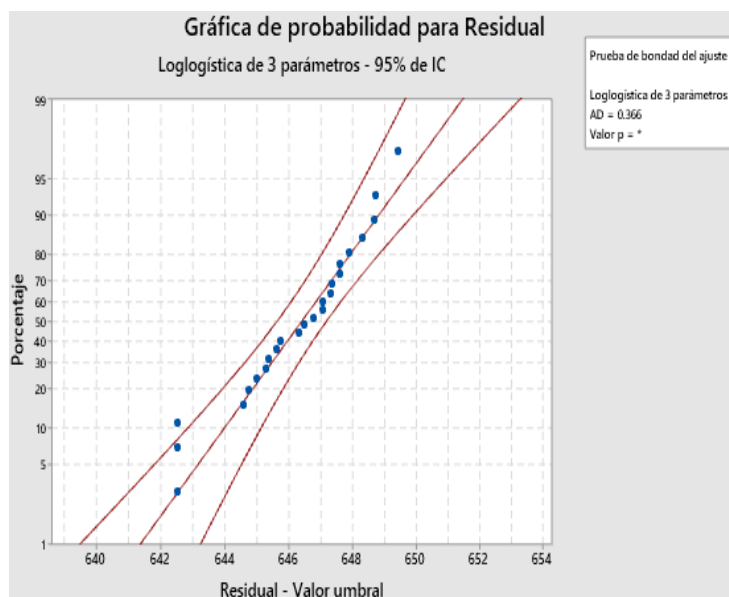


Figura 4.4. Gráficas de probabilidad para residual

La Figura 4.5 efectos principales para residual, representa la media del residual para cada nivel de los factores, lo que permite observar cómo varía el comportamiento del modelo en función de los tratamientos aplicados.

pH: El efecto del pH muestra una pendiente positiva pronunciada entre los niveles 3 y 6, lo que indica que, al aumentar el pH, los residuales también aumentan de forma significativa. Esto sugiere que el modelo tiene mayor error en condiciones más alcalinas, lo cual puede deberse a una menor eficiencia del proceso foto-Fenton a pH altos, donde la estabilidad del peróxido de hidrógeno disminuye y la disponibilidad de especies reactivas (como radical hidroxilo) se ve afectada.

Concentración de H_2O_2 : El efecto del peróxido de hidrógeno presenta una tendencia inversa: la media del residual disminuye al pasar de 2.5 mM a 15 mM. Esta disminución sugiere que el modelo predice mejor cuando se incrementa la concentración de H_2O_2 , probablemente debido a una mayor generación de radicales. La gráfica 4.5 representa la media del residual para cada nivel de los factores, lo que permite observar cómo varía el comportamiento del modelo en función de los tratamientos aplicados.

Cantidades de NPFe/A/Q: Finalmente, el efecto del compuesto NPFe/A/Q muestra una disminución abrupta en los residuales al pasar de 200 a 1000 mg/L. Esta fuerte pendiente negativa indica que la mayor dosis del soporte catalítico contribuye de

manera significativa a mejorar la consistencia del proceso, reduciendo el error del modelo. Esto puede atribuirse a una mayor disponibilidad superficial de sitios activos para la reacción de Fenton heterogénea, promoviendo una mayor eficiencia en la descomposición del colorante.

Los efectos principales muestran que todos los factores estudiados afectan significativamente el comportamiento del modelo, siendo el pH y la concentración de NPFe/A/Q los de mayor impacto, evidenciado por la magnitud de la pendiente en sus respectivas líneas. La respuesta óptima del sistema, en términos de menor error, se observa en condiciones de pH ácido (3), alta concentración de H_2O_2 (15 mM), y alta carga de catalizador (1000 mg/L). Estos resultados refuerzan la importancia de operar en condiciones optimizadas para asegurar tanto la eficiencia del proceso como la validez estadística del modelo predictivo.

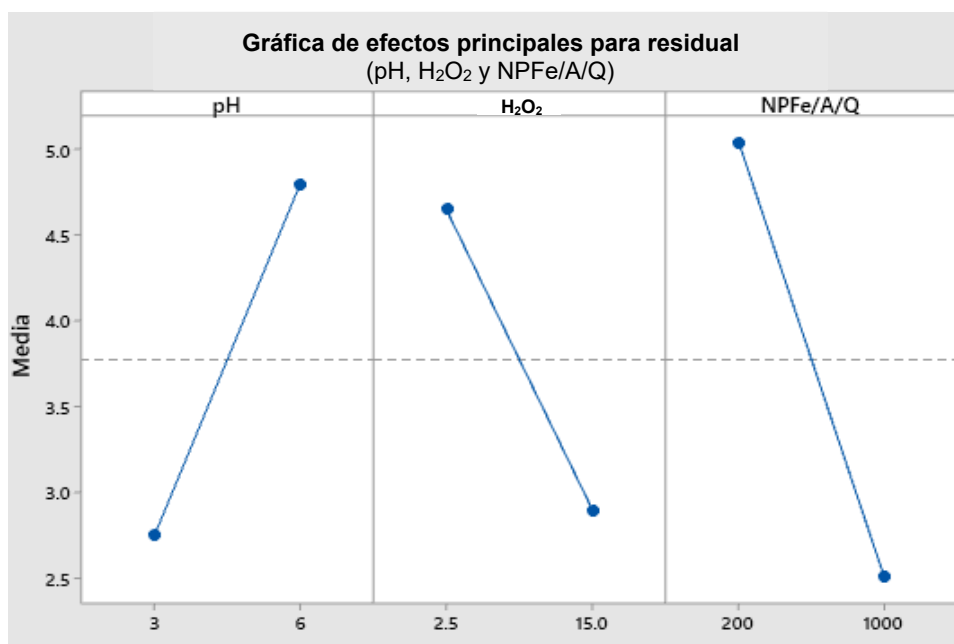


Figura 4.5. Gráfica de efectos principales para residual

Las Figuras 4.6 a), b) y c) representan la interacción entre factores experimentales sobre los valores residuales del modelo. El análisis de interacción es esencial para comprender si el efecto de un factor depende del nivel de otro, y si existe sinergia o antagonismo entre ellos en la predicción de la respuesta.

Interacción pH – H_2O_2 : En la gráfica superior izquierda se observa la interacción entre el pH y la concentración de H_2O_2 . Las líneas no son paralelas, lo cual sugiere la existencia de una interacción significativa entre estos factores. A pH ácido (3), el incremento de H_2O_2 reduce ligeramente el valor del residual, mientras que a pH más alto (6), el cambio en H_2O_2 tiene un efecto opuesto o menos marcado. Esto indica que el efecto del peróxido depende del pH del sistema, lo cual es consistente con el comportamiento del proceso foto-Fenton, cuyo desempeño óptimo ocurre en condiciones ácidas debido a la estabilidad y reactividad del radical hidroxilo.

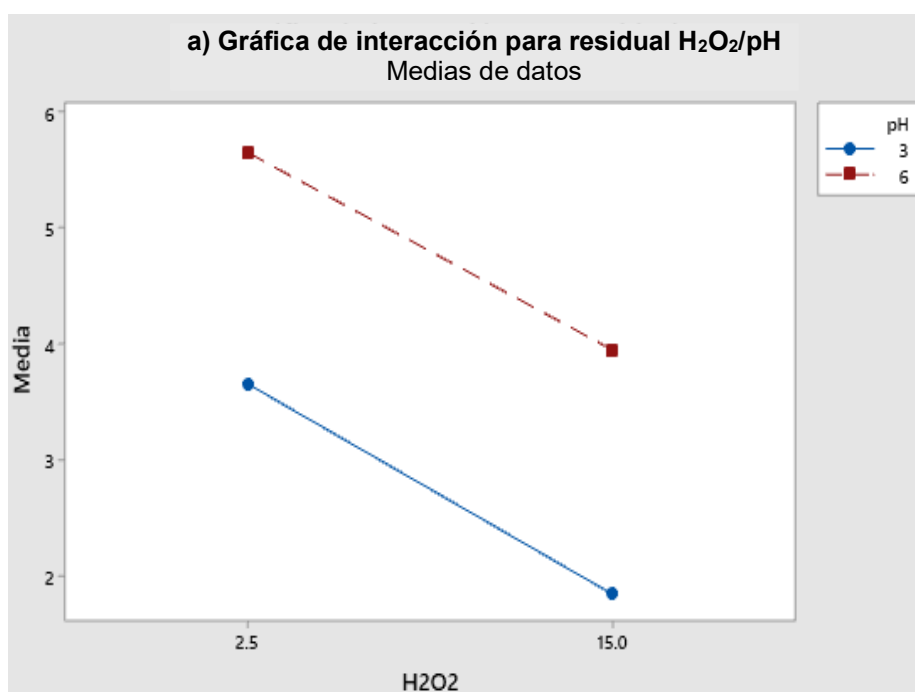


Figura 4.6. Gráfica de interacción para residual a) pH/ H_2O_2

Interacción pH – NPFe/A/Q: La Figura 4.6 b) muestra la interacción entre el pH y el compuesto NPFe/A/Q. De nuevo, se evidencia una interacción significativa por la marcada divergencia entre ambas líneas. A pH 3, el incremento en la dosis del compuesto genera una mayor reducción de los residuales, mientras que a pH 6, este efecto es menos notorio. Esto sugiere que el soporte catalítico es más efectivo en condiciones ácidas, lo cual puede atribuirse a una mejor disponibilidad de los sitios activos y a una mayor eficiencia en la activación del peróxido de hidrógeno.

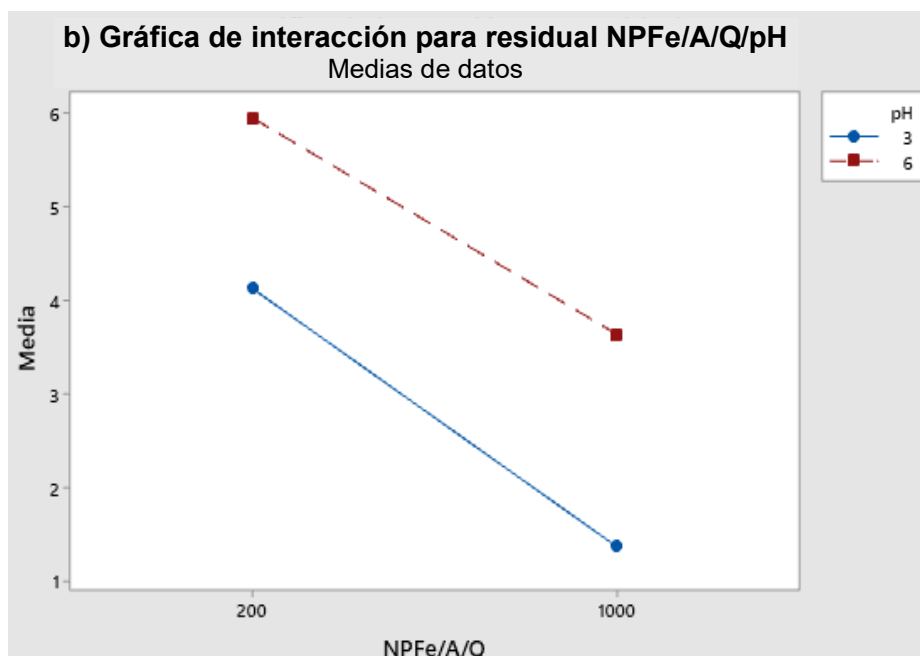


Figura 4.6. Gráfica de interacción para residual b) pH/NPFe/A/Q.

Interacción H_2O_2 – NPFe/A/Q: La Figura 4.6 b) presenta la interacción entre H_2O_2 y NPFe/A/Q. Al igual que en los casos anteriores, las líneas no son paralelas, lo que indica una interacción estadísticamente significativa. A menor concentración de H_2O_2 (2.5 mM), el incremento en la dosis del compuesto disminuye notablemente el residual. No obstante, a mayor concentración de peróxido (15 mM), ese efecto es aún más pronunciado, lo que sugiere una sinergia entre la cantidad de catalizador y el oxidante. Este comportamiento refuerza la hipótesis de que una mayor cantidad de NPFe/A/Q en presencia de una alta concentración de H_2O_2 mejora la generación de especies reactivas, favoreciendo la remoción del contaminante y minimizando el error del modelo. Las gráficas de interacción confirman que los factores no actúan de manera independiente, y que sus combinaciones tienen un efecto conjunto sobre el comportamiento del modelo residual. Las interacciones pH–NPFe/A/Q y H_2O_2 –NPFe/A/Q resultan particularmente relevantes, sugiriendo que las condiciones óptimas del proceso deben considerar no sólo los efectos individuales, sino también las sinergias entre los parámetros operacionales. Estos hallazgos respaldan la necesidad de una optimización multivariable para lograr un ajuste estadístico sólido y una eficiencia máxima en la degradación del contaminante.

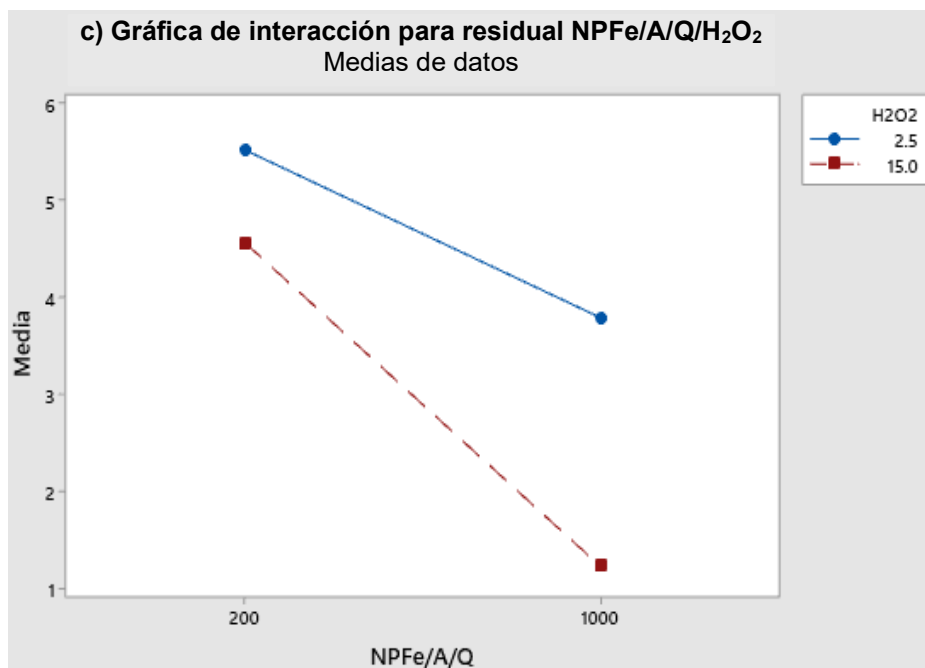


Figura 4.6. Gráfica de interacción para residual c) H₂O₂/NPFe/A/Q.

Las figuras 4.7 a), b) y c) de contorno son herramientas gráficas que permiten visualizar la interacción simultánea entre dos factores experimentales sobre una variable de respuesta, en este caso, el residual del modelo. Estas figuras permiten identificar regiones óptimas o críticas donde el ajuste del modelo es más o menos preciso.

Figura 4.7 a) Contorno de Residual vs. H₂O₂ y NPFe/A/Q en esta figura se analiza la interacción entre la concentración de peróxido de hidrógeno (H₂O₂) y la cantidad del compuesto NPFe/A/Q. Se observa que los valores más bajos del residual (indicados en azul oscuro, <1.5) se concentran en las regiones con altas dosis del compuesto (800–1000 mg/L) y altas concentraciones de H₂O₂ (10–15 mM). Esto indica que el modelo predice con mayor precisión bajo estas condiciones operativas, posiblemente debido a una mayor generación de radical hidroxilo por efecto sinérgico entre catalizador y oxidante. En cambio, en regiones con baja concentración de ambos factores, el residual aumenta, indicando menor capacidad predictiva del modelo.

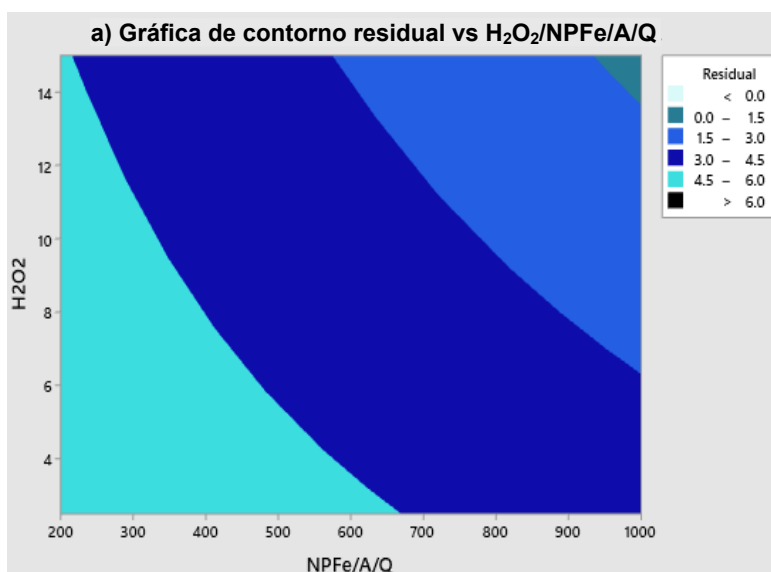


Figura 4.7. Gráfica de contorno residual a) H_2O_2 /NPFe/A/Q

Figura 4.7 b) Contorno de Residual vs. pH y H_2O_2 esta figura muestra la influencia conjunta del pH y la concentración de H_2O_2 sobre los valores del residual. La zona de menor residual (también en azul oscuro) se encuentra en el rango de pH ácido (3.0–3.5) y altas concentraciones de H_2O_2 , lo cual es coherente con la naturaleza del proceso foto-Fenton, que es más eficiente y predecible en medios ácidos. A medida que el pH se incrementa hacia valores neutros (5.5–6.0), el residual tiende a aumentar, especialmente con bajas concentraciones de peróxido, indicando una reducción en la precisión del modelo y posiblemente en la eficiencia del proceso.

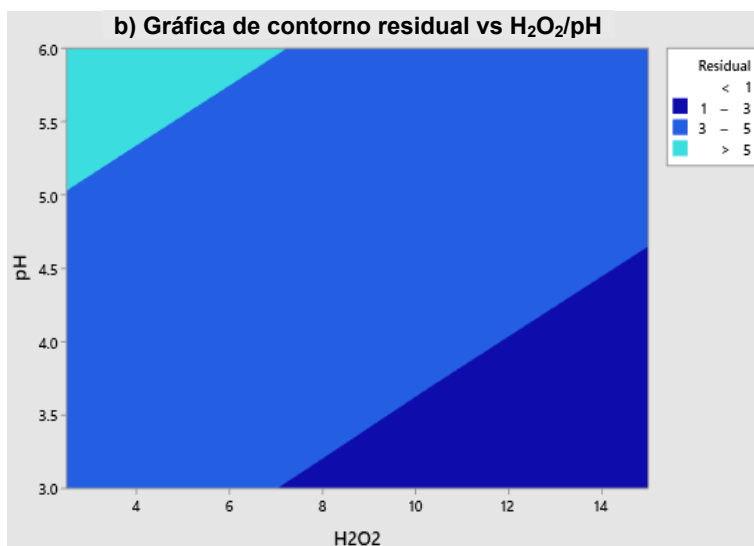


Figura 4.7. Gráfica de contorno residual b) pH/ H_2O_2

Figura 4.7 c) Contorno de Residual vs. pH y NPFe/A/Q en esta figura se analiza la interacción entre el pH y el contenido del compuesto NPFe/A/Q. Las menores zonas de residual se localizan en regiones de pH ácido (3.0–3.5) y altas concentraciones del compuesto (800–1000 mg/L). Esto sugiere que el modelo se ajusta mejor en condiciones que favorecen la activación del H_2O_2 y la generación de especies reactivas de oxígeno, procesos catalizados por el sistema Fe/alginato/quitosano. A pH cercanos a 6, el residual es mayor, lo que indica una reducción en la eficacia del ajuste del modelo en esas condiciones.

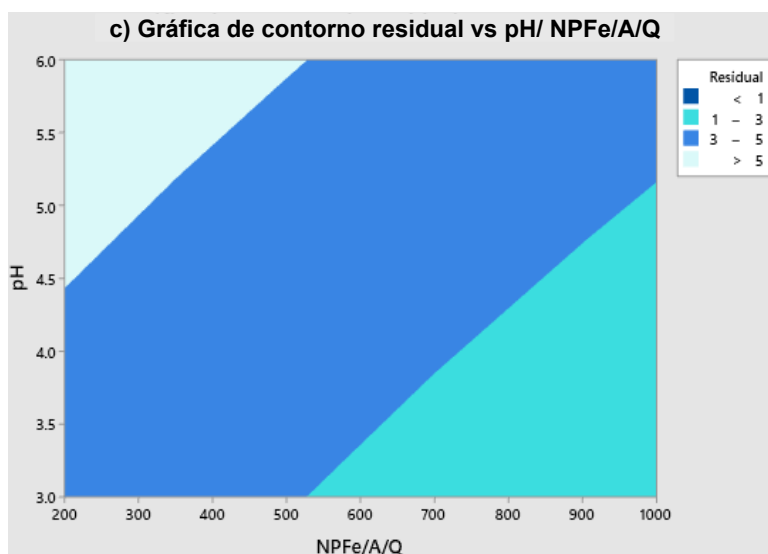


Figura 4.7. Gráfica de contorno residual c) pH/NPFe/A/Q

Estas figuras de contorno permiten visualizar de forma clara las condiciones operativas bajo las cuales el modelo estadístico muestra un mejor ajuste (menor residual). Las zonas óptimas coinciden con las condiciones físico-químicas más favorables para el proceso foto-Fenton catalizado, es decir, medio ácido, altas concentraciones de H_2O_2 y altas dosis de NPFe/A/Q. Esto valida tanto la solidez del modelo como el comportamiento esperado del sistema desde el punto de vista cinético y químico.

La Figura 4.8 a) presenta una superficie tridimensional que describe el comportamiento del residual como función conjunta del pH y la concentración de H_2O_2 . La superficie muestra una pendiente descendente desde los valores altos de pH (6.0) y bajos de H_2O_2 hacia valores bajos de pH (3.0) y altos de H_2O_2 . Este patrón

sugiere que el ajuste del modelo mejora (es decir, los residuos disminuyen) bajo condiciones ácidas y con una mayor concentración del agente oxidante. Técnicamente, esto concuerda con el mecanismo del proceso foto-Fenton, que es más eficiente en ambientes ácidos debido a la mayor disponibilidad de especies reactivas como los radicales hidroxilos ($\bullet\text{OH}$), facilitando la degradación del contaminante. La regularidad de la superficie indica un modelo estable sin oscilaciones abruptas o comportamiento errático en el espacio experimental analizado.

La Figura 4.8 b) muestra una nube de puntos en tres dimensiones que representa los residuos individuales obtenidos en cada combinación experimental de pH y H_2O_2 . Esta representación permite visualizar la distribución y magnitud de los residuos, así como identificar posibles valores atípicos o patrones sistemáticos. En esta figura se observa que los valores más altos de residual (mayores a 4) tienden a agruparse en combinaciones con pH elevado y concentración baja de H_2O_2 . Por el contrario, los residuos menores se encuentran mayormente en condiciones ácidas y con un exceso de oxidante, lo cual refuerza la observación previa. Además, la distribución de los puntos no evidencia un patrón de heterocedasticidad (es decir, no se observa aumento o disminución sistemática de la varianza, lo cual es un indicador favorable sobre la homogeneidad de los errores y, por ende, sobre la validez del modelo estadístico aplicado).

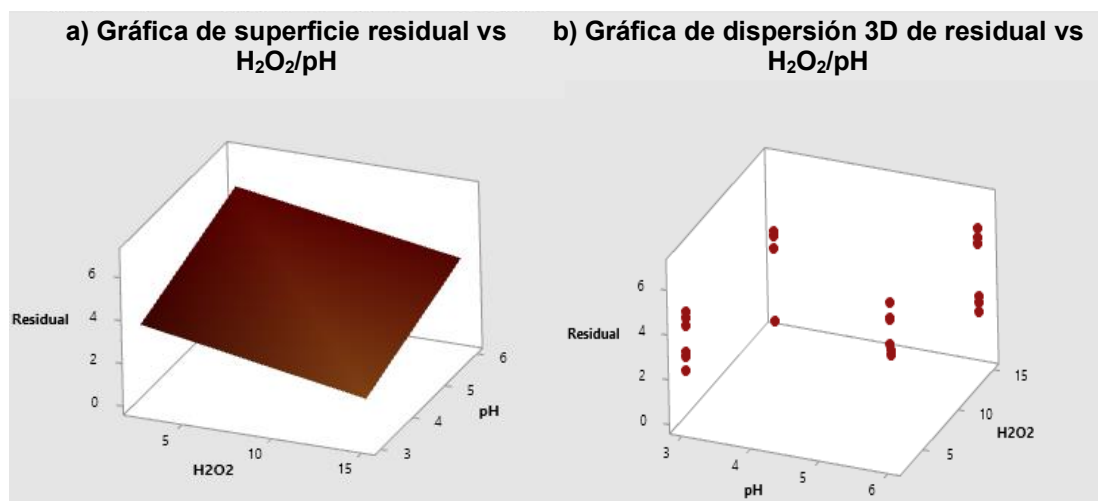


Figura 4.8.1 a) Gráfica de superficie residual $\text{H}_2\text{O}_2/\text{pH}$, b) Gráfica de dispersión 3D de residual vs $\text{H}_2\text{O}_2/\text{pH}$

La Figura 4.8 c) muestra una representación tridimensional de la respuesta (residual de R-40) en función de las variables pH y la cantidad del compuesto NPFe/A/Q (nanopartículas de hierro soportadas en alginato/quitosano). Se observa una disminución progresiva en el valor del residual a medida que se incrementa la cantidad del compuesto de 200 a 1000 mg/L, y cuando el pH se mantiene en valores cercanos a 3. Esta tendencia confirma que el medio ácido favorece la activación del peróxido de hidrógeno por parte del catalizador, promoviendo la generación de radicales hidroxilos ($\cdot\text{OH}$), responsables de la degradación del colorante. Por otra parte, a pH más alto (5–6), el valor del residual aumenta ligeramente, lo que podría atribuirse a la disminución en la eficiencia de activación del peróxido, así como a la posible desactivación del catalizador por precipitación de especies férricas.

La Figura 4.8 d), correspondiente a la gráfica de dispersión 3D, muestra la distribución de los datos experimentales. Los puntos con menor residual se agrupan en la región donde el pH es bajo y la cantidad de NPFe/A/Q es alta, lo cual sugiere una sinergia entre ambas variables para maximizar la degradación del contaminante.

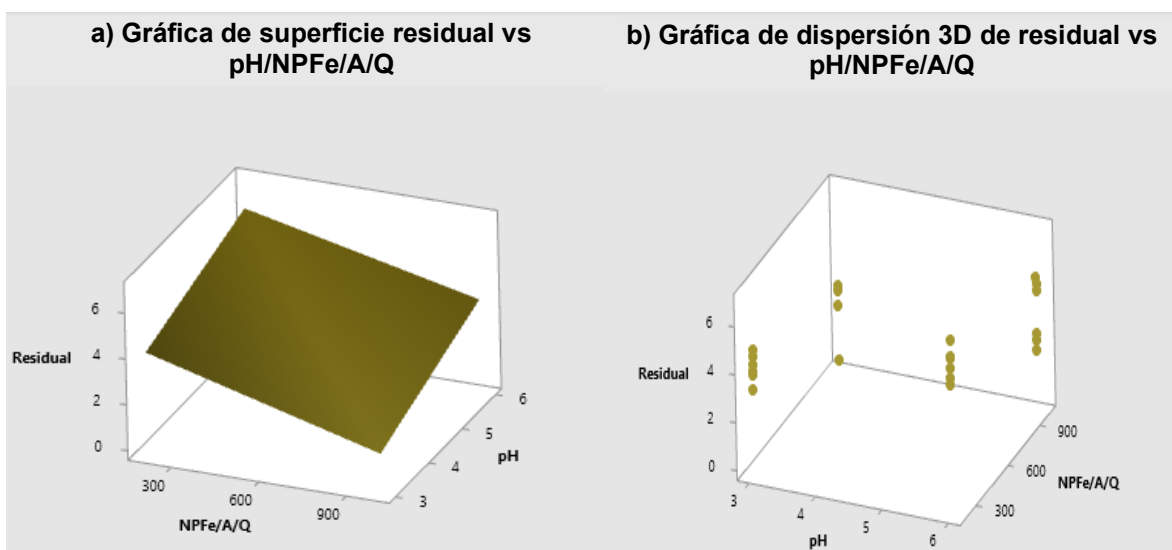


Figura 4.8 c) Gráfica de superficie residual pH/NPFe/A/Q, d) Gráfica de dispersión 3D de residual vs pH/NPFe/A/Q

La Figura 4.8 e) muestra una superficie de respuesta que relaciona la concentración de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) y la cantidad de NPFe/A/Q con el valor del residual

del colorante R-40. Se observa una tendencia descendente en el residual al aumentar simultáneamente ambas variables. Esta disminución indica una mejora en la eficiencia del proceso foto-Fenton, atribuible a una mayor disponibilidad de especies reactivas ($\cdot\text{OH}$) generadas tanto por el incremento de H_2O_2 como por el aumento del catalizador disponible para su activación. A bajos niveles de ambos factores el residual se mantiene alto, lo que señala una limitada generación de radical hidroxilo. Sin embargo, al incrementarse la concentración de H_2O_2 junto con la cantidad de NPFe/A/Q, el residual disminuye hasta alcanzar valores mínimos, lo que sugiere una zona óptima de operación. Cabe mencionar que no se observan signos de exceso de peróxido (inhibición por radicales $\text{HO}_2\cdot$), lo cual indica que las concentraciones manejadas se encuentran dentro de un rango eficiente.

La Figura 4.8 f) correspondiente a la dispersión 3D de los datos experimentales, muestra una agrupación de puntos con bajo residual en las regiones donde ambas variables son elevadas. Además, se evidencia una interacción positiva entre H_2O_2 y NPFe/A/Q, lo cual es indicativo de sinergia entre oxidante y catalizador en este sistema heterogéneo.

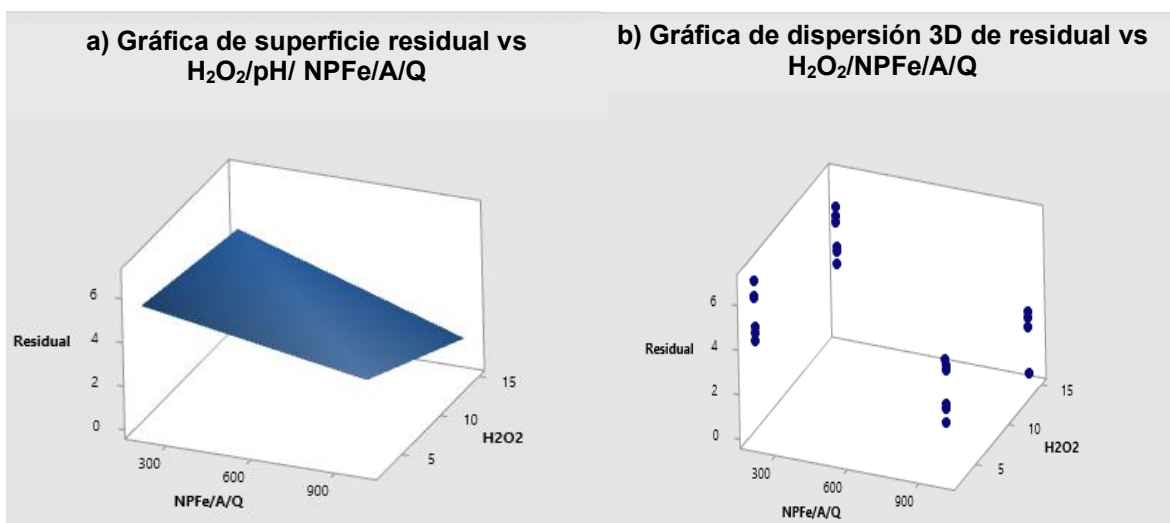


Figura 4.8 e) Gráfica de superficie residual pH/NPFe/A/Q, f) Gráfica de dispersión 3D de residual vs pH/NPFe/A/Q

La Figura 4.9 (gráfica de cubos) representa las medias del valor residual del colorante R-40 para cada combinación de niveles de las tres variables

independientes estudiadas: pH (3 y 6), concentración de peróxido de hidrógeno (H_2O_2 : 2.5 y 15 mM), y cantidad del catalizador NPFe/A/Q (200 y 1000 mg/L). Esta visualización permite evaluar las interacciones entre factores y determinar las condiciones más favorables para la degradación del contaminante. De los ocho vértices representados en el cubo (medias de residuales) el valor de residual más bajo (0.00077) se presenta cuando se trabaja a pH 3, con 15 mM de H_2O_2 y 1000 mg/L de NPFe/A/Q, lo cual indica una condición óptima para la remoción del colorante. En contraste, el valor más alto (6.46187) se obtiene a pH 6, con 2.5 mM de H_2O_2 y 200 mg/L del catalizador, lo que revela una baja eficiencia bajo esas condiciones. Los resultados sugieren que: un pH ácido (3) favorece la generación de radical hidroxilo, lo cual es consistente con la literatura para sistemas foto-Fenton. Una mayor concentración de H_2O_2 (15 mM) proporciona una mayor disponibilidad del agente oxidante. Una mayor cantidad de catalizador (1000 mg/L) incrementa la superficie activa y la liberación de especies de hierro, necesarias para activar el peróxido. La interacción entre las variables es evidente, ya que la mejora en el rendimiento del proceso no se logra solamente aumentando uno de los factores, sino mediante una combinación sinérgica de los niveles adecuados de todos ellos.

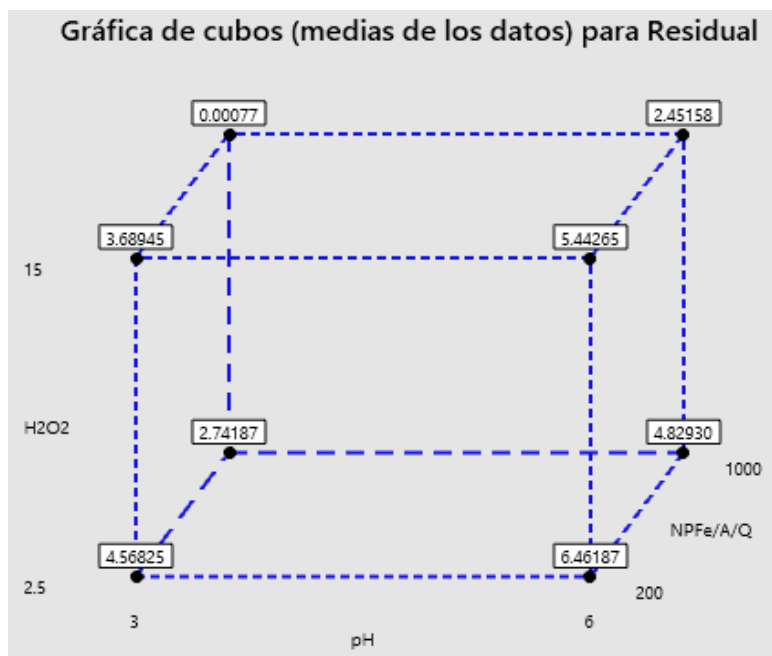


Figura 4.9 a) Gráfica de cubos para residual

Los resultados obtenidos a partir del análisis estadístico del diseño factorial aplicado al proceso foto-Fenton para la degradación del colorante Rojo 40 permiten establecer conclusiones sólidas respecto a la influencia y significancia de los factores estudiados: pH (A), concentración de peróxido de hidrógeno (B) y dosis del composito de nanopartículas de hierro soportadas en matriz de alginato/quitosano (C). Las gráficas de efectos estandarizados (figura 4), tanto el diagrama de Pareto (Figura 4.1), como la gráfica normal (Figura 4.2) evidencian que los factores principales A (pH) y C (NPFe/A/Q) son estadísticamente significativos, con efectos positivos o negativos dependientes del nivel experimental aplicado. Particularmente, el factor C mostró un efecto predominante sobre la eficiencia de remoción, lo cual es coherente con la función catalítica esperada del composito en el proceso foto-Fenton, respaldando su papel central como vector de generación de radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$).

Las interacciones binarias AC y BC, aunque de menor magnitud, también presentaron una influencia apreciable, sugiriendo que el comportamiento sinérgico entre el soporte catalítico y las condiciones del medio ácido (AC) o la concentración de oxidante (BC) puede potenciar la generación de especies reactivas, aspecto ampliamente reportado en literatura para sistemas Fenton heterogéneos. Esto se ve reflejado también en los modelos ajustados y en las gráficas de interacción, donde se observa que combinaciones específicas de niveles de pH y dosis de NPFe/A/Q maximizan la respuesta.

La gráfica de residuos estandarizados y la de probabilidad normal confirman la validez del modelo estadístico empleado, evidenciando homocedasticidad y normalidad en los residuos, condiciones fundamentales para garantizar la confiabilidad de los efectos estimados. Además, la gráfica de superficie de respuesta y los perfiles de optimización revelan las regiones experimentales en las que se alcanza la máxima eficiencia de degradación, permitiendo identificar condiciones óptimas para la operación del proceso.

En conjunto, todas las Figuras de la 4 a la 4.9 permiten concluir que el proceso foto-Fenton heterogéneo evaluado es altamente dependiente del entorno ácido y de la

disponibilidad del catalizador soportado, y que el diseño factorial aplicado constituye una herramienta eficaz para discriminar la importancia relativa de los factores y sus interacciones. Estos hallazgos no sólo validan experimentalmente la efectividad del composito NPFe/A/Q, sino que también proporcionan una base sólida para el escalamiento y la optimización del proceso en aplicaciones reales de tratamiento de aguas contaminadas con colorantes sintéticos como el R-40.

5. Conclusiones

A partir del diseño experimental implementado y del análisis cinético de la degradación del colorante R-40, se logró establecer las condiciones óptimas para su degradación, a continuación, se presentan las conclusiones específicas.

La caracterización de los polímeros (alginato/quitosano), las NPFe, el catalizador compuesto NPFe/A/Q mediante técnicas instrumentales como FTIR, TGA, DSC. SEM, EDS y BET permitieron establecer su estructura funcional, estabilidad térmica y determinar su composición, propiedades superficiales, análisis morfológico e identificar y cuantificar los elementos presentes en los materiales, aspectos clave para comprender su desempeño durante el proceso de degradación del colorante. Estas técnicas revelaron la presencia de grupos funcionales propios del quitosano, alginato, NPFe, un ligero aumento en la estabilidad térmica del composito al agregar NPFe y una superficie específica suficiente para favorecer la interacción reactiva con los radicales oxidantes generados en el proceso foto-Fenton.

En la eficiencia de degradación, los mejores resultados se obtuvieron bajo condiciones ácidas, particularmente a pH 3, utilizando 10 mmol de peróxido de hidrógeno y 1 g de catalizador, lo que permitió alcanzar una degradación total (100%) del colorante R-40. Adicionalmente, el material demostró un excelente comportamiento en términos de reutilización, manteniendo una eficiencia superior al 77.39% incluso después de 10 ciclos consecutivos, lo cual es indicativo de su estabilidad estructural y potencial para aplicaciones prácticas en tratamiento de aguas, ayudando a reducir costos usando este tipo de tratamiento. Se evidenció que en condiciones más neutras (pH 6), la eficiencia de degradación aún se mantenía alta (90%), lo que indica que el sistema puede operar en un rango más amplio de pH, aportando flexibilidad al proceso.

El análisis cinético permitió observar que solo uno de los experimentos se ajustó al modelo de orden cero, específicamente aquel en el que se utilizó únicamente el composito NPFe/A/Q y H₂O₂, sin radiación UV. En este caso, la velocidad de degradación se mantuvo constante a lo largo del tiempo, lo cual podría estar

relacionado con una saturación en los sitios activos del catalizador o una acción directa del H_2O_2 sobre el colorante, sin depender de la luz UV ni de otros factores externos. Por el contrario, los demás experimentos, que incluyeron radiación UV y variaciones en el pH, la concentración de H_2O_2 y la cantidad de NPFe/A/Q, se ajustaron mejor al modelo de primer orden. Esto indica que, en esos casos, la velocidad de degradación dependió más de las condiciones del sistema, como la generación de radical hidroxilo mediante la foto activación del H_2O_2 . Dado que la concentración del R-40 fue la misma en todos los ensayos, la diferencia en los modelos cinéticos no se debe a ese parámetro, sino al tipo de condiciones reactivas empleadas.

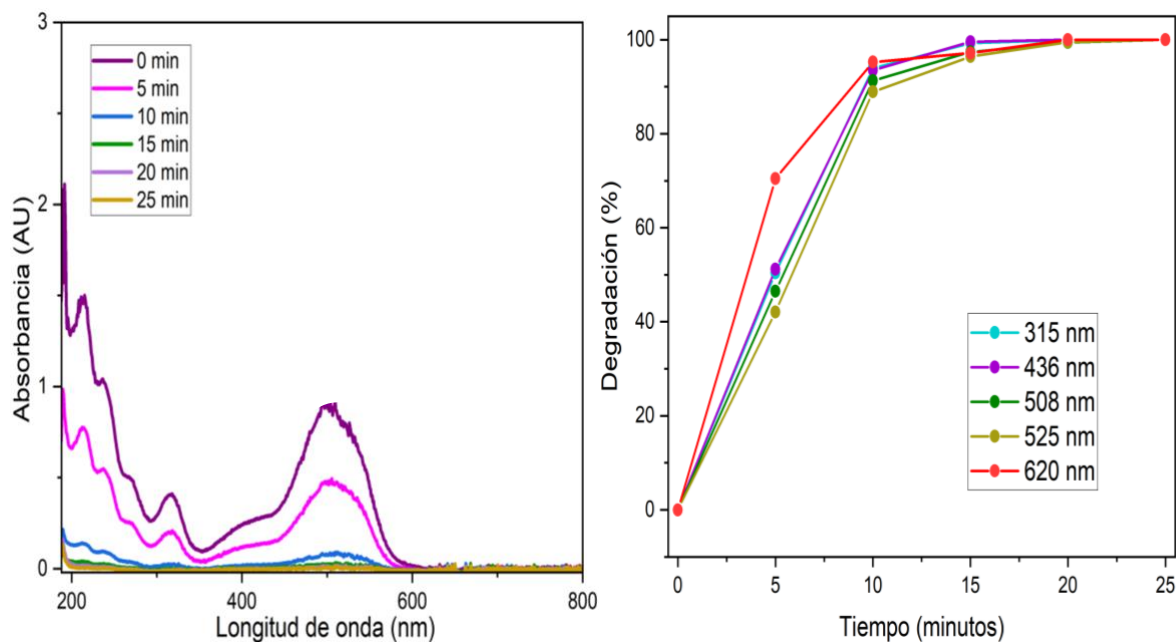
El uso de un diseño experimental fue fundamental para evaluar de forma sistemática la influencia de los principales parámetros operativos: pH, concentración de H_2O_2 y peso de catalizador. Este enfoque permitió identificar no solo los efectos individuales de cada variable, sino también sus posibles interacciones, lo que aportó un conocimiento más robusto para la optimización del proceso. El diseño factorial facilitó además la reducción del número de ensayos requeridos, ahorrando recursos experimentales sin comprometer la calidad del análisis estadístico.

6. Recomendaciones

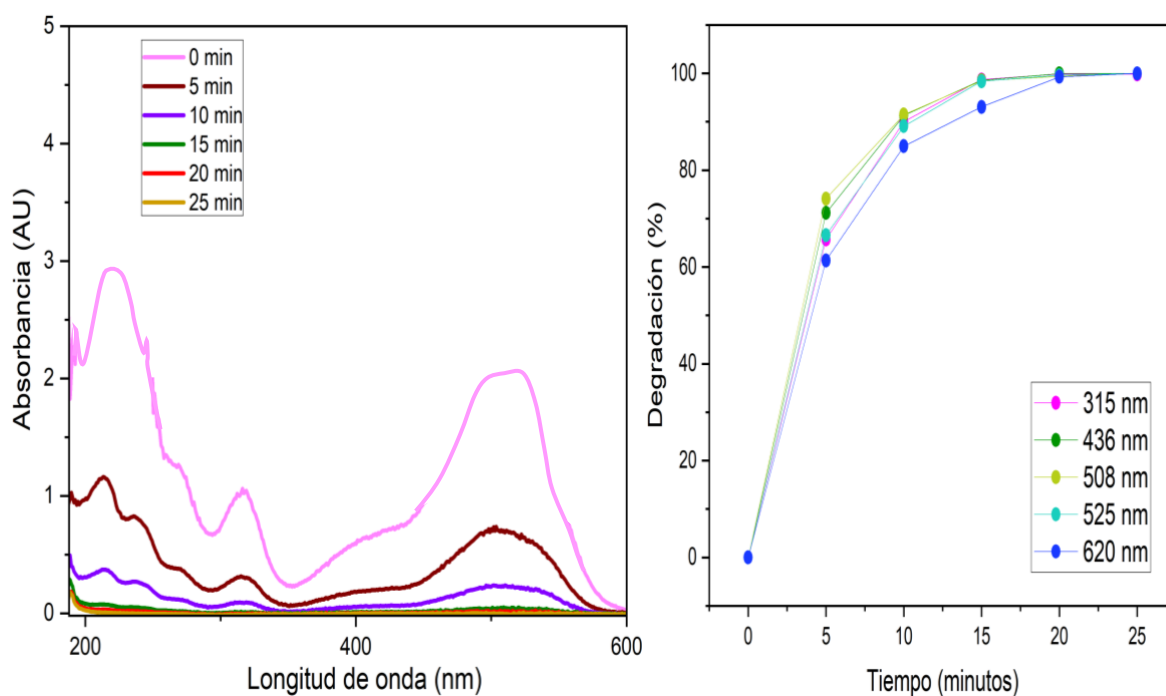
Como recomendaciones, se sugiere mantener condiciones ácidas ($\text{pH} \leq 4$) para maximizar la eficiencia del proceso, pero también se identificó que en condiciones ligeramente menos ácidas aún pueden ser viables en función del equilibrio en cuanto a eficiencia y costos. Asimismo, se recomienda seguir evaluando la estabilidad del catalizador en condiciones más extensas o más agresivas, con el objetivo de determinar su resistencia real en ambientes reales.

7. ANEXOS

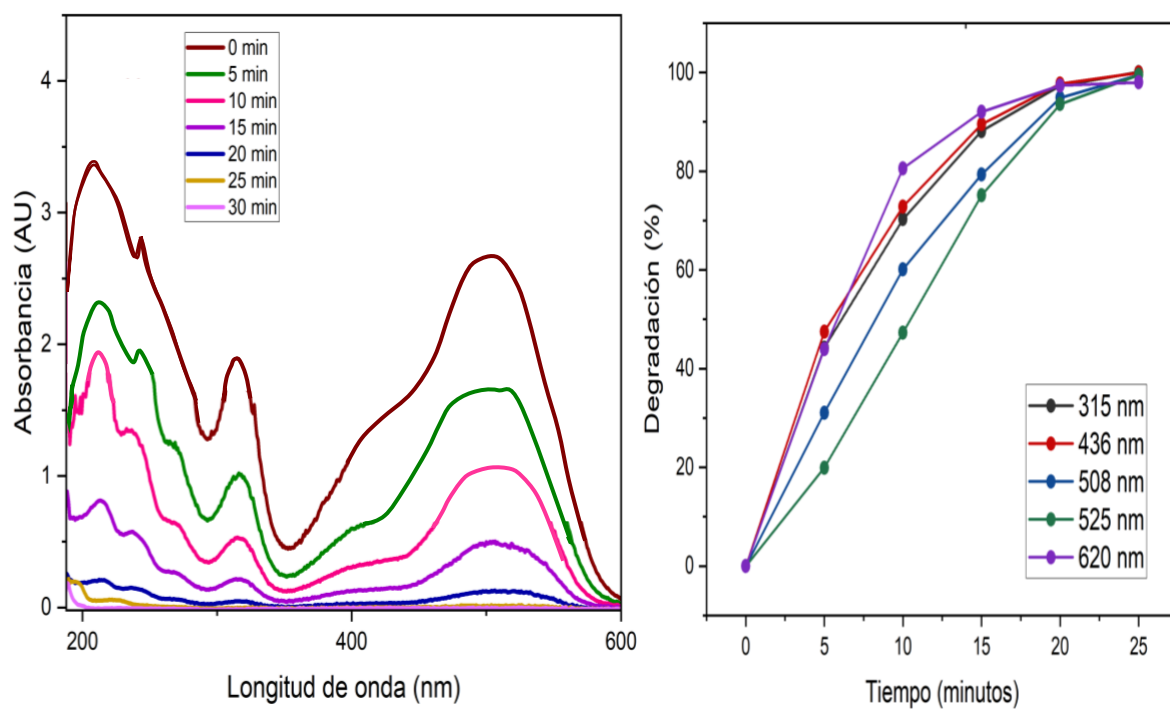
Espectro y cinética de degradación de R-40 (20 mg/L).



Espectro y cinética de degradación de R-40 (50 mg/L).



Espectro y cinética de degradación de R-40 (100 mg/L).



8. Referencias

- ALSamman, M. T., & Sánchez, J. (2021). Recent advances on hydrogels based on chitosan and alginate for the adsorption of dyes and metal ions from water. *Arabian Journal of Chemistry*, 14(12), 103455.
- Andrady, A. L. (2011). Microplastics in the marine environment. *Marine pollution bulletin*, 62(8), 1596-1605.
- Aranaz, I., Alcántara, A. R., Civera, M. C., Arias, C., Elorza, B., Heras Caballero, A., & Acosta, N. (2021). Chitosan: An overview of its properties and applications. *Polymers*, 13(19), 3256.
- Ayed, S. B., Mansour, L., Vaiano, V., Harrath, A. H., Ayari, F., & Rizzo, L. (2023). Magnetic Fe₃O₄-natural iron ore/calcium alginate beads as heterogeneous catalyst for Novacron blue dye degradation in water by (photo) Fenton process. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 438, 114566.
- Azha, S. F., Sellaoui, L., Yunus, E. H. E., Yee, C. J., Bonilla-Petriciolet, A., Lamine, A. B., & Ismail, S. (2019). Iron-modified composite adsorbent coating for azo dye removal and its regeneration by photo-Fenton process: Synthesis, characterization and adsorption mechanism interpretation. *Chemical Engineering Journal*, 361, 31-40.
- Bafana, A., Devi, S. S., & Chakrabarti, T. (2011). Azo dyes: past, present and the future. *Environmental Reviews*, 19(NA), 350-371.
- Ball, P. (2008). Water as an active constituent in cell biology. *Chemical reviews*, 108(1), 74-108.
- Berger, J., Reist, M., Mayer, J. M., Felt, O., Peppas, N. A., & Gurny, R. J. E. J. O. P. (2004). Structure and interactions in covalently and ionically crosslinked chitosan hydrogels for biomedical applications. *European journal of pharmaceuticals and biopharmaceutics*, 57(1), 19-34.

- Bhatnagar, A., & Sillanpää, M. (2010). Utilization of agro-industrial and municipal waste materials as potential adsorbents for water treatment—a review. *Chemical engineering journal*, 157(2-3), 277-296.
- Bisschops, I., & Spanjers, H. (2003). Literature review on textile wastewater characterisation. *Environmental technology*, 24(11), 1399-1411.
- Boulogne, F., Giorgiutti-Dauphiné, F., & Pauchard, L. (2014). How to reduce the crack density in drying colloidal material? *Oil & Gas Science and Technology—Revue d'IFP Energies nouvelles*, 69(3), 397-404.
- Brown, C., Neves-Silva, P., & Heller, L. (2016). The human right to water and sanitation: a new perspective for public policies. *Ciencia & saude coletiva*, 21, 661-670.
- Brunauer, S., Emmett, P. H., & Teller, E. (1938). Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American chemical society*, 60(2), 309-319.
- Brugnerotto, J., Lizardi, J., Goycoolea, F. M., Argüelles-Monal, W., Desbrieres, J., & Rinaudo, M. (2001). An infrared investigation in relation with chitin and chitosan characterization. *Polymer*, 42(8), 3569-3580.
- Bunsell, A. R. (Ed.). (2018). *Handbook of properties of textile and technical fibres*. Woodhead Publishing.
- Carliell, CM*, Barclay, SJ*, Naidoo, N.* Buckley, CA*, Mulholland, DA* & Senior, E. (1995). Microbial decolourisation of a reactive azo dye under anaerobic conditions. *Water Sa*, 21(1), 61-69.
- Chandra, A., & Chandra, A. (2022). Ion conduction mechanism of nanoparticle-based polymer composites. In *Nanoparticle-Based Polymer Composites* (pp. 277-306). Woodhead Publishing.
- Chaplin, M. (2022). Water structure and science. London South Bank University.

- Chávez de Paz, L. E., Resin, A., Howard, K. A., Sutherland, D. S., & Wejse, P. L. (2011). Antimicrobial effect of chitosan nanoparticles on *Streptococcus mutans* biofilms. *Applied and environmental microbiology*, 77(11), 3892-3895.
- Chong, M. N., Jin, B., Chow, C. W., & Saint, C. (2010). Recent developments in photocatalytic water treatment technology: a review. *Water research*, 44(10), 2997-3027.
- Dargaville, B. L., & Hutmacher, D. W. (2022). Water as the often neglected medium at the interface between materials and biology. *Nature communications*, 13(1), 4222.
- Diario Oficial de la Federación (DOF). (2022). NOM-001-SEMARNAT-2021, Límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores. Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales.
- Diario Oficial de la Federación (DOF). (2022). NOM-127-SSA1-2021, Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización. Secretaría de Salud.
- Dutta, P. K., Dutta, J., & Tripathi, V. S. (2004). Chitin and chitosan: Chemistry, properties and applications.
- Ebele, A. J., Abdallah, M. A. E., & Harrad, S. (2017). Pharmaceuticals and personal care products (PPCPs) in the freshwater aquatic environment. *Emerging contaminants*, 3(1), 1-16.
- EFSA Panel on Food Additives and Nutrient Sources Added to Food. (2009). Scientific Opinion on the re-evaluation Tartrazine (E 102). *EFSA Journal*, 7(11), 1331.
- EFSA Panel on Food Additives and Nutrient Sources added to Food (ANS). (2013). Scientific Opinion on the re-evaluation of aspartame (E 951) as a food additive. *Efsa Journal*, 11(12), 3496.

- Elbaz, N. M., Khalil, I. A., Abd-Rabou, A. A., & El-Sherbiny, I. M. (2016). Chitosan-based nano-in-microparticle carriers for enhanced oral delivery and anticancer activity of propolis. *International journal of biological macromolecules*, 92, 254-269.
- El-Hefian, E. A., Nasef, M. M., & Yahaya, A. H. (2010). The preparation and characterization of chitosan/poly (vinyl alcohol) blended films. *Journal of Chemistry*, 7(4), 1212-1219.
- El-Houssiny, A. S., Ward, A. A., Mostafa, D. M., Abd-El-Messieh, S. L., Abdel-Nour, K. N., Darwish, M. M., & Khalil, W. A. (2016). Drug–polymer interaction between glucosamine sulfate and alginate nanoparticles: FTIR, DSC and dielectric spectroscopy studies. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 7(2), 025014.
- El-Naggar, A. A. (2016). Radiation synthesis of superabsorbent hydrogels based on carboxymethyl cellulose/sodium alginate for absorbent of heavy metal ions from waste water. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 29(1), 16-27.
- Fang, Z. D., Zhang, K., Liu, J., Fan, J. Y., & Zhao, Z. W. (2017). Fenton-like oxidation of azo dye in aqueous solution using magnetic Fe₃O₄-MnO₂ nanocomposites as catalysts. *Water Science and Engineering*, 10(4), 326-333.
- FAO. (2020). The state of food and agriculture 2020. Overcoming water challenges in agriculture. *Roma*.
- Finotelli, P. V., Da Silva, D., Sola-Penna, M., Rossi, A. M., Farina, M., Andrade, L. R., ... & Rocha-Leão, M. H. (2010). Microcapsules of alginate/chitosan containing magnetic nanoparticles for controlled release of insulin. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 81(1), 206-211.
- George, M., & Abraham, T. E. (2006). Polyionic hydrocolloids for the intestinal delivery of protein drugs: alginate and chitosan—a review. *Journal of controlled release*, 114(1), 1-14.

- Ghosh, A., Paul, S., Bhattacharya, S., Sasikumar, P., Biswas, K., & Ghosh, U. C. (2019). Calcium ion incorporated hydrous iron (III) oxide: synthesis, characterization, and property exploitation towards water remediation from arsenite and fluoride. *Environmental Science and Pollution Research*, 26(5), 4618-4632.
- Glaze, W. H., Kang, J. W., & Chapin, D. H. (1987). The chemistry of water treatment processes involving ozone, hydrogen peroxide and ultraviolet radiation.
- Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W., Scott, J. H. J., & Joy, D. C. (2017). *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. springer.
- Golka, K., Kopps, S., & Myslak, Z. W. (2004). Carcinogenicity of azo colorants: influence of solubility and bioavailability. *Toxicology letters*, 151(1), 203-210.
- Guinesi, L. S., & Cavaleiro, É. T. G. (2006). The use of DSC curves to determine the acetylation degree of chitin/chitosan samples. *Thermochimica Acta*, 444(2), 128-133.
- Gupta, A. K., & Gupta, M. (2005). Cytotoxicity suppression and cellular uptake enhancement of surface modified magnetic nanoparticles. *Biomaterials*, 26(13), 1565-1573.
- Henry, B., Laitala, K., & Klepp, I. G. (2019). Microfibres from apparel and home textiles: Prospects for including microplastics in environmental sustainability assessment. *Science of the total environment*, 652, 483-494.
- Herrmann, J. M. (1999). Heterogeneous photocatalysis: fundamentals and applications to the removal of various types of aqueous pollutants. *Catalysis today*, 53(1), 115-129.
- Holland, H. (2014). *Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles and its application in fission 99Mo obtaining* (No. INIS-BR--22786). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP), São Paulo, SP (Brazil).

- Jiménez-Vázquez, A., Jaimes-López, R., Morales-Bautista, C. M., Pérez-Rodríguez, S., Gochi-Ponce, Y., & Estudillo-Wong, L. A. (2025). Catalytic Applications of Natural Iron Oxides and Hydroxides: A Review. *Catalysts*, 15(3), 236.
- Jobling, S., Nolan, M., Tyler, C. R., Brighty, G., & Sumpter, J. P. (1998). Widespread sexual disruption in wild fish. *Environmental science & technology*, 32(17), 2498-2506.
- Jobling, S., & Tyler, C. R. (2006). Introduction: the ecological relevance of chemically induced endocrine disruption in wildlife. *Environmental health perspectives*, 114(Suppl 1), 7-8.
- Kaur, R., Goyal, D., & Agnihotri, S. (2021). Chitosan/PVA silver nanocomposite for butachlor removal: Fabrication, characterization, adsorption mechanism and isotherms. *Carbohydrate Polymers*, 262, 117906.
- Kasaai, M. R. (2009). Various methods for determination of the degree of N-acetylation of chitin and chitosan: a review. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(5), 1667-1676.
- Kazmierczak, M., Pogorzelec-Glaser, K., Hilczer, A., Jurga, S., Majchrzycki, L., Nowicki, M., & Andrzejewski, B. (2013). Morphology and magnetic properties of Fe₃O₄-alginic acid nanocomposites. *arXiv preprint arXiv:1309.7216*.
- Kim, J. S., Pathak, T. S., Yun, J. H., Kim, K. P., Park, T. J., Kim, Y., & Paeng, K. J. (2013). Thermal degradation and kinetics of alginate polyurethane hybrid material prepared from alginic acid as a polyol. *Journal of Polymers and the Environment*, 21(1), 224-232.
- Kontogeorgis, G., Livas, C., & Karali, N. (2022). Strategic Analysis of Mediterranean Island Destinations: The Case of Corfu. *Journal of Environmental Management & Tourism*, 13(6), 1525-1533.

- Kumar, A. A., Som, A., Longo, P., Sudhakar, C., Bhuin, R. G., Gupta, S. S., ... & Pradeep, T. (2017). Confined metastable 2-line ferrihydrite for affordable point-of-use arsenic-free drinking water. *Advanced Materials*, 29(7), 1604260.
- Kumar, M. N. R. (2000). A review of chitin and chitosan applications. *Reactive and functional polymers*, 46(1), 1-27.
- Kümmerer, K. (2009). The presence of pharmaceuticals in the environment due to human use—present knowledge and future challenges. *Journal of environmental management*, 90(8), 2354-2366.
- LA ESPECTROSCOPIA, E. E. I. (2017). Universidad Nacional Autónoma de México Facultad de Estudios Superiores Zaragoza.
- Lapworth, D. J., Baran, N., Stuart, M. E., & Ward, R. S. (2012). Emerging organic contaminants in groundwater: a review of sources, fate and occurrence. *Environmental pollution*, 163, 287-303.
- Lee, K. Y., & Mooney, D. J. (2012). Alginate: properties and biomedical applications. *Progress in polymer science*, 37(1), 106-126.
- Li, S., Wu, P., Li, H., Zhu, N., Li, P., Wu, J., ... & Dang, Z. (2010). Synthesis and characterization of organo-montmorillonite supported iron nanoparticles. *Applied Clay Science*, 50(3), 330-336.
- Liu, F., Liu, Y., Guo, Y., Liu, J., Dong, J., Wang, T., ... & Zhang, Y. (2024). FTIR determination of the degree of molar substitution for hydroxypropyl chitosan. *Carbohydrate Polymers*, 339, 122229.
- Lunge, S., Singh, S., & Sinha, A. (2014). Magnetic iron oxide (Fe₃O₄) nanoparticles from tea waste for arsenic removal. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 356, 21-31.
- Maharani, E. P., Briliana, H., Putri, E. H., Faraditta, F. S., & Az-zhaffirah, A. R. (2024). A Comprehensive Review on Atomic Absorption Spectroscopy: Principles, Techniques, and Applications. *Jurnal Ilmiah Wahana Pendidikan*, 10(15), 20-29.

- Mancera, G. G., & Amaya, M. E. N. (2024). *Principios de microscopía electrónica de barrido y microanálisis por rayos X característicos*. UNAM, Facultad de Química.
- Martínez-Huitle, C. A., & Brillas, E. (2009). Decontamination of wastewaters containing synthetic organic dyes by electrochemical methods: a general review. *Applied Catalysis B: Environmental*, 87(3-4), 105-145.
- McCann, D., Barrett, A., Cooper, A., Crumpler, D., Dalen, L., Grimshaw, K., ... & Stevenson, J. (2007). Food additives and hyperactive behaviour in 3-year-old and 8/9-year-old children in the community: a randomised, double-blinded, placebo-controlled trial. *The lancet*, 370(9598), 1560-1567.
- Metcalf & Eddy, Abu-Orf, M., Bowden, G., Burton, F. L., Pfrang, W., Stensel, H. D & AECOM (Firm). (2014). *Wastewater engineering: treatment and resource recovery*. McGraw Hill Education.
- Miretzky, P., & Cirelli, A. F. (2011). Fluoride removal from water by chitosan derivatives and composites: a review. *Journal of Fluorine Chemistry*, 132(4), 231-240.
- Moe, S. T., Draget, K. I., Smidsrød, O., & Skjåk-Braæk, G. (1995). Alginates, in.: AM Stephen. *Food Polysaccharides and their Applications*.
- Moeini, A., Pedram, P., Makvandi, P., Malinconico, M., & d'Ayala, G. G. (2020). Wound healing and antimicrobial effect of active secondary metabolites in chitosan-based wound dressings: A review. *Carbohydrate polymers*, 233, 115839.
- Neyens, E., & Baeyens, J. (2003). A review of classic Fenton's peroxidation as an advanced oxidation technique. *Journal of Hazardous materials*, 98(1-3), 33-50.
- NMX-AA-038-SCFI-2001. (2001). Análisis de color en aguas naturales, potables y residuales. Método de prueba. Secretaría de Economía.
- NMX-AA-093-SCFI-2015. (2015). Análisis de agua – Medición de la conductividad eléctrica específica. Método de prueba. Secretaría de Economía.

NORMA Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-2021, Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de la calidad del agua.

NORMA Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021, Que establece los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación.

Ojeda, M. (2011). *Materiales compuestos. Tecnología de plásticos*.

Onyeaka, H., Obileke, K., Makaka, G., & Nwokolo, N. (2022). Current research and applications of starch-based biodegradable films for food packaging. *Polymers*, 14(6), 1126.

Oturan, M. A., & Aaron, J. J. (2014). Advanced oxidation processes in water/wastewater treatment: principles and applications. A review. *Critical reviews in environmental science and technology*, 44(23), 2577-2641.

Pignatello, J. J., Oliveros, E., & MacKay, A. (2006). Advanced oxidation processes for organic contaminant destruction based on the Fenton reaction and related chemistry. *Critical reviews in environmental science and technology*, 36(1), 1-84.

Pinheiro, R., & Wagner, G. (2001). *Upgrading water treatment plants*. CRC Press.

Praveena, V. D., & Kumar, K. V. (2013, July). Synthesis and characterization of chitosan based silver nano composite system for antibacterial applications. In *International Conference on Advanced Nanomaterials & Emerging Engineering Technologies* (pp. 76-79).

Puente-Córdova, J. G., Reyes-Melo, M. E., López-Walle, B., Miranda-Valdez, I. Y., & Torres-Castro, A. (2022). Characterization of a magnetic hybrid film fabricated by the in-situ synthesis of iron oxide nanoparticles into ethyl cellulose polymer. *Cellulose*, 29(7), 3845-3857.

Silva, A., Monge, S. B., Bengoa, C., Torres-Pinto, A., & Ribeiro, R. S. (2018). Manual técnico sobre procesos de oxidación avanzada aplicados al tratamiento de aguas residuales industriales.

- Ternes, T., Joss, A., & Oehlmann, J. (2015). Occurrence, fate, removal and assessment of emerging contaminants in water in the water cycle (from wastewater to drinking water). *Water Research*, 72, 1-2.
- Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A. V., Olivier, J. P., Rodriguez-Reinoso, F., Rouquerol, J., & Sing, K. S. (2015). Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). *Pure and applied chemistry*, 87(9-10), 1051-1069.
- UNEP, A. (2016). A snapshot of the world's water quality: towards a global assessment. *Nairobi, United Nations Environment Programme*.
- Von Gunten, U. (2003). Ozonation of drinking water: Part II. Disinfection and by-product formation in presence of bromide, iodide or chlorine. *Water research*, 37(7), 1469-1487.
- Resnauer, A. C. (2014). *Elaboração de material didático para Materiais compósitos*, Universidade Tecnológica Federal do Paraná.
- Rezgui, S., Díez, A. M., Monser, L., Adhoum, N., Pazos, M., & Sanromán, M. Á. (2022). Magnetic TiO₂/Fe₃O₄-chitosan beads: a highly efficient and reusable catalyst for photo-electro-fenton process. *Catalysts*, 12(11), 1425.
- Richardson, S. D., & Ternes, T. A. (2018). Water analysis: emerging contaminants and current issues. *Anal. Chem*, 90(1), 398-428.
- Rinaudo, M. (2006). Chitin and chitosan: Properties and applications. *Progress in polymer science*, 31(7), 603-632.
- Rhim, J. W., Hong, S. I., & Ha, C. S. (2009). Tensile, water vapor barrier and antimicrobial properties of PLA/nanoclay composite films. *LWT-Food Science and Technology*, 42(2), 612-617.
- Rodríguez, R., Paz, A., Pereira, M., & Gutiérrez, D. (2012). Conformado de un material denso-poroso a base de alúmina: desarrollo del proceso. *Universidad, Ciencia y Tecnología*, 16(62), 47-53.

- Rodriguez, Z. Z., Núñez, R. G., Lepe, M. O. V., Gudiño, P. O., & Martínez, M. R. A. (2019). Preparación y caracterización de materiales reforzados de polietileno y fibras de carbono por termocompresión. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 20(5), 236-245.
- Ruel-Gariepy, E., & Leroux, J. C. (2004). In situ-forming hydrogels—review of temperature-sensitive systems. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 58(2), 409-426.
- Sandoval, P. R., & Arévalo, M. I. (2020). Los materiales biodegradables, una alternativa a la contaminación de los polímeros sintéticos. *Revista de la Escuela de Ingenierías y Tecnologías Unimonserate*, (1), 29-37.
- Sen, R., Jain, P., Patidar, R., Srivastava, S., Rana, R. S., & Gupta, N. (2015). Synthesis and characterization of nickel ferrite (NiFe₂O₄) nanoparticles prepared by sol-gel method. *Materials Today: Proceedings*, 2(4-5), 3750-3757.
- Schwertmann, U., & Cornell, R. M. (1991). Iron oxides in the laboratory.
- Shannon, M. A., Bohn, P. W., Elimelech, M., Georgiadis, J. G., Mariñas, B. J., & Mayes, A. M. (2008). Science and technology for water purification in the coming decades. *Nature*, 452(7185), 301-310.
- Shin, J. H., Yang, J. E., Park, J. E., Jeong, S. W., Choi, S. J., Choi, Y. J., & Jeon, J. (2022). Rapid and efficient removal of anionic dye in water using a chitosan-coated iron oxide-immobilized polyvinylidene fluoride membrane. *ACS omega*, 7(10), 8759-8766.
- Silva, M., Santana, I., Henrique, M., Neves, N., Silva, F. S., Rodríguez-Díaz, J. M., & Napoleão, D. (2024). Degradation of aqueous mixture of textile dye via photo-Fenton process using bacterial cellulose/iron nanocomposite as catalyst. *Engenharia Sanitaria e Ambiental*, 29, e20240064.

- Sing, K. S. (1985). Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984). *Pure and applied chemistry*, 57(4), 603-619.
- Sirajudheen, P., & Meenakshi, S. (2019). Facile synthesis of chitosan-La³⁺-graphite composite and its influence in photocatalytic degradation of methylene blue. *International journal of biological macromolecules*, 133, 253-261.
- Sajjala, S. R., & Sairam, V. (2020). De-Colorization of Sudan IV Dye Solution by Solar Photo Fenton and TiO₂ Mediated Solar Photo Fenton Processes: A Comparative Study. *International Journal of Advanced Research in Engineering and Technology*, 11(6).
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2019). Textbook “principles of instrumental analysis”. *Cengage learning*.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Nieman, T. A. (2001). *Principios de análisis instrumental* (Vol. 5, pp. 614-633). Madrid: McGraw-Hill.
- Stupenengo, F. (2011). Materiales y materias primas. *Buenos Aires: Instituto Nacional de Educación Tecnológica*.
- Sposito, G. (2008). *The chemistry of soils*. Oxford university press.
- Vázquez, E., Duarte, L., López-Saucedo, F., Flores-Rojas, G. G., & Bucio, E. (2020). Cellulose-based antimicrobial materials. In *Advanced Antimicrobial Materials and Applications* (pp. 61-85). Singapore: Springer Singapore.
- Wang, Y., Chang, Y., Yu, L., Zhang, C., Xu, X., Xue, Y., ... & Xue, C. (2013). Crystalline structure and thermal property characterization of chitin from Antarctic krill (*Euphausia superba*). *Carbohydrate polymers*, 92(1), 90-97.
- Welz, B., & Sperling, M. (2008). *Atomic absorption spectrometry*. John Wiley & Sons.
- Wu, W., He, Q., & Jiang, C. (2008). Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis and surface functionalization strategies. *Nanoscale research letters*, 3(11), 397.

- Xu, Z., Liu, C., Wei, J., & Sun, J. (2012). Effects of four types of hydroxyapatite nanoparticles with different nanocrystal morphologies and sizes on apoptosis in rat osteoblasts. *Journal of Applied Toxicology*, 32(6), 429-435.
- Yagub, M. T., Sen, T. K., Afroze, S., & Ang, H. M. (2014). Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: a review. *Advances in colloid and interface science*, 209, 172-184.
- Yaman, C., & Gündüz, G. (2015). A parametric study on the decolorization and mineralization of CI Reactive Red 141 in water by heterogeneous Fenton-like oxidation over FeZSM-5 zeolite. *Journal of Environmental Health Science and Engineering*, 13(1), 7.
- Zaidi, N. S., Sohaili, J., Muda, K., & Sillanpää, M. (2014). Magnetic field application and its potential in water and wastewater treatment systems. *Separation & Purification Reviews*, 43(3), 206-240.
- Zhou, W., & Wang, Z. L. (Eds.). (2007). *Scanning microscopy for nanotechnology: techniques and applications*. Springer science & business media.
- Zhou, Y., Yu, M., Zhang, Q., Sun, X., & Niu, J. (2022). Regulating electron distribution of Fe/Ni-N4P2 single sites for efficient photo-Fenton process. *Journal of hazardous materials*, 440, 129724.
- Zivari-Ghader, T., Hamishehkar, H., Shokouhi, B., Kosari-Nasab, M., Farahpour, M. R., Memar, M. Y., ... & Mehrali, M. (2024). Chitosan-Alginate Hydrogel Enriched with Hypericum perforatum Callus Extract for Improved Wound Healing and Scar Inhibition. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 16(49), 67344-67361.
- Zollinger, H. (2003). *Color chemistry: syntheses, properties, and applications of organic dyes and pigments*. John Wiley & Sons.